

Несамостоятельный сильноточный тлеющий разряд низкого давления с полым катодом большого размера

И.В. Лопатин, Ю.Х. Ахмадеев, Н.Н.Коваль, П.М. Щанин.

Институт сильноточной электроники СО РАН
634055 Россия, Томск
e-mail: lopatin@opee.hcei.tsc.ru

Представлены результаты исследования несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом объемом 0.2 м^3 , в котором зажигание и поддержание горения сильноточного (до 35 А) разряда при низких (0.2–3 Па) давлениях осуществляется самостоятельным дуговым разрядом с холодным катодом. При увеличении тока разряда от 2 А до 30 А напряжение горения разряда изменяется от 40 В до 300 В, что значительно ниже напряжения горения самостоятельного тлеющего разряда в той же электродной системе. В результате азотирования в плазме исследуемого разряда за время 3 часа при температуре 500–600°C удалось поднять твердость поверхности титана ВТ-1-0 в 1.9 раза, стали 12Х18Н10Т в 4.8 раза. Твердость стали 40Х возросла более чем в 3 раза, при этом глубина модифицированного слоя составила 120–150 мкм.

Введение

Методы диффузионного насыщения приповерхностных слоев материалов и изделий азотом с целью изменения их физико-химических и трибологических свойств, таких как твердость, износо- и коррозионная стойкости широко используются в различных областях промышленности. В последние годы распространение получили методы азотирования в различных видах газового разряда: в самостоятельном и несамостоятельном тлеющих разрядах [1–3], в дуговом разряде [4]. Основным недостатком самостоятельного тлеющего разряда является относительно высокое (10–100 Па) давление рабочего газа для обеспечения горения разряда в сильноточной форме при высоких (600–700В) напряжениях. При этих условиях время азотирования составляет несколько десятков часов [2]. Это связано в том числе и с низкой энергией ионов, поступающих на катод после потери энергии вследствие многократных столкновений в прикатодном слое. Низкоэнергетичные ионы не очищают поверхность азотируемых материалов и изделий от слоя окислов, препятствующего диффузии азота и тормозящего процесс азотирования. Несамостоятельный тлеющий разряд позволяет организовать сильноточный режим горения при более низких давлениях, когда процесс ионной очистки играет важную роль и, как следствие, уменьшить время азотирования при прочих одинаковых условиях [5].

В настоящей работе несамостоятельный тлеющий разряд зажигался и поддерживался при значительно больших токах и в значительно большем, чем в [5–9] объеме за счет эмиссии электронов из плазмы самостоятельной дуги, а не из плазмы тлеющего разряда. Плазма, генерируемая исследуемым разрядом использовалась в экспериментах по азотированию сталей и сплавов.

Описание экспериментальной установки

Исследования несамостоятельного тлеющего разряда проводились на экспериментальном стенде (рис. 1), собранном на основе промышленной ионно-плазменной напылительной установки ННВ–6.6–И1. Вакуумная камера размером 650×650×650 мм, которая являлась одновременно полым катодом исследуемого разряда, откачивалась турбомолекулярным насосом ТМН-500 со скоростью откачки 500 л/с до давления 10^{-3} Па. Затем за счет напуска рабочего газа, давление регулировалось в диапазоне 0.3–3Па.

Тлеющий разряд зажигался между полым катодом с площадью поверхности $1.7 \times 10^4 \text{ см}^2$ и водоохлаждаемым трубчатым анодом с возможностью изменения площади от 70 до 370 см^2 .

Для облегчения зажигания несамостоятельного тлеющего разряда и устойчивого его горения при малых давлениях используется источник электронов на основе дугового разряда с интегрально холодным полым катодом [10].

Для разделения плазмы основного разряда, с целью предотвращения ее поступления в электродную систему дугового разряда, отверстие в вакуумной камере - полым катодом диаметром 200 мм перекрыто мелкоструктурной (1×1 мм) сеткой. Эмиссия электронов происходит из плазмы, генерируемой дуговым разрядом с холодным полым катодом через ячейки сетки, которая является анодом для дугового разряда. В некоторых экспериментах с целью увеличения напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда и, соответственно, уменьшения тока электронов из вспомогательного дугового разряда, применялась двухсеточная система с эквипотенциальным зазором.

В случае работы системы с одной сеткой без эквипотенциального зазора убиралась сетка 4. Несамостоятельность основного тлеющего разряда обеспечивалась инъекцией в катодную полость 2 через ячейки сеток 4 и 7 электронов, которые, ускоряясь в катодном падении потенциала, обеспечивали стабильное зажигание и горение разряда.

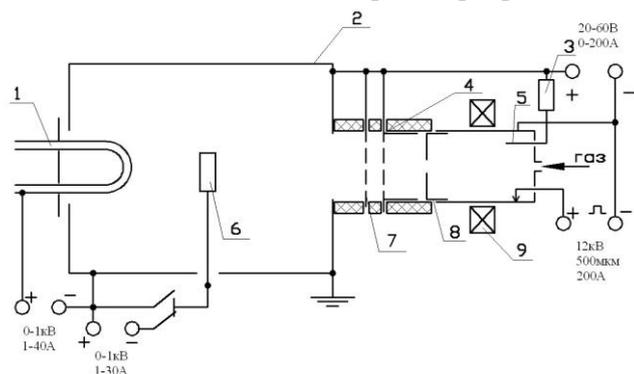


Рис. 1. Принципиальная схема экспериментального стенда: 1 – водоохлаждаемый анод тлеющего разряда; 2 – вакуумная камера-катод тлеющего разряда; 3 – балластное сопротивление; 4 – сетчатый анод дугового разряда; 5 – вспомогательный поджигающий анод дугового разряда; 6 – обрабатываемые образцы; 7 – сетка; 8 – диафрагма; 9 – магнитная катушка.

В рассмотренной электродной системе для сравнения были проведены исследования характеристик и самостоятельного тлеющего разряда. В этом случае дуговой источник не включался, напряжение подавалось между полым катодом 2 и водоохлаждаемым анодом 1 при увеличенном давлении.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Были проведены исследования характеристик несамостоятельного тлеющего разряда в рассмотренной электродной системе, зондовые измерения параметров плазмы, а также проведены процессы азотирования образцов из титана.

На рис. 2 представлена вольтамперная характеристика тлеющего разряда в зависимости от тока электронов, проникающих в вакуумную камеру из дугового разряда для односеточной системы.

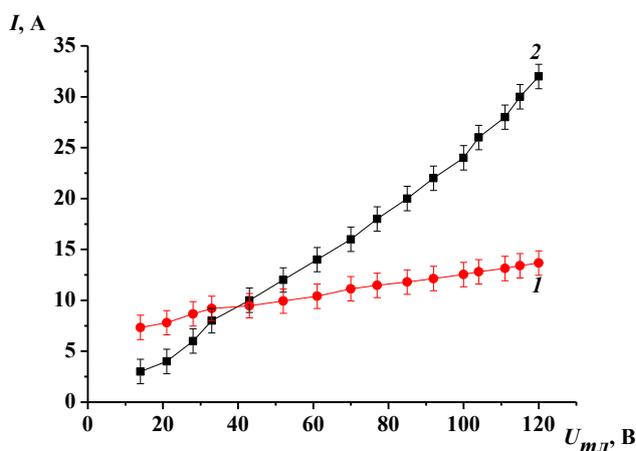


Рис. 2. Зависимость электронного тока, проникающего в вакуумную камеру из дугового разряда (1) и тока тлеющего разряда (2) от напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда. Ток дугового разряда $I_{\text{дуг.}}=14$ А, напряжение горения дугового разряда $U_{\text{дуг.}}=20$ В, давление $p=0.64$ Па, рабочий газ – азот.

Видно, что на начальном участке эмиссионный ток (кривая 1) превышает ток основного тлеющего разряда (кривая 2). Это связано, вероятно, с тем, что электроны из дугового разряда проникают в вакуумную камеру но, пока напряжение между катодом тлеющего разряда (камерой) и анодом тлеющего разряда невелико, не все электроны замыкаются на анод тлеющего разряда. С ростом напряжения ток на анод тлеющего разряда растет и при уровне напряжения порядка 30 – 40 В большая часть электронов, проникших через сетку в катодную полость, начинают замыкаться на анод тлеющего разряда. Дальнейшее увеличение напряжения на тлеющем разряде приводит к росту, как тока 2, так и тока 1. Ток 1 ограничен током дугового источника и, видно (рис. 2), что на уровнях напряжений порядка 120 В он достигает значений близких

к насыщению. Ток 2 продолжает расти с ростом напряжения, это связано с тем, что электроны проникающие в камеру – полый катод ионизируют газ и в камере зажигается несамостоятельный тлеющий разряд и увеличение напряжения приводит к увеличению эффективности ионизации газа как вследствие осцилляции электронов инжектированных в полость, так и за счет увеличения эмиссии электронов с полого катода.

Напряжение горения несамостоятельного тлеющего разряда при токе разряда порядка 30 А, как видно на рис.2, достигает в нашей системе 120 В. Максимальный предел тока равный 35 А обусловлен имеющимся источником питания.

Данная система проектировалась в том числе и для проведения азотирования различных сталей и сплавов. Из работ [2,4] известно, что азотирование сталей не проходит эффективно без удаления окислов, образующихся на поверхности сталей, разогретых до температур порядка 400–500 С°. Известно несколько способов удаления этих окислов, среди них химическое связывание ионами водорода [2] либо ионное травление поверхности в процессе азотирования [4]. В случае химического связывания кислорода ионами водорода необходимо проводить процесс азотирования в присутствии водорода в камере. Чаще всего для таких процессов используется диссоциированный аммиак, что требует наличия диссоциатора. Ионное травление поверхности в процессе азотирования более предпочтительно, так как дает возможность работать на чистом азоте без добавок водорода. Однако в работе [4] показано, что для эффективной ионной очистки в процессе азотирования необходимо прикладывать напряжение смещения на обрабатываемые изделия не менее 150 В. Кроме того, повышение напряжения на обрабатываемых деталях обеспечивает их эффективный нагрев до температур, необходимых для проведения процесса азотирования. Таким образом, для проведения процессов азотирования в представленной системе необходимо либо введение дополнительного источника смещения, прикладываемого к обрабатываемым изделиям, либо увеличение напряжения горения несамостоятельного

тлеющего разряда, и помещение деталей под катодный потенциал. Нами было принято решение увеличить напряжение горения несамостоятельного разряда. Однако, для того, чтобы повысить напряжение горения разряда, без увеличения разрядного тока, необходимо было уменьшить ток электронов, проникающих в полый катод несамостоятельного разряда из вспомогательного дугового разряда. Значительное уменьшение тока дугового разряда невозможно, вследствие необходимости поддержания существования катодного пятна. Это привело нас к необходимости снизить эффективность извлечения электронов из плазмы дугового разряда, для этого в систему была введена дополнительная сетка, помещенная под потенциал камеры-катода тлеющего разряда.

Из представленных на рис.3 зависимостей тока электронов из дугового разряда и тока тлеющего разряда от напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда для двухсеточной системы видно, что характер кривых не изменился по сравнению с аналогичными зависимостями, снятыми для системы с одной сеткой, однако, введение дополнительной сетки позволило снизить ток электронов, проникающих в полый катод – камеру и, тем самым, увеличить напряжение горения разряда при токах несамостоятельного разряда порядка $I_{\text{дуг.}}=30\text{--}35\text{ А}$.

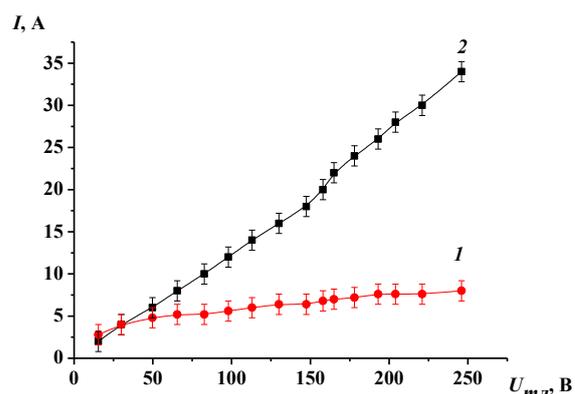


Рис. 3. Зависимость электронного тока, проникающего в вакуумную камеру из дугового разряда (1) и тока тлеющего разряда (2) от напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда. Ток дугового разряда $I_{\text{дуг.}}=30\text{ А}$, напряжение горения дугового разряда $U_{\text{дуг.}}=40\text{ В}$, давление 0.64 Па, рабочий газ – азот.

На рис. 4 приведены вольтамперные характеристики несамостоятельного и самостоятельного тлеющего разряда при

давлении азота $p=0.64$ Па и при токе дугового (вспомогательного) разряда $I_{\text{дуг.}} = 30$ А.

Видно, что несамостоятельный разряд устойчиво горит уже при напряжении $U_{\text{тл.}}=40$ В, ток разряда $I_{\text{тл.}}$ при этом составляет порядка 2 А, далее при увеличении напряжения $U_{\text{тл.}}$ до 290 – 300 В, ток $I_{\text{тл.}}$ плавно нарастает до величины 30–35А. Такое поведение вольтамперных характеристик можно объяснить тем, что на первой характеристике разряд является несамостоятельным и его существование обусловлено электронами, извлеченными из вспомогательного разряда, а это, в свою очередь значит, что для поддержания данного разряда не обязательно выполнение критерия самостоятельности разряда. Это значит, что количество ионов и их энергия не должны обеспечивать рождение новых электронов для поддержания разряда. На второй кривой, где отмечается повышенное напряжение горения, функционирует самостоятельный тлеющий разряд с полым катодом, выполнение критерия самостоятельности обязательно, так как электроны, ушедшие на анод, не компенсируются электронами из дополнительного источника и количество быстрых электронов поддерживается только за счет γ - процессов, проходящих на поверхности полого катода.

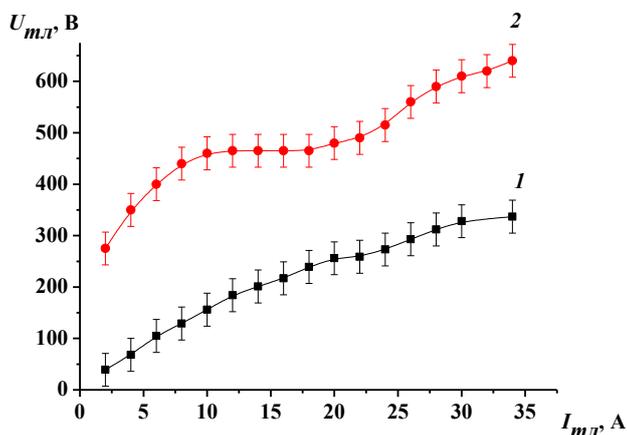


Рис. 4. Вольтамперные характеристики несамостоятельного (1) и самостоятельного (2) тлеющих разрядов.

При изменении давления азота в разрядной камере от 0.3 до 3 Па происходит увеличение тока разряда с 27 до 30 А при уменьшении напряжения горения разряда с 280 до 240 В (Рис. 5).

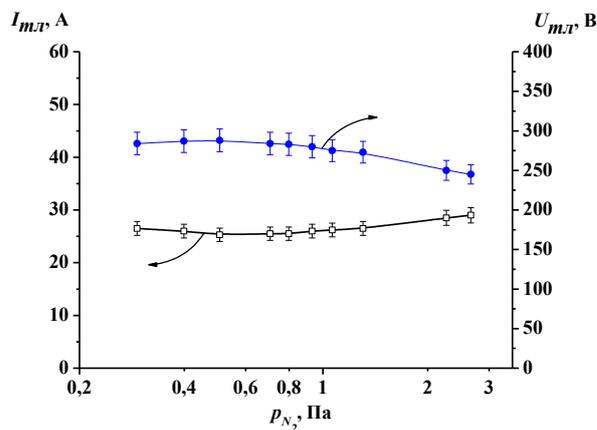


Рис. 5. Зависимость тока и напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда при токе дугового разряда $I_{\text{дуг.}}=30$ А.

Такая слабая зависимость тока разряда и напряжения его горения от давления, нетипична для самостоятельного тлеющего разряда, однако, в силу того, что в представленной системе тлеющий разряд подпитывается электронами из вспомогательного дугового разряда, зависимость от давления становится более слабой, по сравнению с самостоятельным тлеющим разрядом, а параметры несамостоятельного тлеющего разряда в большей степени зависят от тока вспомогательного разряда.

Зависимость тока и напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда от тока дугового (вспомогательного) разряда, показана на рис. 6. Изменение тока дугового разряда от 20 до 100 А, приводит к уменьшению напряжения горения тлеющего разряда с 300 до 110 В при увеличении его тока с 17 до 30 А.

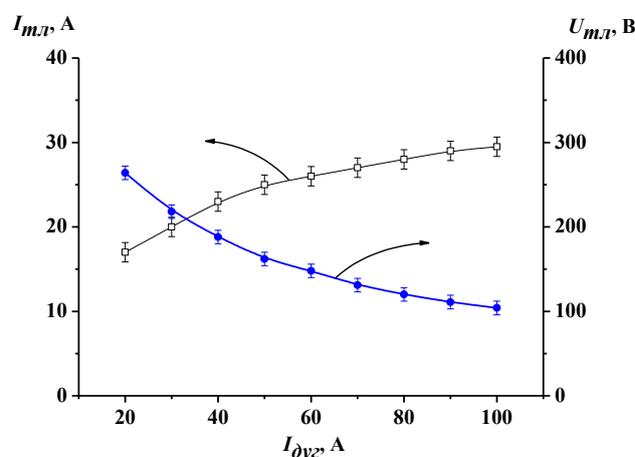


Рис. 6. Зависимость напряжения горения и тока тлеющего разряда от тока дугового разряда $p=1$ Па, рабочий газ – азот

Такое поведение зависимостей связано с тем, что при увеличении тока

вспомогательного дугового разряда увеличивается количество электронов, извлекаемых в полый катод несамостоятельного разряда, это приводит к увеличению тока несамостоятельного разряда и снижению напряжения его горения.

Как показали зондовые измерения плазмы несамостоятельного тлеющего разряда цилиндрическим лэнгмюровским зондом, в центре полого катода (вакуумной камеры) при напряжении горения несамостоятельного разряда 300 В и токе 30 А температура электронов составляет $T_e \approx 1$ эВ, а концентрация достигает $n_e \approx 10^{11}$ см⁻³.

В представленной системе были проведены процессы азотирования в среде N₂+He (60÷40%) и чистом азоте, при давлении p=0.9-1.1 Па. В качестве материала исследования использовались образцы из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, стали 40Х и титана ВТ1-0. В процессе азотирования образцы находились либо под потенциалом камеры (катода) либо к ним прикладывалось дополнительное отрицательное электрическое смещение, для достижения необходимой температуры вследствие дополнительной бомбардировки ускоренными ионами. Результаты 3-х часовой обработки представлены в табл. 1. Также для сравнения приведены результаты

азотирования с использованием плазмогенератора “ПИНК” на основе несамостоятельного дугового разряда с накаливаемым катодом [4].

На рис. 6 приведено распределение микротвердости по глубине для образца стали 40Х после 3-х часового азотирования в среде N₂+He (60÷40%) при температуре 500 °С.

Видно, что модифицированный слой с повышенной твердостью имеет толщину порядка 120-150 мкм.

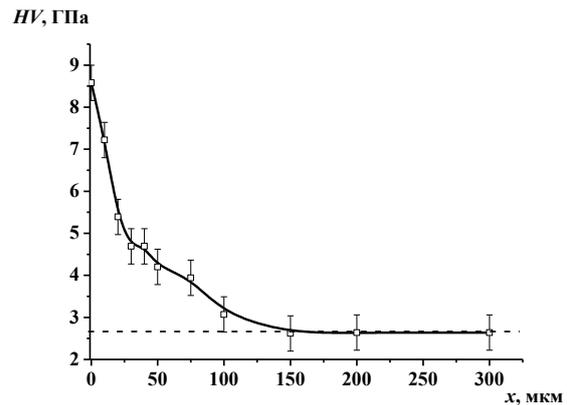


Рис. 6. Распределение микротвердости по глубине для образца из стали 40Х.

Таблица 1. Параметры процесса азотирования титана и сталей в несамостоятельном тлеющем разряде

Материал	Ti	12Х18Н10Т.	40Х	40Х	40Х (“ПИНК”)
Параметры процесса					
Рабочий газ	N ₂ +He (60÷40%)	N ₂ +He (60÷40%)	N ₂ +He (60÷40%)	N ₂	N ₂
p, Па	1.1	1.1	1.1	0.9	1
I _{тл} , А	28	28	28	30	–
U _{тл} , В	225	225	300	330	–
I _{дуг} , А	35	35	34	25	50
U _{дуг} , В	29	29	32	35	40
U _{см} , В	-225	-225	0	0	-600
T, °С	575	575	500	500	530
t, час	3	3	3	3	5
HV/HV ₀	1,9	4.8	3.2	3.3	3.1

HV – твердость после азотирования, HV₀ – исходная твердость

Заключение

Проведены исследования несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом объемом $V \approx 0.2 \text{ м}^3$, которые показали возможность функционирования данного разряда при давлениях от 0.3–3 Па. Напряжение горения данного разряда в зависимости от условий может изменяться от 40 В до 300 В, а ток разряда от 1 А до 35 А. Концентрация генерируемой разрядом плазмы достигает $n_e \approx 10^{11} \text{ см}^{-3}$.

Наблюдаемое минимальное напряжение горения разряда в 6 раз ниже, чем напряжения горения для самостоятельного разряда в той же электродной системе. Ток разряда 35 А достигается при напряжении горения разряда в 120 В, что также в 6 раз ниже чем для самостоятельного тлеющего разряда в той же электродной системе. Энергетические затраты на создание плазмы в этом случае более чем в 2 раза ниже даже с учетом затрат на инжекцию дополнительных электронов в катодную полость разряда.

Проведенные эксперименты по азотированию в несамостоятельном тлеющем разряде показали, что поверхностная микротвердость изделий из стали 40Х после 3-х часового азотирования при температуре 500°C возрастает более чем в 3 раза и достигает 9 ГПа.

Рассмотренный разряд перспективен для создания технологических установок азотирования материалов и изделий.

Список литературы

- [1]. Bell T. // Surface engineering. 2002. vol. 18. №6. P.415–422.
- [2]. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д. и др. Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991. 320 с.
- [3]. Ахмадеев Ю.Х, Гончаренко И.М., Иванов Ю.Ф. и др. // Письма в ЖТФ. 2005. Т. 31. Вып. 13. С.24–30.
- [4]. Щанин П.М., Коваль Н.Н. // ФХОМ. 2001. №3. С.16–19.
- [5]. Ахмадеев Ю.Х. // Сб. материалов II Всероссийской конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем». Томск. 2006. С.17–20.
- [6]. Meletis E.I. // Surf. and Coatings Technology. 2002. №149. P.95–113.
- [7]. Визирь А.В., Окс Е.М., Щанин П.М., Юшков Г.Ю. // ЖТФ. 1997. Т.67. Вып. 6. С.27–31.
- [8]. Гаврилов Н.В., Емлин Д.Р., Каменецких А.С. // Изв. Вузов Физика. 2007. №9. Приложение. С.30–34.

[9]. Гаврилов Н.В., Мамаев А.С., Кайгородов А.С. // Письма в ЖТФ. 2009. Т.35. Вып. 1. С.69–75.

[10]. Григорьев С.В., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Дуговой генератор газоразрядной плазмы. Бюл. №12. Патент №2227962. 17.06.2002. 27.04.2004.