Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

N

Колодко Добрыня Вячеславич

Комбинированная методика корпускулярной диагностики и оптической эмиссионной спектроскопии для определения ионных потоков из низкотемпературной плазмы

01.04.08 – Физика плазмы

ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

Диссертации на соискание ученой степени

Кандидата физико-математических наук

Москва – 2022

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель:	Казиев Андрей Викторович кандидат физико-математических наук, научный сотрудник кафедры физики плазмы НИЯУ МИФИ
Официальные оппоненты:	Окс Ефим Михайлович, д.т.н., проф., ТУСУР
	Метель Александр Сергеевич, д.фм.н., проф., МГТУ Станкин
	Григорьев Василий Юрьевич, к.фм.н., ООО «ЛВТ»

2022 г. 17:00 Зашита состоится «14» сентября В на заседании диссертационного совета МИФИ.01.04 Федерального государственного образовательного автономного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <u>http://ds.mephi.ru</u> Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Автореферат разослан «____» ____ 2022 г.

Отзывы и замечания по автореферату в одном экземпляре, заверенные печатью, просьба высылать по вышеуказанному адресу на имя ученого секретаря диссертационного совета.

Ученый секретарь диссертационного совета, кандидат физико-математических наук

Д. Краснов В.В.

Общая характеристика работы

Актуальность темы исследования

Мировые исследования низкотемпературной плазмы, начавшиеся в прошлом веке, стимулировали изучение возможности ее технологического использования. Сегодня низкотемпературная плазма газовых разрядов находит широкое применение во многих отраслях промышленности, в особенности там, где речь идет о модификации поверхности. К таким процессам относятся обработка поверхности для упрочнения, очистки, получения заданного рельефа, а также создание покрытий с определенными механическими, электрическими и оптическими свойствами. Эффективность этих процессов во многом зависит от величин потоков заряженных частиц различных сортов из плазмы на обрабатываемую поверхность.

Для мониторинга процессов плазменной обработки поверхности широко применяются различные способы диагностики, прежде всего зондовые методы, анализ состава рабочего газа и методы оптической эмиссионной спектроскопии (ОЭС). Эти методы позволяют определять электронные температуру и плотность, а также проводить качественный анализ состава плазмы. Однако ни один из перечисленных методов не позволяет напрямую измерять потоки ионов разных сортов из плазмы. Количественное измерение ионных потоков может быть осуществлено только с помощью корпускулярной диагностики, которая требует применения сложного и дорогостоящего оборудования и сравнительно редко применяется В технологических установках. Определение связи между потоками различных ионов и параметрами плазмы позволит упростить задачу измерения потоков и использовать для этой цели более доступные в реализации оптические методы.

основу комбинированной Эта связь может лечь В методики корпускулярной диагностики и оптической эмиссионной спектроскопии, которую можно будет использовать осуществления хорошо ЛЛЯ контролируемых и воспроизводимых технологических процессов.

Цели и задачи диссертационной работы

Целью данной работы является разработка и апробация методики определения состава низкотемпературной плазмы и ионных потоков средствами комбинированной корпускулярной и оптической диагностики. Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

- 1. Проведен расчет слоя на границе холодной многокомпонентной слабостолкновительной нетермализованной плазмы со стенкой.
- Предложен новый способ определения компонентного состава ионных потоков из плазмы методом калибровки ОЭС по данным, получаемым корпускулярной диагностикой.
- Разработан и создан масс-анализатор для корпускулярной диагностики потоков заряженных частиц из низкотемпературной плазмы низкого давления.
- 4. На примере плазмы высокочастотного индукционного (ВЧИ) разряда исследована взаимосвязь между результатами оптической и корпускулярной диагностик и проведена апробация разработанной методики для применения в плазме газовых разрядов в смесях:
 - инертных газов Не/Ne с близкой по величине энергией ионизации;
 - инертных газов He/Ar;
 - инертного Ar и химически активного N₂.

Научная новизна

Предложена новая методика измерения состава многокомпонентной низкотемпературной плазмы низкого давления и потоков заряженных частиц из нее, основанная на комбинации корпускулярного и оптического методов диагностики плазмы, которая позволит упростить задачу измерения потоков и использовать для этой цели более доступные в реализации оптические методы.

Впервые, на примере ВЧИ разряда, продемонстрирована применимость комбинированной методики определения ионных потоков из

многокомпонентной низкотемпературной плазмы по отношениям интенсивностей оптических линий соответствующих им элементов.

Теоретическая значимость работы заключается в создании научных основ комбинированного метода диагностики корпускулярных потоков из низкотемпературной многокомпонентной плазмы по данным ОЭС, а также в важности результатов исследования для разработки и верификации физических моделей газового разряда низкого давления, в особенности, многокомпонентной плазмы.

Практическая значимость работы заключается в том, что разработанная методика и данные, полученные в результате исследования, могут быть использованы:

- для получения информации об абсолютных величинах потоков ионов разных сортов и о компонентном составе низкотемпературной плазмы газовых разрядов низкого давления;
- для повышения точности обработки результатов зондовых измерений концентрации ионов в плазме с двумя сортами газа;
- при поиске оптимальных режимов работы технологических установок с газовыми разрядами низкого давления, применяемых для обработки материалов;
- при создании высокоэффективных источников ионных потоков.

В работе также определены соотношения потоков ионов в плазме ВЧИ разряда, релевантные для процессов плазменной модификации материалов: азотирования, создания наноструктурированного вольфрама. Полученные результаты использовались для разработки технологий плазменного упрочнения поверхности изделий из титановых сплавов (Патент РФ № 2671026) и сталей (Патент РФ № 2686397).

Положения, выносимые на защиту

1. Новая методика определения абсолютных значений состава ионных потоков и концентрации ионов разных сортов внутри оптически

прозрачной низкотемпературной многокомпонентной плазмы низкого давления на основе комбинации корпускулярной диагностики и оптической эмиссионной спектроскопии.

- Конструкция масс-анализатора для измерения потоков заряженных частиц из низкотемпературной плазмы, позволяющего нивелировать вносимые им возмущения благодаря малым размерам экстрактора и возможности устанавливать потенциал входной диафрагмы близким к потенциалу плазмы.
- 3. Впервые для ВЧИ разряда в Не с примесями Ne и Ar определено, что характер зависимости концентрации ионов разных сортов в плазме от соотношения парциальных давлений соответствующих им газов существенно нелинейный, причем отличие от линейности тем больше, чем больше разница в энергии ионизации.
- 4. Впервые показано, что для ВЧИ разряда в Не с примесями Ne и Ar отношение оптических интенсивностей линий и потоков соответствующих им ионов монотонно зависит от доли примесного инертного газа в смеси и практически не меняется в случае, когда концентрации ионов разных газов в плазме близки друг к другу.
- 5. На примере ВЧИ разряда продемонстрировано, что добавление к инертному плазмообразующему газу химически активной примеси (N₂) приводит к медленно протекающему изменению состава ионных потоков и оптических интенсивностей, в течение которого применение предложенной методики количественного анализа состава плазмы некорректно.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность научных результатов обусловлена их повторяемостью, а также сопоставлением экспериментальных данных и результатов компьютерного моделирования. Основные результаты диссертации были представлены на следующих международных и всероссийских конференциях:

- XLVIII Международная Звенигородская конференция по физике плазмы и управляемому термоядерному синтезу – Звенигород, 2021;
- XXIII конференция «Взаимодействие плазмы с поверхностью» Москва, 2020;
- 3. 3rd European Conference on Plasma Diagnostics Лиссабон, Португалия, 2019;
- 4. V Международная конференция ЛаПлаз Москва, 2019;
- 5. XXIV International Conference on Ion-Surface Interactions Москва, 2019;
- 6. 14th International Conference "Gas Discharge Plasmas and Their Applications" Томск, 2019;
- 7. 6th International Congress Energy Fluxes and Radiation Effects Томск, 2018;
- XI Конференция «Современные средства диагностики плазмы и их применение» – Москва, 2018;
- 9. IV Международная конференция ЛаПлаз Москва, 2018;
- 10. The 17th International Conference on Ion Sources Женева, Швейцария, 2017;
- 11.27th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV) Сучжоу, Китай, 2016;
- 12.11th International Conference on Open Magnetic Systems for Plasma Confinement – Новосибирск, 2016;
- 13.XIX Conference on Plasma Surface Interactions Москва, 2016;
- 14.5th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects Томск, 2016;
- 15.II Conference on Plasma and Laser Research and Technologies Москва, 2016;
- 16.18th Conference on Plasma-Surface Interactions, PSI Москва, 2015;
- 17.20th International Workshop on Beam Dynamics and Optimization (BDO) Санкт-Петербург, 2014.

Публикации

Материалы диссертации опубликованы в 12 печатных работах в рецензируемых журналах [1-12] 9 из них в журналах, индексируемых в базах Scopus и Web of Science, 3 работы опубликованы в журналах из перечня ВАК. Получены 2 патента на изобретения [13-14].

Личный вклад автора

Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены и разработаны автором лично, либо при его непосредственном участии. Автор участвовал в постановке, проведении и обработке результатов всех экспериментов. Компьютерное моделирование и обработка его результатов, а также обработка экспериментальных данных выполнены лично автором.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и библиографии. Общий объем диссертации составляет 121 страницу, включая 81 рисунок, 4 таблицы. Библиография содержит 86 наименований.

Содержание работы

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована цель и аргументирована научная новизна исследований, показана теоретическая и практическая значимость полученных результатов, представлены выносимые на защиту научные положения.

В первой главе на основе литературных данных приведен аналитический обзор современного состояния проблемы диагностики низкотемпературной плазмы. Показано, что абсолютные величины потоков ионов разных сортов из плазмы зачастую играют определяющую роль в процессах взаимодействия плазмы с поверхностью. Так, при модификации поверхности от ионных потоков зависят фазовый состав и стехиометрия формируемого слоя. Информация о потоках необходима для точного контроля условий облучения в экспериментах, посвященных изучению взаимодействия плазмы с

поверхностью материалов термоядерных установок в лабораторных установках с низкотемпературной плазмой.

Детально рассмотрены основные методы диагностики, применяемые в технологических установках с плазмой низкого давления: электрические зонды, анализ состава рабочей газовой смеси, оптическая эмиссионная спектроскопия (ОЭС), корпускулярная диагностика потоков заряженных частиц. Определены возможности и ограничения каждого из методов. Каждая из рассмотренных диагностик по отдельности дает лишь небольшую часть информации об общей системе «плазма — слой — твердое тело». Оптическая диагностика в первую очередь говорит об объемных свойствах плазмы, в то время как корпускулярная — только о потоках частиц из плазмы. Это схематически изображено фиолетовыми стрелками на рисунке 1. Для адекватного сравнения данных, полученных ОЭС и корпускулярным методом, требуется выполнение следующих условий: анализируемая плазма должна быть прозрачной, двойной оптически слой быть должен слабостолкновительным, а также необходимо иметь представление 0 возможном составе рабочего газа.



Рисунок 1 – Взаимосвязь измеряемых данных ОЭС, корпускулярной диагностики, потоков и концентраций компонентов плазмы: *n*∗, *n*_e, *n*_i – плотности возбужденных атомов, электронов, ионов, соответственно; Г_e, Γ_i – потоки электронов, ионов из плазмы

ОЭС в наиболее простом и распространенном виде — это нелокальный метод, определяющий свечение плазмы в первую очередь из наиболее яркой области плазмы (где концентрация наибольшая). С другой стороны, корпускулярный метод позволяет измерять формирующиеся в слое потоки заряженных частиц и не говорит напрямую о концентрациях разного рода частиц вне слоя. Чтобы адекватно описать систему, имея лишь один из указанных методов диагностики, необходимо выяснить связь между составом плазмы и потоками частиц из нее. Аналитическое решение системы уравнений, описывающих структуру слоя на границе плазмы и твердого тела, было представлено в работе Бома [15]. Позже были предложены модели и решения, учитывающие несколько ионных компонентов [16-18]. Распределения потенциала концентраций заряженных И частиц В плазмой образованном многокомпонентной слое описываются уравнениями 1-6 [18].

$$\frac{d}{dx}(n_1v_1) = 0\tag{1}$$

$$\frac{d}{dx}(n_2v_2) = 0 \tag{2}$$

$$v_1 \frac{dv_1}{dx} + v_1 v_1 = \frac{eZ_1 E}{M_1}$$
(3)

$$v_2 \frac{dv_2}{dx} + v_2 v_2 = \frac{eZ_2 E}{M_2}$$
(4)

$$\frac{dn_e}{dx} = \frac{en_e E}{kT_e} \tag{5}$$

$$\frac{dE}{dx} = \frac{e(Z_1n_1 + Z_2n_2 - n_e)}{\varepsilon_0} \tag{6}$$

где n_i – концентрация частиц, v_i – скорость частиц, v_i – частота столкновений, e – элементарный заряд, Z_i – зарядность иона, M_i – масса иона, E – напряженность, T_e – электронная температура, k – постоянная Больцмана, ε_0 – электрическая постоянная. В центре плазмы концентрация равна n_0 , потенциал 0. Положение стенки определяется по достижению локального потенциала, равного 2-3 *kT_e/e*, либо если его величина сравнивается с экспериментально определенным потенциалом плазмы.

Для более корректного представления передачи импульса при столкновениях следует учитывать тот факт, что в модели используется два рода частиц. Таким образом, необходимо вводить дополнительные коэффициенты, учитывающие массу и количество частиц разного рода, при этом уравнение (3) приобретает вид:

$$v_1 \frac{dv_1}{dx} + v_1 \left(\frac{p_1}{p} \frac{M_1}{M_1} v_{11} + \frac{p_2}{p} \frac{M_2}{M_1} v_{12}\right) = \frac{eZ_1 E}{M_1}$$
(7)

где *p*_i, *p*, - парциальные и суммарное давления, v_{ij} – частоты столкновений частиц.

Модель применима при если: функции распределения электронов по энергиям (ФРЭЭ) мааксвелловское и температура разного рода ионов одинакова. Рассчитанные описанным методом распределения концентраций частиц в слое для He/Ne плазмы представлены на рисунке 2.



Рисунок 2 – Вычисленные концентрации заряженных частиц в многокомпонентной плазме

Расчет по предложенной модели 1-7 может быть использован вместо классической формулы Бома для вычисления концентрации плазмы по результатам зондовых измерений в совокупности с измеренными ионными потоками. Этот метод значительно повышает корректность обработки

экспериментальных данных, поскольку учитывает наличие в плазме ионов разной массы.

Таким образом, практическая задача состоит в нахождении корреляции данных, полученных методами оптического и корпускулярного анализа плазмы. Комбинирование этих двух диагностик позволит сопоставить оптические спектры с опорными измерениями компонентного состава плазмы, что даст возможность применять менее затратный метод оптической диагностики для определения потоков ионов из плазмы.

Во второй главе рассмотрены технические требования для реализации корпускулярной диагностики. В частности, рассмотрены следующие способы разделения потока заряженных частиц на составляющие: сепарация в электрическом, магнитном, скрещенных электрическом и магнитном полях, а также при пролете бесполевого промежутка. Обоснован выбор магнитного секторного масс-сепаратора в качестве основы масс-анализатора. Проведен литературный анализ современных решений и результатов измерений методами корпускулярной диагностики.

По результатам литературного обзора можно сделать вывод, что в настоящий момент времени не существует удобной методики для измерения ионных потоков частиц разного сорта из низкотемпературной плазмы, но есть большая потребность в их определении. Эту проблему можно решить с помощью нового комбинированного метода.

В третьей главе описано оборудование, на котором были проведены эксперименты по диагностике состава и параметров плазмы, потоков ионов разных сортов из плазмы и оптического излучения ее компонентов.

Представлены результаты расчета в программном комплексе COMSOL Multiphysics и конструирования системы экстракции и фокусировки заряженных частиц. Первым этапом было моделирование электростатических полей и траекторий движения заряженных частиц (рисунок 3). Конструкция экстрактора с ионно-оптической системой из трех электродов представлена на рисунке 3. Диаметр наконечника составляет 10 мм.

В разработанной конструкции первая, обращенная к плазме диафрагма изолирована от корпуса, что позволяет обеспечить независимое измерение плотности тока из плазмы. Фокусирующее напряжение на второй диафрагме находится в диапазоне от -10 до -150 В относительно потенциала первой диафрагмы. Изоляция между заземленным корпусом и третьей диафрагмой позволяет подавать на нее ускоряющий потенциал до 2000 В.



Рисунок 3 – а) конструкция экстрактора: 1 – первая (входная) диафрагма, 2 – вторая (фокусирующая) диафрагма, 3 – третья (ускоряющая) диафрагма, 4 – заземленный корпус; б) профиль пучка в ионно-оптической системе

Описан применяемый магнитный масс-сепаратор. Измерены его характеристики с использованием ионного источника. На рисунке 4 представлены полученные спектры, из которых видно, что разрешение сепаратора достигает 30.

Этот масс-анализатор применялся для апробации разработанной методики в плазме ВЧИ разряда низкого давления (10⁻⁴ - 10⁻² Topp). Работа требовала проведения комплексных систематических измерений параметров плазмы и ионных потоков, включающих зондовый, корпускулярный, оптический методы диагностики. Схема ВЧИ стенда представлена на рисунке 5. ВЧИ разряд характеризуется хорошими однородностью и изотропностью параметров в объеме, занимаемом плазмой. Этот вид плазмы позволяет работать в широких диапазонах параметров, таких как состав и давление рабочей смеси, температура и концентрация электронов.



Рисунок 4 – Масс-спектр ионного потока, полученный с помощью созданного масс-анализатора

Благодаря небольшим размерам экстрактора вносимые им возмущения малы. Экспериментальный стенд позволяет проводить одновременное измерение масс-спектров рабочего газа (квадрупольным масс-анализатором) и потока ионов из плазмы (секторным магнитным масс-анализатором), а также оптических эмиссионных спектров плазмы (многоканальным спектрометром), электронной температуры и концентрации плазмы (зондом Ленгмюра).



Рисунок 5 – Схема ВЧИ стенда

В четвертой главе описаны эксперименты, проведенные на установке с ВЧИ разрядом. Первая серия экспериментов посвящена исследованию зависимости соотношения потоков ионов из многокомпонентной плазмы от потенциала смещения, приложенного ко входной диафрагме экстрактора. При этом соотношение потоков ионов разных сортов из плазмы не зависит от приложенного к первой диафрагме потенциала смещения. Контроль параметров плазмы для этой и последующих серий экспериментов проводился с помощью одиночного зонда Ленгмюра.

Для иследования взаимосвязи методов оптической, эмиссионной и корпускулярной диагностик плазмы были проведены эксперименты по определению состава потоков ионов и оптических спектров для разных газовых смесей. Для этих экспериментов были выбраны смеси из инертных газов He/Ne и He/Ar. Использование инертных газов гарантирует отсутствие в соединений И плазме молекулярных позволяет не учитывать плазмохимические превращения. Также можно считать, что при малой температуре ионов и нейтралов, малом давлении и отсутствии химических реакций процессы возбуждения и ионизации частиц одного сорта не зависят от наличия других тяжелых компонентов.

Вначале были проведены эксперименты с добавлением примеси неона в гелий. Потенциал ионизации у этих газов относительно близок по величине $(U_i(\text{He}) = 24,6 \text{ >B}, U_i(\text{Ne}) = 21,6 \text{ >B})$. На рисунке 6 представлена зависимость доли ионов неона в общем потоке из гелий-неоновой плазмы от состава рабочей смеси газов. Также на рисунке 6 показана расчитанная доля ионов неона в плазме при условии, что ионные температуры Не и Ne равны.

Из рисунка 6 видно, что во всем диапазоне доля ионов в потоке равна доле газа в смеси. Одновременно с масс-спектрами были измерены оптические эмиссионные спектры He/Ne плазмы. Чтобы нивелировать эффект изменения оптических свойств системы измерения, изучалось отношение интенсивностей (*I*) оптических спектральных линий Ne к He $\varepsilon = I(Ne) / I(He)$. Линии ионов гелия и неона имеют слишком маленькую интенсивность. Тем не

менее, поскольку плазма находится в стационарном состоянии, для ее анализа можно использовать линии других частиц того же элемента.



Рисунок 6 – Зависимость доли ионов неона в плазме He/Ne и потоке из нее от состава рабочей смеси

Для демонстрации ниже были выбраны следующие переходы (помимо этих переходов также исследовалось поведение других линий, удовлетворяющих критериям: линии изолированы, измеримы во всем диапазоне, не уходят в насыщение):

He I – 438,8 $\text{HM} - 1s5d \rightarrow 1s2p$

Ne I – 594,5 $\text{HM} - 2s^2 2p^5 ({}^2\text{P}^{\circ}_{1/2}) 3p \rightarrow 2s^2 2p^5 ({}^2\text{P}^{\circ}_{3/2}) 3s$

Зависимость отношения интенсивностей излучений, создаваемых этими переходами, от доли Ne в смеси представлена на рисунке 7, и она не совпадает с расчитанной зависимостью концентраций ионов Ne и He в плазме. Это может быть связано с тем, что с добавлением неона в состав рабочего газа меняется температура электронов или даже форма ФРЭЭ.

Для сравнения с данными, полученными корпускулярным методом, по аналогии с оптическим методом вводилось отношение потока одного рода ионов к другому: $f = \Gamma(\text{Ne}^+) / \Gamma(\text{He}^+)$, где Γ — поток ионов [см⁻²с⁻¹]. Это отношение также представлено на рисунке 7. Для определения взаимосвязи оптических и корпускулярных данных полученные зависимости разделены друг на друга – ε/f (рисунок 7).



Рисунок 7 – Зависимость є и f(a) и $\varepsilon/f(b)$ от состава рабочей смеси (He/Ne)

Видно, что можно определить отношение потоков ионов из плазмы по оптическим данным согласно формуле:

$$\varepsilon = \beta f = \beta(p_{\text{He}}, p_{\text{Ne}}) f \tag{8}$$

где β – безразмерная функция, *p*_i – парциальное давление компонентов газовой смеси.

В случае He/Ar плазмы картина существенно меняется. Из-за высокой разницы в величине потенциалов и сечений ионизации этих газов $(U_i(\text{He}) = 24,6 \text{ >B}, U_i(\text{Ar}) = 15,7 \text{ >B})$ доля ионов аргона в общем потоке из гелий-аргоновой плазмы не совпадает с его долей в рабочей смеси (рисунок 8). Как видно из рисунка 8, при содержании Ar в газовой смеси выше 12% поток ионов аргона из плазмы остается неизменным, а ионов гелия падает.



Рисунок 8 – Зависимость доли ионов аргона (черная линия) в потоке из He/Ar плазмы от состава рабочей смеси. Доля Ar⁺ в общем потоке из плазмы (синяя линия), ток Ar⁺ (красная линия)

Аналогично методике, использованной при исследовании He/Ne плазмы, определялось поведение отношения $\varepsilon = I(Ar) / I(He)$. В этом случае интенсивность спектральных линий ионов аргона достаточна высока, и их можно использовать для сравнительного анализа. Были выбраны следующие переходы:

He I – 438,8 $\text{HM} - 1s5d \rightarrow 1s2p$

Ar I – 603,2 нм –
$$3s^2 3p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2})5d \rightarrow 3s^2 3p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2})4p$$

Ar II – 480,6 нм – $3s^2 3p^4 ({}^3P)4p \rightarrow 3s^2 3p^4 ({}^3P)4s$

На рисунке 9 показаны отношения интенсивностей свечения ионизированного и возбужденного аргона к интенсивности линии возбужденного гелия.

В обоих случаях (смеси He/Ne и He/Ar) функция β монотонно убывает и имеет особенность/изгиб в области, когда концентрации ионов разных газов в плазме близки друг к другу.



Рисунок 9 – Зависимость є и f(a) и $\varepsilon/f(b)$ от состава рабочей смеси (He/Ar)

Далее была проведена апробация разработанной методики при работе с реакционным газом – азотом, что актуально для технологического применения в процессах азотирования (см. рисунок 10). Для исследования были выбраны наиболее интенсивные первая отрицательная и вторая положительная системы молекулярного азота, а также линии, удовлетворяющие условиям, указанным выше: N I – 648,4 нм – $2s^2 2p^2 ({}^{3}\text{P})4d \rightarrow 2s^2 2p^2 ({}^{3}P)3p$ N II – 399,5 нм – $2s^2 2p3p \rightarrow 2s^2 2p3s$ N₂ I – 337,1 нм – $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$ – вторая положительная система N₂ II – 427,8 нм – $B^2\Sigma_u^+ \rightarrow X^2\Sigma_g^+$ – первая отрицательная система



Рисунок 10 – Зависимость є от мощности разряда (а) и состав газа после длительной работы установки (б) в случае азотосодержащей плазмы

Резкое отклонение оптических данных от тренда в области 1500 Вт связано с образованием аммиачных соединений, которые детектировались корпускулярным методом и анализатором состава газа. Показано, что источником этих соединений служат плазмохимические реакции азота с водородосодержащими соединениями (вода, углеводороды) при длительной работе экспериментального стенда с ВЧИ разрядом.

В данном случае определение конкретного вида функции β требует учета большего числа параметров, в частности температурных условий *T*, зависящих от вкладываемой мощности *P* и времени работы установки. Для адекватного применения методики необходимо достижение стационарного состояния системы.

В заключении приведены основные результаты данной диссертационной работы:

1. Проведен расчет граничного слоя на границе со стенкой для трехкомпонентной плазмы аналитическим и численным методами.

Показано, как отличаются соотношения концентраций частиц разного рода в граничном слое и в центре плазмы.

- Разработана методика определения компонентного состава плазмы и потоков заряженных частиц из нее на основе комбинации корпускулярной диагностики и оптической эмиссионной спектроскопии.
- Разработан и создан специализированный масс-анализатор для корпускулярной диагностики низкотемпературной плазмы низкого давления.
- Разработанная методика апробирована для характеризации плазмы высокочастотного разряда в инертных газах. Показано, что потоки ионов и интенсивности излучений соответствующих им компонентов плазмы связаны эмпирическим соотношением: ε = β(p, P, T, ...) × f.
- 5. В экспериментах с добавлением реакционного газа (N₂) обнаружено влияние медленно протекающих плазмохимических процессов (накопления аммиака и его радикалов в вакуумной камере) на оптических интенсивностей соотношения И потоков ионов. Предложенная методика количественного определения состава плазмы применима только после перехода подобных процессов в стационарное состояние.

Основные публикации по теме диссертации

- Kolodko, D. V., Ageychenkov, D. G., Kaziev et al. Diagnostics of ion fluxes in low-temperature laboratory and industrial plasmas // J. Instrum. 2019. Vol. 14, № 09. P. P10005. <u>https://doi.org/https://doi.org/10.1088/1748-0221/14/10/P10005</u>
- Kaziev, A. V., Kolodko, D. V., Ageychenkov, D. G., et al. Direct ion content measurements in a non-sputtering magnetron discharge // J. Instrum. 2019. Vol. 14, № 09. P. C09004–C09004. <u>https://doi.org/10.1088/1748-0221/14/09/c09004</u>

- Mamedov, N. V., Shchitov, N. N., Kolodko, et al. Discharge Characteristics of the Penning Plasma Source // Tech. Phys. 2018. Vol. 63, № 8. P. 1129– 1136. <u>https://doi.org/10.1134/S1063784218080121</u>
- Mamedov, N. V., Sinelnikov, D. N., Kurnaev, V. A., Kolodko, D. V. et al. LEIS analysis of the W surface during water vapor adsorption // Vacuum. 2018. Vol. 148. <u>https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.11.026</u>
- Dolgov, A. N., Markov, V. G., Kolodko, D. V. et al. Diagnostic suite for study of corpuscular flow dynamics in ion-optical system of neutron tube // J. Phys. Conf. Ser. 2016. Vol. 666, № 1. P. 012023. <u>https://doi.org/10.1088/1742-6596/666/1/012023</u>
- Mamedov, N. V., Lobok, M. G., Kolodko, et al. Study of energy and masscharge spectra of ions emitted by hydrogen penning plasma source // AIP Conf. Proc. 2018. Vol. 2011. P. 2011,090003. https://doi.org/10.1063/1.5053384
- Mamedov, N. V, Kolodko, D. V, Sorokin, I. A., et al.Energy & mass-charge distribution peculiarities of ion emitted from penning source // J. Phys. Conf. Ser. 2016. Vol. 830. P. 12063. <u>https://doi.org/10.1088/1742-6596/755/1/011001</u>
- Mamedov, N. V., Kurnaev, V. A., Sinelnikov, D. N., & Kolodko, D. V. Automation of the ion-beam setup for implementing different irradiation programs // Instruments Exp. Tech. 2015. Vol. 58, № 1. P. 51–56. <u>https://doi.org/10.1134/S0020441215010066</u>
- Kolodko, D. V, Mamedov, N. V, Vizgalov, I. V et al. Increase atom/molecular ratio of the hydrogen discharge // J. Phys. Conf. Ser. 2016. Vol. 768, № 1. P. 012019. <u>https://doi.org/10.1088/1742-6596/768/1/012019</u>
- 10.Kolodko, D. V., Sinelnikov, D. N., Sorokin, I. A., & Mamedov, N. V. Corpuscular Diagnosis of the Plasma of Penning Ion Sources // Phys. At. Nucl. 2017. Vol. 80, № 11. <u>https://doi.org/10.1134/S1063778817110084</u>
- 11.Kolodko, D. V., Kaziev, A. V., Ageychenkov, D. G. et al. Mass spectroscopy of the ion flux produced during inductively coupled plasma nitriding process

// J. Phys. Conf. Ser. 2016. Vol. 830, № 1. P. 012064. https://doi.org/10.1088/1742-6596/830/1/012064

12.Kolodko, D. V., Kaziev, A. V., Ageychenkov, D. G., & Pisarev, A. A. Diagnostics of a low-pressure ICP discharge using a magnetic sector mass analyser // J. Phys. Conf. Ser. 2016. Vol. 747, № 1. P. 012018. https://doi.org/10.1088/1742-6596/747/1/012018

Патенты

- 13.Писарев А. А., Степанова Т. В., Мозгрин Д. В., Казиев А. В., Тумаркин А. В., Харьков М. М., Колодко Д. В., Леонова К. А., Дробинин В. Е. Способ комбинированного плазменного упрочнения поверхности изделий из титановых сплавов. Патент РФ № 2671026. Приоритет 17.11.2017
- 14.Писарев А. А., Степанова Т. В., Мозгрин Д. В., Казиев А. В., Тумаркин А. В., Харьков М. М., Колодко Д. В., Леонова К. А., Агейченков Д. Г. Способ формирования износостойкого покрытия на поверхности изделий из стали. Патент РФ № 2686397. Приоритет 21.12.2017

Список используемой литературы

- 15.Bohm D. Minimium ionic kinetic energy for stable sheath // The Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields / ed. Guthrie A., Wakerling K.R. MeGraw-Hill Book Company, 1949.
- 16.Franklin R.N. Joining active plasma and sheath when the plasma contains two species of positive ions // J. Phys. D. Appl. Phys. 2003. Vol. 36, № 1. P. 34–38.
- 17.Franklin R.N. The plasma-sheath and its stability in a quiescent plasma containing two species of positive ion // J. Phys. D. Appl. Phys. 2003. Vol. 36, № 15. P. 1806–1809.
- 18.Franklin R.N. The plasma–sheath and its stability in a quiescent plasma containing two species of positive ion // J. Phys. D. Appl. Phys. 2003. Vol. 36, № 15. P. 1806–1809.

Научное издание

Колодко Добрыня Вячеславич

АВТОРЕФЕРАТ диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук на тему: Комбинированная методика корпускулярной диагностики и оптической эмиссионной спектроскопии для определения ионных потоков из низкотемпературной плазмы