

ЯВЛЕНИЯ САМООРГАНИЗАЦИИ В КРИОГЕННОЙ ГАЗОРАЗРЯДНОЙ ПЛАЗМЕ: ФОРМИРОВАНИЕ ПЫЛЕВОГО ОБЛАКА НАНОЧАСТИЦ И ПЛАЗМЕННО-ПЫЛЕВЫХ ВОЛН

P. E. Болтнев^{a,b}, М. М. Васильев^{a,c}, Е. А. Кононов^a, О. Ф. Петров^{a,c}*

^a Объединенный институт высоких температур Российской академии наук
125412, Москва, Россия

^b Филиал института энергетических проблем химической физики им. В. Л. Тальрозе Российской академии наук
142432, Черноголовка, Московская обл., Россия

^c Московский физико-технический институт
141701, Долгопрудный, Московская обл., Россия

Поступила в редакцию 13 ноября 2017 г.

Экспериментально исследованы плазменно-пылевые структуры в тлеющем разряде гелия в трубке, охлаждаемой сверхтекучим гелием при температуре 1.6 К и выше. Выполнено исследование бимодальной пылевой плазмы, образованной облаками из полидисперсных частиц диоксида церия и полимерных наночастиц. В узком температурном диапазоне, от 1.6 К до 2.17 К, наблюдались волновые колебания в облаке полимерных наночастиц размерами до 100 нм. В плазменно-пылевых структурах наблюдались вихри при гелиевых температурах.

DOI: 10.7868/S0044451018040144

1. ВВЕДЕНИЕ, ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Пылевая плазма образуется при введении в частично ионизованный газ частиц твердого/жидкого вещества микронных либо субмикронных размеров [1]. Зарядка частиц в плазме приводит к их захвату в неоднородном электрическом поле и появлению новой, пылевой, компоненты плазмы, удобной для проведения исследований различных физических коллективных процессов (например, фазовых переходов в одно-, двух- и трехмерных системах, волновых процессов) на кинетическом уровне [2, 3]. Актуальность изучения пылевой плазмы обусловлена как ее широкой распространенностью (в атмосфере Земли и в космосе, с ней также надо считаться на поверхности Марса и Луны), так и необходимостью учитывать ее возможное влияние на технологические процессы при производстве дисперсных композиционных материалов, использовании плазменного напыления и травления в микроэлектронике. История исследований пылевой плазмы насчитывает уже почти шесть десятилетий [4]. За это время многочис-

ленные исследования были проведены и в земных условиях [5], и на борту Международной космической станции [6–8]. Отдельный интерес вызывали исследования пылевой плазмы при криогенных температурах в связи с возможностью понижения температуры макрочастиц и их кинетической энергии с одновременным увеличением параметра неидеальности плазмы (при условии сохранения заряда макрочастиц). Первая работа по исследованию криогенной пылевой плазмы была опубликована в 2001 г. [9]. В дальнейшем исследования различных плазменно-пылевых систем были продолжены и при более низких температурах, вплоть до температуры жидкого гелия, 4.2 К [10–17], но достичь более низких температур до сих пор не удавалось. При этом надо иметь в виду, что понижение температуры разряда до 2 К при условии охлаждения пылевой компоненты и прочих равных условиях привело бы к увеличению параметра неидеальности плазмы более чем в два раза.

Необходимо отметить, что к настоящему времени при температурах ниже 5 К недостаточно изучен и сам газовый разряд постоянного тока. В частности, не объяснены причины гистерезиса и разрывы вольт-амперных характеристик разряда, а также

* E-mail: boltnev@gmail.com

полное отсутствие свечения положительного столба при токах менее 1 мА [18, 19]. Анализ этих явлений позволил предположить наличие нового состояния криогенной плазмы с принципиально иным механизмом проводимости, который так и остался не изученным [20]. Этот факт также стимулирует интерес к изучению самой криогенной плазмы газового разряда и плазменно-пылевых структур при температурах ниже 5 К. В данном случае пылевые частицы могут рассматриваться как вспомогательные зонды для изучения криогенной плазмы.

В настоящей работе представлены экспериментальные результаты исследований плазменно-пылевых структур, образованных полидисперсными частицами диоксида церия и полимерными наночастицами в тлеющем разряде гелия в трубке, охлаждаемой сверхтекучим гелием при температуре $T \geq 1.6$ К.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Экспериментальная установка, предназначенная для изучения плазменно-пылевых структур при гелиевых температурах, собрана на базе криостата Janis SVT-200, позволяющего проводить оптические исследования в температурном диапазоне от 1.5 до 300 К. Для изучения явлений в плазменно-пылевых структурах при криогенных температурах была разработана и изготовлена специальная вставка в криостат. Эксперименты с разрядом постоянного тока проводились в вертикально ориентированной стеклянной разрядной трубке с внутренним диаметром 20 мм и расстоянием между вводами электродов 400 мм. Нижний конец трубки запаян, а к верхнему концу припаяно коваровое кольцо, через которое трубка соединена со стальной трубой, выходящей из криостата через вакуумное уплотнение. На верхнем конце стальной трубы закреплен крестообразный коннектор для подсоединения линии напуска и откачки газообразного гелия, датчика давления и вакуумного ввода для сигнала управления работой инжектора пылевых частиц. Инжектор представляет собой контейнер, расположенный в верхней части разрядной трубки. Контейнер заполнялся полидисперсным порошком CeO₂ с размерами частиц от 100 нм до 100–200 мкм. Порошок вытряхивался из контейнера при подаче на пьезоизлучатель (установленный в контейнере) сигнала от звукового генератора. Частицы порошка падали в область положительного столба разряда, где происходила их зарядка и захват в областях ионизации —

стратах, что приводило к формированию плазменно-пылевых структур.

Исследование полученных структур проводилось в нижней страте положительного столба. Для стабилизации положения страты была использована диэлектрическая конусообразная деталь, концентрирующая поток электронов на оси трубы. Для работы при низких температурах разрядная трубка заполнялась газообразным гелием, давление которого измерялось при помощи конвектора Granville-Phillips 275.

Температуру жидкого ⁴He в криостате понижали приблизительно до 1.6 К откачкой паров гелия механическим насосом. Непрерывный контроль температуры в рабочем канале осуществлялся при помощи двух температурных датчиков: диодного (Lake Shore DT-670) с диапазоном измерений от 1.4 до 500 К, установленного вблизи дна газоразрядной трубы, и калиброванного полупроводникового (ТПК-1.5/60-22) с диапазоном измерений от 1.5 до 60 К, находящегося в тепловом контакте с внешней поверхностью стенки разрядной трубы приблизительно на уровне области формирования плазменно-пылевых структур. Сигналы с датчиков обрабатывались двухканальным контроллером температуры Lake Shore 335.

Плазменно-пылевые структуры, удерживаемые в страте, регистрировались скоростной видеокамерой со скоростью записи до 1000 кадров/с. Визуализация плазменно-пылевых структур осуществлялась с помощью лазерного «ножа». Для подсветки был использован твердотельный непрерывный лазер с длиной волны 532 нм и максимальной мощностью 85 мВт. Лазерный «нож» заводился в криостат через оптическое окно перпендикулярно оси наблюдения, на которой была установлена скоростная видеокамера.

Температуры ниже 4 К были достигнуты в режиме с минимальным тепловыделением: ток разряда 20–50 мкА при напряжении между электродами 3.2 кВ. Особенностью данного режима были низкое давление гелия в разрядной трубке, 4–6 Па, и полное отсутствие свечения положительного столба и страты. В этих условиях было возможным охлаждать разрядную трубку сверхтекучим гелием с температурой в пределах от 1.6 до 2.17 К. В дополнительных экспериментах было установлено, что при наличии в рабочем канале криостата жидкого гелия непрерывная откачка паров гелия при тепловыделениях в разряде ~ 100 мВт позволяет поддерживать градиент температуры между анодом и катодом в пределах 2–3 К.

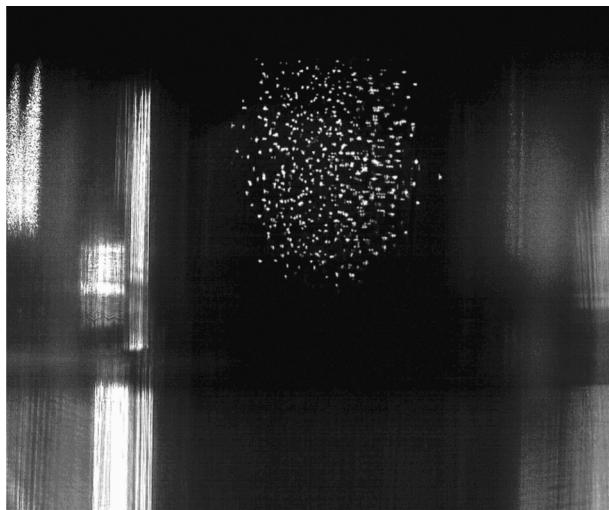


Рис. 1. Плазменно-пылевая структура в страте разряда постоянного тока в трубке, охлаждаемой сверхтекучим гелием ($T = 1.69$ К). Из-за небольшой глубины резкости уровень сверхтекучего гелия, заполняющего пространство вокруг разрядной трубки, виден размытым

Формирование сфероидальной плазменно-пылевой структуры наблюдалось при инжекции частиц диоксида церия в газовый разряд в трубке, охлаждаемой сверхтекучим гелием. На рис. 1 показан кадр с плазменно-пылевой структурой при температуре жидкого гелия 1.69 К (напряжение между электродами 3.2 кВ, ток 50 мА, давление газообразного гелия в трубке 5 Па).

Размеры структуры изменялись в пределах от 2 до 5 мм, при этом ее высота обычно превышала ширину. Структура (жидкостного типа) состояла из хаотически движущихся быстрых и медленных частиц, скорости которых отличались более чем на порядок величины. Быстрые частицы создавали интенсивные вихревые потоки на боковой поверхности плазменно-пылевой структуры. Среднее межчастичное расстояние в структуре имело величину 120 ± 15 мкм.

Через 20 мин после формирования сфероидальной плазменно-пылевой структуры, образованной заряженными частицами диоксида церия, стало заметным рассеяние лазерного излучения на неоднородностях среды — модуляциях плотности наночастиц конденсированной фазы (рис. 2). На рис. 2 видно, что облако наночастиц, невидимых из-за малости размеров, заполняло более широкую часть трубки на той же высоте, что и сама плазменно-пылевая структура. Модуляция интенсивности рассеянного лазерного излучения подсветки была вызвана

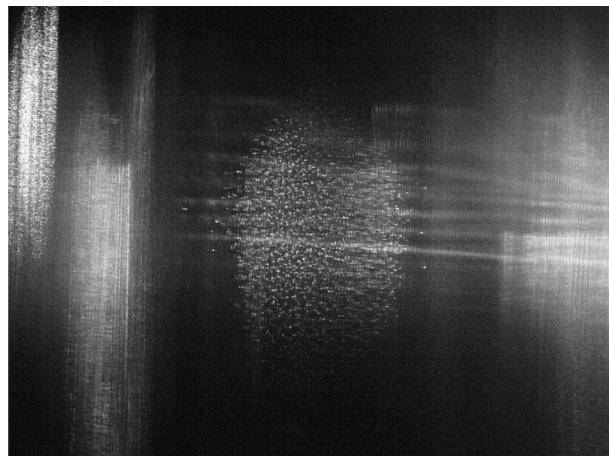


Рис. 2. Плазменно-пылевая структура и волны в облаке полимерных наночастиц

колебательными процессами с участием наночастиц в комплексной плазме. По мере роста температуры от 1.69 до 2 К частота колебаний наночастиц в облаке уменьшалась с 48 до 20 Гц одновременно с уменьшением скорости распространения волн с 16.8 до 7.4 мм/с соответственно. При этом длина волны сохранялась неизменной и составляла 0.37 ± 0.03 мм. Облако наночастиц наблюдалось более 15 мин в узком температурном диапазоне, от 1.6 до 2.17 К, т. е. до момента перехода жидкого гелия, охлаждающего разрядную трубку, в нормальное состояние.

Наночастицы, формировавшие облако, были обнаружены в результате исследования материалов, извлеченных из разрядной трубки после эксперимента. На рис. 3 показана фотография поверхности материала, находившегося во время эксперимента в нижней части разрядной трубки, полученная при помощи электронного микроскопа, на которой можно рассмотреть наночастицы размерами до 100 нм.

Причиной появления наночастиц, судя по всему, является распыление материала диэлектрической вставки, используемой для концентрации потока электронов на оси разрядной трубки. При включенном разряде встречный поток ионов также концентрируется на оси трубы и бомбардирует поверхность вставки. На рис. 4 приведена фотография нижней части трубы при включенном разряде при температуре 295 К. В области выходного отверстия конусообразной части вставки видно интенсивное свечение плазмы. В состав материала, из которого сделана вставка, входит акриловый полимер. Известно, что в разрядах небольшой мощности полимеры главным образом распадаются на мономеры, которые затем, например на холодной подлож-

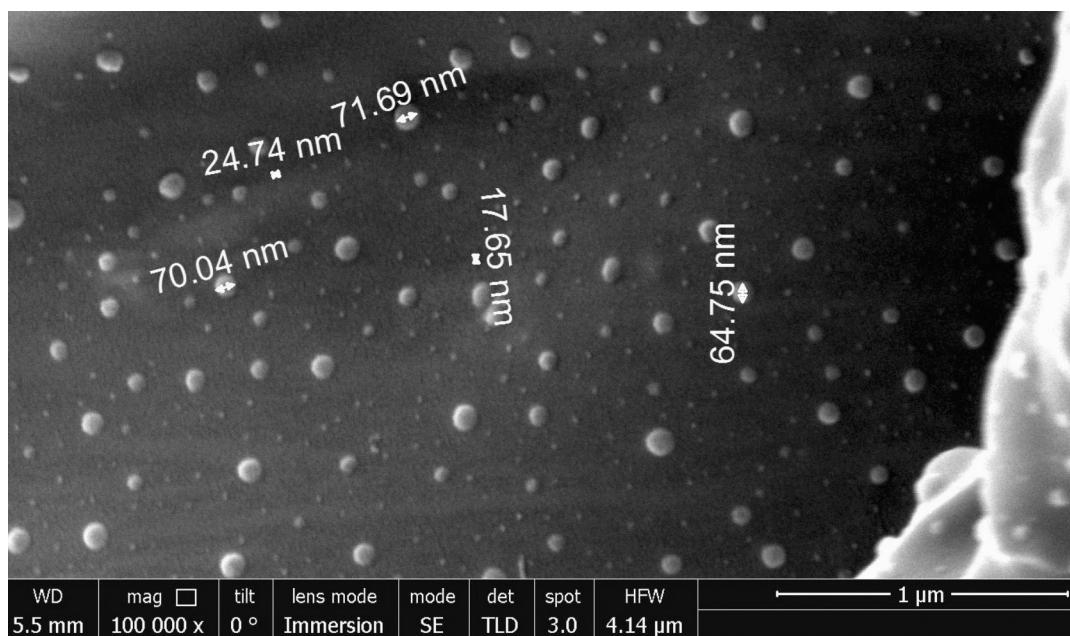


Рис. 3. Снимок полимерных наночастиц, осевших на поверхность материала, находившегося в трубке во время эксперимента, сделанный при помощи электронного микроскопа

ке, снова могут сформировать длинные полимерные молекулы [21]. Получаемый в результате распыления поверхности пар практически любого вещества при температуре данного эксперимента является пересыщенным, что приводит к интенсивной нуклеации атомов и молекул, а затем и к коагуляции наночастиц (размерами порядка нанометра) [22]. Начиная с размеров порядка 10 нм такие частицы становятся способны к зарядке в плазме и процесс коагуляции может быть ограничен для более крупных частиц за счет кулоновского отталкивания [23, 24]. В рассматриваемом случае мы видим, что размеры полимерных наночастиц не превышают 100 нм.

При разрушении наблюдавшейся плазменно-пылевой структуры, которое произошло при температуре 9.8 К из-за выключения разряда, было видно, что вся структура отброшена электрическим полем на стенку трубы. После извлечения разрядной трубы из криостата на ее стенке был обнаружен отпечаток структуры в виде частиц диоксида церия, прилипших к стенке. Часть этих частиц была собрана и исследована методом растровой электронной микроскопии. Анализ размеров частиц диоксида церия, составлявших плазменно-пылевую структуру, показал, что изначально очень широкое распределение частиц по размерам (от 0.1 до ~ 100 мкм) сузилось (от 1 до 20–30 мкм). Оценка эффективного заряда частицы, Z , сделанная для размера 10 мкм на

основе баланса сил тяжести и электростатического поля (градиент 10 В/см), действующих на частицу, дает величину $2.5 \cdot 10^5$.

Анализ движения частиц диоксида церия показал, что даже при температуре охлаждающей разрядную трубку жидкости 1.69 К средняя кинетическая энергия частиц была довольно высока — приблизительно 70 эВ (при массе частицы 4 нг, соответствующей размеру 10 мкм). Столь высокая кинетическая энергия частиц может быть обусловлена как действием фотометрической силы, вызванной интенсивным лазерным излучением подсветки, так и неоднородностью внешнего электрического поля [25]. Кроме того, необходимо учитывать слабую диссипацию энергии частиц в исследуемой системе, определяемую низким давлением порядка 1 Па.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представлены экспериментальные результаты исследований плазменно-пылевых структур в тлеющем разряде гелия в трубке, охлаждаемой жидким гелием при температурах от 1.6 К.

При гелиевых температурах наблюдалась и была исследована бимодальная пылевая плазма, образованная перекрывающимися в пространстве облаками из полидисперсных частиц диоксида церия и полимерных наночастиц. Были исследо-



Рис. 4. Фотография нижней части трубки с горящим тлеющим разрядом

ваны волновые колебания в облаке полимерных наночастиц, которые формировались в области криогенного разряда в результате распыления диэлектрической вставки ионным потоком и наблюдались в узком температурном диапазоне от 1.6 до 2.17 К. При гелиевых температурах в плазменно-пылевых структурах наблюдались вихри.

Авторы выражают благодарность Е. И. Моековой за участие в подготовке и проведении эксперимента, а также Г. Е. Вальяно за помощь в анализе частиц диоксида церия и полимерных наночастиц, выполненных на электронном микроскопе.

Работа выполнена в ОИВТ РАН при финансовой поддержке РНФ (грант № 14-12-01440).

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Е. Фортов, А. Г. Храпак, С. А. Храпак и др., УФН **174**, 495 (2004).
2. В. Е. Фортов, Г. Е. Морфилл, *Комплексная и пылевая плазма. Из лаборатории в космос*, Физматлит, Москва (2012).
3. О. Ф. Петров, М. М. Васильев, Йе Тун и др., ЖЭТФ **147**, 372 (2015).
4. R. F. Wuerker, H. Shelton, and R. V. Langmuir, J. Appl. Phys. **30**, 342 (1959).
5. Энциклопедия низкотемпературной плазмы, под ред. В. Е. Фортова, серия А, т. I-2, Янус-К, Москва (2006).
6. V. E. Fortov and G. E. Morfill, *Complex and Dusty Plasmas from Laboratory to Space*, CRC Press, London (2012).
7. T. S. Ramazanov, L. G. D'yachkov, K. N. Dzhumagulova et al., Europhys. Lett. **116**, 45001 (2016).
8. М. И. Мясников, Л. Г. Дьячков, О. Ф. Петров и др., ЖЭТФ **151**, 372 (2017).
9. V. E. Fortov, L. M. Vasilyak, S. P. Vetchinin et al., Doklady Physics **47**, 21 (2002).
10. С. Н. Антипов, Э. И. Асиновский, А. В. Кириллин и др., ЖЭТФ **133**, 948 (2008).
11. J. Kubota, C. Kojima, W. Sekine, and O. Ishihara, J. Plasma Fusion Res. Series **8**, 286 (2009).
12. С. Н. Антипов, М. М. Васильев, С. А. Майоров и др., ЖЭТФ **139**, 554 (2011).
13. O. Ishihara, Plasma Phys. Control. Fusion **54**, 124020 (2012).
14. M. Shindo, A. Samarian, and O. Ishihara, JPS Conf. Proc. **1**, 015049 (2014).
15. М. М. Васильев, О. Ф. Петров, К. Б. Стаценко, Письма в ЖЭТФ **102**, 881 (2015).
16. O. F. Petrov, M. M. Vasiliev, O. S. Vaulina et al., Europhys. Lett. **111**, 45002 (2015).
17. И. С. Самойлов, В. П. Баев, А. П. Тимофеев и др., ЖЭТФ **151**, 582 (2017).
18. А. В. Кириллин, В. В. Марковец, ТВТ **11**, 706 (1973).

19. Э. И. Асиновский, А. В. Кириллин, В. В. Марковец, ТВТ **13**, 933 (1975).
20. Э. И. Асиновский, А. В. Кириллин, В. В. Марковец и др., ДАН **378**, 326 (2001).
21. A. Zaitsev, F. Poncin-Epaillard, A. Lacoste et al., Plasma Process. Polym. **13**, 227 (2016).
22. E. Kovacevic, J. Berndt, T. Strunskus et al., J. Appl. Phys. **112**, 013303 (2012).
23. А. А. Аршинов, А. К. Мусин, ДАН **120**, 747 (1958).
24. M. Mamunuru, R. Le Picard, Y. Sakiyama et al., Plasma Chem. Plasma Process. **37**, 701 (2017).
25. G. I. Sukhinin, A. V. Fedoseev, M. V. Salnikov et al., Phys. Rev. E **95**, 063207 (2017).