

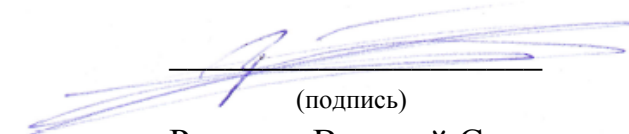
Минобрнауки России  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт сильноточной электроники Сибирского отделения  
Российской академии наук  
(ИСЭ СО РАН)  
Отдел образовательной деятельности

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД  
об основных результатах  
научно-квалификационной работы на тему:

«ВОЗДЕЙСТВИЕ ДИФFUЗНЫХ РАЗРЯДОВ НА ПОВЕРХНОСТЬ  
МЕТАЛЛОВ, ДИЭЛЕКТРИКОВ И ПОЛУПРОВОДНИКОВ»

Направление подготовки: 11.06.01 Электроника, радиотехника  
и системы связи  
Профиль подготовки (специальность): 05.27.02 – вакуумная и плазменная  
электроника

Аспирант

  
(подпись)  
Рипенко Василий Сергеевич

Научный руководитель:  
Ерофеев Михаил Владимирович,  
к.ф.-м.н., старший научный  
сотрудник лаборатории оптических  
излучений ИСЭ СО РАН

### **Актуальность работы.**

В последние годы низкотемпературная неравновесная плазма, создаваемая электрическими газовыми разрядами атмосферного давления, находит широкое применение в различных областях науки и техники: биомедицинских исследованиях, в пищевой, печатной, микроэлектронной и светотехнической промышленности.

Современной тенденцией является переход от громоздких вакуумных газоразрядных установок к простым и компактным, которые способны производить обработку при атмосферном (или выше) давлении в различных газах. Важным критерием в таком случае является сохранение однородности разряда и соответственно равномерности воздействия.

Обычно, для формирования объемного разряда, используют внешнюю предыонизацию. Однако, существует способ формирования объемного разряда при повышенном давлении рабочего газа без внешней предыонизации, а за счет пучка убегающих электронов и рентгеновского излучения, формирование которых происходит в неоднородном электрическом поле при подаче на электрод с малым радиусом кривизны импульсов высокого напряжения с наносекундной длительностью [1]. Такие разряды получили название объемные разряды, инициируемые пучком электронных лавин (ОРИПЭЛ) [2]. При этом на плоский анод оказывает воздействие плотная плазма, ударная волна, сверхкороткий лавинный электронный пучок [3], УФ и ВУФ излучение, и тормозное рентгеновское излучение [2, 3, 4, 5]. За счет того, что длительность импульсов напряжения составляет единицы наносекунд, плазма разряда не оказывает существенного термического воздействия на приповерхностные слои обрабатываемых материалов даже при работе в импульсно-периодическом режиме с частотой повторения импульсов десятки–сотни Гц. Соответственно, обработка поверхности таким разрядом может найти применение в отраслях промышленности и науки где необходимо модифицировать лишь приповерхностные слои. К таким отраслям относятся

сферы деятельности, связанные с полупроводниковой наноэлектроникой, тонкой очисткой и активацией поверхности материалов.

Таким образом, ОРИПЭЛ, генерируемые в различных газах атмосферного давления (в том числе и в воздухе), являются перспективными источниками однородной (в области горения) плазмы, которая позволяет проводить однородную обработку поверхности.

**Целью работы** является исследование модификации поверхности металлов, диэлектриков и полупроводников плазмой ОРИПЭЛ в импульсно-периодическом режиме, формируемого в потоке газов атмосферного давления.

**Задачи**, которые решались для достижения поставленной цели:

1. Определение оптимальных параметров горения плазмы ОРИПЭЛ для модификации поверхности материалов без повреждения.
2. Проведение комплексного металлографического исследования поверхности металлических образцов после обработки плазмой ОРИПЭЛ.
3. Обработка эпитаксиальных CdHgTe (КРТ) образцов плазмой ОРИПЭЛ в различных режимах для проведения электрофизических измерений.
4. Создание экспериментальной установки и проведение эксперимента по синтезу кремнийорганических пленок газохимическим осаждением с помощью плазмы ОРИПЭЛ.

**Методы исследования.**

Воздействие ОРИПЭЛ на поверхность модифицируемого электрода определяется полярностью импульса напряжения, подаваемого на электрод с малым радиусом кривизны. Так, например, при отрицательной полярности импульса напряжения, пучок убегających электронов направлен в сторону плоского анода. Поэтому в работе была использована конфигурация электродов острие (катод) – анод (плоскость).

Для формирования ОРИПЭЛ в экспериментах использовался генератор ГИН-100-1 с удельной вкладываемой плотностью мощности за импульс  $10 \text{ МВт/см}^3$ , импульсы напряжения отрицательной полярности от которого подавались на газоразрядный промежуток. Амплитуда импульса напряжения могла варьироваться в интервале от 14 до 52 кВ при длительности импульса 2 нс на полувывоте с фронтом 3 нс на уровне 0.1-0.9. И генератор NPG-18/3500N, с амплитудой импульсов напряжения отрицательной полярности  $\sim 22 \text{ кВ}$  и длиной на полувывоте 5 нс. В качестве катода использовалось острие из нержавеющей стали с малым радиусом кривизны, а анодом служили модифицируемые образцы. Генераторы подключались к газоразрядному промежутку 75-омным кабелем длиной 3.2 м.

Для регистрации электрических сигналов применялись различные цифровые осциллографы Tektronix.

Для регуляции скорости потока газа через камеру применялся регулятор потока Mass Flow Controller 5850S с микропроцессорным блоком управления.

Для исследования морфологии токовых отпечатков на аноде использовался оптический микроскоп МБС-10.

Исследование структуры поверхностного слоя и элементного состава металлических образцов проводилось в научных центрах коллективного пользования Томского государственного университета и Томского политехнического университета. Все металлические образцы проходили полировку на автоматическом полировальном станке Autopol-1000, после чего дважды промывались в ультразвуковой ванне в течении 15 минут.

Исследование морфологии поверхности полученных кремнийорганических пленок проводилась на растровом электронном микроскопе центра коллективного пользования ТГУ.

Исследование изменения электрофизических свойств эпитаксиальных CdHgTe образцов, после обработки плазмой ОРИПЭЛ проводилось специалистами кафедры квантовой электроники и фотоники РФФ ТГУ.

## Основные результаты работы.

### 1. Оптимизация параметров горения плазмы диффузного разряда.

Однородность горения плазмы объемного разряда при атмосферном давлении является одним из важнейших условий качественной обработки поверхности. К формированию эрозионных отпечатков и кратерообразованию на поверхности приводят: локальный разогрев поверхности, контракция разряда, формирование искры и анодных пятен.

Поэтому поддержание однородности горения разряда и поиск оптимальных режимов является важной и актуальной задачей.

Для этого были проведены эксперименты по исследованию токовых отпечатков на аноде, в качестве которого использовались пластины из нержавеющей стали и меди. Для контраста, стальные пластины покрывались слоем сажи. Чувствительность такого метода описана в работах [6, 7, 8, 9]. Межэлектродный зазор изменялся в пределах 6–9 мм, а прикладываемое к промежутку напряжение доходило до 40 кВ. Исследовались следующие формы разряда: объемный разряд, объемный разряд с анодным пятном и искра. Схема проведения эксперимента представлена на рис. 1.

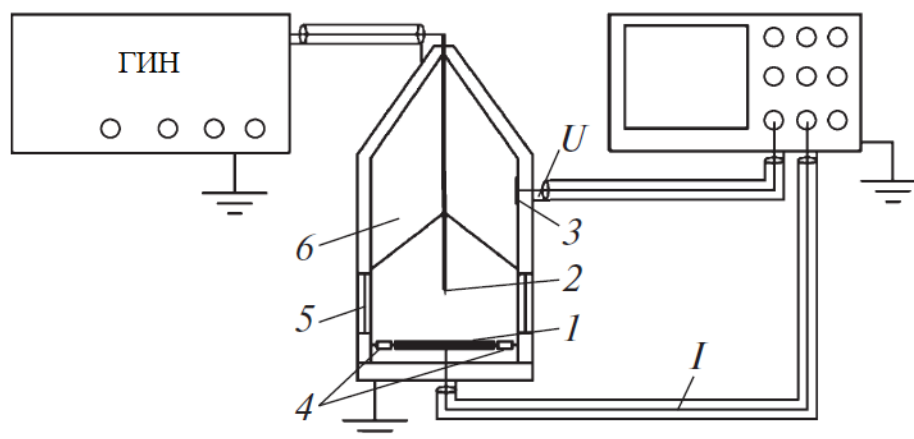


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 – анод, 2 – катод, 3 – емкостной делитель, 4 – токовый шунт, 5 – кварцевое окно, 6 – изолятор.

На рис. 2 представлена интегральная фотография объемной формы разряда, который был реализован при межэлектродном зазоре 9 мм и

напряжением на промежутке 40 кВ. В этом случае на плоском сажевом электроде не было обнаружено следов эрозионного воздействия за один импульс.

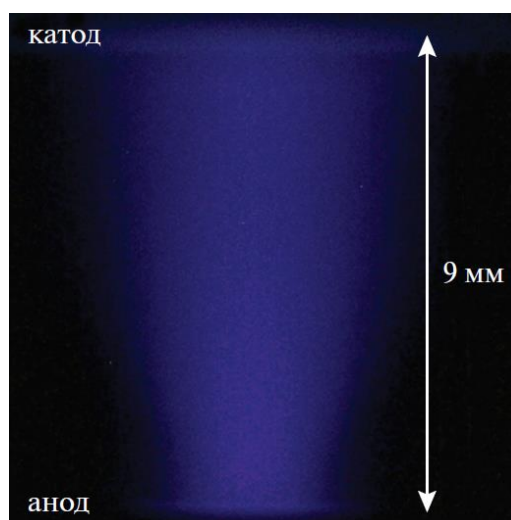


Рис. 2. Фотография разряда при  $d = 9$  мм, катод закрыт изолятором и расположен сверху.

Заметное изменение рельефа на сажевом покрытие в такой реализации было обнаружено только после 10 импульсов воздействия, что позволило определить область воздействия объемного разряда на анод. При снижении амплитуды напряжения до 30 кВ, воздействия на сажевое покрытие обнаружено не было, даже после 10 импульсов.

На рис. 3 представлена фотография объемного разряда с анодным пятном, который реализовывался на промежутке 9 мм при амплитуде подаваемого на промежуток напряжения более 40 кВ. Размер светящегося анодного пятна составляла 0.4 – 0.5 мм.

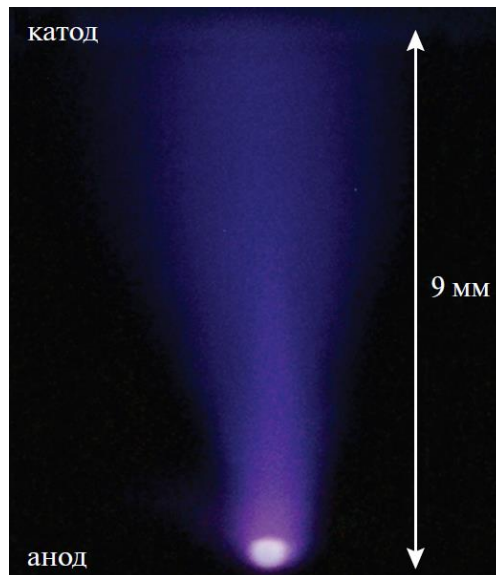


Рис. 3. Фотография разряда при  $d = 9$  мм с анодным пятном; катод закрыт изолятором и расположен сверху.

Такое светящееся пятно является неоднородным объектом, судя по отпечаткам на поверхности образцов, состоит из множества микрообъектов, каждый из которых оставляет после себя кратер на сажевом покрытии диаметром 5-40 мкм (рис 4).

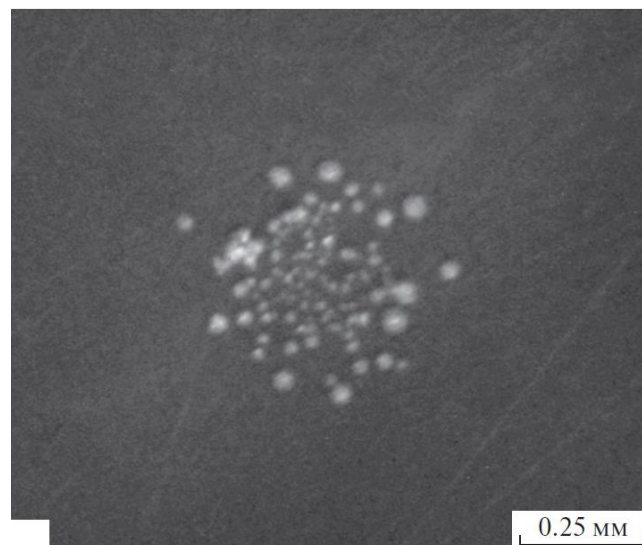


Рис. 4. Фотография автографа разряда при наличии анодного пятна, представленного на рисунке 3.

При формировании искрового режима, в свечении канала разряда можно выделить две области: центральный керн диаметром 0.4 мм и периферийную

диффузную оболочку диаметром 0.7 – 1 мм. На сажевое покрытие при этом оказывается мощное воздействие, которое оставляет сплошной отпечаток диаметром 1.5 – 2 мм. На краях такого отпечатка можно заметить радиально расходящиеся волны, которые по всей видимости связаны с воздействием на покрытие ударной волны, которая генерируется искровым разрядом (рис. 5).

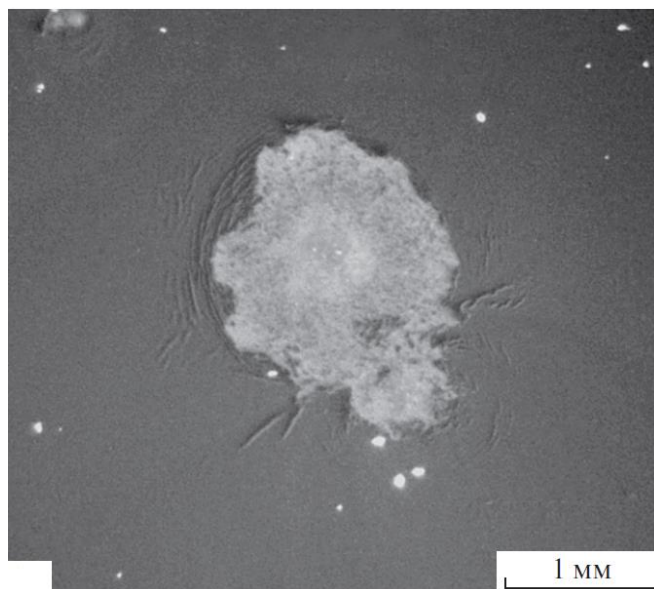


Рис. 5. Автограф на аноде от канала искры –  $d = 6$  мм.

Таким образом показано, что при уменьшении межэлектродного расстояния происходит развитие 3 основных стадий разряда – объемному разряд, объемный разряд с анодным пятном и искра. В режиме объемного разряда происходит формирование однородной диффузной струи, которая не оставляет заметного отпечатка на поверхности образца. В режиме разряда с анодным пятном выявлено, что пятно состоит из микрообъектов, которые оставляют после себя на поверхности микрократеры. И в искровом режиме микрообъекты объединяются, перекрываются, оставляя на поверхности образца сплошной отпечаток.

## *2. Эксперименты по исследованию очистки и активации поверхностей металлов после обработки плазмой ОРИПЭЛ.*

С развитием технологий постоянно ужесточаются требования к условиям получения плазмы, применяемой для модификации материалов, к их



качеству и чистоте поверхности. Отличительные особенности плазмы ОРИПЭЛ позволяют модифицировать поверхность без ее разрушения.

В качестве объектов исследования воздействия плазмы ОРИПЭЛ на поверхности металлов использовались плоские образцы меди, нержавеющей стали, алюминия, ниобия и титана. Исследован элементный состав обработанных поверхностей с помощью Ожэ-электронной спектроскопии, нанотвердость, шероховатость поверхности и изменение свободной поверхностной энергии по методу Оуэнса-Вендта до и после обработки плазмой ОРИПЭЛ.

В экспериментах использовался генератор ГИН-100-1 с амплитудой импульсов напряжения 80 кВ отрицательной полярности, частотой повторения 80 Гц и средней вкладываемой мощностью 2 Вт. Эксперименты проводились в атмосфере азота, который прокачивался через герметичную газоразрядную камеру со скоростью 1.5 л/мин.

На рис. 6 представлены результаты Ожэ-спектроскопии поверхности образцов Cu, Nb, Al, Ti и нержавеющей стали до и после обработки  $10^5$  импульсами плазмы ОРИПЭЛ. Из рисунка видно, что наилучший эффект очистки достигается для медных образцов. Концентрация углерода в приповерхностном слое уменьшается с 60 до 20 ат. % и на глубине более 10 нм, она уменьшается в 5 раз. Такая же тенденция уменьшения концентрации углерода наблюдается и у остальных образцов.

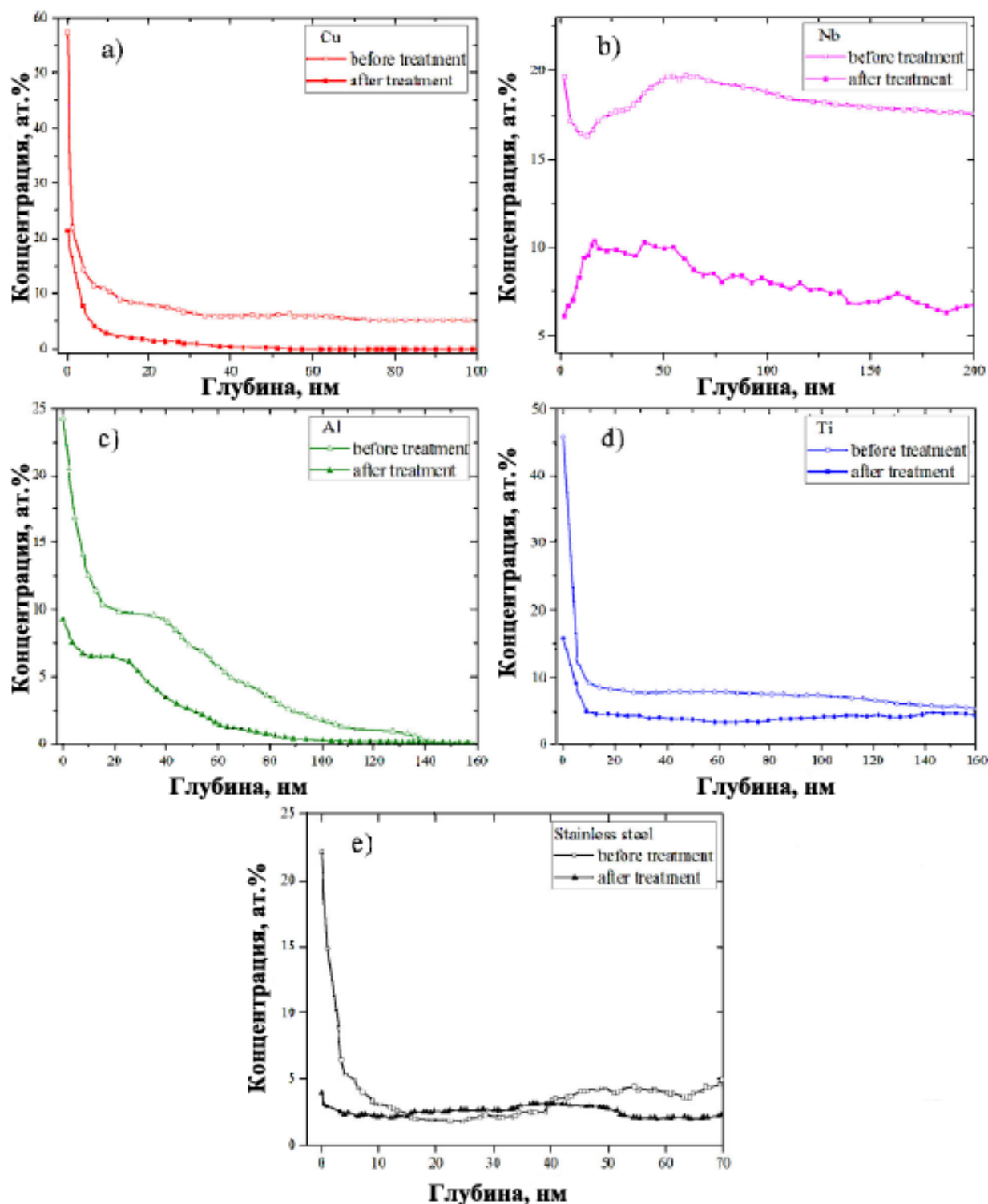
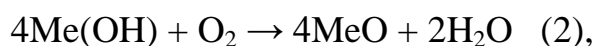


Рис. 6. Концентрация углерода для Cu (a), Nb (b), Al (c), Ti (d) и нержавеющей стали (e) до и после обработки  $10^5$  импульсами плазмы ОРИПЭЛ.

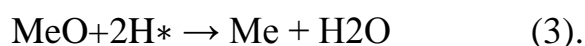
Очистка поверхности от углеродсодержащих соединений происходит в результате плазмохимических реакций таких как разложение карбонатов

термолизом и окисление гидроксидов благодаря присутствию примесей кислорода в промышленном азоте и на стенках камеры:



где Me соответствует атому металла.

Вода в реакции (2) диссоциирует на  $\text{OH}^-$  и  $\text{H}^+$  и ионы водорода обеспечивают реакцию восстановления металла, тем самым влияя на очистку поверхности:



Таким образом, концентрация углерода и углеводородов на поверхности со слабыми полярными С-С/Н связью уменьшается, увеличивая тем самым поверхностную энергию.

На рис. 7 представлены результаты расчета поверхностной энергии по методу Оуэнса-Вендта:

$$(1 + \cos\theta_{L1})\gamma_{L1} = 2(\gamma_{L1}^d \cdot \gamma_s^d)^{1/2} + 2(\gamma_{L1}^p \cdot \gamma_s^p)^{1/2} \quad (4),$$

$$(1 + \cos\theta_{L2})\gamma_{L2} = 2(\gamma_{L2}^d \cdot \gamma_s^d)^{1/2} + 2(\gamma_{L2}^p \cdot \gamma_s^p)^{1/2} \quad (5),$$

где  $\theta_{L1}$  и  $\theta_{L2}$  – углы смачивания контрольных жидкостей,  $\gamma_{L1}^d$ ,  $\gamma_{L2}^d$  – дисперсионные составляющие поверхностной энергии контрольных жидкостей,  $\gamma_{L1}^p$ ,  $\gamma_{L2}^p$  – полярные составляющие поверхностной энергии контрольных жидкостей,  $\gamma_{L1}$ ,  $\gamma_{L2}$  – полные поверхностные энергии контрольных жидкостей,  $\gamma_s^d$  и  $\gamma_s^p$  – дисперсионная и полярная составляющие поверхностной энергии исследуемого образца.

Измерение углов смачивания проводилось по методу лежащей капли. В качестве контрольных жидкостей использовались деионизированная вода и глицерин.

Полная свободная поверхностная энергия в рамках данного метода рассчитывалась как сумма ее полярных и дисперсионных составляющих по соотношению (6):

$$\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^p \quad (6).$$

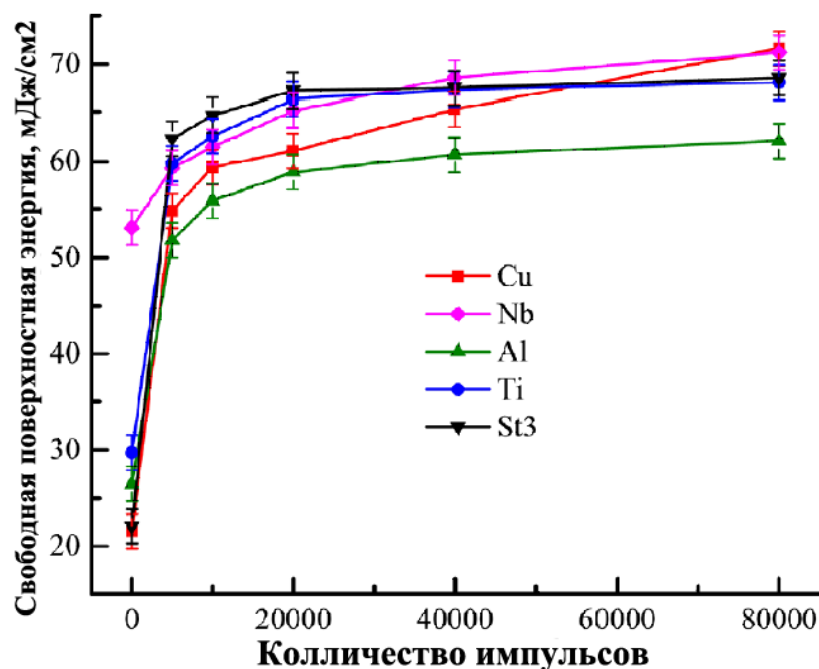


Рис. 7. Свободная поверхностная энергия Cu, Nb, Al, Ti и нержавеющей стали в зависимости от числа импульсов обработки.

Из зависимостей видно, что поверхностная энергия образцов увеличивается в несколько раз даже после обработки 5000 импульсами ОРИПЭЛ. Например, наибольшее увеличение (в 3.3 раза) наблюдается у меди, что подтверждается данными Ожэ-спектроскопии – чем выше качество очистки, тем больше увеличивается поверхностная энергия.

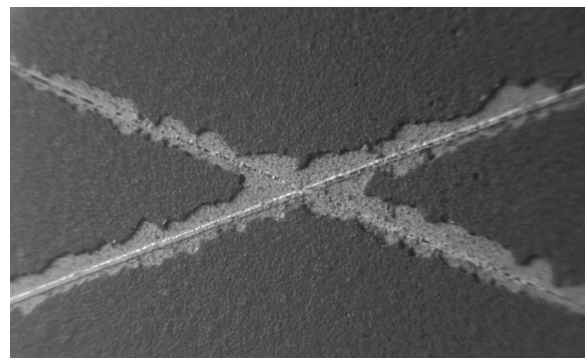
Очистка поверхности металлов плазмой ОРИПЭЛ в импульсно-периодическом режиме приводит к увеличению свободной поверхностной энергии и как следствие к улучшению их адгезионных свойств. Как показали результаты скретч-теста, проведенного методом Х-образного надреза по ГОСТ 32702.2-2014, адгезия лакокрасочного покрытия к поверхности образца увеличивается на 2 балла (рис. 8) согласно таблице оценки результатов испытания адгезии из ГОСТ.

Так у образца без обработки, после отрыва высокоадгезионной пленки, адгезия соответствует 4 баллам (происходит удаление покрытия с большей площади Х-образного надреза), тогда как у образца после обработки адгезия составляет 2 балла.

До отрыва  
Без обработки:



После отрыва



После обработки 100000 импульсами ОРИПЭЛ:

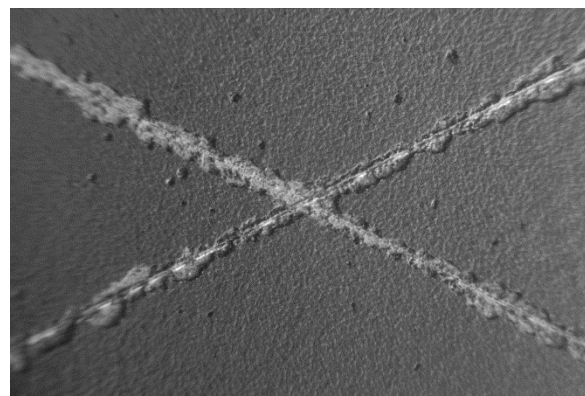
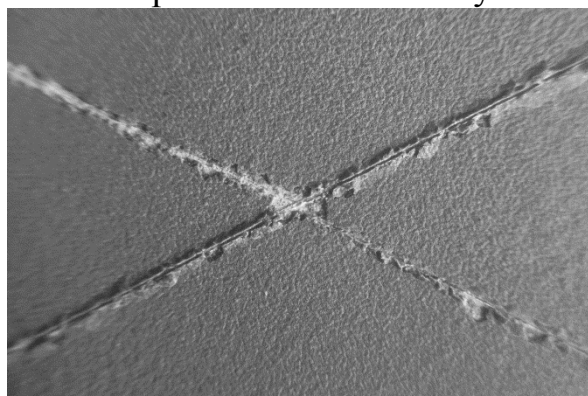


Рис. 8. Результаты скретч-теста образцов до и после обработки 100000 импульсами ОРИПЭЛ.

Исследование прочностных характеристик, модифицированных образцов показало, что нанотвердость поверхности образцов практически не изменилась (рис. 9). Нанотвердость поверхности меди после обработки уменьшилась на 20 %, нанотвердость нержавеющей стали, ниобия и титана уменьшилась на 10 %, изменения нанотвердости алюминиевых образцов оказались незначительны.

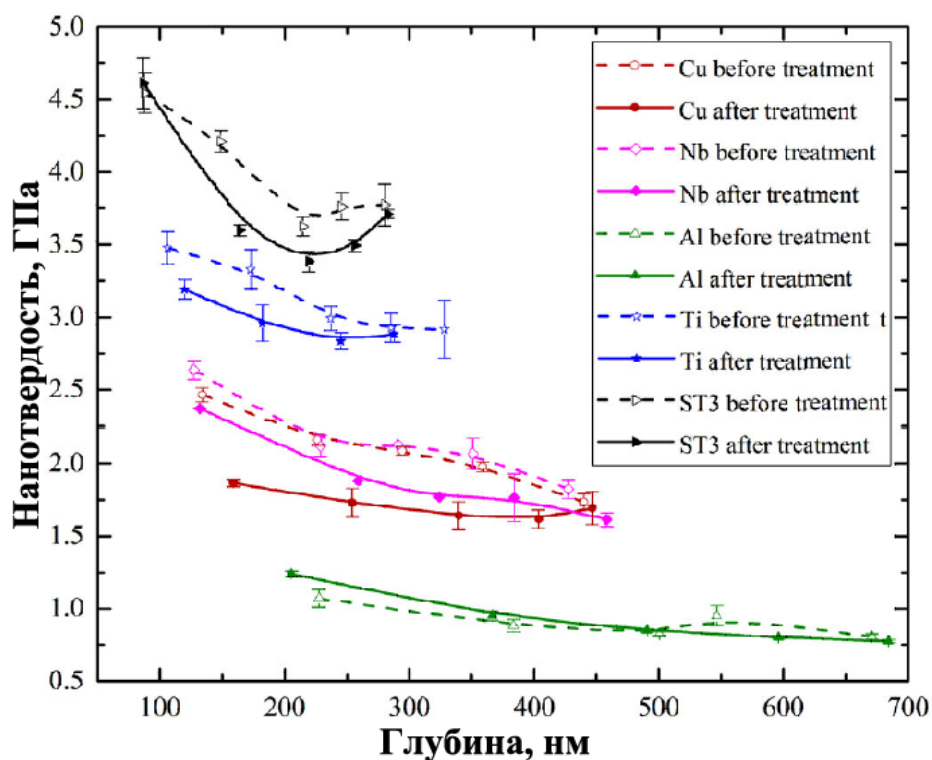


Рис. 9. Нанотвердость металлических образцов до и после обработки плазмой ОРИПЭЛ ( $10^5$  импульсов).

Кроме того, после воздействия  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ, происходит уменьшение среднего арифметического отклонения профиля шероховатости поверхности ( $R_a$ ) меди, алюминия и ниобия, и увеличение  $R_a$  поверхности нержавеющей стали и титана. Данные  $R_a$  до и после воздействия приведены в таблице 1. Самые значительные изменения шероховатости  $R_a$  произошли в случае алюминия (уменьшение на 45%) и нержавеющей стали (увеличение на 74%).

Таблица 1. Изменение среднего арифметического отклонения профиля  $R_a$  поверхности слоев меди (Cu), ниобия (Nb), алюминия (Al), титана (Ti) и нержавеющей стали (ST3) до и после воздействия  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ.

	$R_a$ до воздействия, нм	$R_a$ после воздействия, нм
Cu	21.5	17.7
Al	40.7	23
Nb	60	51.2
ST3	16.5	28.7
Ti	79.9	81.1

Структуру и фазовый состав исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии на электронном микроскопе Philips CM12. На рис. 10 показано электронно-микроскопическое изображение поверхностного слоя меди до воздействия, имеющее однородную нефрагментированную структуру с развитой дислокационной структурой с плотностью дислокаций не менее  $10^{11} \text{ см}^{-2}$  и соответствующая ему микроэлектроннограмма.

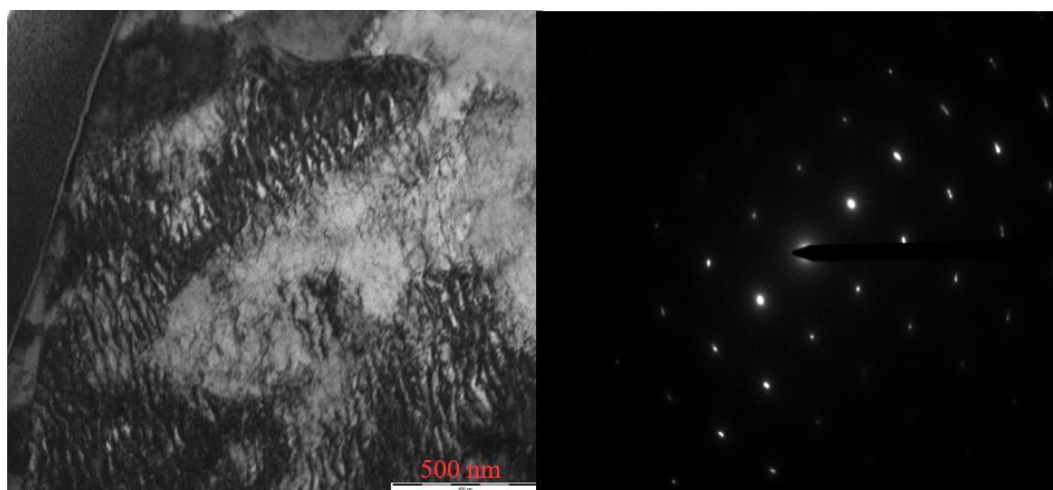


Рис. 10. Электронно-микроскопическое изображение и микроэлектроннограмма поверхностного слоя меди до обработки.

На рис. 11 показана микроструктура зоны поверхностного слоя меди после воздействия 100000 импульсами ОРИПЭЛ. На рисунке хорошо виден тонкий переходный слой толщиной порядка 200 нм, образовавшийся на поверхности меди в результате обработки ОРИПЭЛ.

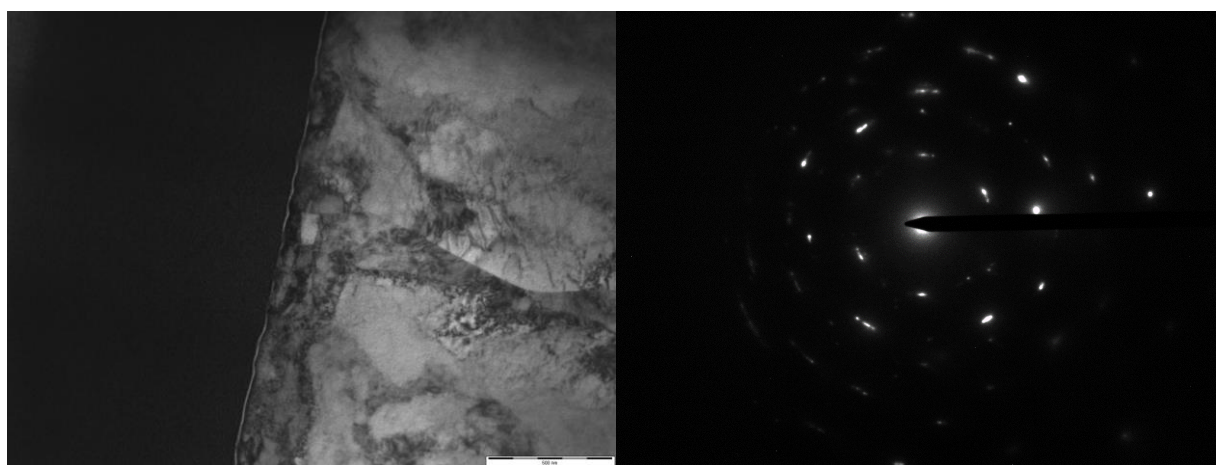


Рис. 11. Электронно-микроскопическое изображение поверхностного слоя меди и соответствующая ему микроэлектроннограмма после обработки  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ.

Дифракционный анализ и метод темнопольной микроскопии позволяет сделать вывод о том, что структура поверхностного переходного слоя имеет фрагментированный характер, а геометрия соответствующих рефлексов (рис. 11) указывает на наличие азимутальной разориентировки фрагментов. При смещении пучка электронного микроскопа вглубь от поверхности образца, геометрия рефлексов на микроэлектронограмме (рис. 12) изменяется, что говорит о разориентации фрагментов переходного слоя относительно матрицы. Темнопольные изображения, показанные на рис. 12 (а, б), соответствуют рефлексам 1 и 2 микроэлектронограммы, принадлежащим разным осям зоны, что также свидетельствует о разориентации между переходным слоем и основным объемом образца.

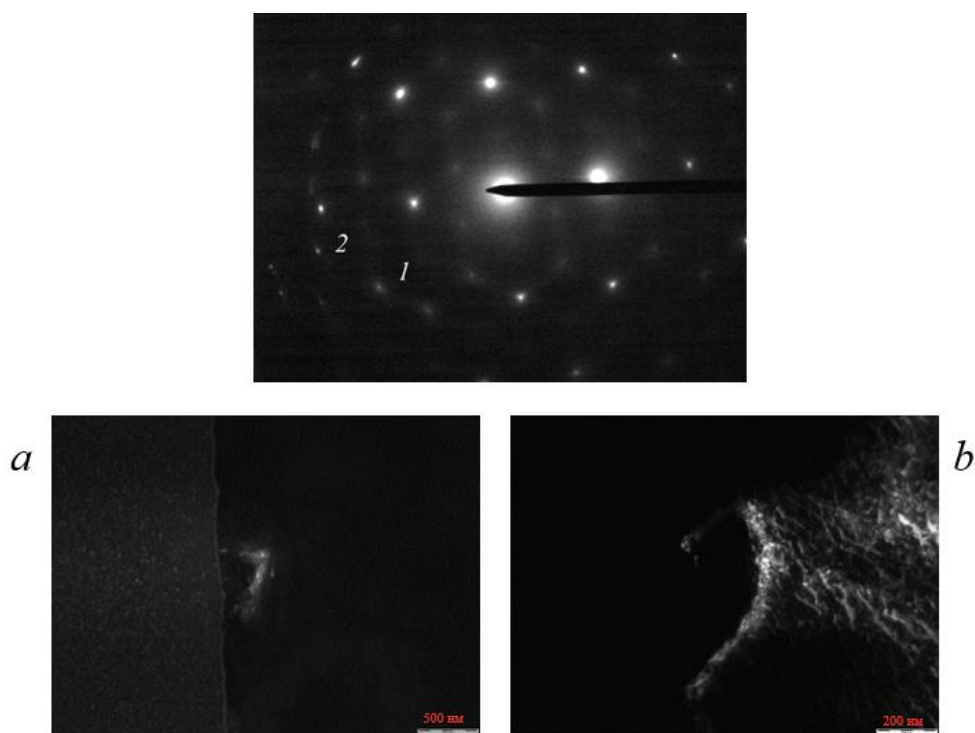


Рис. 12. Микроэлектрограмма поверхностного слоя меди при смещении электронного пучка микроскопа вглубь матрицы и соответствующие рефлексам 1 (а) и 2 (б) темнопольные изображения.

В таблице 2 приведены данные рентгенографического исследования и дифрактограмма образца меди, снятая до и после воздействия  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ (рис. 13).



Таблица 2. результаты рентгенографического исследования меди до и после воздействия  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ.

Образец	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, масс%	Параметры решетки, Å	Размер ОКР, нм	$\varepsilon = \Delta d/d * 10^{-3}$
Без обработки	Cu 34% по (220)	100	a = 3.6153	18	1.9
С обработкой	Cu 20% по (220)	100	a = 3.6214	24	2.9

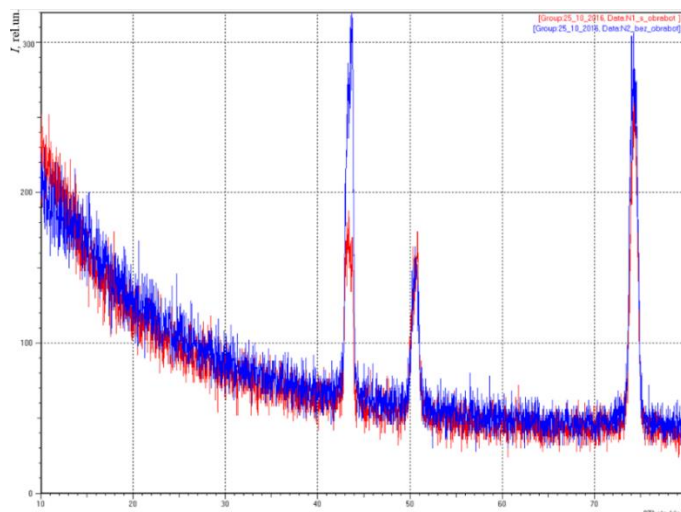


Рис. 13. Дифрактограммы образца меди, снятые до (синяя кривая) и после (красная кривая) воздействия  $10^5$  импульсов ОРИПЭЛ.

Результаты дифрактограмм, снятых скользящим пучком с тонкого приповерхностного слоя исходного образца меди и после воздействия на его поверхность  $10^5$  импульсами ОРИПЭЛ, не выявили каких-либо изменений фазового состава материала. Однако воздействие ОРИПЭЛ способствует укрупнению структуры решетки (параметр кристаллической решетки a увеличился с 3.6153 нм до 3.6214 нм), а также повышению растягивающих напряжений в приповерхностном слое кристаллической решетки, о чем свидетельствует увеличение микронапряжений  $\varepsilon$  с 1.9 до 2.9 (Таблица 2). Оба этих фактора приводят к уменьшению нанотвердости образцов исследованных металлов, модифицированных ОРИПЭЛ, что показано на рис. 9.

*3. Изменение электрических свойств КРТ (кадмий, ртуть, теллур) образцов, вызванные формированием высокопроводящего поверхностного слоя n-типа проводимости в результате воздействия плазмы ОРИПЭЛ.*

Трехкомпонентное полупроводниковое соединение теллурида ртути и кадмия ( $Cd_xHg_{1-x}Te$ ,  $CdHgTe$ , СМТ (КРТ),  $x$  - материал композиции) в настоящее время является одним из основных материалов для создания высокоэффективных фотоприемников, работающих в инфракрасной области [10]. Для отображения температуры наиболее часто используется область длин волн 8-14 мкм, что соответствует составу  $Cd_xHg_{1-x}Te$  с  $x = 0,22$ .

Несмотря на большие успехи, достигнутые в создании технологии фотоприемников на основе КРТ, поиск новых и эффективных методов для контролируемого управления свойствами исходного материала все еще являются актуальной задачей.

Первые экспериментальные данные о влиянии ОРИПЭЛ на свойства эпитаксиальных КРТ представлены в [11-13]. Частота воздействия импульсов объемного разряда составляла 1 Гц (низкая частота импульсного объемного разряда). Здесь, представлены первые экспериментальные результаты воздействия высокочастотного объемного наносекундного разряда в атмосфере азота на электрические свойства эпитаксиального  $CdHgTe$ .

Исследовались две серии образцов эпитаксиальных пленок КРТ p- и n-типа, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии в Институте физики полупроводников СО РАН в Новосибирске. Состав рабочего слоя эпитаксиальных пленок был  $x = 0.22$ .

В качестве источника импульсов высокого напряжения был выбран генератор NPG-18/3500N.

$Cd_xHg_{1-x}Te$  обрабатывались в импульсно-периодическом режиме с частотой 1200 Гц в течении 5, 10 и 20 минут плазмой ОРИПЭЛ в потоке (1.5 л/м) азота. Измерения электрофизических параметров образцов до и после обработки проводились при температуре жидкого азота методом, основанным на эффекте Холла. Измерения проводились при постоянном токе,

протекающем через образец ( $I = 1$  мА) для двух направлений тока и двух направлений постоянного магнитного поля.

Исследование структуры поверхности исходных и обработанных плазмой ОРИПЭЛ эпитаксиальных пленок атомно-силовым микроскопом выявило, что качество поверхности образцов после воздействия объемного разряда практически не изменилось. Шероховатость поверхности увеличивается с 1.7 до 2.1 нм.

Измерения электрических параметров образцов эпитаксиальных пленок КРТ после воздействия плазмой ОРИПЭЛ показали, что для всех образцов наблюдается увеличение проводимости материала. Как показано на рис. 14 для образцов р-типа, наблюдается резкое изменение характера поведения поля в зависимости от коэффициента Холла. Для исходного образца наблюдается переменная зависимость коэффициента Холла с точкой инверсии 0,2 Т. Обработанный КРТ материал отличается поведением полевой зависимости, характерной для материала n-типа. В то же время образцы эпитаксиальных КРТ пленок характеризуются низкими значениями подвижности электронов  $\sim 2 \cdot 10^3$  см<sup>2</sup>В<sup>-1</sup>с<sup>-1</sup>, что на два порядка ниже значений, соответствующих эпитаксиальному материалу высокого качества n-типа проводимости.

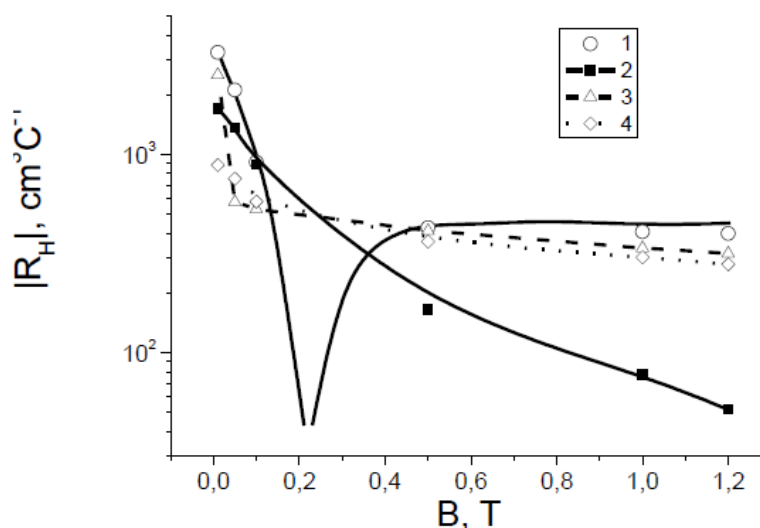


Рис. 14. Зависимость поля от коэффициента Холла для образцов p-CdHgTe эпитаксиальных пленок до (1) и после обработки плазмой ОРИПЭЛ. Время обработки: (2) – 5 минут, (3) – 10 минут, (4) – 20 минут.

Наблюдаемое изменение поведения полевой зависимости коэффициента Холла и малых значений подвижности носителей заряда для облученного материала позволяет сделать вывод, что в процессе воздействия объемным разрядом на поверхность эпитаксиальных пленок происходит формирование слоя с высокой концентрацией электронов на поверхности или в приповерхностной области материала. Проводимость этого слоя такова, что она обходит объем эпитаксиальной пленки во время измерений эффекта Холла. Это подтверждается значениями электрических параметров для обработанного материала n-типа проводимости (рис. 15). Величина коэффициента Холла уменьшается с увеличением времени облучения, пока значение подвижности носителей заряда существенно не изменится.

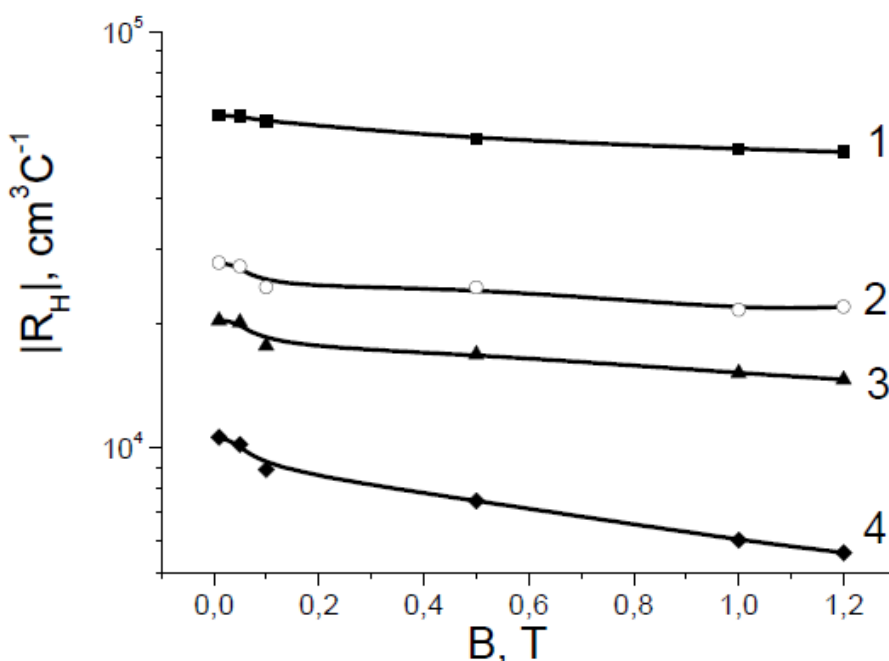


Рис. 15. Зависимость поля от коэффициента Холла для образцов n-CdHgTe эпитаксиальных пленок до (1) и после обработки плазмой ОРИПЭЛ. Время обработки: (2) – 5 минут, (3) – 10 минут, (4) – 20 минут.

Таким образом, для материала n-типа увеличение проводимости при обработке от 5 до 20 минут приводит к монотонному снижению значения

коэффициента Холла от  $3 \cdot 10^4$  до  $6 \cdot 10^3$   $\text{см}^3\text{с}^{-1}$ . В то время как для образцов с р-типом проводимости значение коэффициента Холла увеличивается с увеличением времени облучения. Кроме того, исследование стабильности электрических параметров, облученных образцов показали, что наблюдается релаксация электрических значения параметров с течением времени. Причем характер релаксации для образцов разных типов проводимости отличается. Для образцов р-типа значение коэффициента Холла удваивается в течение 30 дней. В то же время для материала проводимости n-типа значение коэффициента Холла изменяется почти в десять раз.

#### *4. Эксперименты по исследованию возможности использования ОРИПЭЛ для синтеза кремний органических пленок.*

Диоксид кремния является широко распространенным материалом, который используется в различных отраслях промышленности в виде тонких пленок, служащих изоляционным слоем, коррозионно стойким и водонепроницаемым покрытием. В качестве источника для напыления кремнийорганических пленок чаще всего используют прекурсоры типа HMDSO (гексаметилдисолаксан). Для напыления  $\text{SiO}_x$  пленок, в настоящее время используются различные методы такие как напыление дуговым разрядом, барьерным разрядом и т.п. Напыление кремнийорганических пленок плазмой ОРИПЭЛ может стать еще одним методом напыления.

Для формирования ОРИПЭЛ использовался генератор NGP18-3500N. Для напыления полисилоксановых покрытий ( $\text{SiO}_x$ ) плазма зажигалась в парах HMDSO, разбавленного в азоте с помощью пузырьковой камеры при комнатной температуре. Осциллограммы тока разряда и приложенного напряжения представлены на рис. 16.

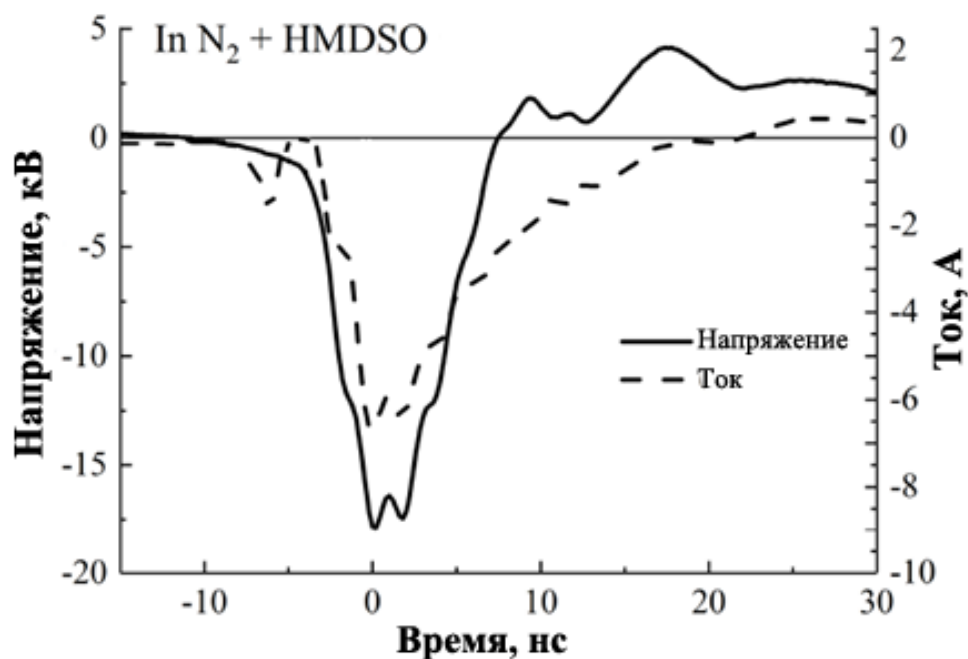


Рис. 16. Осциллограммы тока и напряжения ОРИПЭЛ в смеси N<sub>2</sub> и HMDSO.

В качестве подложки использовались титановые пластины, которые дважды очищались в спирте в ультразвуковой ванне. Высушенные образцы укладывались в разрядную камеру в 12 мм от высоковольтного электрода, где предварительно очищались и активировались плазмой ОРИПЭЛ в потоке чистого азота в течении 5 минут. Затем образцы обрабатывались в смеси азота и HMDSO на протяжении 5, 30, 60 минут с частотой импульсов 220 Гц, после чего 3 часа отжигались в печи.

Нанотвердость напыленных пленок измерялась на установке NanoTest 600 методом Оливера-Фарра при нагрузках 0.5, 1 и 2 мН. Топология поверхности и химический состав пленок исследовались методами энергодисперсионной спектроскопии на сканирующем электронном микроскопе Philips SEM 515.

На рис. 17 представлены снимки сканирующей электронной микроскопии поверхности титана, обработанного N<sub>2</sub>/HMDSO плазмой ОРИПЭЛ в течении 5 (а), 30 (b) и 60 (с) минут. Наноиндентирование поверхности показало, что толщина пленок, покрывающих титан, составила 3

мкм, также на ней были сформированы частицы (рис. 17d) размером около 17 мкм. Увеличение времени обработки с 5 до 30 минут привело к увеличению концентрации этих частиц в 3 раза; с 30 до 60 минут – в 6 раз.

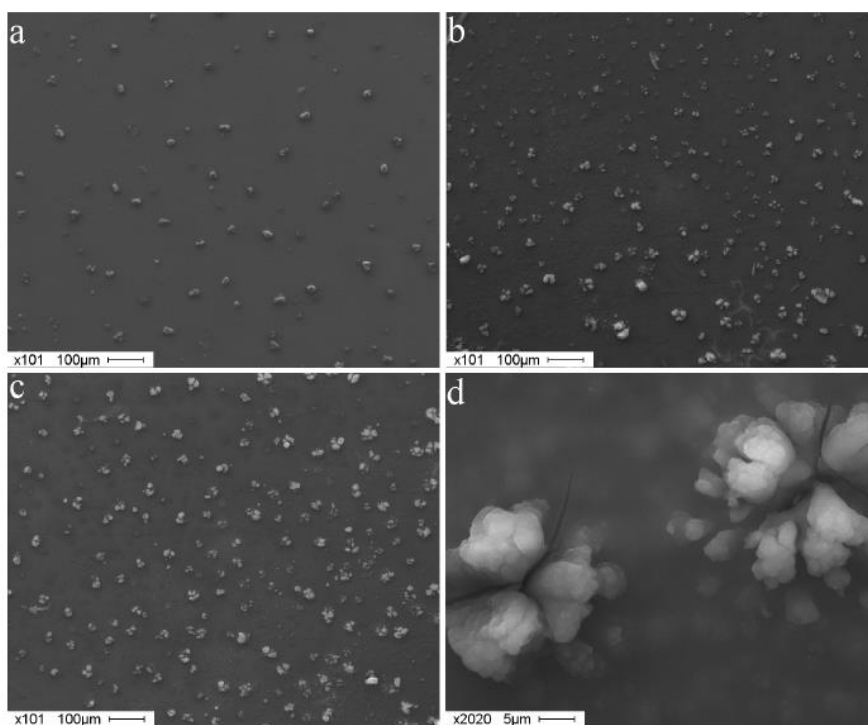


Рис. 17. Морфология поверхности титана с напыленным полисилоксановым покрытием в зависимости от времени обработки: (a) – 5 минут, (b) – 30 минут, (c) – 60 минут, (d) – структура частиц.

На рис. 18 представлены энергодисперсионные спектры самого покрытия и частицы (рис. 17d). Согласно данным этих спектров концентрация углерода в покрытии составила 52 ат. %, кремния – 16 ат. % и титана - 32 ат. %, что вероятно соответствует молекуле  $\text{Ti-Si}(\text{CH}_3)_3$ . В частице концентрация углерода – 53 ат. %, кремний – 15 ат. %, кислород – 32 ат. % и титана менее 1 ат. %, это соответствует молекуле  $(\text{-OSi}(\text{CH}_3)_2)_n$ .

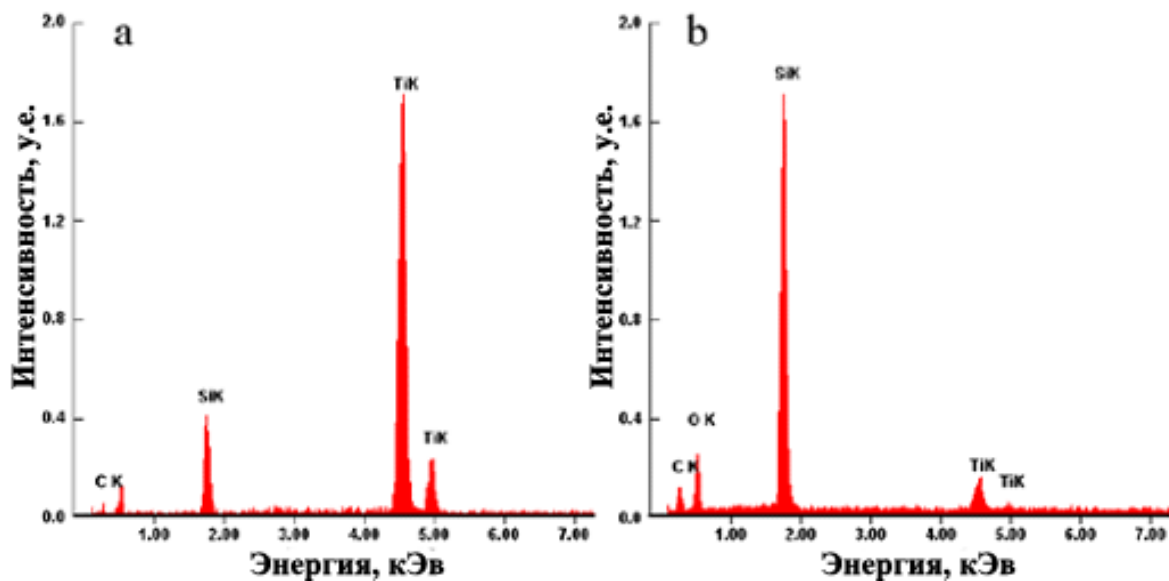


Рис. 18. Энергодисперсионный спектр полисилоксанового покрытия (а) и частицы (b).

На рис. 19 показана зависимость нанотвердости титановых образцов с полисилоксановым покрытием, напыляемым в течении 60 минут, и без него. Видно, что полисилоксановое покрытие увеличивает нанотвердость на 15%.

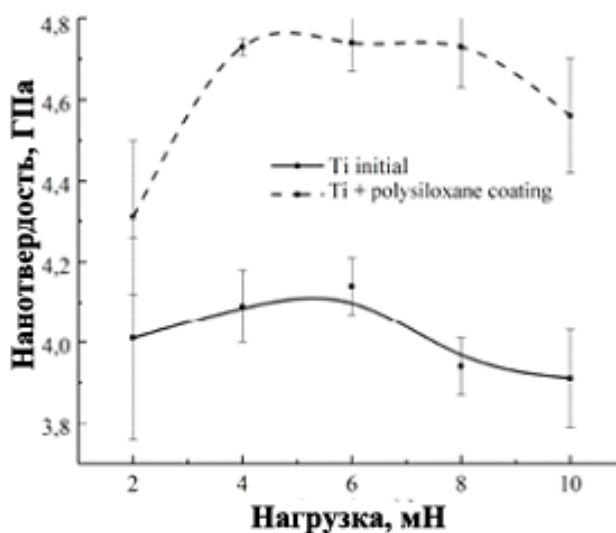


Рис. 19. Нанотвердость титановых образцов до и после напыления в течении 60 минут полисилоксановой пленки.

Таким образом, воздействие плазмы ОРИПЭЛ в атмосфере  $N_2/HMDSO$  на титан приводит к увеличению нанотвердости покрытия.



### Основные выводы по научной работе.

1. Обнаружена микроструктура автографов искры и диффузных каналов с анодными пятнами при разряде длительностью порядка нескольких наносекунд. Отпечатки таких каналов представляют собой совокупность до 100 и более микрократеров диаметрами 5–40 мкм.
2. Установлено, что при малой длительности ( $\sim 10$  нс) импульса напряжения существует возможность реализации диффузного разряда, не оказывающего заметного эрозионного воздействия на плоский анод или наносимое на него сажевое покрытие.
3. Использование объемного разряда, инициируемого пучком электронных лавин в потоке азота для нанесения  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  представляется возможным. Однако, как показали исследования энергодисперсионных спектров покрытия, полученные  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  пленки имеют высокое содержание углерода, а также присутствие микрочастиц на поверхности подложки, что говорит об их низком качестве.
4. Очистка поверхности металлов происходит благодаря разрушению полярных  $\text{C}\text{H}_x$  связей на поверхности и плазмохимическим реакциям, приводящим к восстановлению металла, влияя тем самым на степень очистки. Данные Ожэ-электронной спектроскопии показали, что с повышением качества очистки увеличивается поверхностная энергия. Нанотвердость и шероховатость обработанных поверхностей практически не изменяется.
5. Обработка поверхности металлов плазмой ОРИПЭЛ может использоваться в качестве высокоэффективной предварительной обработки без механического повреждения поверхности, обеспечивая высокий уровень ее очистки от углеродсодержащих соединений, активацию и улучшение адгезионных свойств поверхности.
6. Влияние высокочастотных импульсов наносекундного объемного разряда в атмосфере азота приводит к изменению электрических свойств эпитаксиальных  $\text{CdHgTe}$ , что обусловлено образованием

высокопроводящего поверхностного слоя n-типа проводимости в процессе воздействия. Наблюдаемые экспериментальные данные находятся в хорошем согласии с результатами, полученными под воздействием низкочастотного объемного разряда в воздухе при атмосферном давлении. В то же время выявлены особенности высокочастотного воздействия (наличие релаксации электрических параметров облучаемых образцов, зависимость динамики изменения значений коэффициента Холла изменения со временем облучения на тип проводимости материала) позволяют сделать предположение о том, что механизмы низко- и высокочастотного воздействия ОРИПЭЛ на электрические параметры различны.

#### **Достоверность и обоснованность полученных результатов:**

Достоверность выводов научной работы подтверждается многократной воспроизводимостью результатов в различных режимах формирования ОРИПЭЛ, а также результатами подобных экспериментов других исследователей.

#### **Научная новизна работы.**

Обнаружено, что объемный разряд, инициируемый пучком электронных лавин, приводит к тонкой очистке поверхности обрабатываемого материала и не оказывает заметного невооруженным глазом эрозийного воздействия на его поверхность, что может применяться для обработки термочувствительных и биологических объектов. В режиме разряда с анодным пятном - светящееся пятно состоит из микрообъектов, которые оставляют после себя на поверхности микрократеры.

Показано, что объемный разряд инициируемый пучком электронных лавин может применяться для синтеза кремнийорганических пленок.

Обнаружено, что воздействие высокочастотных импульсов наносекундного объемного разряда в атмосфере азота приводит к изменению электрических свойств КРТ образцов, что обусловлено образованием

высокопроводящего поверхностного слоя n-типа проводимости в процессе воздействия.

### **Апробация результатов работы.**

Результаты работы обсуждались и докладывались на следующих российских и международных конференциях:

1. VI Всероссийская конференция молодых ученых «Материаловедение, технологии и экология в третьем тысячелетии», Томск, 2016.
2. International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2016), Томск, 2016.
3. Международная научно-практическая конференция «Научные открытия и достижения современной молодежи», 2017.
4. XIII Международная конференция «Газоразрядная плазма и её применение» посвященная 100-летию со дня рождения академика М.Ф.Жукова, Новосибирск, 2017 г.
5. XIII Международная конференция по импульсным лазерам и применениям лазеров AMPL-2017, Томск, 2017.
6. Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых «ВНКСФ-24», Томск, 2018 г.
7. 6th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2018), Томск, 2018.

### **Публикации по результатам работы.**

Основные публикации по теме исследования:

1. М.В. Ерофеев, В.С. Рипенко, М.А. Шулепов, В.Ф. Рипенко / Генераторы диффузной плазмы атмосферного давления // Приборы и техника эксперимента, 2017, Т. 60, № 2, С. 140-143.
2. M. Erofeev, V. Ripenko, M. Shulepov, V. Tarasenko / Surface treatment of metals in the plasma of nanosecond diffuse discharge at atmospheric pressure // Eur. Phys. J. D., 2017, 71:117, DOI: 10.1140/epjd/e2017-70636-6.
3. E. Kh. Baksht, O.M. Blinova, M.V. Erofeev, V.I. Karelin, V.S. Ripenko, V.F. Tarasenko, A.A. Trenkin, Yu.M. Shibitov, and M.A. Shulepov / Dynamics of

the special structure of pulsed discharges in dens gases in point cathode – plane anode gaps and their erosion effect on the plane electrode surface // Plasma Physics Reports, 2016, vol. 42, № 9, pp. 876-886.

4. D. Grigoryev, A. Voitsekhovskii, A. Korotaev, D. Lyapunov, K. Lozovoy, V. Tarasenko, M. Shulepov, M. Erofeev, V. Ripenko, S. Dvoretiskii, N. Mikhailov / Influence of a high-frequency pulsed nanosecond diffusion discharge in the nitrogen atmosphere on the electrical characteristics of a CdHgTe epitaxial films // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series, 2017, vol. 830, 012082.
5. M.A. Shulepov, M.V. Erofeev, V.S. Ripenko, V.F. Tarasenko / Dynamics of titanium surface characteristics after its treatment by runaway electron preionized diffuse discharge // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series, 2017, vol. 830, 012090.

#### **Личный вклад автора.**

Основные результаты работы были получены автором лично. Постановка цели и основных задач работы осуществлялись совместно с научным руководителем Ерофеевым М.В.

Подготовка экспериментального оборудования, проведение эксперимента и обработка большинства результатов осуществлялось автором лично. Анализ, интерпретация и обсуждение полученных результатов проводилось автором при участии сотрудников лаборатории оптических излучений Ерофеева М.В., Шулепова М.А., Тарасенко В.Ф.

Написание публикаций осуществлялось как автором лично, так и при его активном участии с другими сотрудниками лаборатории. Подготовка докладов на конференции осуществлялось автором лично.

#### **Список использованной литературы.**

1. Генерация убегающих электронов и рентгеновского излучения в разрядах повышенного давления. // под. ред. В.Ф. Тарасенко. – Томск: STT, 2015.
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.
3. Tarasenko V. F. *Runaway Electrons Preionized Diffuse Discharges* // New York: Nova Science Publishers Inc., 2014. – 598 p.
  4. Kozyrev A.V., Tarasenko V.F., Baksht E.K. Sut'ko Yu.V. Soft X-ray generation and its role in breakdown of air gap at elevated pressure // *Tech. Phys. Lett.*, 2011. – Vol. 37. – P. 1054-1057.
  5. Shao T., Zhang Ch., Niu Zh., Jan P., Tarasenko V.F., Baksht E.K., 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. – 083306.
  6. Карелин В.И., Тренькин А.А., Горохов В.В., Репин П.Б., Буранов С.Н. Генерация убегающих электронов и рентгеновского излучения в разрядах повышенного давления. Гл. 4 // под ред. В.Ф. Тарасенко. - Томск: СТТ, 2015.
  7. Буранов С.Н., Горохов В.В., Карелин В.И., Репин П.Б. Исследования по физике плазмы // под ред. В.Д. Селемира, А.Е. Дубинова. Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 1998.
  8. Репьев А.Г., Репин П.Б., Покровский В.С. // *ЖТФ*, 2007. - Т. 77. - Вып. 1. - С. 56.
  9. Репин П.Б., Репьев А.Г. Исследования по физике газового разряда // под общей ред. В.Д. Селемира и А.Е. Дубинова. Саров: ФГУП РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2003.
  10. Rogalski A. *Opto-electronics Review* 20, - 279 p.
  11. Voitsekhovskii A.V., Grigor'ev D.V., Korotaev A.G. et al // *Russian Physics Journal*, 2012. – Vol. 54. – 1152.
  12. Grigoryev D.V., Voitsekhovskii A.V., Lozovoy K.A. et al // *Journal of Physics: Conference Series*, 2015. – Vol. 652.
  13. Grigoryev D.V., Voitsekhovskii A.V., Lozovoy K.A. et al // *Proceedings of SPIE*, 2015.