

УДК 537.533.9; 53.097; 539.4

ПРИМЕНЕНИЕ ДИФФУЗНОГО РАЗРЯДА, ФОРМИРУЕМОГО УБЕГАЮЩИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ В ПОТОКЕ АЗОТА АТМОСФЕРНОГО ДАВЛЕНИЯ, ДЛЯ ОЧИСТКИ И ОКСИДИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЯ

^{1,2}Ерофеев М.В., ¹Шулепов М.А., ^{1,2}Тарасенко В.Ф.¹*Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, e-mail: mve@loi.hcei.tsc.ru;*²*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск*

Проведена модификация поверхности алюминия плазмой импульсно-периодического разряда в неоднородном электрическом поле в потоке азота атмосферного давления. Благодаря генерации убегающих электронов и рентгеновского излучения, объемный (диффузный) разряд формировался между плоским алюминиевым анодом и катодом с малым радиусом кривизны, на который подавались импульсы напряжения отрицательной полярности с частотой 2 кГц, длительностью ~6 нс и с амплитудой в падающей волне до 30 кВ. В плазме разряда, реализованного в данных условиях, происходит очистка поверхности алюминия от углерода, а также образование на ней оксидного слоя толщиной до 25 нм.

Ключевые слова: диффузный разряд, оксидирование и очистка поверхности, алюминий

CLEANING AND OXIDATION OF ALUMINUM SURFACE USING RUNAWAY ELECTRONS PREIONIZED DIFFUSE DISCHARGE FORMED IN THE NITROGEN FLOW OF ATMOSPHERIC PRESSURE

^{1,2}Erofeev M.V., ¹Shulepov M.A., ^{1,2}Tarasenko V.F.¹*Institute of High Current Electronics SB RAS, Tomsk, e-mail: mve@loi.hcei.tsc.ru;*²*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk*

Surface treatment of aluminum plates using the plasma of pulsed periodic discharge in an inhomogeneous electric field in the nitrogen flow of atmospheric pressure is presented. Due to the generation of runaway electrons and X-rays, diffuse discharge is formed by voltage pulses of negative polarity with an amplitude of 30 kV, a full width at half maximum of ~6 ns and frequency of 2 kHz between plane aluminum anode and cathode of small curvature radius. Experimental results show that using the discharge plasma obtained under certain experimental conditions can clean aluminum surface from carbon, as well as surface oxidation with layer thickness up to 25 nm.

Keywords: diffuse discharge, oxidation and surface cleaning, aluminium

Технологии модификации материалов плазмой развиваются и продолжают совершенствоваться по сей день. Большинство современных технологий, основанных на применении газоразрядной плазмы, критичны к условиям ее получения, таким как чистота разрядной камеры и обрабатываемых образцов, сорт используемых газов и их давление, уровень вакуума. В последние годы предпринимаются попытки поиска возможностей ухода от широко применяемых разрядов, требующих низкого давления, к разрядам, реализация которых была бы возможна в различных газах (в том числе и воздухе) атмосферного давления. Одним из способов получения объемного разряда в газах повышенного давления является предыонизация рабочего газа пучком убегающих электронов и рентгеновским излучением, формируемых в неоднородном электрическом поле при подаче на электрод с малым радиусом кривизны импульсов высокого напряжения наносекундной длительности (см. коллективную монографию [9] и ссылки в ней). При формировании таких разрядов, получивших название объемный разряд, инициируемый пучком электронов

лавин (ОРИПЭЛ [2]), на плоский анод воздействуют плотная плазма, ударная волна, сверхкороткий лавинный электронный пучок (СЛЭП [9]), а также УФ и ВУФ излучение. Генерация рентгеновского излучения в ОРИПЭЛ происходит за счет торможения быстрых электронов на аноде и газе [2, 3, 5, 9], однако из-за короткой длительности СЛЭП (~100 пс) экспозиционные дозы рентгеновского излучения малы и не представляют опасности для персонала.

Воздействие пучка убегающих электронов на поверхность плоского модифицируемого электрода определяется полярностью импульса напряжения, подаваемого на электрод с малым радиусом кривизны. Так при положительной полярности импульса напряжения, энергия убегающих электронов существенно меньше, и пучок преимущественно направлен в сторону анода, который имеет малый радиус кривизны. Соответственно, на обрабатываемую поверхность, в данном случае являющуюся катодом, воздействуют плотная плазма, ударная волна, УФ и ВУФ излучение из плазмы разряда. В формировании ОРИПЭЛ при положительной полярности анода с малым ра-

диусом кривизны существенную роль играет характеристическое излучение из газа со сравнительно малой энергией рентгеновских квантов [3]. При малых зазорах также зарегистрировано тормозное излучение из потенциального анода [5].

Концентрация электронов и их температура в плазме ОРИПЭЛ зависит от амплитуды импульса напряжения и его временных характеристик, а также геометрии разрядного промежутка. При атмосферном давлении гелия и азота средняя температура электронов в плазме ОРИПЭЛ, формируемым генератором РАДАН-220, составляет несколько электронвольт, а концентрации электронов составляют $\sim 10^{15} \text{ см}^{-3}$ [4] и $\sim 10^{14} \text{ см}^{-3}$ [8], соответственно.

В работах [1, 2, 6, 10] сообщалось о проведении предварительных исследований воздействия ОРИПЭЛ на различные металлы и полупроводник CdHgTe. Было показано, что при воздействии ОРИПЭЛ поверхности стали, AlBe фольги, меди заметно очищаются от углерода и окисдируются после воздействия 1000 импульсов, а в эпитаксиальных твердых растворах CdHgTe изменяются электрофизические свойства. Также было зарегистрировано увеличение

твердости поверхностного слоя меди [6]. Однако исследования в [1, 2, 6, 7, 10] были проведены в режиме единичных (однократных) выстрелов, что требовало большого количества времени.

Цель данной работы – исследовать воздействие плазмы импульсно-периодического разряда на поверхность алюминия при разряде в потоке азота атмосферного давления.

Экспериментальная установка. В экспериментах использовался генератор импульсов высокого напряжения NPG-15/2000N с удельной мощностью энерговыклада до 10 МВт/см³. Амплитуда импульса напряжения отрицательной полярности в падающей волне составляла $\sim 30 \text{ кВ}$, длительность импульса на полувысоте 6 нс, ток разряда $\sim 100 \text{ А}$. Конструкция электро-разрядной камеры показана на рис. 1. От генератора импульс напряжения подавался по высоковольтному кабелю 1 с волновым сопротивлением 75 Ом на катод с малым радиусом кривизны 2. Плазма разряда зажигалась в потоке азота, подаваемого в камеру перпендикулярно продольной оси разрядного промежутка через штуцер 3 со скоростью 0.5 м³/ч. Отработанный газ выводился наружу через отверстия 4 в плоском аноде.

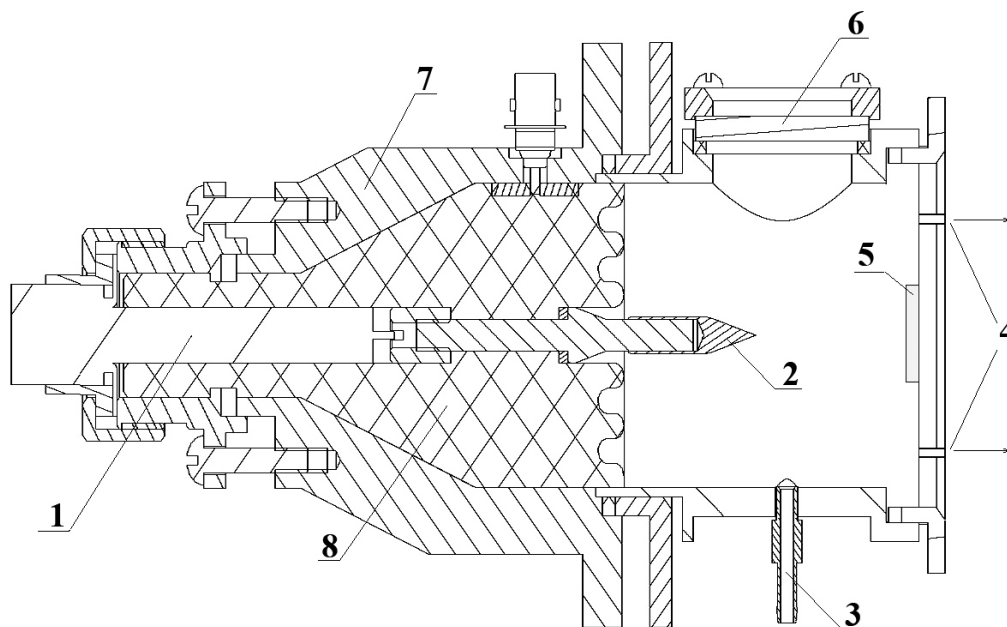


Рис. 1. Конструкция разрядной камеры:

1 – высоковольтный кабель; 2 – острый катод; 3 – напуск азота; 4 – вывод азота; 5 – обрабатываемый алюминиевый образец; 6 – кварцевое окно; 7 – металлический корпус камеры; 8 – изолятор

В качестве исследуемых образцов 5 применялись пластины из алюминия марки АД с размерами $15 \times 10 \times 0.8$ мм. Образцы размещались на плоском аноде разрядной камеры, показанной на рис. 1.

Зазор между стальным катодом, который имел форму конуса с углом у вершины 60° и диаметр основания 6 мм, составлял 8 мм. Для визуального контроля формы разряда в боковой стенке камеры имелось кварцевое окно 6.

Перед обработкой ОРИПЭЛ поверхность образцов протиралась этиловым спиртом, специальной подготовки поверхности образцов не проводилось. После обработки образцов ОРИПЭЛ изменения концентрации основных химических элементов в поверхностных слоях исследовались на оже-спектрометре «Шхуна-2». Измерения шероховатости поверхности проводились с помощью трехмерного бесконтактного профилометра Micro Measure 3D Station фирмы STIL.

Результаты и их обсуждение. Как следует из результатов оже-спектроскопии, приведенных на рис. 2 и 3, поверхность необработанного алюминия (кривые с пустыми символами) покрыта слоем толщиной 10 нм, состоящим в основном из углерода, оксида алюминия и кислорода. Для экспе-

риментов были взяты два аналогичных образца, отличающиеся друг от друга степенью загрязненности поверхностного слоя углеродом. Так концентрация углерода на поверхности первого образца составляла 20 ат. % (рис. 2), и 68 ат. % на поверхности второго (рис. 3). Соответственно концентрации оксида алюминия и кислорода в первом образце составляли 30 ат. % и 50 ат. %, что в ~ 2 раза больше, чем во втором. Начиная с глубины более 20 нм от поверхности концентрации основных элементов в обоих исходных образцах выравнивались и уменьшались вглубь соответственно с ростом концентрации атомов чистого алюминия.

Полученные результаты по очистке поверхности и ее оксидированию после обработки образцов ОРИПЭЛ, формируемом в потоке азота атмосферного давления также представлены на рис. 2 и 3 (кривые со сплошными символами).

Как видно из рис. 2, после воздействия 100000 импульсов ОРИПЭЛ на первый образец, концентрация углерода в поверхностном слое 40 нм в среднем уменьшилась в 2 раза, а концентрация оксида алюминия в слое 20 нм выросла на $\sim 30\%$. При этом концентрация кислорода остается практически неизменной после воздействия ОРИПЭЛ.

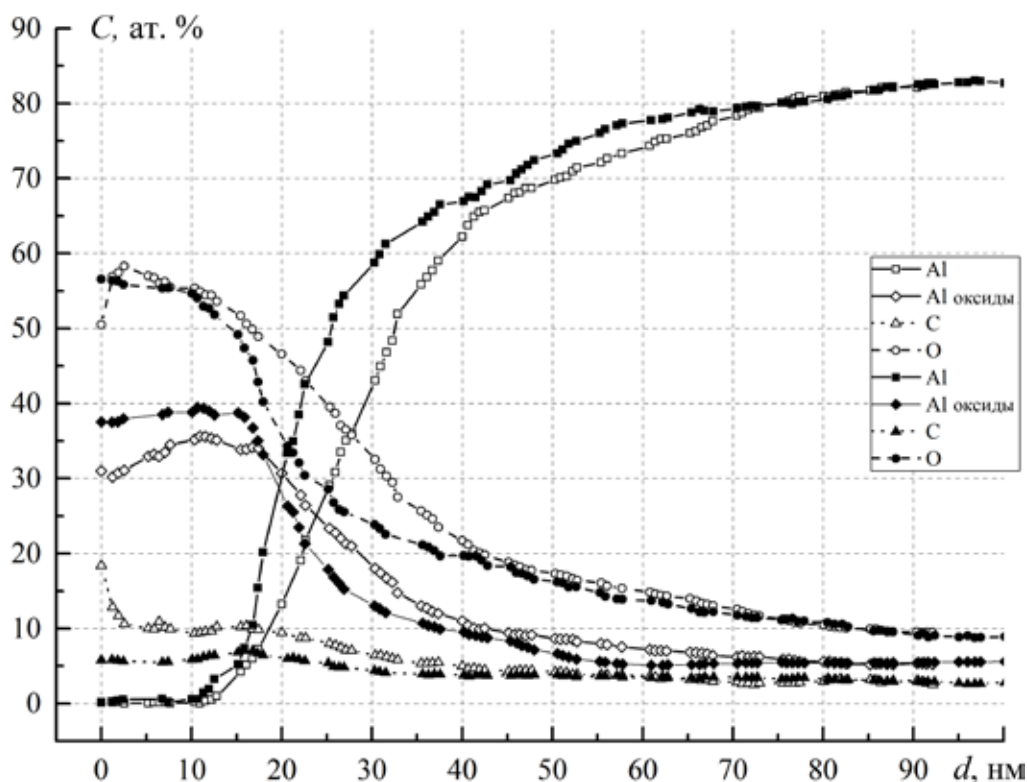


Рис. 2. Изменение концентраций основных элементов в поверхностном слое алюминиевого образца №1 под действием 100000 импульсов ОРИПЭЛ. Кривые с пустыми символами соответствуют исходному образцу, кривые с полными — образцу после воздействия

Обработка ОРИПЭЛ более загрязненного углеродом образца (рис. 3) привело к несколько противоположному эффекту. Так максимальные значения концентраций оксида алюминия и кислорода в поверхностном слое обработанного образца остались практически неизменными, тогда как его толщина увеличилась в двое – до 25 нм. При этом величина изменения концентрации углерода не существенна и лежит в пределах ошибки измерения.

Отсюда следует, что применение ОРИПЭЛ для очистки от углерода в данном режиме эффективно только для сравнительно чистых образцов или требует более длительной обработки.

Для контроля качества обработки ОРИПЭЛ, поверхности образцов исследовались

на профилометре. Величины средних арифметических отклонений профилей поверхности образца до обработки и после изменились в пределах ошибки метода измерения, что говорит об отсутствии сколь ни будь существенного влияния ОРИПЭЛ на шероховатость поверхности. На рис. 4 представлены 2D-профилограмма и 3D-топография поверхности алюминиевого образца №1 после воздействия 100000 импульсов ОРИПЭЛ, а также статистические данные ее геометрических свойств.

Как видно из рис. 4, поверхность исследуемого образца является довольно развитой и пригодна для нанесения различных покрытий. Согласно измерениям, величина шероховатости R_a составила 0.344 мкм, как и в необработанном образце.

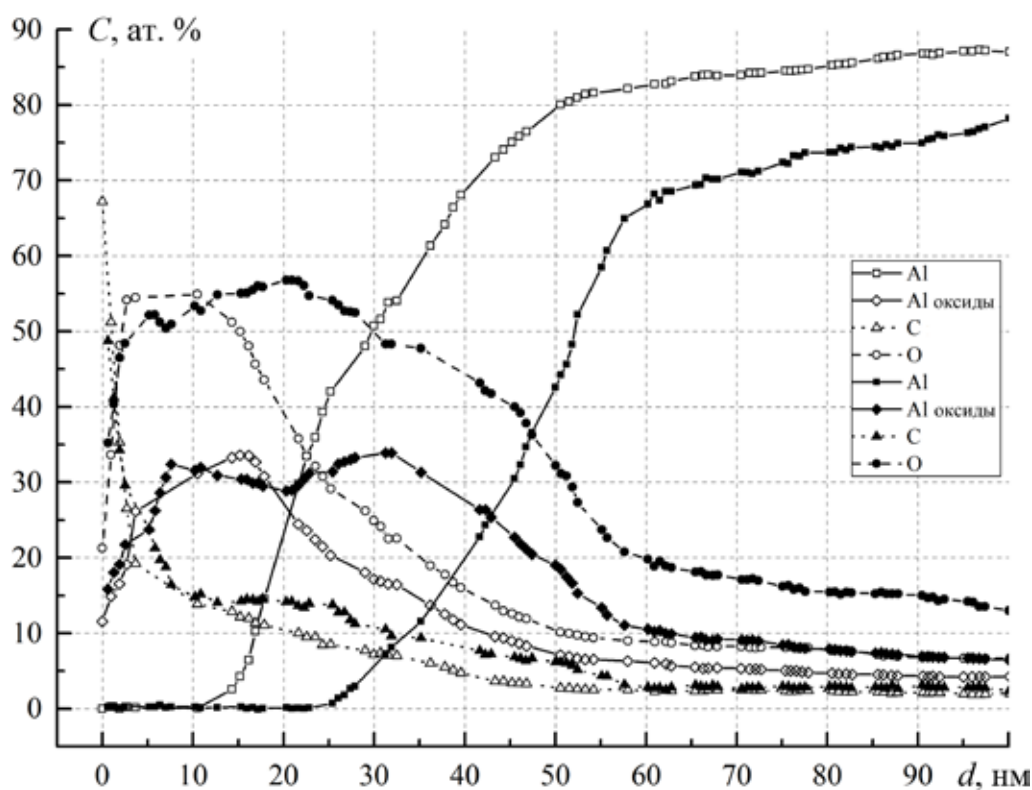


Рис. 3. Изменение концентраций основных элементов в поверхностном слое алюминиевого образца №2 под действием 100000 импульсов ОРИПЭЛ. Кривые с пустыми символами соответствуют исходному образцу, кривые с полными — образцу после воздействия

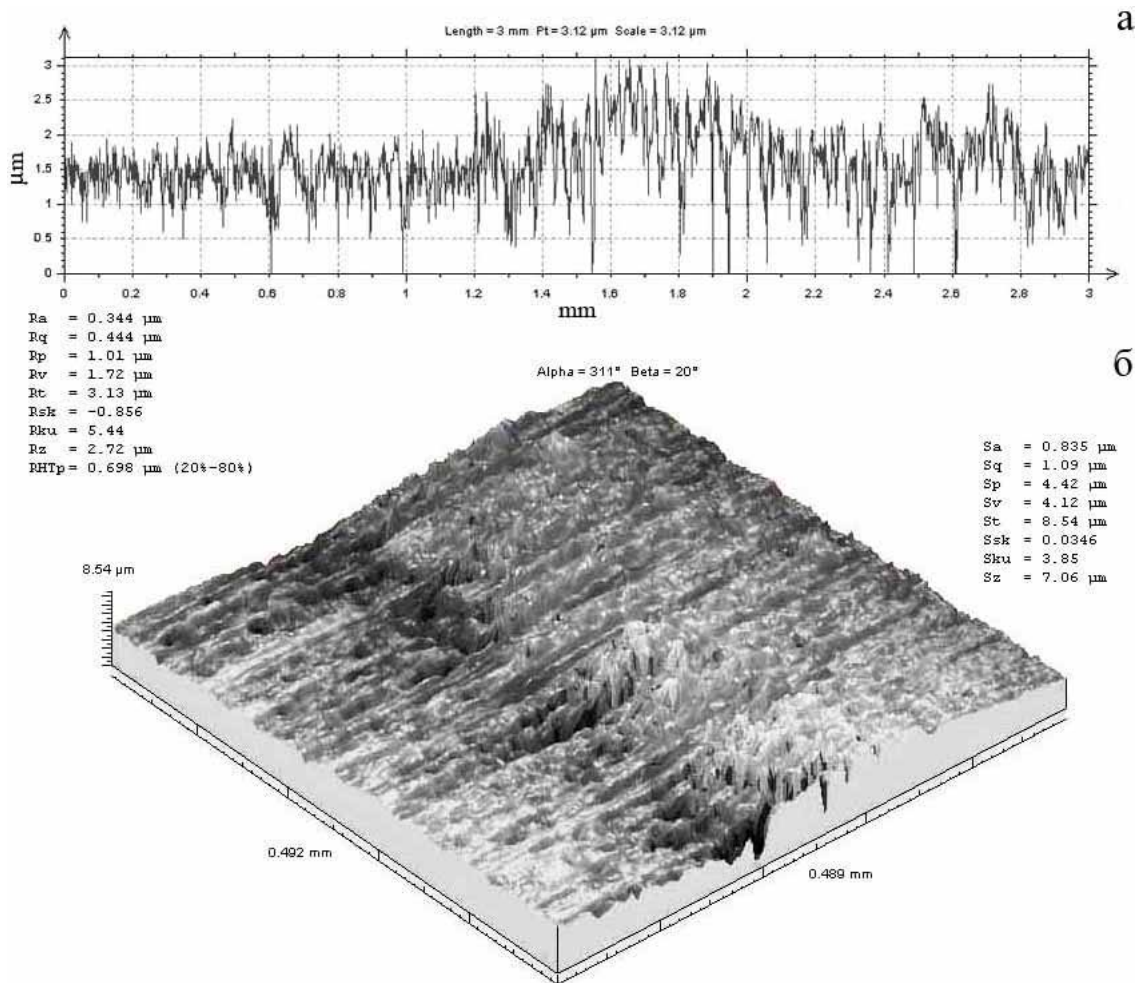


Рис. 4. 2D-профилограмма (а), 3D-топография (б) и статистические данные геометрических свойств поверхности алюминиевого образца после воздействия 100000 импульсов ОРИПЭЛ

Заключение

Таким образом, результаты исследований воздействия объемного разряда, инициируемого пучком электронов лавин, показали, что в потоке азота атмосферного давления происходит окисление поверхности алюминия за счет примесей кислорода, а также ее очистка от углерода на глубину до 40 нм. Результаты профилометрических измерений показывают, что характеристики шероховатости поверхности при этом не меняются. Использование данного типа разряда позволит проводить предварительную подготовку деталей в атмосфере воздуха без использования ваку-

умного оборудования, и может применяться перед покраской или нанесением различных покрытий.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №14-29-00052).

Список литературы

1. Войцеховский А.В., Григорьев Д.В., Коротаев А.Г., Коханенко А.П., Петерс А.С., Тарасенко В.Ф., Шупов М.А. Влияние объемного наносекундного разряда в атмосфере воздуха, аргона и азота на электрофизические свойства указанных твердых растворов CdHgTe // Успехи прикладной физики. – 2013. – Т. 1. № 3. – С. 333–336.
2. Baksht E.K., Burachenko A.G., Kostyrya I.D., Lomaev M.I., Rybka D.V., Shulepov M.A., Tarasenko V.F. Runaway-electron-preionized diffuse discharge at atmospheric pressure and its application // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2009. Vol. 42. 185201.

3. Kozyrev A.V., Tarasenko V.F., Baksht E.Kh., Shut'ko Yu.V. Soft X-ray generation and its role in breakdown of air gap at elevated pressure // *Tech. Phys. Lett.* 2011. Vol. 37. № 11. P. 1054–1057.
4. Lomaev M.I., Rybka D.V., Sorokin D.A., Tarasenko V.F., Krivonogova K.Y. Radiative characteristics of nitrogen upon excitation by volume discharge initiated by runaway electron beam // *Optics and Spectroscopy*. 2009. Vol. 107. № 3. P. 33–40.
5. Shao T., Zhang Ch., Niu Zh., Jan P., Tarasenko V., Bakst E. Kh., Kostyrya I.D., Shut'ko Yu.V. Runaway electron preionized diffuse discharges in atmospheric pressure air with a point-to-plane gap in repetitive pulsed mode // *J. Appl. Phys.* – 2011. – Vol. 109. № 8. 083306.
6. Shulepov M.A., Akhmadeev Yu.Kh., Tarasenko V.F., Kolubaeva Yu.A., Krysina O.V., Kostyrya I.D. Modification of surface layers of copper under the action of the volumetric discharge initiated by an avalanche electron beam in nitrogen and CO₂ at atmospheric pressure // *Russ. Phys. J.* 2011. Vol. 53. № 12. P. 1290–1294.
7. Shulepov M.A., Tarasenko V.F., Goncharenko I.M., Koval' N.N., Kostyrya I.D. Modification of the near-surface layers of a copper foil under the action of a volume gas discharge in air at atmospheric pressure // *Tech. Phys. Lett.* 2008. Vol. 34. № 4. P. 296–299.
8. Sorokin D.A., Lomaev M.I., Banokina T.I., Tarasenko V.F. Determination of the electron concentration and temperature, as well as the reduced electric field strength, in the plasma of a high-voltage nanosecond discharge initiated in atmospheric-pressure nitrogen by a runaway electron beam // *Tech. Phys.* 2014. Vol. 59. № 8. P. 1119–1126.
9. Tarasenko V.F. Runaway Electrons Preionized Diffuse Discharges. – New York: Nova Science Publishers, Inc., 2014. – 598 p.
10. Voitsekhovskii A.V., Grigor'ev D.V., Korotaev A.G., Kokhanenko A.P., Tarasenko V.F. Shulepov M.A. A change in the electro-physical properties of narrow-band CdHgTe solid solutions acted upon by a volume discharge induced by an avalanche electron beam in the air at atmospheric pressure // *Russ. Phys. J.* 2012. Vol. 54. № 10. P. 1152–1155.