

УДК 533.9:537.523.5

*И. П. СМЯГЛИКОВ, С. О. СЕЛИФАНОВ***ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ КАТОДНО-ДУГОВОЙ ЭРОЗИОННОЙ ПЛАЗМЫ  
В ПРОЦЕССЕ СИНТЕЗА АЛМАЗОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ***Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск, Беларусь,  
e-mail: ips.imaf@gmail.com*

Рассматривается катодно-дуговая углеродная плазма в вакууме и в атмосфере ацетилена при давлении от 0,2 до 2,0 Па в процессе нанесения алмазоподобных углеродных покрытий. Импульсно-периодические потоки плазмы генерировались 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 – (15–35) В. Показано, что 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.

*Ключевые слова:* плазма, ацетилен, алмазоподобные углеродные покрытия, зонд, температура электронов.

*I. P. SMYAGLIKOV, S. O. SELIFANOV***ENERGY CHARACTERISTICS OF CATHODIC ARC EROSION PLASMA  
AT SYNTHESIS OF DIAMOND-LIKE CARBON COATINGS***Physical Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus,  
e-mail: ips.imaf@gmail.com*

A cathode arc carbon plasma in a vacuum as well as in an atmosphere of acetylene at a pressure of 0.2 to 2.0 Pa during the deposition of diamond-like carbon coatings is considered. Pulse-periodic plasma fluxes are generated as a result of graphite cathode sputtering in a 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 one 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.

*Keywords:* plasma, acetylene, diamond-like carbon coatings, probe, electron temperature.

**Введение.** С развитием современных промышленных технологий наблюдается повышенный интерес к использованию материалов на основе углерода, а также к способам их получения. Алмазоподобные углеродные (АПУ) пленки и покрытия обладают уникальными механическими, оптическими и электрофизическими свойствами. Они находят широкое применение в машиностроении, электронике, оптике, микроэлектромеханике, медицине и других отраслях.

Анализ 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].

Физико-химические и механические свойства синтезируемых материалов в значительной степени зависят от используемых методов и условий их осаждения. Наилучшие результаты в дан-

ном направлении получены методом физического вакуумного осаждения из плазмы катодно-дугового разряда, позволяющим синтезировать аморфный тетраэдрический углерод ( $\alpha$ -C) с содержанием алмазной фазы порядка 80%. Однако катодно-дуговые методы имеют некоторые недостатки, ограничивающие их практическое применение: высокие внутренние напряжения результирующих покрытий, большое количество графитовых макрочастиц, узкая диаграмма направленности плазменного потока. Использование катодно-дугового разряда в атмосфере углеводородов [3, 4] позволяет увеличить скорость осаждения и снизить величину внутренних напряжений АПУ-покрытий, а также обеспечить их более равномерный рост на подложках больших размеров.

Цель настоящей статьи – изучение сильноточного дугового разряда короткой длительности в вакууме и в атмосфере ацетилена с применением зондовых методов диагностики.

**Методика эксперимента.** Исследования проводились на экспериментальном комплексе [5], предназначенном для изучения условий плазменного осаждения АПУ-пленок и влияния энергетических параметров плазмы на их структуру и свойства. В состав комплекса входят импульсный плазменный ускоритель [6] с магнитным сепаратором, оптико-спектральный блок многофункциональной диагностики и аппаратура компьютерной регистрации параметров плазмы. Комплекс конструктивно выполнен в виде отдельных функциональных модулей, что позволяет 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. Подробное описание экспериментального комплекса приведено в [5].

Эксперименты выполнены для разряда в вакууме и в атмосфере ацетилена при давлении  $P = 0,2-2,0$  Па. Емкость конденсаторной батареи основного разряда составляла  $C_m = 2150$  мкФ при напряжении  $U_m = 200-400$  В, ток основного разряда  $I_m = 4-8$  кА, длительность импульса  $150-200$  мкс, частота следования импульсов  $1-2$  Гц.

Для определения локальных параметров плазмы нестационарных импульсных разрядов разработана система зондовых измерений, состоящая из собственно электрических зондов, средств коммутации и регистрирующей системы. Показания с зондов снимались с помощью вакуумных тоководов с применением специальных штекеров с вакуумным уплотнением. В настоящей работе использовались два одинаковых цилиндрических зонда из нержавеющей стали диаметром 1 мм и длиной 20 мм для измерения плавающего потенциала и скорости плазменного потока (зонды I и 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. 1). Запуск процесса регистрации данных производился по синхроимпульсу, поступающему от блока управления плазменного генератора.

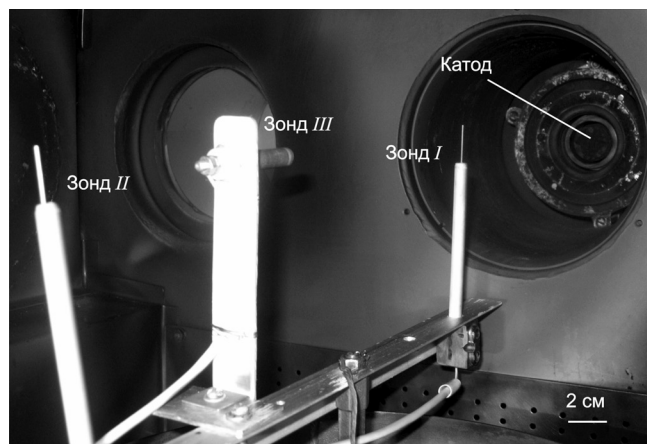


Рис. 1. Расположение электрических зондов в вакуумной камере

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

**Результаты и их обсуждение.** В процессе разряда подложка подвергается воздействию заряженных частиц, энергия, концентрация и заряд которых определяют потенциал подложки в каждой фазе разря-

да. Для понимания процессов, происходящих в разрядной плазме, проведены измерения плавающего потенциала зондов известной конфигурации во время действия разрядного импульса. Характер изменения потенциала зонда во времени позволяет сделать вывод о наличии поляризации плазменного потока, когда скорость высокоэнергетических электронов может существенно превышать скорость ионов, которая отождествляется со скоростью основного плазменного потока.

Измерения плавающего потенциала подложки  $U_f$  проведены синхронно с регистрацией тока основного разряда  $I_m$ . Установлено, что в процессе разряда подложка находится под ускоряющим ионы потенциалом  $-(15-35)$  В [7]. При этом значение потенциала подложки практически не зависит от энергии основного разряда.

Для изучения пространственно-временного распределения потенциала изолированной подложки в плазменном потоке проведены измерения плавающих потенциалов идентичных зондов  $I$  и  $II$ . На рис. 2 приведены характерные осциллограммы плавающих потенциалов этих зондов при разряде в вакууме и в ацетилене. Видно, 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 [5]. При этом пульсации плавающего потенциала более выражены при разряде в вакууме. При удалении от поверхности катода (зонд  $II$ ) амплитуда и частота этих пульсаций снижаются, что более выражено для разряда в ацетилене. При парциальном давлении ацетилена в разрядной камере 0,2 Па амплитуда пульсаций составляет 1–5 В.

Следует отметить, что плавающий потенциал начинает наводиться через 8–10 мкс на ближнем зонде и через 16–18 мкс на дальнем зонде. При этом измеряемая временная задержка практически не зависит от давления ацетилена в разрядной камере и соответствует скорости плазменного потока от 20 до 40 км/с. Как будет показано ниже, потенциал изолированной подложки наводится сначала самыми высокоэнергетическими электронами частично поляризованного плазменного потока, а затем уже собственно плазмой.

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  $U_m$ . Для повышения достоверности результатов измерения для каждого значения  $U_b$  многократно повторялись с синхронной регистрацией тока разряда. Обработка данных производилась

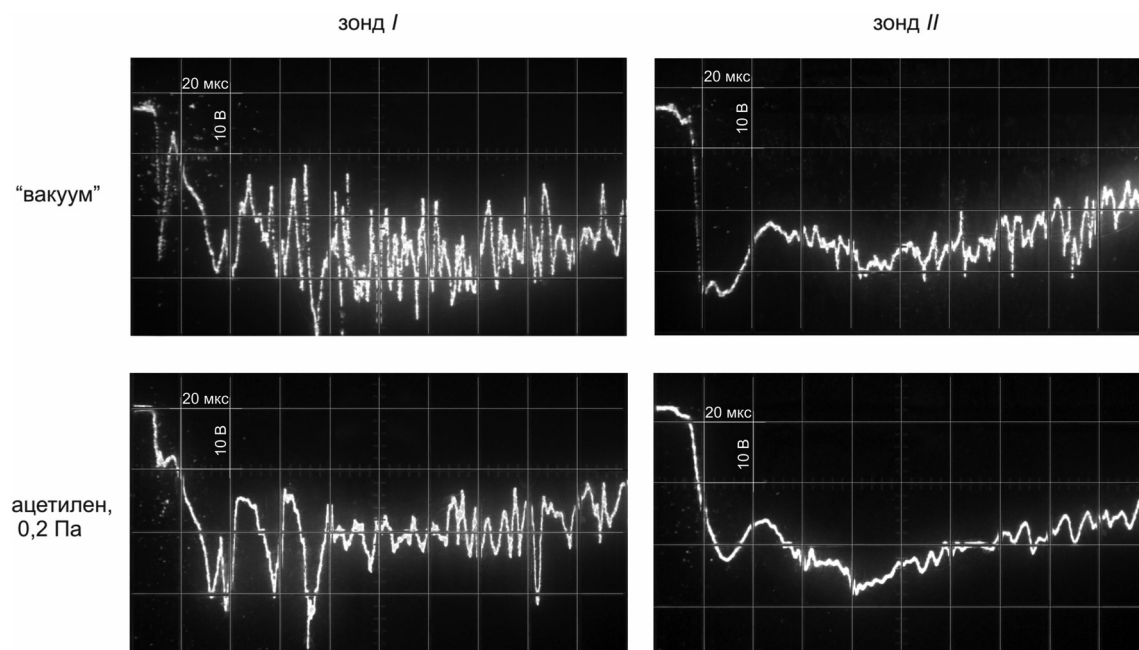


Рис. 2. Характерные осциллограммы плавающих потенциалов разноудаленных зондов при разряде в вакууме и в ацетилене

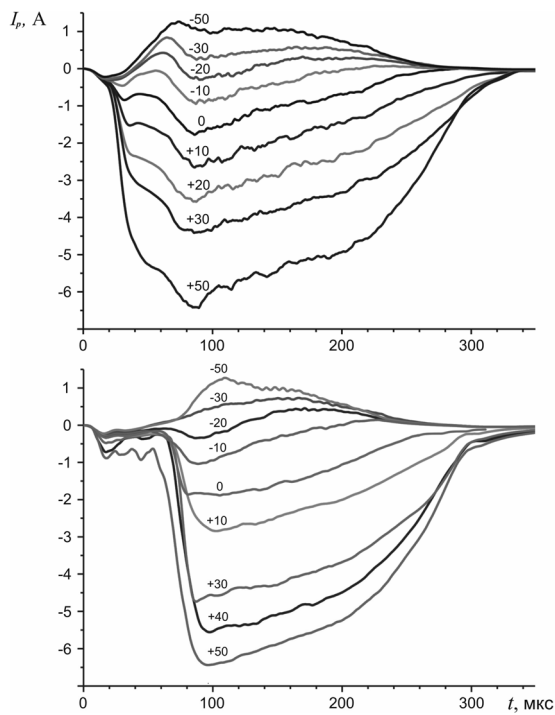


Рис. 3. Усредненные импульсы тока на зонд при разряде в вакууме (а) и в ацетилене при давлении 0,2 (б) (на кривых указаны соответствующие значения напряжения смещения в вольтах)

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.

Для определения скорости направленного движения плазменного потока 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 рис. 4. Как следует из рисунка, электронный ток на зонды вне зависимости от напряжения смещения начинает наводиться 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 соответству-

в несколько этапов. Первоначально учитывали параметры регистрации, такие как положение нулевого уровня и данные калибровки измерительного тракта. Затем совмещали все регистрограммы по фактическому началу тока основного разряда для исключения нестабильности момента старта разряда относительно запускающего синхроимпульса. Таким образом, получали матрицу отсчетов тока зонда при разных напряжениях смещения в различные моменты времени. Усредненные по десяти импульсам тока основного разряда для всех значений напряжения смещения импульсы тока на зонд III представлены на рис. 3.

При выборке данных, соответствующих заданным моментам времени, 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 найдена электронная температура плазмы  $T_e$  [8].

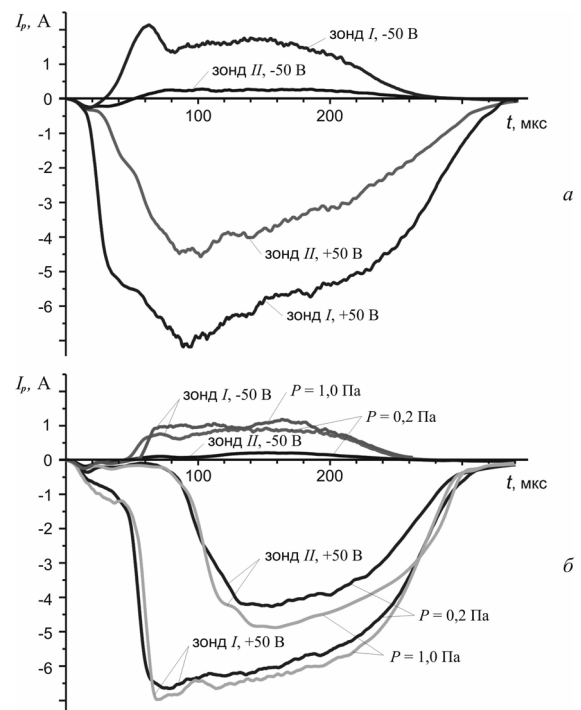


Рис. 4. Усредненные импульсы тока на зонды при напряжении смещения  $\pm 50$  В в случае разряда в вакууме (а) и в атмосфере ацетилена (б)

ющие временные задержки получаются равными приблизительно 50 и 80 мкс и слабо зависят от давления ацетилена в рассмотренном диапазоне 0,2–1,0 Па.

Полученные данные позволяют определить скорость направленного движения исследуемого плазменного потока, используя соотношение  $V_p = \Delta z / (\delta t_2 - \delta t_1)$ , где  $\Delta z$  – расстояние между зондами. Таким образом, скорость плазменного потока составляет примерно 20 км/с в вакууме и около 8 км/с в атмосфере ацетилена, что соответствует энергии направленного движения ионов углерода 30 и 4 эВ соответственно.

С использованием методов оптической эмиссионной спектроскопии установлено, что газокинетическая температура или температура тяжелой компоненты плазмы рассматриваемых плазменных потоков составляет около 0,1 эВ как для разряда в вакууме, так и в атмосфере ацетилена [9]. Таким образом, энергия теплового движения плазменных электронов превосходит энергию их направленного движения, в то время как энергия направленного движения ионов заметно выше их тепловой энергии. Кроме того, генерируемая плазма является существенно неравновесной.

**Заключение.** 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 около 50 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. При этом величина энергии направленного движения ионов в плазме значительно превосходит величину их тепловой энергии.

Авторы выражают благодарность Н. М. Чекану, И. П. Акуле и Н. И. Чубрику за помощь в организации и проведении экспериментов.

### Список использованной литературы

1. Robertson, J. Diamond-like amorphous carbon / J. Robertson // *Materials Science and Engineering*. – 2002. – Vol. 37. – P. 129–281.
2. Grill, A. Diamond-like carbon: state of the art / A. Grill // *Diamond and Related Materials*. – 1999. – Vol. 8. – P. 428–434.
3. Characterization and Application of DLC Films Produced by New Combined PVD-CVD Technique / N. M. Chekan [et al.] // *J. Korean Society for Heat Treatment*. – 2010. – Vol. 23, N. 2. – P. 75–82.
4. Hydrogenated amorphous carbon films prepared by filtered vacuum arc method with various  $C_2H_2$  pressures / S. Lee [et al.] // *Japanese J. Appl. Phys.* – 2011. – Vol. 50. – P. 01AH01–1–3.
5. 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. – Vol. 8, issue 4. – P. 617–624.
6. Electrical erosion pulsed plasma accelerators for preparing diamond-like carbon coatings / E. I. Tochitsky [et al.] // *Surface and Coating Technology*. – 1991. – Vol. 47. – P. 522–527.
7. Spectroscopic and probe diagnostics of carbon plasma flows of a pulse vacuum arc / I. P. Smyaglikov [et al.] // *J. High Temperature Material Processes*. – 2010. – Vol. 14, issue 4. – P. 151–158.
8. Schott, L. Electric probes. In: *Plasma diagnostics* / L. Schott; ed. W. Lochte-Holtgreven. North-Holland Publishing Company. – Amsterdam, 1968.
9. Spectroscopic diagnostics of a pulsed arc plasma in the presence of acetylene / I. P. Smyaglikov [et al.] // *J. Vacuum*. – 2013. – Vol. 90. – P. 165–169.

Поступила в редакцию 18.12.2015