



Источник металлсодержащей плазмы на основе тлеющего разряда атмосферного давления

К. П. Савкин, Д. А. Сорокин, Д. В. Белоплов, М. В. Шандриков,
А. В. Казаков

Представлено устройство и рассмотрены особенности функционирования источника плазмы на основе тлеющего разряда атмосферного давления, основным назначением которого является получение потоков плазмы, содержащей металлический компонент. Приводится краткий обзор современного состояния методов генерации металлсодержащей плазмы при атмосферном давлении. Обозначены перспективы применения описываемой разрядной системы в исследованиях по получению ультрадисперсных порошков и функциональных покрытий.

Ключевые слова: атмосферное давление, низкотемпературная плазма, атомы металлов, ионы металлов, оптическая спектроскопия, ультрадисперсные порошки, покрытия.

DOI: 10.51368/1996-0948-2022-6-12-17

Введение

Генерация плазменных потоков, содержащих частицы металла, при атмосферном давлении применяется для получения топливных смесей [1], ультрадисперсных порошков [2]. При проведении фундаментальных исследований, содержащая металлические частицы, плазма используется для генерации оптического излучения [3], моделирования атмосферных аэрозолей [4] и синтеза новых материалов с уникальными физическими свойствами [5]. Отдельного внимания заслуживает проблема получения наноразмерных металли-

ческих частиц. Металлсодержащие ультрадисперсные порошки могут быть получены диспергированием из твердотельного состояния в результате эрозионных процессов в разрядных системах [6], при воздействии на мишени электронных пучков [7], лазерного излучения [8], с применением левитационно-струйного метода [9], электрического взрыва проводников малого диаметра [10], испарения проводников в плазме сильноточных плазмотронов [11]. Среди перечисленных методов, электроразрядные технологии являются наиболее простыми и, что важно, масштабируемыми. Например, при генерации паров металлов в дуговом разряде, при плавлении и испарении одного из электродов разрядной системы [12]. Недостатком методов, связанных с эрозией в катодных пятнах искрового и дугового разрядов, является достаточно крупный размер получаемых частиц. Их средний диаметр составляет несколько десятков микрометров. Поэтому актуально освоение новых методов генерации ультрадисперсных порошков, основанных на тепловой эрозии материалов, при воздействии на их поверхность плазмы высокочастотного или тлеющего газовых разрядов. Ранее нами было показано, что при горении слаботочного (до 500 мА) разряда ат-

Савкин Константин Петрович¹, с.н.с., к.т.н.

E-mail: savkin@opee.hcei.tsc.ru

Сорокин Дмитрий Алексеевич¹, в.н.с., к.ф.-м.н.

Белоплов Дмитрий Викторович¹, н.с., к.ф.-м.н.

Шандриков Максим Валентинович¹, с.н.с., к.т.н.

Казаков Андрей Владимирович^{1,2}, с.н.с., к.т.н.

¹ Институт сильноточной электроники СО РАН.

Россия, 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3.

² Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.

Статья поступила в редакцию 18 июля 2022 г.

© Савкин К. П., Сорокин Д. А., Белоплов Д. В., Шандриков М. В., Казаков А. В., 2022

мосферного давления в потоке инертного газа с оптимальными длительностью и частотой следования импульсов, возможно его стабильное функционирование в режиме тлеющего разряда без перехода в искровую и дуговую формы [13]. Тем не менее, и в этом случае происходит генерация ионов и возбужденных атомов материала катода, о чем свидетельствует структура и особенности оптического излучения струи за срезом анодного сопла, а также результаты элементного и фазового анализа продуктов эмиссии из разрядной плазмы, состоящих из наноразмерных частиц [14]. Для генерации потоков металлсодержащей плазмы при атмосферном давлении применялась разрядная система, устройство которой детально представлено в [13, 14]. Её конструкция была достаточно простой и легко реализуемой. Катод в форме цилиндра с полостью со стороны рабочего торца располагался внутри коаксиального ему массивного анода. Катод также выполнял функцию тигля, в полости которого помещалась вставка из легкоплавкого металла. В свою очередь, анод являлся соплом. Через отверстие в нем продукты тепловой эрозии катодной вставки выносились потоком рабочего газа. В такой конфигурации электродов обзор пространственной структуры плазмы разряда в катодной области и свечения на поверхности катода, был ограничен стенкой анода. Визуальное наблюдение и вывод оптического излучения производились через выходное отверстие сопла – анода. Кроме того, опорный изолятор, выполненный из полимерного материала полиамида ПА-6, на котором крепилась система коаксиальных электродов, подвергался тепловой нагрузке, что ограничивало время функционирования генератора плазмы.

В настоящей работе описан модернизированный источник плазмы, разработанный с учетом выявленных особенностей генерации потоков частиц металлов в плазме тлеющего разряда атмосферного давления. При его разработке учтены недостатки предыдущей версии, а конструктивное исполнение ориентировано на исследование процессов в пространстве положительного столба, приэлектродных областях и на поверхности электродов, средствами спектроскопии высокого разрешения, применительно к генерации потоков

плазмы, содержащих атомные частицы металлов и, в конечном итоге, для получения ультрадисперсных порошков и функциональных покрытий на их основе.

Устройство модернизированной разрядной системы

Ключевыми элементами конструкции генератора металлсодержащей плазмы атмосферного давления (рис. 1) являются анод 1 и катод-тигель 2, изготовленный из тугоплавкого материала (тантала или молибдена), имеющий форму цилиндра диаметром 6,5 мм с резьбовым креплением к токовводу. Поверхность катода, обращенная к аноду, выполнена в виде усеченного конуса с углом вершины 60 градусов. В конической части катода имеется полость диаметром 2 мм и глубиной 6 мм, куда помещалась вставка из легкоплавкого металла, частицы которого предполагалось получить. Эта конструктивная особенность связана с температурными режимами в разряде, при которых достигалась стабильная генерация потоков частиц цинка и магния [13], при сохранении геометрии разрядного промежутка и механической прочности катода. В его конструкции отсутствуют пластмассовые детали. Анод 1 выполнен из сплава Д16Т в виде фланца диаметром 40 и высотой 4 мм. Крепление этого электрода позволяет быструю его замену на аналогичный по конструкции, изготовленный из любого другого электропроводящего твердотельного материала, для решения различных экспериментальных задач. Для визуального наблюдения за процессами функционирования разряда, а также для вывода оптического излучения в широком диапазоне длин волн, катод 2 расположен внутри трубки из кварцевого стекла 3 с наружным диаметром 20 мм и толщиной стенки 1,2 мм. Соединение катода 2 с отрицательным выводом источника питания разряда осуществляется через металлокерамический токоввод 4, сохраняющий механическую прочность и изоляционные свойства при температуре до 1000 К. Данный токоввод 4 имеет резьбовое соединение с массивным цилиндрическим основанием 5, изготовленным из сплава Д16Т. В нижней части основания

имеется отверстие с центрирующей втулкой, через которое проходит провод 6 от отрицательного вывода источника питания разряда. Основание 5 находится под потенциалом анода 1 и соединяется с положительным выводом источника питания через токовый шунт. Для поступления рабочего газа в разрядный про-

межуток в основании 5 генератора плазмы имеется отверстие напуска, в которое вкручивается цанговый штуцер 7. Уплотнение всех соединений выполнено с применением прокладок из граффлекса. Ниже приведены основные рабочие параметры модернизированного прибора.

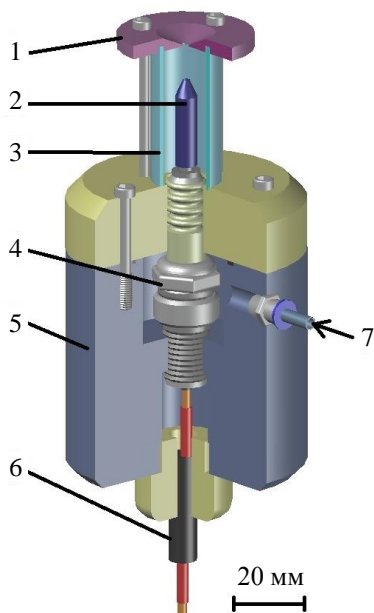


Рис. 1. Устройство генератора плазмы: конструкция разрядной системы: 1 – анод; 2 – катод-тигель; 3 – трубка из кварцевого стекла; 4 – токоввод; 5 – основание; 6 – провод; 7 – штуцер напуска газа

Основные параметры модернизированного источника плазмы

Напряжение разряда	120÷150 В
Ток разряда	Регулируемый, 100÷500 мА
Режим функционирования	Импульсный
Форма импульса	Квазипрямоугольный
Частота следования импульсов	Регулируемая, 50÷100 кГц
Коэффициент заполнения	Регулируемый, 0,1÷0,8
Расстояние «катод–анод»	Регулируемое, 3÷10 мм
Рабочий газ	Аг
Расход газа	Регулируемый, 1÷5 л/мин
Материал катодного тигля	Та, Мо
Материал катодной вставки	Mg, Zn

Тестовые исследования характеристик оптического излучения металлсодержащей плазмы в разряде атмосферного давления

В качестве демонстрации, приводятся результаты исследования оптического излучения плазмы разряда атмосферного давления с катодной вставкой из магния в молибденовом тигле (рис. 2). Разряд функционировал в потоке аргона с расходом около 3 л/мин. Ток раз-

ряда составлял около 400 мА, при напряжении горения около 130 В. Длительность импульса тока разряда составляла около 12 мкс, при частоте следования импульсов 67 кГц. Средняя мощность разряда была на уровне 42 Вт. В качестве экспресс-диагностики присутствия частиц магния применялся анализ спектрального состава излучения, испускаемого плазмой разряда. Оптическая схема была устроена следующим образом.

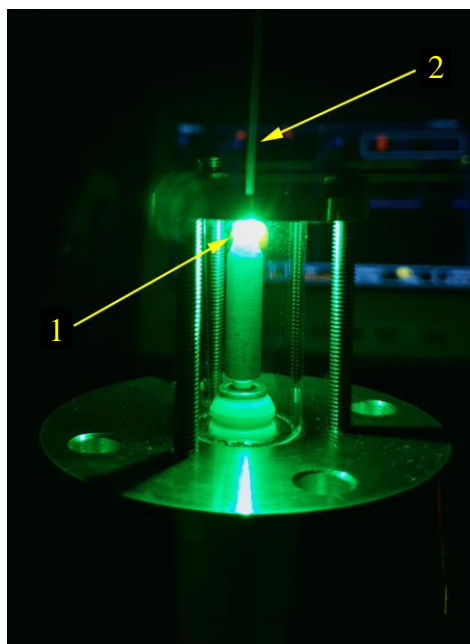


Рис. 2. Внешний вид источника металл-содержащей плазмы, функционирующего при атмосферном давлении: 1 – свечение разрядной плазмы; 2 – поток частиц, выносимый истекающим рабочим газом

С помощью собирающей линзы с фокусным расстоянием 75 мм строилось изображение разряда на координатном экране с отвер-

стием диаметром 1 мм. С обратной стороны экрана вплотную к нему напротив отверстия устанавливалась линза, которая направляла излучение, прошедшее через отверстие, в световод. Далее излучение подавалось на вход спектрометра HR4000CG-UV-NIR, функционирующего в диапазоне длин волн 200–1100 нм. Для всех элементов оптической измерительной системы имеются зависимости коэффициента пропускания и чувствительности от длины волны, предоставляемые либо производителем устройства, либо измеренные собственными силами при помощи известных методик и калиброванных источников излучения. Калибровка спектрометров по шкале длин волн производилась по эталонным спектрам аргонно-ртутной или ртутно-гелиевых ламп низкого давления.

Восстановленный эмиссионный спектр оптического излучения плазмы разряда атмосферного давления с катодной вставкой из магния, нормированный на амплитуду линии с длиной волны $\lambda = 285,21$ нм, представлен на рис. 3. Регистрация излучения плазмы производилась из области положительного столба разряда, располагающейся на расстоянии около 3 мм от вершины катода.

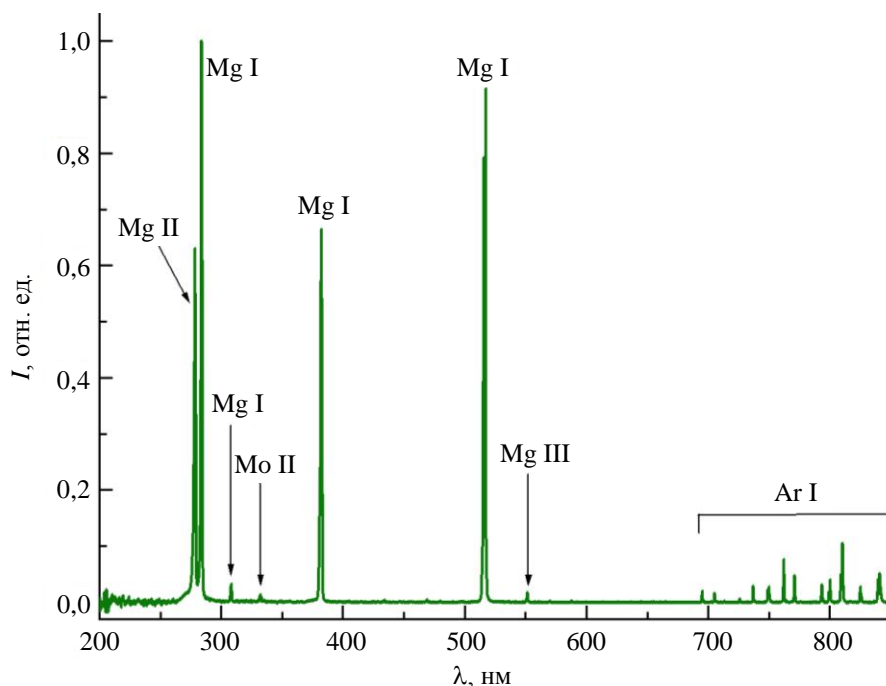


Рис. 3. Оптический эмиссионный спектр излучения плазмы разряда атмосферного давления с магниевой катодной вставкой

В эмиссионном спектре плазмы наряду с линиями, формирующимися в результате спектральных переходов в атомах рабочего газа аргона, присутствуют линии ионов и атомов магния, интенсивность которых на порядок величины превышает интенсивность линий аргона. Идентификация атомарных частиц магния в разрядной плазме производилась с применением базы данных Национального Института Стандартов и Технологии США [15]. Линии атомов и ионов магния в диапазонах длин волн 276–290, 382–386 и 510–520 нм воспроизводились как с применением танталового тигля, так и с использованием монокристаллического катода, выполненного из магния. В последнем случае, время работы генератора плазмы ограничивалось механической прочностью магниевых электродов. Полученный результат (рис. 3) указывает на присутствие атомарных частиц магния в разрядной плазме, а струя за выходной апертурой анода (см. рис. 2, поз. 2), подсвечиваемая излучением плазмы разряда, является прямым подтверждением генерации потока, содержащего частицы материала катода [13, 14].

Заключение

Модернизированный генератор плазмы предназначен для исследования процессов в тлеющем разряде атмосферного давления, приводящих к появлению атомарных потоков частиц материала катода. Проведенная модернизация разрядной системы позволяет непосредственно регистрировать излучение из различных областей разряда: катодного свечения, положительного столба и анодной токовой привязки. Это позволяет производить экспресс-диагностику для получения качественной информации об элементном составе разрядной плазмы. В дальнейшем данное устройство будет применяться для получения временных и пространственных распределений излучения плазмы с разрешением по длинам волн для исследования процессов генерации потоков плазмы с высоким содержанием

атомарных частиц металлов применительно к синтезу ультрадисперсных порошков и нанесения покрытий при атмосферном давлении.

*Исследование выполнено за счёт гранта
Российского научного фонда № 22-19-00265,
<https://rscf.ru/project/22-19-00265/>.*

ЛИТЕРАТУРА

1. Maggi F., Zadra F. // *Propellants Explos. Pyrotech.* 2020. Vol. 45. P. 724.
2. Ringe E. // *J. Phys. Chem. C.* 2020. Vol. 124. P. 15665.
3. Pickering J. C., Thorne A. P., Webb J. K. // *Mon. Not. R. Astron. Soc.* 1998. Vol. 300. P. 131.
4. Kawai T., Yamakawa Y., Takahashi Y. // *Atmosphere.* 2021. Vol. 12. P. 586.
5. Balducci G., Diaz L. B., Gregory D. H. // *Cryst. Eng. Comm.* 2017. Vol. 19. P. 60677.
6. Pfeiffer T. V., Feng J., Schmidt-Ott A. // *Adv. Powder Tech.* 2014. Vol. 25. P. 56.
7. Gonzalez-Martinez I. G., Bachmatiuk A., Bezugly V., Kunstmann J., Gemming T., Liu Z., Cunibert G., Rummeli M. H. // *Nanoscale.* 2016. Vol. 8. P. 11340.
8. Deng Z. C., Pang X. X., Ding X. C., Chu L. Z., Meng X. D., Wang Y. L. // *Laser Part. Beams.* 2020. Vol. 38. P. 54.
9. Morozov Yu. G., Belousova O. V., Kuznetsov M. V., Ortega D., Parkin I. P. // *J. Mater. Chem.* 2012. Vol. 22. P. 11214.
10. Kotov Yu. A. // *Nanotechnologies Russ.* 2009. Vol. 4. P. 415.
11. Bobzin K., Ernst F., Richardt K., Schlaefer T., Verpoort C., Flores G. // *Surf. Coat. Tech.* 2008. Vol. 202. P. 4438.
12. Hontanon E., Palomares J. M., Stein M., Guo X., Engeln R., Nirschl H., Kruijs F. E. // *J. Nanopart. Res.* 2013. Vol. 15. P. 1957.
13. Savkin K. P., Oks E. M., Yushkov G. Yu., Ivanov Yu. F. // *J. Appl. Phys.* 2020. Vol. 127. P. 213303.
14. Savkin K. P., Bugaev A. S., Gushenets V. I., Nikolaev A. G., Ivanov Yu. F., Oks E. M., Frolova V. P., Shandrikov M. V., Yushkov G. Yu. // *Surf. Coat. Tech.* 2020. Vol. 389. P. 125578.
15. Kramida A., Ralchenko Yu., Reader J., and NIST ASD Team (2021). NIST Atomic Spectra Database (ver. 5.9), [Online]. Available: <https://physics.nist.gov/asd> [2022, July 13]. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD.
DOI: <https://doi.org/10.18434/T4W30F>.

Metal-containing plasma source based on atmospheric pressure glow discharge

K. P. Savkin¹, D. A. Sorokin¹, D. V. Beloplotov¹, M. V. Shandrikov¹ and A. V. Kazakov^{1,2}

¹Institute of High Current Electronics SB RAS
2/3 Akademicheskii Ave., Tomsk, 634055, Russia
E-mail: savkin@opee.hcei.tsc.ru

²Tomsk State University of Control systems and Radioelectronics
40 Lenin Ave., Tomsk, 634050, Russia

Received July 18, 2022

Upgraded plasma source based on atmospheric pressure glow discharge and features of its operation are presented. The main purpose of upgraded device is generation of metal-contained plasma flows. A brief review of the state-of-the-art methods for generating metal-containing plasma at atmospheric pressure is given. The possibilities of application of the described discharge system in research on the production of ultrafine powders and functional coatings are indicated.

Keywords: atmospheric pressure, low-temperature plasma, metal atoms, metal ions, optical spectroscopy, ultrafine powders, coatings.

DOI: 10.51368/1996-0948-2022-6-12-17

REFERENCES

1. F. Maggi and F. Zadra, *Propellants Explos. Pyrotech.* **45**, 724 (2020).
2. E. Ringe, *J. Phys. Chem. C* **124**, 15665 (2020).
3. J. C. Pickering, A. P. Thorne and J. K. Webb, *Mon. Not. R. Astron. Soc.* **300**, 131 (1998).
4. T. Kawai, Y. Yamakawa and Y. Takahashi, *Atmosphere* **12**, 586 (2021).
5. G. Balducci, L. B. Diaz and D. H. Gregory, **19**, 60677 (2017).
6. T. V. Pfeiffer, J. Feng and A. Schmidt-Ott, *Adv. Powder Tech.* **25**, 56 (2014).
7. I. G. Gonzalez-Martinez, A. Bachmatiuk, V. Bezugly, J. Kunstmann, T. Gemming, Z. Liu, G. Cunibertic and M. H. Rummeli, *Nanoscale* **8**, 11340 (2016).
8. Z. C. Deng, X. X. Pang, X. C. Ding, L. Z. Chu, X. D. Meng and Y. L. Wang, *Laser Part. Beams* **38**, 54 (2020).
9. Yu. G. Morozov, O. V. Belousova, M. V. Kuznetsov, D. Ortega and I. P. Parkin, *J. Mater. Chem.* **22**, 11214 (2012).
10. Yu. A. Kotov, *Nanotechnologies Russ.* **4**, 415 (2009).
11. K. Bobzin, F. Ernst, K. Richardt, T. Schlaefel, C. Verpoort and G. Flores, *Surf. Coat. Tech.* **202**, 4438 (2008).
12. E. Hontanon, J. M. Palomares, M. Stein, X. Guo, R. Engeln, H. Nirschl and F. E. Kruis, *J. Nanopart. Res.* **15**, 1957 (2013).
13. K. P. Savkin, E. M. Oks, G. Yu. Yushkov and Yu. F. Ivanov, *J. Appl. Phys.* **127**, 213303 (2020).
14. K. P. Savkin, A. S. Bugaev, V. I. Gushenets, A. G. Nikolaev, Yu. F. Ivanov, E. M. Oks, V. P. Frolova, M. V. Shandrikov and G. Yu. Yushkov, *Surf. Coat. Tech.* **389**, 125578 (2020).
15. A. Kramida, Yu. Ralchenko, J. Reader and NIST ASD Team (2021). NIST Atomic Spectra Database (ver. 5.9), [Online]. Available: <https://physics.nist.gov/asd> [2022, July 13]. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD. DOI: <https://doi.org/10.18434/T4W30F>.