

УДК 533.9:537.523.5

**ЗОНДОВАЯ ДИАГНОСТИКА ПЛАЗМЫ КАТОДНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА,  
ИСПОЛЬЗУЕМОГО ДЛЯ СИНТЕЗА АЛМАЗОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ***канд. физ.-мат. наук И.П. СМЯГЛИКОВ**(НИЦ «Плазмотек» Физико-технического института НАН Беларуси, Минск);**канд. техн. наук Н.И. ЧУБРИК**(Институт физики имени Б.И. Степанова НАН Беларуси, Минск)*

*Исследуются импульсно-периодические потоки катодно-дуговой углеродной плазмы, используемые для нанесения алмазоподобных углеродных покрытий. Рассматриваемые потоки генерировались в вакууме и в атмосфере ацетилена при давлении от 0,2 до 2 Па в результате распыления графитового катода в четырехэлектродной дуговой системе с самовосстанавливающимся тонкопленочным токопроводом устройства поджига. С применением зондов Ленгмюра установлено, что подложка находится под ускоряющим плавающим потенциалом  $-15 \dots 35$  В. Функция распределения электронов по энергиям является максвелловской с температурой электронов около 50 эВ. Скорость самых высокоэнергетических электронов плазменного потока превышает 30 км/с, в то время как скорость направленного движения плазмы составляет 20 км/с в вакууме и 8 км/с в атмосфере ацетилена. При импульсном дуговом разряде в атмосфере ацетилена наблюдается существенное уменьшение энергии ионов углерода от 30 до 4 эВ по сравнению с вакуумным катодно-дуговым разрядом.*

**Введение.** Развитие современных промышленных технологий требует применения новых нетрадиционных материалов. В настоящее время наблюдается повышенный интерес к использованию материалов на основе углерода, а также к способам их получения. Алмазоподобные углеродные (АПУ) плёнки и покрытия обладают уникальными механическими, оптическими и электрофизическими свойствами. Они находят применение в машиностроении, электронике, оптике, микроэлектромеханике и медицине. Физико-химические и механические свойства алмазоподобных материалов в значительной степени зависят от способа их получения. Наилучшие результаты по получению АПУ покрытий достигнуты методами физического вакуумного осаждения из плазмы катодно-дугового разряда. Этим методом получен аморфный тетраэдрический углерод ( $\alpha$ -C) с содержанием алмазной фазы порядка 80 %.

Анализ имеющихся многочисленных работ по получению алмазоподобных пленок показывает, что все исследования направлены в основном на изучение свойств и структуры покрытий без должного внимания к процессам, протекающим при их синтезе [1]. Комплексные исследования взаимосвязи термодинамических параметров среды и свойств покрытий с установлением закономерностей процесса, характерных для различных стадий синтеза, в настоящее время отсутствуют [2].

Настоящая работа направлена на изучение сильноточного дугового разряда короткой длительности в вакууме и атмосфере ацетилена с применением зондовых методов диагностики.

**Экспериментальный комплекс.** Исследования проводились на экспериментальном комплексе «КИПр» [3], предназначенном для исследования условий плазменного осаждения алмазоподобных углеродных пленок на подложку и влияния энергетических параметров плазмы на структуру и свойства синтезируемых пленок. В состав комплекса входят импульсный плазменный ускоритель (ИПУ) [4] с магнитным сепаратором, оптико-спектральный блок многофункциональной диагностики и аппаратура компьютерной регистрации параметров плазмы. Комплекс конструктивно выполнен в виде отдельных функциональных модулей, что позволяет быстро проводить его перестройку в соответствии с требованиями конкретного эксперимента.

Импульсно-периодические потоки углеродной плазмы генерировались в вакуумной камере с остаточным давлением до  $10^{-3}$  Па с использованием четырехэлектродной системы с графитовым катодом и самовосстанавливающимся тонкопленочным токопроводом устройства поджига. Структурная схема генератора импульсной эрозионной плазмы и измерительной системы показана на рисунке 1.

В начале каждого цикла работы импульсного плазменного ускорителя производится заряд емкостных накопителей  $C_2$  (200 мкФ) и  $C_3$  (до 2500 мкФ) источниками ИП2 и ИП3 соответственно до заданного блоком управления напряжения, после чего источники ИП2 и ИП3 отключаются от емкостных накопителей. Напряжения на накопителях  $C_2$  и  $C_3$  регулируется в пределах 250...500 В. Источник питания ИП1 поддерживает на емкости  $C_1$  (15 мкФ) напряжение около 800 В.

Поджигающий импульс от блока управления, который одновременно служит импульсом синхронизации внешних устройств, открывает тиристор V. В результате формируется импульс тока поджига  $I_1$  через локализованный контакт анода А с электродом поджига I, создаваемый тонкой проводящей пленкой F из материала эрозии анода, нанесенной на поверхность расположенного между электродами изо-

лятора. Одновременно с импульсом поджига производится запуск аналогово-цифровых преобразователей (АЦП) аппаратуры компьютерной регистрации параметров импульса. Импульс поджига приводит к инъекции в пространство вблизи анода порций инициирующей плазмы, стимулирующей поддерживающий разряд между анодом и вспомогательным электродом *S*. В результате происходит резкое увеличение проводимости между катодом *C* и анодом *A*, достаточное для развития основного разряда. Энергия емкостного накопителя  $C_3$  выделяется на катоде ИПУ посредством вакуумного сильноточного дугового разряда, горящего в парах разрушающегося в микропятнах катода. Сформированный таким образом плазменный поток под действием газодинамических и электромагнитных сил ускоряется в направлении мишени *T*. Часть полученной плазмы осажается на межэлектродный изолятор, восстанавливая тем самым тонкопленочный токопровод системы поджига, после чего ИПУ готов к следующему циклу работы. Частота следования импульсов поджига устанавливается на блоке управления и может регулироваться в пределах от 0,1 до 35 Гц.

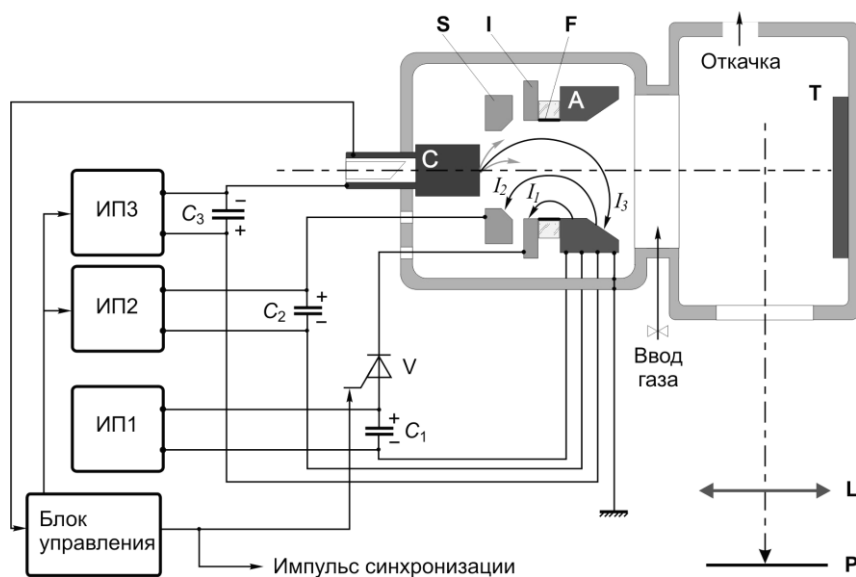


Рис. 1. Структурная схема экспериментального комплекса «КИПр». Стрелками указаны направления тока электронов поджигающего  $I_1$ , поддерживающего  $I_2$  и основного  $I_3$  разрядов

В плоскости изображения плазменного потока *P*, сформированного объективом *L*, располагаются входные щели или рабочие площадки внешних устройств, необходимых для проведения исследований. Для синхронизации работы внешних измерительных устройств с импульсным разрядом используется поджигающий импульс блока управления ИПУ.

По окончании цикла регистрации данных внешними измерительными устройствами аналогово-цифровые преобразователи этих устройств выставляют сигнал запроса прерывания. Программное обеспечение управления аппаратурой компьютерной регистрации данных перехватывает вектор прерывания и за время паузы между импульсами поджига переписывает содержимое памяти плат АЦП на жесткий диск компьютера, добавляя к записи дату и время регистрации.

Эксперименты выполнены для разряда в вакууме и в атмосфере ацетилена при давлении 0,2...2,0 Па. Емкость конденсаторной батареи основного разряда  $C_3 = 2150$  мкФ при напряжении  $U_3 = 200...400$  В; ток основного разряда  $I_3 = 4...8$  кА; длительность импульса составляла около 200 мкс, частота следования импульсов – 1...2 Гц.

**Система зондовых измерений.** Для определения локальных параметров плазмы в нестационарных импульсных системах разработана система зондовых измерений, состоящая из собственно электрических зондов, системы коммутации и регистрирующей системы. Схема измерений зондовых характеристик показана на рисунке 2.

Система зондовых измерений представляет собой металлическую линейку, на которой по всей длине расположена система отверстий, в которые непосредственно устанавливаются зонды: (зонды Ленгмюра, цилиндр Фарадея, зонд с охранным кольцом и т. д.). Показания с зондов снимаются с помощью системы вакуумных тоководов, для которой используются специальные штекеры с вакуумным уплотнением.

В настоящей работе использовались два одинаковых цилиндрических зонда (рис. 3) из нержавеющей стали диаметром 1 мм и длиной 20 мм для измерения плавающего потенциала и скорости плазменного

потока (зонд I и зонд II), а также плоский бронзовый зонд диаметром 7 мм для регистрации зондовых характеристик плазмы (зонд III). Зонды располагались вблизи оси разряда на расстояниях 220 (зонд I), 320 (зонд III) и 460 мм (зонд II).

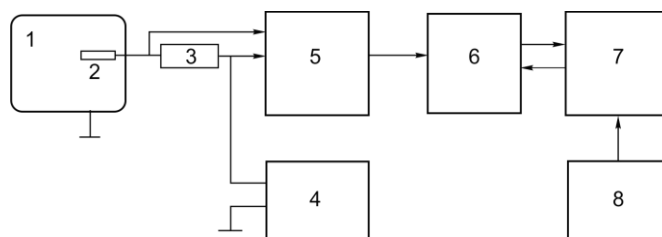


Рис. 2. Схема измерений зондовых характеристик:  
 1 – вакуумная камера; 2 – зонд; 3 – измерительный резистор; 4 – источник напряжения смещения;  
 5 – дифференциальный нормирующий усилитель; 6 – аналогово-цифровой преобразователь;  
 7 – компьютер; 8 – блок синхронизации установки

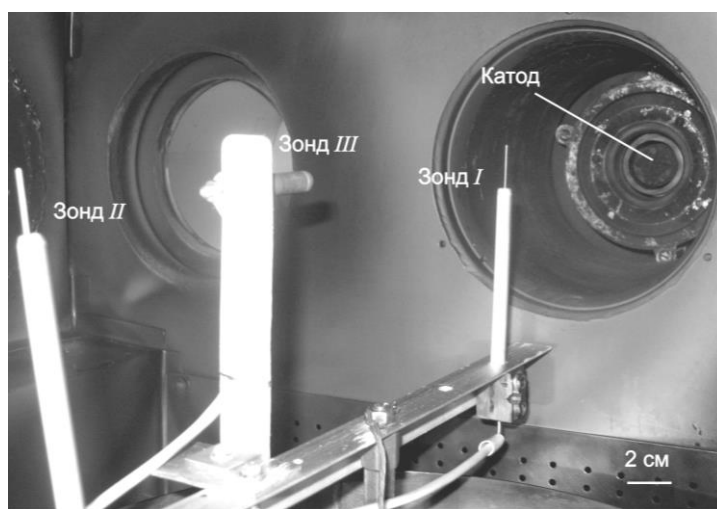


Рис. 3. Расположение электрических зондов в вакуумной камере

Измерение потенциала зонда (подложки) осуществлялось с использованием высокоомного пробника и нормирующего дифференциального усилителя. Сигнал с выхода усилителя подавался на аналогово-цифровой преобразователь с частотой преобразования  $10^7 \text{ с}^{-1}$  и далее вводился в компьютер для последующей обработки. Запуск процесса регистрации данных производился по синхроимпульсу, поступающему от блока управления плазменного генератора.

**Результаты и обсуждение.** В процессе разряда подложка подвергается воздействию заряженных частиц. Энергия этих частиц, их концентрация и заряд определяют потенциал подложки в каждой фазе разряда. Для понимания процессов, происходящих в разрядной плазме, были проведены измерения плавающего потенциала зондов известной конфигурации во время действия разрядного импульса. Характер изменения потенциала зонда во времени позволяет сделать вывод о наличии и степени поляризации плазменного потока, когда скорость самых высокоэнергетических электронов может существенно превышать скорость ионов, которая отождествляется со скоростью основного плазменного потока.

Измерения плавающего потенциала подложки  $U_f$  проведены совместно с измерением тока основного разряда  $I_3$ . Было установлено, что в течение всего времени разряда подложка находится под ускоряющим ионы потенциалом  $-15 \dots 35 \text{ В}$  [5]. Причем значение потенциала подложки практически не зависит от энергии основного разряда.

Для изучения пространственно-временного распределения потенциала изолированной подложки в плазменном потоке были проведены измерения плавающих потенциалов двух идентичных зондов I и II. На рисунке 4 приведены характерные осциллограммы плавающих потенциалов этих зондов при разряде в вакууме и ацетилене.

Анализ полученных осциллограмм показал, что на временной зависимости плавающего потенциала вблизи катода (зонд I) наблюдаются пульсации с амплитудой до 20 В и частотой 100...200 кГц, соответствующей флуктуациям интенсивности светового импульса плазмы. При этом пульсации плавающего

потенциала более выражены при разряде в вакууме. При удалении от поверхности катода (зонд II) амплитуда и частота этих пульсаций заметно снижаются, причем это снижение более сильное при разряде в ацетилене. Так, при парциальном давлении ацетилена в разрядной камере 0,2 Па амплитуда пульсаций составляет 1...5 В. Следует отметить, что плавающий потенциал на ближнем зонде начинает наводиться через 8...10 мкс и через 16...18 мкс – на дальнем, причем измеряемая временная задержка очень слабо зависит от давления ацетилена в разрядной камере. Это соответствует скорости плазменного потока от 20 до 40 км/с. Как будет показано ниже, потенциал изолированной подложки начинает наводиться сначала самыми высокоэнергетическими электронами частично поляризованного плазменного потока, а затем уже собственно плазмой.

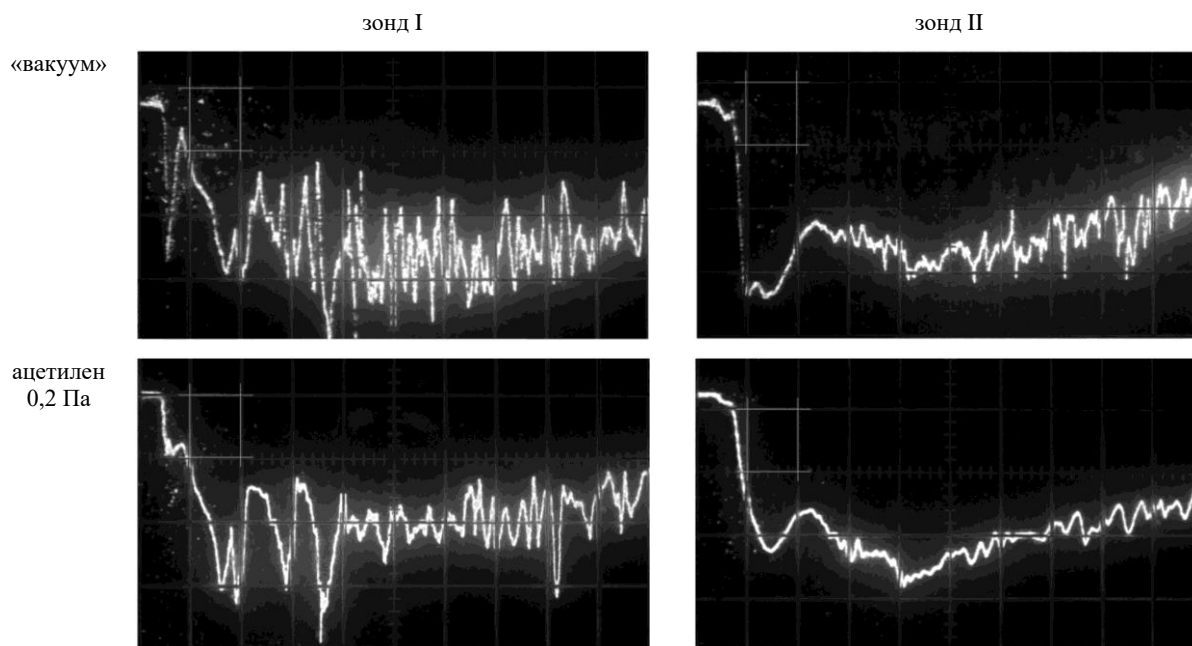


Рис. 4. Характерные осциллограммы плавающих потенциалов разноудаленных зондов при разряде в вакууме и в ацетилене (временное разрешение 20 мкс/клетку, усиление 10 В/клетку)

С целью определения функции распределения электронов по энергиям были измерены зависимости тока на зонд  $I_p$  от напряжения смещения  $U_b$  на нем. Каждый отдельный цикл регистрации производился при фиксированном напряжении конденсаторной батареи основного разряда  $U_3$ . Для повышения достоверности результатов измерения для каждого значения  $U_b$  повторялись многократно с синхронной регистрацией тока разряда. Обработка данных производилась в несколько этапов. Первоначально производился учёт параметров регистрации (положение нулевого уровня и данные калибровки измерительного тракта). Затем осуществлялось совмещение всех регистрограмм по фактическому началу тока основного разряда для исключения нестабильности момента начала разряда относительно запускающего синхроимпульса. Таким образом, получалась матрица отсчётов тока зонда при разных напряжениях смещения в различные моменты времени. Полученные после усреднения по десяти импульсам тока основного разряда для каждого значения напряжения смещения импульсы тока на зонд III представлены на рисунке 5.

Производя выборку данных, соответствующих заданным моментам времени, был получен набор зондовых характеристик для разных фаз разряда (в различные моменты времени после поджига разряда).

Электронный ток на зонд  $I_e = I_p - I_{+0}$ , где  $I_{+0}$  – ионный ток насыщения. Обработка зондовых характеристик показала, что для каждой из них существует участок, для которого зависимость логарифма  $I_e$  от напряжения смещения  $\ln(I_e) = f(U_b)$  имеет вид прямой, что свидетельствует о максвелловской функции распределения электронов по энергиям. По наклону этих прямых была найдена температура электронов из соотношения [6]:

$$T_e = \frac{e}{k} \frac{\partial \ln I_e}{\partial U_b} [K] = \left( \frac{\partial \ln I_e}{\partial U_b} \right)^{-1} [eB],$$

где  $e$  – заряд электрона;  $k$  – постоянная Больцмана.

Таким образом, функция распределения электронов в плазме является максвелловской с температурой в диапазоне  $50 \pm 5$  эВ, величина которой слабо меняется в течение всего импульса и практически не зависит от электрических параметров разряда и давления ацетилена в рабочей камере. Оценка нижнего значения концентрации электронов в плазме, выполненная по величине ионного тока насыщения с использованием формулы Бома, дает величину порядка  $10^{13} \text{ см}^{-3}$  в максимуме разрядного тока.

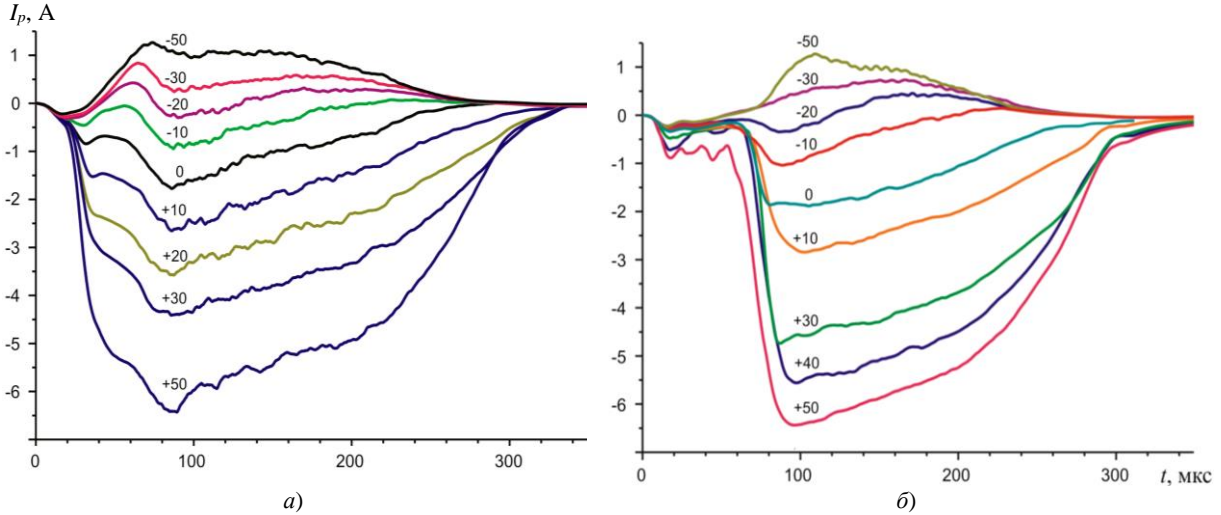


Рис. 5. Усредненные импульсы тока на зонд при разряде в вакууме (а) и в ацетилене при давлении 0,2 Па (б) (цифрами вблизи кривых указаны соответствующие значения напряжений смещения)

Для определения скорости направленного движения плазменного потока были проведены измерения токов на зонды I и II при напряжениях смещения +50 и -50 В. Результаты измерений для разряда в вакууме и в ацетилене представлены на рисунке 6.

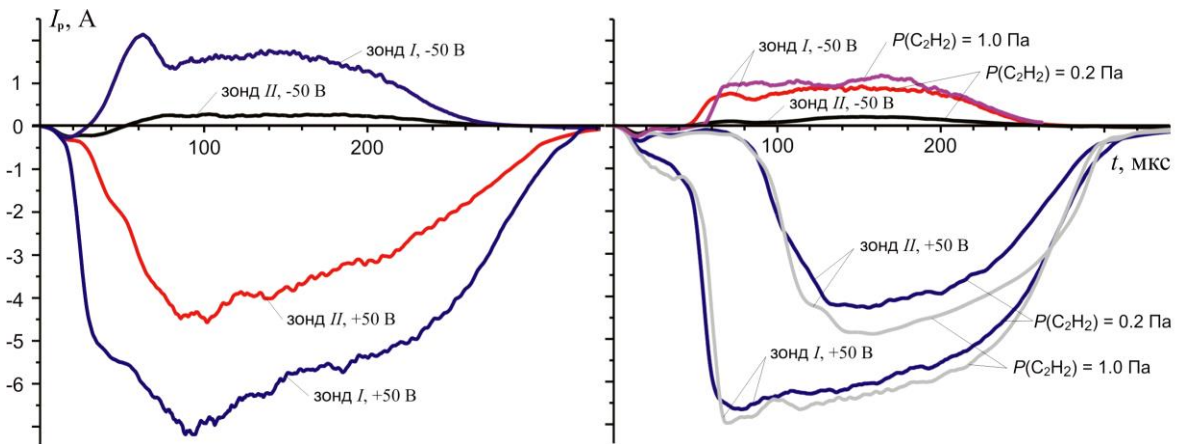


Рис. 6. Усредненные импульсы тока на зонды I и II при напряжении смещения  $\pm 50$  В в случае разряда в вакууме и в атмосфере ацетилена

Как следует из рисунка, электронный ток на оба зонда вне зависимости от напряжения смещения начинается через 5...8 мкс после старта импульса поджига. Это обусловлено самыми высокоэнергетическими электронами плазменного потока, скорость которых превышает 30 км/с.

При подлете основного плазменного потока через промежуток времени  $\delta t$  наблюдается резкое возрастание соответствующих токов на зонды. В вакууме эта задержка составляет  $\delta t_1 \sim 20$  мкс и  $\delta t_2 \sim 30$  мкс для зондов I и II соответственно. При разряде в атмосфере ацетилена соответствующие временные задержки получаются равными приблизительно 50 и 80 мкс и слабо зависят от давления ацетилена в рассмотренном диапазоне от 0,2 до 1,0 Па.

Полученные данные позволяют определить скорость направленного движения исследуемого плазменного потока, используя соотношение  $V_p = \Delta z / (\delta t_2 - \delta t_1)$ .

Таким образом, скорость плазменного потока составляет чуть более 20 км/с в вакууме и около 8 км/с в ацетилене, что соответствует энергии направленного движения ионов углерода 30 и 4 эВ соответственно.

Из полученных результатов с учетом данных температурных измерений [7] следует, что энергия теплового движения электронов значительно превосходит энергию их направленного движения, в то время как энергия направленного движения ионов заметно выше их тепловой энергии.

**Заключение.** Для получения импульсно-периодических потоков углеродной плазмы разработан четырехэлектродный электродуговой генератор с графитовым катодом и самовосстанавливающимся тонкопленочным токопроводом устройства поджига.

С использованием разработанной системы зондовых измерений показано, что в течение всего времени разряда подложка находится под ускоряющим ионы потенциалом  $-15...35$  В. При этом значение потенциала подложки практически не зависит от ее пространственного положения и от энергии основного разряда. Плавающий потенциал изолированной подложки проявляет интенсивные пульсации с амплитудой до 20 В и частотой до 200 кГц, соответствующей флуктуациям интенсивности светового импульса плазмы. При удалении от поверхности катода и повышении давления ацетилена амплитуда и частота этих пульсаций заметно снижаются. На основании зондовых измерений установлено, что функция распределения электронов по энергиям является максвелловской с температурой  $50 \pm 5$  эВ, которая слабо меняется в течение всего импульса и практически не зависит от электрических параметров разряда и давления ацетилена в рабочей камере. Скорость самых высокоэнергетических электронов плазменного потока превышает 30 км/с, в то время как скорость направленного движения плазмы составляет более 20 км/с при разряде в вакууме и около 8 км/с при разряде в атмосфере ацетилена.

Авторы выражают благодарность Н.М. Чекану и С.В. Гончарик за помощь в организации и проведении экспериментов.

Работа выполнена при частичной поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (Проект Ф12Р-190).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Robertson, J. Diamond-like amorphous carbon / J. Robertson // *Materials Science and Engineering*. – 2002. – № 37. – P. 129 – 281.
2. Grill, A. Diamond-like carbon: state of the art / A. Grill // *Diamond and Related Materials*. – 1999. – № 8. – P. 428 – 434.
3. Experimental study of a pulse plasma flow in a mode of diamond-like coating deposition / I.P. Smyaglikov [et al.] // *J. High Temperature Material Processes*. – 2006. – № 8. – Issue 4. – P. 617 – 624.
4. Electrical erosion pulsed plasma accelerators for preparing diamond-like carbon coatings / E.I. Tochitsky [et al.] // *Surface and Coating Technology*. – 1991. – № 47. – P. 522 – 527.
5. Spectroscopic and probe diagnostics of carbon plasma flows of a pulse vacuum arc / I.P. Smyaglikov [et al.] // *J. High Temperature Material Processes*. – 2010. – № 14. – Issue 4. – P. 151 – 158.
6. Schott, L. Electric probes / L. Schott. In *Plasma diagnostics*; ed. W. Lochte-Holtgreven // North-Holland Publishing Company. – Amsterdam, 1968.
7. Smyaglikov, I.P. Spectroscopic diagnostics of a pulsed arc plasma in the presence of acetylene / I.P. Smyaglikov [et al.] // *J. Vacuum*. – 2013. – № 90. – P. 165 – 169.

Поступила 27.02.2013

#### PROBE DIAGNOSTICS OF CATHODIC ARC PLASMA, USED FOR SYNTHESIS OF DIAMOND-LIKE CARBON COATINGS

**I. SMYAGLIKOV, N. CHUBRIK**

*The pulse-periodic fluxes of cathodic arc plasma in vacuum as well as in acetylene atmosphere at pressures of 0,2 to 2 Pa used for diamond-like carbon coating deposition are generated as a result of graphite cathode sputtering in the four-electrode arc system with self-recovering thin-film conductor of ignition device. With the use of Langmuir probes it was found that the substrate is under accelerating floating potential of  $-15...35$  V. The electron energy distribution function was found to be maxwellian with electron temperature of about 50 eV. Velocity of the most high-energy electrons of plasma flux exceeds 30 km/s while the velocity of directional motion of plasma amounts to 20 km/s in vacuum and 8 km/s in acetylene gas. So when applying a pulsed arc in acetylene atmosphere the noticeable decrease of carbon ions energy from 30 down to 4 eV is observed in comparison with a vacuum cathodic arc.*