

На правах рукописи



Золотухин Денис Борисович

**Параметры и характеристики пучковой плазмы, генерируемой в
форвакуумной области давлений электронным источником с
плазменным катодом**

01.04.04. – Физическая электроника

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Томск – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники».

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Окс Ефим Михайлович

Официальные оппоненты: Паперный Виктор Львович,
доктор физико-математических наук,
профессор, ФГБОУ ВО «Иркутский
государственный университет» (г. Ир-
кутск), заведующий кафедрой общей и
космической физики

Кривобоков Валерий Павлович,
доктор физико-математических наук,
профессор, ФГАОУ ВО «Националь-
ный исследовательский Томский поли-
технический университет» (г. Томск),
заведующий кафедрой эксперименталь-
ной физики

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджет-
ное учреждение науки Институт элек-
трофизики Уральского отделения Рос-
сийской академии наук (г. Екатерин-
бург)

Защита состоится «21» декабря 2016 г. в 15 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д 003.031.01 при Институте сильноточной электроники СО РАН по адресу: 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3, ауд. 408.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ИСЭ СО РАН.

Автореферат разослан «__» октября 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
д.ф.-м.н.

В.В. Рыжов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Низкотемпературная плазма находит множество применений, среди которых плазмохимический синтез, осаждение покрытий, модификация материалов, стерилизация медицинских изделий и инструментов. Для создания такой плазмы широко применяются газовые разряды в различных диапазонах частот и давлений. Однако, генерация плазмы с помощью газового разряда имеет ряд естественных ограничений, таких как довольно узкий диапазон давлений и прочих параметров, в которых разряд горит устойчиво, чувствительность к составу газовой среды, необходимой для устойчивого горения разряда, и, зачастую, наличие распыления электродов, а при генерации плазмы разряда в агрессивных газах возникает проблема химической стойкости электродов. Недостатки газоразрядных устройств могут быть преодолены путем создания так называемой пучковой плазмы, генерируемой инжекцией в газ ускоренного пучка электронов. Для повышения эффективности генерации пучковой плазмы оправдано повышение давления в области ее генерации, однако, до недавних пор применение традиционных источников с термокатодом для создания электронного пучка затрудняло повышение давления и ограничивало выбор рабочих газов. С появлением форвакуумных плазменных источников электронов, функционирующих при давлении 1-100 Па в атмосфере различных газов, стало возможным эффективно генерировать пучковую плазму для пучково-плазменной обработки различных полимеров, металлов и керамических материалов. До настоящей работы отсутствовали сообщения о комплексном исследовании пучковой плазмы, генерируемой источником электронов с плазменным катодом при давлениях 1-15 Па, в отсутствие удерживающего пучок и плазму продольного магнитного поля. Кроме того, недостаточно исследована газометаллическая плазма, генерируемая при электронно-лучевом испарении мишени с одновременной ионизацией испаренного материала и газа, в котором распространяется пучок. Несмотря на наличие работ по исследованию особенностей пучковой плазмы, формируемой при повышенных давлениях (св. 10 кПа), и в форвакууме (1-100 Па), отсутствуют работы по исследованию плазмы, генерируемой при инжекции электронного пучка в диэлектрическую полость, не содержащую внутри электродов. Все эти факты обусловливают актуальность настоящего исследования.

Цель работы состояла в проведении экспериментальных исследований, численного моделирования процессов генерации и

демонстрации применений пучковой плазмы, создаваемой форвакуумным источником электронов с плазменным катодом в отсутствие удерживающего пучок магнитного поля, в условиях свободного распространения пучка, при его инжекции в диэлектрическую полость, а также при электронно-лучевом испарении металлической мишени.

Задачи работы заключались в определении особенностей генерации и в диагностике пучковой плазмы в форвакуумном диапазоне давлений с применением зондовых измерений, масс-спектрометрии ионов и оптической спектроскопии, а также с использованием численного моделирования плазмы в полости. В задачи работы также входили исследования пучково-плазменной стерилизации внутренней поверхности диэлектрических сосудов и осаждения покрытий из газо-металлической плазмы.

Научная новизна диссертационной работы состоит в следующем:

1. Исследованы процессы генерации пучковой плазмы внутри диэлектрической полости. Обнаружено, что в таких условиях концентрация и температура электронов плазмы выше, чем в плазме, создаваемой при свободном распространении пучка, чему предложено объяснение на основе численной балансовой модели.

2. Показано, что модернизация обращенного времяпролетного масс-спектрометра и оптимизация его параметров позволяет использовать этот спектрометр для диагностики масс-зарядового состава ионов пучковой плазмы в форвакуумной области давлений.

3. Изучены особенности генерации газо-металлической плазмы, создаваемой при электроннолучевом испарении металлов (Zn, Mg, Al) в атмосфере кислорода в форвакуумной области давлений.

Научная и практическая ценность работы состоит в том, что для форвакуумной области давлений (1-15 Па):

1. Определены условия генерации однородной плазмы при инжекции ускоренного электронного пучка в диэлектрическую полость и показана возможность использования такой плазмы для стерилизации внутренней поверхности сосудов.

2. Показана возможность генерации газо-металлической плазмы при электронно-лучевом испарении металлов с одновременной ионизацией паров и газовой атмосферы, а также продемонстрировано применение газо-металлической плазмы для осаждения покрытий.

Результаты работы могут использоваться и в других устройствах с аналогичными разрядными системами, включая ионно-плазменные напылительные установки, генераторы низкотемпературной плазмы и ряд других, функционирующих в области повышенных давлений.

Методы исследований. Для достижения цели работы и решения задач были использованы экспериментальные методы диагностики параметров электронного пучка и плазмы (калориметрия, зондовая диагностика, масс-спектрометрия, оптическая спектроскопия), а также теоретические оценки и численное моделирование.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Инжекция непрерывного пучка электронов с энергией 1-10 кэВ в диэлектрическую полость обеспечивает в форвакуумном диапазоне давлений (1-15 Па) генерацию в полости плазмы с плотностью 10^9 - 10^{11} см⁻³ и температурой электронов 1,5-3 эВ. Концентрация и температура электронов пучковой плазмы в диэлектрической полости в 1,3-1,6 раз выше соответствующих параметров плазмы, генерируемой при свободном распространении пучка. Повышение концентрации и температуры электронов пучковой плазмы в диэлектрической полости может быть обусловлено внесением в плазму дополнительной энергии вторичными электронами, ускоренными в пристеночных слоях полости.

2. Характер продольного распределения плотности плазмы при инжекции электронного пучка в диэлектрическую полость определяется энергией электронного пучка и давлением газа. При относительно низких давлениях и высоких энергиях электронов плотность плазмы растет вдоль длины полости, в противоположном случае – снижается. При оптимальных условиях неоднородность продольного распределения плотности плазмы не превышает 10%. Это обеспечивает возможность эффективной стерилизации внутренней поверхности стеклянных и пластиковых сосудов без их термических повреждений.

3. Модернизация конструкции и оптимизация параметров обращенного времяпролетного масс-спектрометра, заключающиеся в установке дополнительной диафрагмы в трубе дрейфа и в замене вторично-электронного умножителя на микроканальную пластину в детекторе ионов, а также в определении оптимальных диаметра входной апертуры и напряжения на отклоняющих пластинах, позволяет на два порядка величины повысить уровень выходного сигнала спектрометра и использовать его для исследования масс-зарядового состава пучковой плазмы, генерируемой в форвакуумном диапазоне давлений (1 – 15 Па).

4. Электронно-лучевое испарение металлов в форвакуумном диапазоне давлений в атмосфере кислорода обеспечивает создание плазмы, состоящей из однозарядных ионов газов, металла и его оксидов. При этом долевое содержание ионов металлов в формируемой газо-металлической плазме может регулироваться плотностью мощности электронного пучка и

давлением газа. В области минимальных рабочих давлений форвакуумного плазменного источника электронов (2-3 Па) в плазме преобладают ионы металлов и его оксидов, а при давлении более 15 Па ионный компонент пучковой плазмы практически полностью газовый.

Достоверность и обоснованность результатов подтверждаются систематическим характером исследований, использованием дублирующих экспериментальных методик, сопоставлением результатов эксперимента с теоретическими оценками и результатами численного моделирования, а также практической реализацией научных положений и выводов при пучково-плазменной стерилизации сосудов, создании газо-металлической плазмы и осаждении из нее оксидных покрытий.

Апробация. Результаты докладывались на следующих конференциях: 26th Symposium on Plasma Physics and Technology (Чехия, Прага, 2014); 42nd IEEE International Conference on Plasma Science (Турция, Белек, 2015); 18th Israeli Conference on Plasma Science and its Applications (Беэр-Шева, Израиль, 2016); IX Международная конференция «Современные средства диагностики плазмы и их применение» (Москва, 2014); V Международный Крейнделевский семинар «Плазменная эмиссионная электроника» (Улан-Удэ, 2015); XI Международная конференция «Газоразрядная плазма и ее применение» (Томск, 2013); International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (Томск, 2014, 2015 и 2016); 12th International Conference «Gas Discharge Plasmas and Their Applications» (Томск, 2015).

Публикации. Опубликовано 34 работы, среди которых 9 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК, и 19 полных текстов докладов на международных и всероссийских конференциях, получено 4 патента РФ на полезные модели и 2 свидетельства о регистрации программ для ЭВМ.

Личный вклад автора состоит в создании экспериментальной установки, выборе методик и проведении экспериментов, в разработке численных моделей, а также в анализе результатов. Соавторы, принимавшие участие в отдельных исследованиях, указаны в списке основных публикаций по теме диссертации. Автором самостоятельно выдвинуты защищаемые научные положения и сделаны выводы. Все результаты, составляющие научную новизну диссертации и выносимые на защиту, получены автором лично.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и приложений. Диссертация изложена на 151 странице, содержит 88 рисунков, 5 таблиц и список литературы, включающий 156 источников.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цели работы и выносимые на защиту научные положения, отмечена научная новизна, научная и практическая ценность работы.

Первая глава «Особенности генерации плазмы пучком электронов» носит обзорный характер и содержит анализ литературных источников, посвященных экспериментальным исследованиям и численному моделированию особенностей генерации плазмы ускоренным электронным пучком как при низких (менее 10^{-1} Па), так и при более высоких (до 10^4 Па), в том числе форвакуумных (1-100 Па) давлениях газа. Отмечено отсутствие экспериментальных работ и численных моделей, посвященных генерации пучковой плазмы при инжекции электронного пучка в диэлектрическую полость в форвакууме. Обзор работ, посвященных диагностике низкотемпературной плазмы (зондовая диагностика, масс-спектрометрия ионов, оптическая спектрометрия), показал, что эти методики могут быть успешно использованы для комплексной диагностики пучковой плазмы в форвакууме. Выполнен обзор работ, посвященных различным системам для генерации газо-металлической плазмы, обсуждены их преимущества и недостатки, и указано на актуальность исследования особенностей генерации газо-металлической плазмы при электронно-лучевом испарении металлов в форвакууме. В заключении главы сформулированы основные задачи исследования.

Вторая глава «Техника и методика эксперимента» посвящена описанию экспериментальной установки и методик, использованных для генерации и диагностики пучковой плазмы в форвакуумном диапазоне давлений. Генерация пучковой плазмы была выполнена с применением известного форвакуумного плазменного источника электронов на основе тлеющего разряда с полым катодом. Схема установки приведена на рисунке 1. При инжекции пучка в диэлектрическую полость параметры плазмы исследовались с помощью линейки одиночных зондов Ленгмюра, введенных в полость через отверстия в боковой стенке.

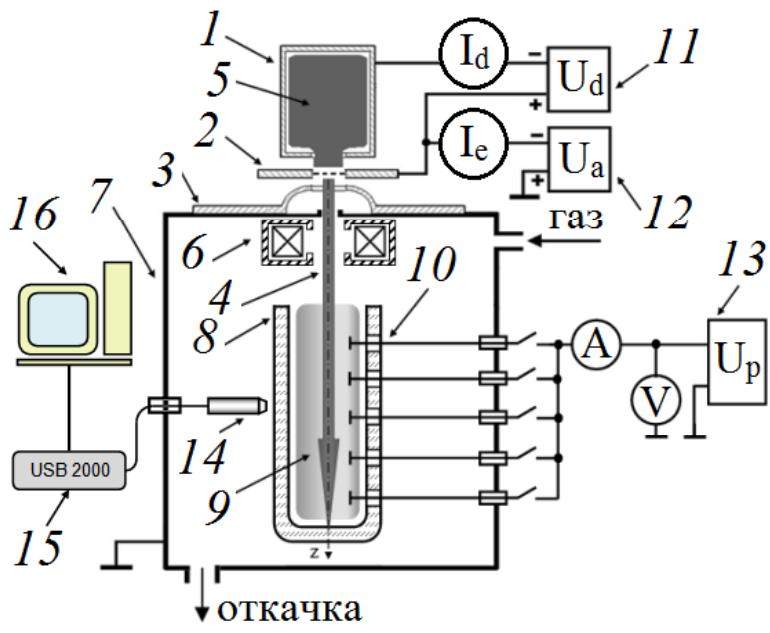


Рисунок 1 – Схема установки для генерации и исследования пучковой плазмы в полости: 1-3 – электроды источника, 4 – пучок электронов, 5 – эмиссионная плазма, 6 – система фокусировки, 7 – вакуумная камера, 8 – диэлектрическая полость, 9 – пучковая плазма, 10 – «линейка» зондов Ленгмюра, 11, 12 – источники питания разряда и ускоряющего напряжения, 13 – источник напряжения зонда. Оптическая диагностика: 14 – футляр со световодом, 15 – спектрометр USB-2000, 16 – компьютер

Масс-зарядовый состав плазмы, в том числе газо-металлической плазмы, формирующейся при электронно-лучевом испарении металлов в форвакууме в отсутствие полости, исследовался с помощью времязпролетного и квадрупольного масс-спектрометров, каждый из которых был модернизирован. Времязпролетный спектрометр (рисунок 2), содержащий заземленный эмиссионный электрод, узел формирования и ускорения ионного пучка, трубу дрейфа и сеточный электрод-конвертер, находящиеся под отрицательным потенциалом, отклоняющие пластины (затвор) и регистрирующий узел, был модернизирован путем перекрытия трубы дрейфа диафрагмой с отверстием для минимизации уровня шумовой засветки. Внесенные конструктивные изменения, в совокупности с оптимизацией диаметра эмиссионного отверстия и напряжения на затворе, а также с заменой ВЭУ на МКП в узле регистрации сигнала, позволили увеличить соотношение «сигнал-шум» спектрометра, что дало возможность успешно диагностировать пучковую плазму в форвакууме (рисунок 3). Квадрупольный масс-спектрометр, основанный на анализаторе остаточной атмосферы RGA-100, был модернизирован путем установки трехэлектродной системы извлечения ионов, что в совокупности с оптимизацией напряжения на электродах системы позволило анализировать не только ионы рабочих газов (аргон, азот, кислород, углеводороды), но и ионы испаряемых пучком твердых веществ, например, металлов (Al, Mg, Zn).

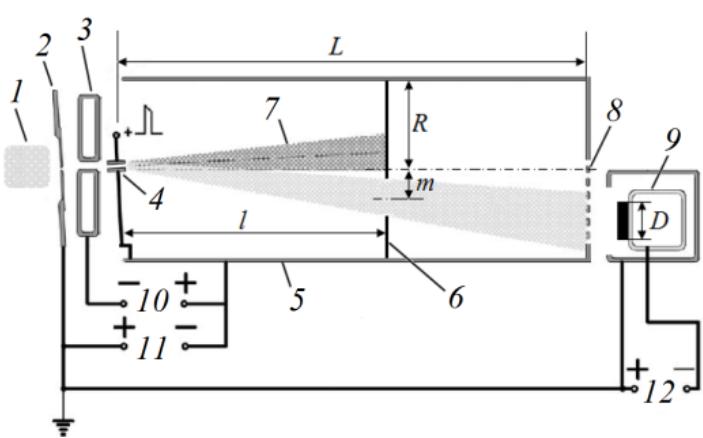


Рисунок 2 – Схема модернизированного обращенного времяпролетного массспектрометра: 1 – исследуемая плазма, 2 – эмиссионный электрод, 3 – узел формирования и ускорения ионного пучка, 4 – затвор, 5 – труба дрейфа, 6 – диафрагма, 7 – ионный пучок, 8 – сетчатый электрод-конвертер, 9 – регистрирующий узел; 10, 11, 12 – источники питания отсечки, ускоряющего напряжения и узла регистрации.

Для выявления особенностей пучковой плазмы, создаваемой в диэлектрической полости, был поставлен тестовый эксперимент по генерации индуктивно связанной ВЧ плазмы в форвакууме (0,8-10 Па). С использованием нескольких методик – зондовой диагностики, микроволновой интерферометрии и отсечки – были исследованы параметры и характеристики такой плазмы, что позволило сравнить их с аналогичными характеристиками пучковой плазмы, и сделать выводы об особенностях последней.

В третьей главе «Исследование и моделирование пучковой плазмы» приведены результаты экспериментальных исследований и численного моделирования процессов генерации плазмы, создаваемой электронным пучком в форвакуумной области давлений при свободном распространении электронного пучка в вакуумной камере, а также в случае инжекции электронного пучка в металлическую или диэлектрическую полость. Для выявления особенностей формирования пучковой плазмы в диэлектрической полости проводились специальные сравнительные экспериментальные исследования по генерации в аналогичных условиях плазмы индуктивного ВЧ разряда.

Обнаружено, что при инжекции пучка в диэлектрическую полость в высоком вакууме (рисунок 4, а, кривая 4), потенциал коллектора φ_c практически достигает ускоряющего напряжения (энергии пучка).

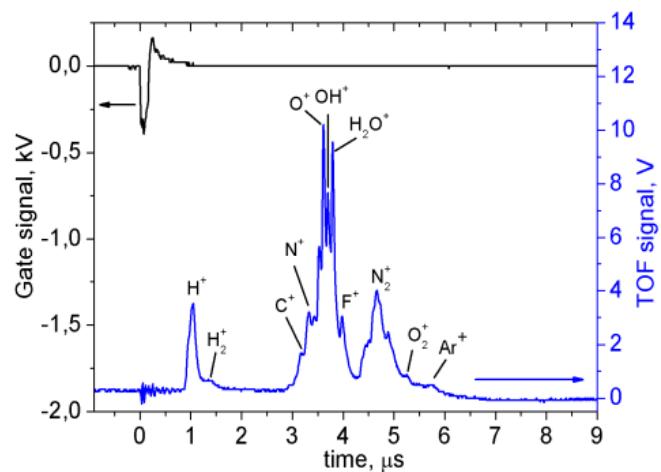


Рисунок 3 – Ионный спектр пучковой плазмы аргона при давлении 10 Па, энергии пучка 3 кэВ и токе пучка 20 мА, полученный с помощью модернизированного времяпролетного спектрометра.

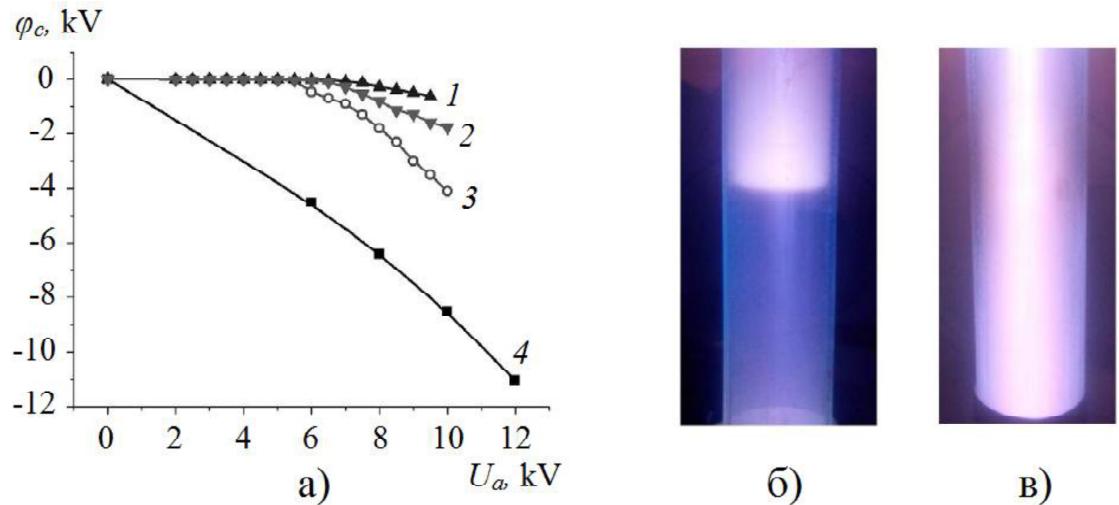


Рисунок 4: а) – Зависимость потенциала φ_c изолированного коллектора от ускоряющего напряжения U_a для разных давлений: 1 — 8, 2 — 4, 3 — 2, 4 — 0,01 Па. Ток пучка 20 мА, б) и в) – свечение плазмы (воздух) внутри кварцевой полости при энергии 7 кэВ и токе пучка 20 мА при давлении 1,5 (б) и 4 Па (в)

В форвакуумной области давлений при инжекции пучка в кварцевую полость φ_c остается отрицательным и снижается с ростом ускоряющего напряжения U_a , однако абсолютное значение φ_c оказывается много меньше U_a . При энергиях пучка 6-7 кэВ и относительно низком давлении $\sim 1,5$ Па, инжекция пучка в полость приводила к образованию плазмы только в области, прилегающей к месту ввода пучка (рисунок 4, б). С повышением давления, начиная с пороговой величины в 2-3 Па, плазма образуется во всей полости и заполняет весь ее объем (рисунок 4, в). С дальнейшим повышением давления интенсивность свечения плазмы пропорционально увеличивается с током и энергией пучка.

Обнаружено влияние энергии пучка на продольный профиль концентрации пучковой плазмы в диэлектрической полости для случая, когда плазма полностью занимает объем полости (рисунок 5). При низких энергиях пучка, наиболее высокая концентрация плазмы наблюдается в области инжекции пучка. Повышение энергии пучка до величины порядка 5 кэВ сглаживает продольный профиль концентрации и делает его более однородным.

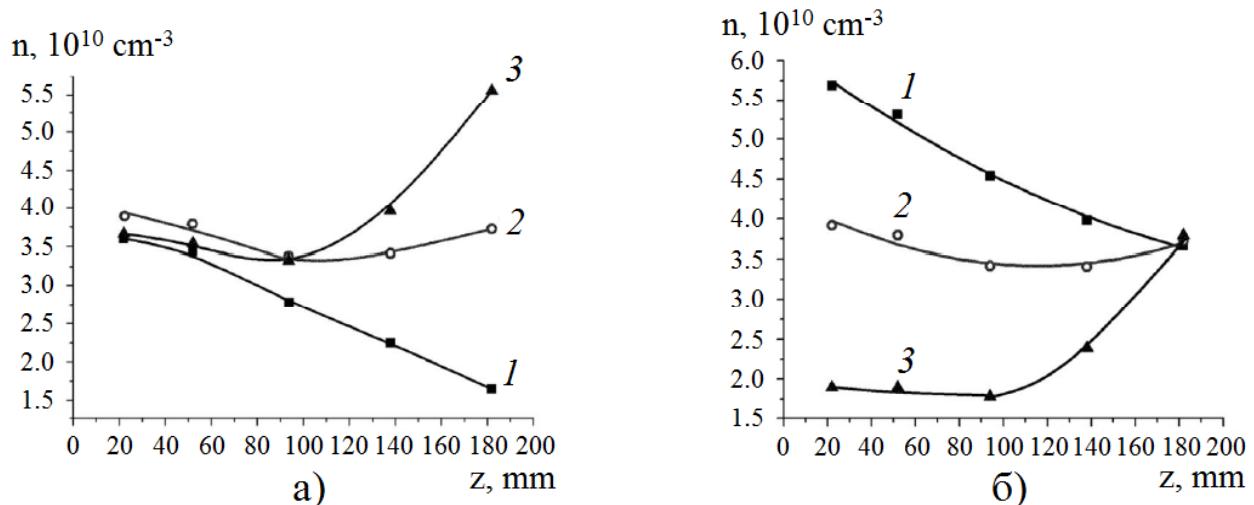


Рисунок 5 – Продольные профили концентрации плазмы в диэлектрической полости: а) – при токе пучка 20 мА, давлении газа 5 Па и различных энергиях пучка: 1 – 2 кэВ, 2 – 5 кэВ и 3 – 8 кэВ; б) – при энергии пучка 5 кэВ, токе пучка 20 мА и различных давлениях газа: 1 – 13 Па, 2 – 5 Па и 3 – 2,5 Па.

С повышением энергии концентрация плазмы в области дна полости становится выше, чем в области инжекции пучка (рисунок 5, а). На рисунке 5 (б) показано влияние давления газа на профили концентрации. Видно, что зависимость профилей от давления схожа с зависимостью от энергии – имеется оптимальное давление, обеспечивающее наибольшую однородность плазмы. Таким образом, оптимизация энергии пучка и давления газа позволяет снизить продольную неоднородность плазмы в полости до 10%.

Обнаружено, что концентрация и температура электронов пучковой плазмы в диэлектрической полости выше, чем в свободном пространстве (рисунок 6).

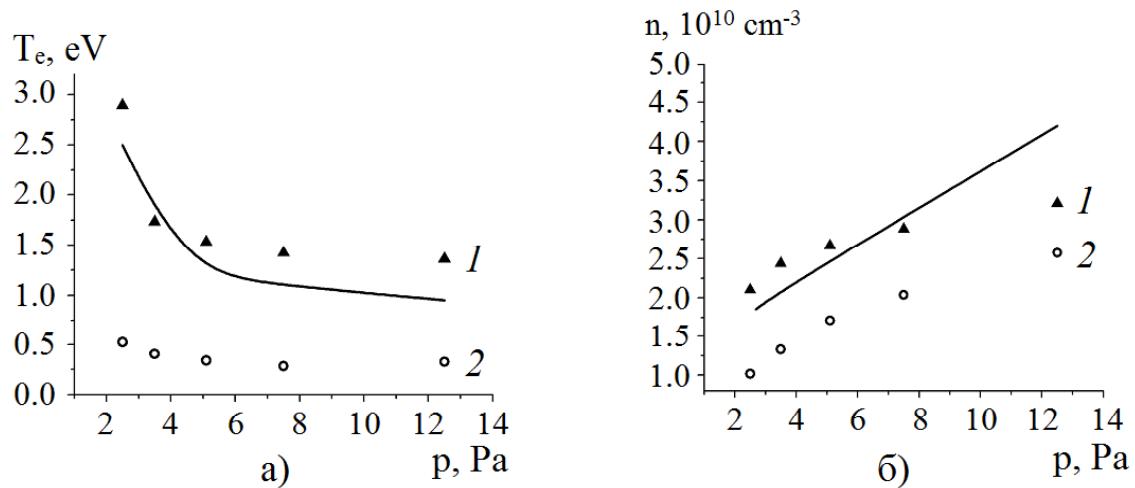


Рисунок 6 - Температура электронов (а) и концентрация плазмы (б): 1 – в кварцевой полости, эксперимент (треугольники) и моделирование (линия); 2 – в свободном пространстве (только эксперимент). Ток пучка 20 мА, энергия 3кэВ, зонд посередине полости ($z = 94$ мм).

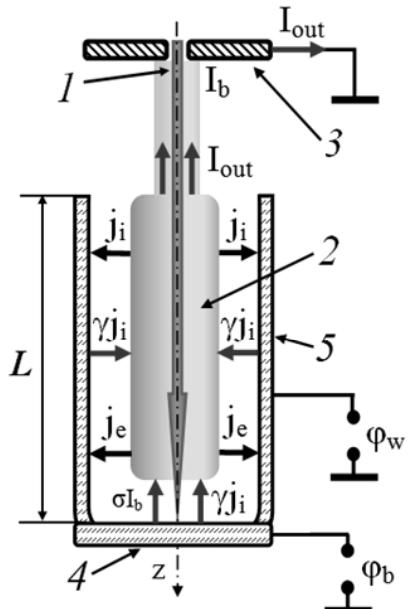


Рисунок 7 – Модель плазмы в кварцевой полости: 1 – пучок, 2 – пучковая плазма, 3 – ускоряющий электрод, 4, 5 – дно и стенки

Для объяснения этого эффекта была создана численная модель, суть которой сводится к следующему. Однородный непрерывный пучок 1 (рисунок 7) с площадью поперечного сечения A_b , током I_b и энергией U_a , распространяется вдоль оси z полости в газе давлением p , ионизует газ, и создает внутри плазму 2. Считалось, что плазма в полости однородна, с максвелловским распределением плазменных электронов по энергиям. Пренебрегаем диффузией, ступенчатой ионизацией и рекомбинацией в объеме.

Уравнение непрерывности учитывает обратный ток из полости, в точности равный току пучка:

$$I_b = I_{out} = e n_e \mu_e E_z S_b,$$

где I_{out} – ток плазменных электронов из полости, n_e, μ_e – концентрация и подвижность плазменных электронов, S_b – площадь поперечного сечения полости. Электроны пучка проходят путь длиной L в полости, затрачивая часть энергии на образование плазмы, и достигают дна 4. Энергия, вносимая быстрыми электронами в плазму, определялась разностью энергии пучка до входа в полость $I_b U_a$, и энергии $I_b U_a \cdot \exp(-L/\lambda_R)$, которой он обладал вблизи дна. Здесь, λ_R – длина релаксации энергии. Считалось, что дополнительную энергию в плазму вносили вторичные электроны, выбитые пучком из дна и ионами плазмы из дна и стенок полости, ускоренные в пристеночном и придонном падении потенциалов, а унос энергии происходил благодаря тепловому потоку электронов и бомбардировке током ионов к поверхности полости. Это позволило записать уравнение баланса энергии и определить температуру плазменных электронов в полости:

$$I_b U_a (1 - \exp(-L/\lambda_{Rb})) + (\sigma I_b + \gamma j_i S_b) \cdot (\phi_p - \phi_b) + \gamma j_i S_w \cdot (\phi_p - \phi_w) = Q_e \sqrt{kT_e / \pi m_e} \chi_{ea} (kT_e - kT) n_e V + \\ + 2kT_e n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \left[S_w \exp\left(\frac{-e(\phi_p - \phi_w)}{kT_e}\right) + S_b \exp\left(\frac{-e(\phi_p - \phi_b)}{kT_e}\right) \right] + j_i \cdot [(U_i + \phi_p - \phi_b) S_b + (U_i + \phi_p - \phi_w) S_w]$$

где σ, γ – коэффициенты вторично-электронной и ионной эмиссии, ϕ_p, ϕ_w, ϕ_b – потенциалы плазмы, стенок и дна полости. Так как полость диэлектриче-

ская, требуется, чтобы полный ток на дно и стенки был равен нулю, откуда следует уравнение баланса токов:

$$\begin{cases} en_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \exp\left(\frac{-e(\varphi_p - \varphi_w)}{kT_e}\right) = (1 + \gamma) \cdot 0.4 en_i \sqrt{2kT_e/M_i} & \text{для стенок,} \\ (1 - \sigma) I_b + en_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \exp\left(\frac{-e(\varphi_p - \varphi_b)}{kT_e}\right) \cdot S_b - (1 + \gamma) j_i S_b = 0 & \text{для дна,} \end{cases}$$

Замыкают систему условие квазинейтральности плазмы:

$$n_e + n_b = n_i$$

и уравнение баланса ионов:

$$z_{ib} \cdot L \cdot A_b + z_{ip} \cdot V + \frac{\sigma I_b + \gamma \cdot j_i S_b}{e} \left(\frac{\varphi_p - \varphi_b}{W_i} \right) + \frac{\gamma \cdot j_i S_w}{e} \left(\frac{\varphi_p - \varphi_w}{W_i} \right) = j_i S_f,$$

где z_{ib} , z_{ip} выходы ионизации пучковыми и плазменными электронами; V объем полости; W_i энергия образования ион-электронной пары (~ 37 эВ) для азота; $S_f = S_w + S_b$ площадь внутренней поверхности полости. Последнее уравнение системы является уравнением баланса электронов:

$$\begin{aligned} z_{ib} \cdot L \cdot A_b + z_{ip} \cdot V + \frac{\sigma I_b + \gamma \cdot j_i S_b}{e} \left(\frac{\varphi_p - \varphi_b}{W_i} + 1 \right) + \frac{\gamma \cdot j_i S_w}{e} \left(\frac{\varphi_p - \varphi_w}{W_i} + 1 \right) = \\ = n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \left[\exp\left(\frac{-e(\varphi_p - \varphi_b)}{kT_e}\right) S_b + \exp\left(\frac{-e(\varphi_p - \varphi_w)}{kT_e}\right) S_w \right] \end{aligned}$$

В уравнениях члены с W_i описывают дополнительную ионизацию газа вторичными электронами, ускоренными в пристеночных слоях полости.

Приведенные уравнения решались численно методом последовательных приближений. Сравнение расчетных и экспериментальных зависимостей на рисунке 6 демонстрирует удовлетворительное согласие. Расчеты показывают, что более высокую температуру и концентрацию плазмы в полости можно объяснить внесением в пучковую плазму дополнительной энергии за счет ускорения вторичных электронов в слое между поверхностью полости и плазмой.

Четвертая глава «Некоторые применения пучковой плазмы» посвящена описанию возможных применений пучковой плазмы, генерируемой ускоренным электронным пучком в форвакуумной области давлений. Описаны эксперименты по генерации газо-металлической плазмы при электронно-лучевом испарении металлической мишени и осаждению покрытий из полученной газо-металлической плазмы. Масс-спектры ионов, извлечен-

ных из газо-металлической плазмы, свидетельствуют о присутствии в плазме однозарядных ионов как газов, так и металлов. Обнаружено, что доля ионных компонентов зависит от давления газа, плотности мощности пучка и рода испаряемого металла. Относительное содержание ионов металла в плазме может варьироваться в пределах ~10-80%. Оценки показывают, что ввиду более низкого потенциала ионизации атомов металла по сравнению с молекулами газа, плазменные электроны участвуют в ионизации атомов металла в большей степени, нежели газа.

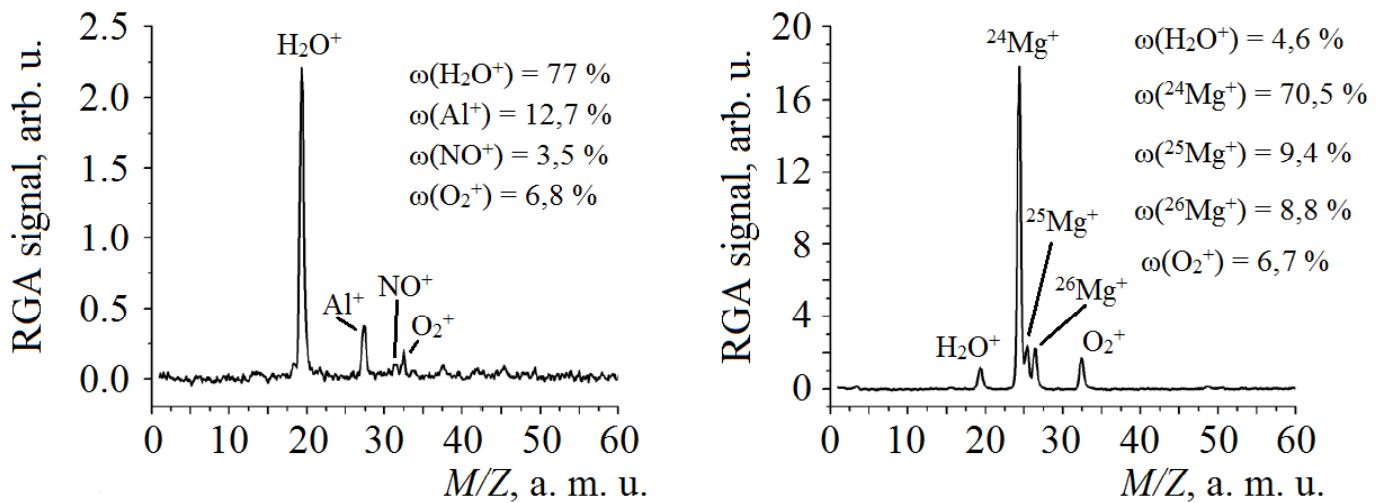


Рисунок 8 – Долевое содержание ионов металлов и газов при испарении алюминия (слева) и магния (справа), в атмосфере кислорода при давлении 3,5 Па. В обоих случаях, ток пучка 25 мА, энергия пучка 7 кэВ.

Покрытия, осажденные из газо-металлической плазмы в форвакууме, исследовались с использованием электронного микроскопа HitachiTM-1000, прибора для измерения толщины Calotest CAT-S-0000, и бесконтактного профилометра Micro Measure 3D Station. Результаты исследования показали, что обсуждаемый метод позволяет получать однородные пленки, содержащие атомы металла и кислорода, без следов пробоев и прочих дефектов.

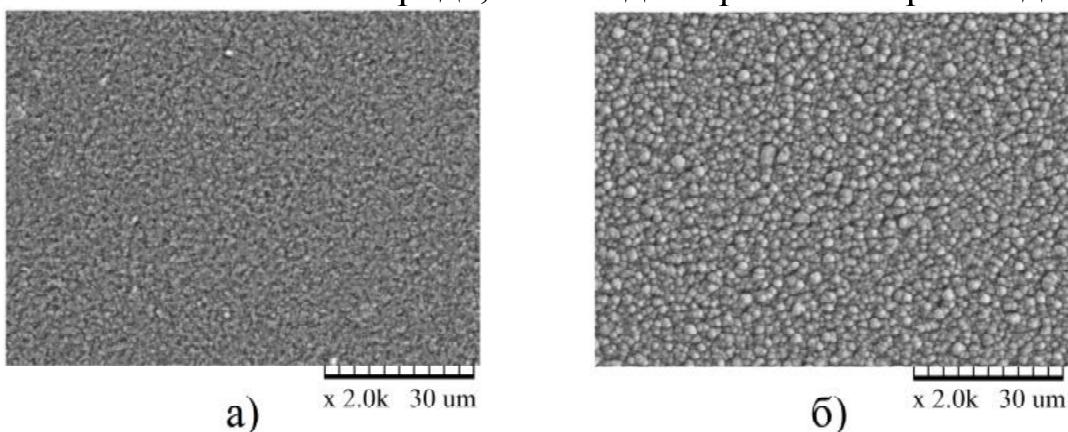


Рисунок 9 – Фото поверхностей покрытий, осажденных на кремний из газо-металлической плазмы при электронно-лучевом испарении алюминия (а) и магния (б) в атмосфере кислорода, при давлении 10 Па в течение 20 мин. а) – $I_b = 16$ мА, $I_e = 100$ мА, $U_a = 14$ кВ, б) – $I_b = 4$ мА, $I_e = 80$ мА, $U_a = 6$ кВ.



Рисунок 10 – Пучково-плазменная стерилизация сосуда

В экспериментах по пучково-плазменной стерилизации использовались стеклянные сосуды объемом 10 мл и полипропиленовые стаканы объемом 60 мл, каждый из которых располагался под источником соосно с пучком электронов (рисунок 10) и прикрывался заслонкой. Стерилизация проводилась в результате инжекции пучка энергией 3-6 кэВ и током в несколько мА в сосуд и генерации внутри него пучковой плазмы в воздухе при давлении 8-10 Па, 1-16 сеансами по 3 с каждый. На внутреннюю поверхность сосуда была нанесена суспензия, содержащая культуру *E.coli*. Результаты показали, что доля стерильных образцов растет с увеличением количества сеансов облучения при любых энергиях пучка. С повышением удельной плотности энергии, инжектированной в сосуд, с 0,1 до 3,5 Дж/см², степень стерилизации достигает 100%, причем стерилизуется как дно сосуда, так и его стенки. Во всех случаях контрольный посев с культурой *E. coli*, не подвергавшийся стерилизационному воздействию, показывал активный рост.

Основные результаты работы сводятся к следующему.

1. Показана возможность транспортировки электронного пучка без удерживающего магнитного поля в газе форвакуумного диапазона давлений (1-15 Па). Расширение пучка и потери его энергии незначительны, а в области транспортировки в атмосфере аргона, гелия и воздуха в результате парных столкновений с молекулами газа генерируется плазма с концентрацией $10^9\text{-}10^{11}$ см⁻³ и температурой электронов порядка 1 эВ. Концентрация плазмы спадает в радиальном и аксиальном направлениях, тогда как температура электронов порядка 1 эВ и почти не зависит от координат.

2. В целях диагностики масс-зарядового состава пучковой плазмы, генерируемой в форвакууме, модернизирована конструкция и оптимизированы параметры обращенного времяпролетного масс-спектрометра. Модернизация квадрупольного газового анализатора RGA-100, заключающаяся в установке и оптимизации системы формирования ионного пучка, позволила с точностью до 1 а. е. м. исследовать состав ионов газовой и газометаллической плазмы, генерируемой в форвакуумной области давления.

3. Предложена методика генерации пучковой плазмы в форвакууме внутри диэлектрического объема путем инжекции в него непрерывного

электронного пучка. Неоднородность распределения концентрации плазмы в продольном направлении полости определяется энергией электронов и давлением газа, а в радиальном – не превышает 10-15%. При давлении 8-15 Па и энергиях пучка 2-3 кэВ наблюдается спад, а при давлениях 2-5 Па и энергиях пучка 5-8 кэВ – рост концентрации вглубь полости. Оптимизация энергии пучка и давления газа снижает продольную неоднородность плазмы в полости до 10%. Концентрация и температура электронов пучковой плазмы в диэлектрической полости в 1,5-2 раза превышает соответствующие параметры плазмы, создаваемой при распространении пучка в свободном пространстве. Тестовые эксперименты с металлической полостью и результаты моделирования показывают, что факт повышенной температуры электронов и концентрации плазмы в полости обусловлен внесением в плазму дополнительной энергии вторичными электронами, ускоренными в пристеночных и придонных слоях полости.

4. Тестовым объектом для выявления особенностей пучковой плазмы в диэлектрическом объеме может служить плазма, созданная безэлектродным индуктивным ВЧ разрядом, генерируемым в диэлектрическом объеме в форвакууме (1-8 Па) внешней антенной. Сравнение этих двух способов генерации плазмы в диэлектрических объемах показало следующее. В форвакуумной области давления оба способа позволяют создать однородную плазму с концентрацией порядка 10^9 - 10^{11} см⁻³ и температурой электронов порядка нескольких эВ. Энергетическая цена иона при генерации плазмы в результате инжекции пучка в полость оказывается несколько выше (30-90 эВ/ион), чем при использовании ВЧ разряда (25-30 эВ/ион). Однако, этот недостаток компенсируется отсутствием необходимости согласования импедансов плазменной нагрузки и генератора, а также в более гибкой возможности управления параметрами плазмы при варьировании тока, энергии пучка и давления газа.

5. Плазма, созданная при инжекции электронного пучка током 10-100 мА и энергией 2-8 кэВ, формируемого форвакуумным плазменным источником непрерывного электронного пучка, в диэлектрический (стеклянный или полипропиленовый) сосуд в форвакуумной области давлений может быть использована для пучково-плазменной стерилизации его внутренней поверхности. Эксперименты по стерилизации на примере воздействия на культуру *E.coli* позволяют утверждать, что с использованием упомянутого метода возможна организация режимов стерилизации стеклянных и полипропиленовых сосудов объемом порядка нескольких десятков мл, без видимых повреждений их поверхности. Вероятным стерилизующим фактором

является совокупное воздействие химически активных ионов, УФ излучения и нагрева, имеющих место при пучково-плазменном воздействии.

6. Особенность электронно-лучевого испарения металлов (Al, Zn, Mg) в форвакуумной области давлений заключается в одновременной ионизации испаряемого материала и остаточного газа, что приводит к генерации газо-металлической плазмы с концентрацией $10^9\text{-}10^{10}\text{ см}^{-3}$ и температурой электронов 1-2 эВ. Доли ионов газов и металлов в газо-металлической плазме могут регулироваться давлением газа и плотностью мощности пучка. Относительное содержание ионов металла может варьироваться в пределах $\sim 10\text{-}80\%$. Ввиду более низкого потенциала ионизации атомов металла по сравнению с молекулами газа, плазменные электроны участвуют в ионизации атомов металла в большей степени, нежели газа. Такая газо-металлическая пучковая плазма может быть использована для осаждения оксидных диэлектрических покрытий. К преимуществам упомянутого метода следует отнести высокую скорость осаждения ($\sim 20\text{-}1200\text{ нм/мин}$) и бездефектность покрытий, а также умеренное энергопотребление.

СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК:

1. Золотухин, Д. Б. Генерация пучковой плазмы форвакуумным источником электронов в объеме, ограниченном диэлектрическими стенками / Д. Б. Золотухин, В. А. Бурдовицин, Е. М. Окс // ЖТФ. – 2015. – Т.85, № 5 – С. 142-144.
2. Zolotukhin, D. B. Generation of uniform electron beam plasma in a dielectric flask at fore-vacuum pressures / D. B. Zolotukhin, V. A. Burdovitsin, E. M. Oks // Plasma Sources Sci. Technol. – 2015. – Vol.25, № 2. – P. 015001.
3. Zolotukhin, D. B. Modified quadrupole mass analyzer RGA-100 for beam plasma research in forevacuum pressure range / D. B. Zolotukhin, A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov, E. M. Oks // Rev. Sci. Instrum. – 2015. – Vol.86, №12. – P. 123301.
4. Zolotukhin, D. B. Deposition of dielectric films on silicon surface by forevacuum plasma electron source / D. B. Zolotukhin, E. M. Oks, A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov // Rev. Sci. Instrum. – 2016. – Vol.87, №6. – P. 063302.
5. Tyunkov, A. V. Generation of metal ions in the beam plasma produced by a forevacuum-pressure electron beam source / A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov, D. B. Zolotukhin, K. P. Savkin, A. S. Klimov // Phys. Plasmas. – 2014. – Vol.21, № 12. – P. 123115.

6. Yushkov, Yu. G. Inverse Time-of-Flight Spectrometer for Beam Plasma Research / Yu. G. Yushkov, E. M. Oks, D. B. Zolotukhin, A. V. Tyunkov, K. P. Savkin // Rev. Sci. Instrum. – 2014. – Vol.85, №5. – P. 083306.

7. Zolotukhin, D. B. Diagnostics of beam plasma produced in dielectric cavity at fore-vacuum pressures // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – Vol.666, №1. – P. 1-5.

8. Zolotukhin, D. B. Sterilization of dielectric containers using a fore-vacuum pressure plasma-cathode electron source / D. Zolotukhin, V. Burdovitsin, E. Oks, A. Tyunkov, Yu. Yushkov // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol.652. – P. 012044.

9. Золотухин, Д. Б. Моделирование методом Монте-Карло упругого и неупругого рассеяния электронного пучка в газе / Д. Б. Золотухин, В. А. Бурдовицин // Доклады ТУСУР. – 2012. – Т.26, № 2 – С. 55-58.

Статьи в сборниках статей и трудов конференций:

1. Золотухин, Д. Б. Параметры пучковой плазмы в диэлектрической полости в форвакуумной области давлений / Д. Б. Золотухин, В. А. Бурдовицин // Материалы докладов IX Международной конференции «Современные средства диагностики плазмы и их применение». – М: НИЯУ МИФИ, 2014. – С. 89–92.

2. Золотухин, Д. Б. Потенциал пучковой плазмы, создаваемой в диэлектрической полости форвакуумным плазменным источником электронов / Д. Б. Золотухин, В. А. Бурдовицин, Е. М. Окс // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т.57, № 10/3 – С. 152-155.

3. Zolotukhin D. Generation of Electron Beam Plasma inside the Dielectric Tube / D. Zolotukhin, V. Burdovitsin, E. Oks // Plasma Physics and Technology. – 2014. – Vol.1, № 3. – P. 133-134.

4. Золотухин, Д. Б. Применение форвакуумного плазменного источника электронов для создания пучковой плазмы в диэлектрической полости / Д.Б. Золотухин, В.А. Бурдовицин, Ю.Г. Юшков // Труды V международного Крейндлевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника». – Изд. - во БНЦ СО РАН. – С.57-60.

5. Юшков, Ю. Г. Исследование масс-зарядового состава пучковой плазмы форвакуумного источника электронов с помощью обращенного времязадержки спектрометра / Ю. Г. Юшков, Е. М. Окс, Д. Б. Золотухин, К. П. Савкин, А. В. Тюньков, А. С. Климов // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т.57, № 11/3 – С. 115-119.

Патенты и свидетельства о регистрации программ для ЭВМ:

1. Патент РФ на полезную модель №146925U1 «Устройство для генерации плазмы в диэлектрическом сосуде», Бурдовицин В.А, Золотухин Д.Б., Окс Е. М., 2014.
2. Патент РФ на полезную модель №153376U1 «Форвакуумный источник газометаллических ионов», Золотухин Д.Б., Юшков Ю.Г., Тюньков А.В., Бурдовицин В.А., 2015.
3. Патент РФ на полезную модель №159265U1 «Установка для стерилизации внутренних поверхностей диэлектрических сосудов», Золотухин Д.Б., Бурдовицин В.А., Юшков Ю.Г., Окс Е.М., 2016.
4. Патент РФ на полезную модель №163747U1 «Времяпролетный масс-спектрометр», Золотухин Д.Б., Юшков Ю.Г., Бурдовицин В.А., Окс Е.М., 2016.
5. Свидетельство РФ о регистрации программы для ЭВМ №2013617917 «Моделирование рассеяния быстрого электронного пучка в газе форвакуумного диапазона давлений методом Монте-Карло», Золотухин Д.Б., 2013.
6. Свидетельство РФ о регистрации программы для ЭВМ №2016618798 «Анализ зондовой характеристики автоматизированного одиночного зонда Ленгмюра», Золотухин Д. Б., Юшков Ю. Г., 2016.

