

Казахский национальный университет имени аль-Фараби

УДК 533.9.03: 538.97-022.532

На правах рукописи

**УТЕГЕНОВ АЛМАСБЕК УЛУБЕКОВИЧ**

**Синтез и свойства углеродных наноматериалов полученных в газоразрядной плазме сложного состава**

6D074000 – Наноматериалы и Нанотехнологии

Диссертация на соискание степени доктора философии (PhD)

Научные консультант  
к. ф.-м. н., доцент  
Досболаев Мерлан Қылышұлы

Зарубежный научный консультант  
Доктор наук,  
Хартманн Питер

Республика Казахстан  
Алматы, 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ .....</b>	<b>3</b>
<b>ВВЕДЕНИЕ .....</b>	<b>4</b>
<b>1 ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ ПРОБЛЕМЫ .....</b>	<b>10</b>
1.1 Связь между синтезом наночастиц и плазмой сложного состава .....	13
1.2 Влияние на работу термоядерных установок, образующихся в них наноструктур .....	22
1.3 Задачи исследования данной работы .....	24
<b>2 НАНОЧАСТИЦЫ УГЛЕРОДА, ОБРАЗОВАННЫЕ В ВЧ ГАЗОВОМ РАЗРЯДЕ И ИХ ОСОБЕННОСТИ .....</b>	<b>26</b>
2.1 Экспериментальная установка для синтеза наночастиц углерода в ВЧ газовом разряде .....	27
2.2 Результаты экспериментальных работ .....	29
<b>3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ УГЛЕРОДА, ОБРАЗОВАННЫХ В ПЛАЗМЕ СМЕСИ ГАЗОВ АРГОН-АЦЕТИЛЕН .....</b>	<b>46</b>
3.1 Известные методы определения размеров наночастиц .....	47
3.2 Теоретические основы метода динамического рассеяния света .....	48
3.3 Экспериментальная установка для синтеза наночастиц углерода и определения их размеров .....	51
3.4 Результаты исследования размеров наночастиц углерода с помощью метода динамического рассеяния света .....	54
3.5 Исследование зависимости параметров плазмы ВЧ разряда от изменений модулированного высокочастотного сигнала .....	64
<b>4 ПОЛУЧЕНИЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ УГЛЕРОДА НА УСТАНОВКЕ ИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО УСКОРИТЕЛЯ И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ СВОЙСТВ .....</b>	<b>73</b>
4.1 Экспериментальная установка импульсного плазменного ускорителя и ее энергетические характеристики .....	73
4.2 Анализ поверхностей продуктов эрозии .....	79
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....</b>	<b>95</b>
<b>СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....</b>	<b>97</b>

## ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ВЧ разряд	–	высокочастотный разряд
ИПУ	–	импульсный плазменный ускоритель
ТЯЭР	–	термоядерный энергетический реактор
СЭМ	–	SEM, сканирующая электронная микроскопия
MOD	–	Metallo-Organic Decomposition, разложение органических соединений металлов
CVD	–	Chemical Vapour Deposition, химическое парофазное осаждение
PVD	–	Physical Vapour Deposition, вакуумное напыление; напыление конденсацией из газовой фазы
PECVD	–	Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, Усиленный плазмой CVD
ИТЭР	–	ITER, международный термоядерный экспериментальный реактор
ДЭМО	–	DEMO, демонстративный энергетический реактор
JET	–	The Joint European Torus
MAST	–	The MegaAmp Spherical Tokamak
ASDEX	–	The Axially Symmetric Divertor Experiment
ТЕХТОР-94	–	The Tokamak Experiment for Technology Oriented Research
TFTR	–	The Tokamak Fusion Test Reactor
NSTX	–	The National Spherical Torus Experiment
ХФУ	–	хлорфторуглерод
ELM	–	Edge Localized Mode, режим граничной локализации
РСД	–	расчетный средний диаметр
ГСО	–	геометрическое стандартное отклонение
EDS	–	Electron Dispersive Spectroscopy, энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия
МКС	–	Международная Космическая Станция
$n_e$	–	концентрация электронов
$T_e$	–	температура электронов
ВУП	–	вакуумный универсальный пост
ПЗС	–	CCD, Charge Coupled Device, прибор с зарядовой связью
ДРС	–	динамическое рассеяния света
АКФ	–	автокорреляционная функция

## ВВЕДЕНИЕ

**Общая характеристика работы.** Диссертационная работа посвящена экспериментальным исследованиям процесса синтеза углеродных наноматериалов образованных в пылевой плазме электрических разрядов смеси различных газов и исследованию их свойств. В работе применены современные экспериментальные методы синтеза, в том числе синтез в газовых разрядах, также исследования свойств наночастиц, в частности определения размеров наночастиц на основе метода динамического рассеянного света, электронная микроскопия и спектроскопия комбинационного рассеяния.

**Актуальность темы.** Исследования по синтезу наноматериалов, имеют высокую тенденцию развития среди мирового научного сообщества. Данный факт обусловлен тем, что ведущие специалисты по созданию новых, технологически значимых материалов в сфере промышленности и медицины, прибегают к использованию наноматериалов. Наноматериалы имеют очень широкую область применения. Такие материалы применяются в области преобразования и хранения энергии, что в свою очередь жизненно необходимо для преодоления кризисов, связанных с глобальным потеплением и нехваткой ископаемых видов топлива. Нанотехнология играет все более важную роль во многих ключевых технологиях нового тысячелетия. Применение наноразмерных материалов и структур представляет собой новую область приложения нанонауки и нанотехнологии [1]. В последние годы наблюдается необычайный рост нанонауки и технологий, главным образом благодаря разработке новых технологий синтеза наноматериалов и доступности инструментов для классификации и манипулирования наночастицами [2]. Производство наночастиц требует понимания основ наноразмерной химии и физики для их коммерциализации.

Во многих экспериментальных работах [3] для синтеза наночастиц используют плазму газового разряда в роли универсальной среды, где с помощью разных манипуляций параметрами разряда возникает ряд возможностей для управления процессом синтеза.

Известно, что после синтеза частиц в газовом разряде, плазма становится комплексной (содержащей пылевую компоненту). Основными сложностями при синтезе наноматериалов в плазменной среде является появление свободного от частиц пространства в плазме, что в свою очередь приводит к неравномерному росту наночастиц по объему [4]. В литературе данное свободное от частиц пространство называется «войдом». Здесь и далее «войд» используется для описания пустоты в плазменно-пылевом образовании с наночастицами.

Более того, в работе приводятся результаты экспериментальных работ по исследованию размера наночастиц на стадии их синтеза. На основе данной работы лежит использование метода динамического рассеяния света для определения размера наночастиц углерода. Основным отличием данной работы является то, что ранее данный метод определения размеров наночастиц

использовался только с применением жидких сред. Данная работа уникальна тем, что впервые была разработана методика определения размеров наночастиц в газовых средах.

Также, на сегодняшний день большой интерес в мире вызывает уникальный международный проект – Международный экспериментальный термоядерный реактор (ITER) [5], направленный на строительство первого международного экспериментального термоядерного реактора, крупнейшего в мире токамака. Целью проекта ITER является демонстрация технологической возможности использования термоядерной энергии в промышленных масштабах. В этом отношении достигнуты определенные успехи: сверхвысокие температуры и достаточное время удержания в принципе уже обеспечивают положительный энергетический баланс термоядерных реакций. Высокая температура (около 150 млн. градусов) плазменного шнура в термоядерных реакторах является одним из основных условий для осуществления синтеза легких ядер. Для предотвращения контакта такой высокотемпературной плазмы со стенками реактора и дивертора ее удерживают в центре тороидальной камеры с помощью магнитного поля. Однако, во время срыва плазменного шнура, выделенный мощный импульсный поток плазмы, взаимодействует с поверхностью внутрикамерных материалов реактора. Исследование взаимодействия горячей плазмы с компонентами реактора, размещенными внутри камеры, представляет собой сложную проблему физики термоядерных реакторов. Процессы взаимодействия определяют выбор материалов стенки термоядерного реактора, а также его правильную эксплуатацию, с учетом ограничений, накладываемых взаимодействием со стенкой.

На сегодняшний день можно выделить следующие основные проблемы, играющие ключевую роль во взаимодействии плазмы с материалом первой стенки реакторов, это – образование пыли из-за эрозии материалов; накопление радиоактивного трития в материалах вакуумной камеры. Накопление пыли и ее осаждение, наноструктурированные пленки в объеме реактора в основном играют отрицательную роль. Во-первых, это приводит к неустойчивости горения высокотемпературной плазмы и зарождению срывов, во-вторых, к захвату и накоплению трития, что представляет собой проблему для безопасной эксплуатации реактора и его экономичности [6–14].

Активные исследования в этой области, хотя и прояснили большое число вопросов, связанных со взаимодействием плазмы с твердыми телами, все же оставляют еще много моментов без ответа, в частности вопрос о пылеобразовании в термоядерных реакторах, и для решения его требуется тщательное исследование [15, с. 220].

В связи с вышеизложенным можно сделать заключение, что исследования характеристик наночастиц, синтезированных в плазменной среде электрических разрядов и сопутствующие вопросы, являются актуальными для формирования основ теории образования наноматериалов в плазме сложного состава.

**Связь темы диссертации с планами научных работ.** Диссертационная работа выполнена в соответствии с планами фундаментальных научно-исследовательских работ: грант МОН РК «Оптимизация режимов работы термоядерных энергетических реакторов на основе комплексного изучения свойств пылевой пристеночной плазмы» 2012-2014 гг., шифр 1115/ГФ4, «Получение и модификация наноструктурных функциональных материалов в плазменно-пылевых средах» 2012-2014 гг., шифр 0182 ПЦФ-2014-ОТ, «Влияние процессов пылеобразования и свойств пристеночной плазмы с пылинками на режимы работы термоядерных энергетических реакторов» 2015-2017 гг., шифр 3112/ГФ4, «Исследование свойств низкотемпературной комплексной плазмы в целях разработки метода манипуляции частицами микро и нано размеров» 2015-2017 гг., шифр 3097/ГФ4.

**Цель работы** – синтез углеродных наноматериалов в пылевой плазме электрических газовых разрядов и исследование их свойств.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи:**

- синтезировать наночастицы углерода в высокочастотном (ВЧ) разряде и исследовать зависимости геометрических форм плазменно-пылевого облака из наночастиц от параметров наложенного дополнительного постоянного поля.

- разработать систему определения размеров наночастиц углерода на ранней стадии их образования плазмохимическим методом в ВЧ разряде смеси газов аргон и углеродосодержащий газ на основе метода динамического рассеяния света.

- исследовать процесс взаимодействия импульсного плазменного потока с графитовой мишенью с целью получения сильноразвитых наноструктурированных поверхностей на установке импульсного плазменного ускорителя (ИПУ, НИИЭТФ при КазНУ им. Аль-Фараби).

- проанализировать поверхности продуктов эрозии кандидатного материала первой стенки термоядерных энергетических реакторов (ТЯЭР) с помощью СЭМ и спектроскопии комбинационного рассеяния.

**Объектами исследования** являются синтезированные наночастицы углерода, полученные плазмохимическим методом в плазме ВЧ разряда смеси инертного и углеродосодержащего газов и свойства плазмы, а также наноструктурированные углеродные продукты эрозии мишени, полученные в установке импульсного плазменного ускорителя.

**Предмет исследования** – размеры (диаметр) углеродных наночастиц, синтезированных в плазме ВЧ разряда смеси газов аргон-ацетилен, поверхностные свойства продуктов эрозии кандидатного материала первой стенки ТЯЭР, геометрическая форма плазменно-пылевого облака из наночастиц углерода.

**Методы исследования.** При решении задач, необходимых для достижения поставленной цели, использовались следующие методы: для синтеза углеродных наноматериалов применялся метод газофазного осаждения в плазме ВЧ разряда. Для определения размеров наночастиц на ранней стадии их

развития применялся метод динамического рассеяния света. Для изучения поверхностных свойств, полученных наноструктурных образований, которые являются следствием эрозии кандидатного материала, в экспериментах на импульсном плазменном ускорителе (наночастицы и нанопленки) используются методы электронной, оптической микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Исследование свойств пылевой плазмы из наночастиц в газовом разряде выполнено на основе видеофиксации плазменно-пылевых образований. Для управления пространственными характеристиками пылевой плазмы из наночастиц ВЧ разряда использовалось дополнительное электростатическое поле, создаваемое с помощью источника постоянного тока.

**Новизна работы.** Новизна и оригинальность работы заключается в том, что в ней впервые:

- разработан метод управления пространственными характеристиками пылевых частиц микро- и нано- размеров в плазме газового ВЧ разряда.

- использован метод динамического рассеяния света для определения размеров наночастиц углерода на ранней стадии их синтеза в плазме высокочастотного газового разряда смеси газов аргон и углеродосодержащий газ.

- Наряду с наночастицами, получены наноструктурированные материалы с фрактальными поверхностями на установке импульсного плазменного ускорителя.

**Научно-практическая значимость работы.** Полученные в диссертационной работе результаты представляют ценность для развития технологий при разработке реактивных плазменных систем, предназначенных для синтеза наноматериалов. Изучение процессов взаимодействия плазмы с синтезированными наночастицами позволяет определить структурные характеристики плазменно-пылевых образований, а также их особенности. Кроме того, исследование свойств наночастиц на ранней стадии их синтеза в плазме инертного и реактивного газов является актуальной задачей, поскольку во многих случаях свойства наноматериалов определяются после проведенных экспериментов посредством электронной микроскопии и т.п.

Необходимость подобных исследований на национальном уровне связана с широким прикладным применением результатов работы в таких областях как управляемая термоядерная энергетика, нанотехнологии и наноматериалы, новые конструкционные материалы для нужд нефтегазовой и горно-металлургической промышленности, приборостроение, сверхплотные интегральные схемы и др., которые являются приоритетными направлениями научно-технологического и индустриально-инновационного развития Казахстана.

**Положения, выносимые на защиту:**

1. Увеличение отрицательного электростатического поля при синтезе наночастиц углерода в ВЧ разряде смеси газов аргон-метан приводит к увеличению дисперсности углеродных наночастиц.

2. Разработанная система по определению размеров наночастиц углерода в плазме ВЧ разряда смеси газов аргон-ацетилен на основе метода динамического рассеяния света показала, что в промежутке времени декорелляции 5,3-20 мкс диаметр наночастиц углерода варьируется от 5,3 до 20 нм.

3. Взаимодействие импульсного плазменного потока с поверхностью кандидатного материала первой стенки термоядерного реактора, помимо наночастиц, приводит к появлению фрактальных наноструктурированных материалов.

**Личный вклад автора** заключается в том, что весь объем выполненной диссертационной работы, выбор методики проведения исследований, решения задач, модернизация экспериментальной установки проделан автором единолично. Постановка задач и обсуждение полученных экспериментальных результатов проводились совместно с научными консультантами.

**Достоверность и обоснованность полученных результатов** подтверждаются публикациями в журналах дальнего зарубежья с высоким импакт-фактором и в изданиях, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК, а также в трудах международных научных конференций ближнего и дальнего зарубежья.

**Апробация работы и публикации.** Результаты, полученные в диссертационной работе, докладывались и обсуждались:

– на международной конференции студентов и молодых ученых «Фараби Элемі» (2014, КазНУ им. аль-Фараби, г. Алматы);

– на 7-ом международной конференции по физике пылевой плазмы «ICPDP-2014» (2014г., г. Нью-Дели, Индия);

– на 22-ом Еврофизической конференции по атомной и молекулярной физике ионизованных газов «ESCAMPIG-XXII» (2014г., г. Грейфсвальд, Германия);

– на международной конференции по физике сильно-связанных кулоновских систем «SCCS-2014» (2014г., г. Нью-Мехико, США);

– на 14-ом международном семинаре по физике пылевой плазмы (2015г., г. Аубурн, шт. Алабама, США);

– на 8-ом международной конференции по физике плазмы и плазменных приложений «PPPT-8» (2015г., г. Минск, Беларусь);

– на 23-ем международной конференции по явлениям в ионизованных газах «ICPIG» (2015г., г. Яссы, Румыния);

– на 15-ом международной конференции по физике неидеальной плазмы «PNP-15» (2015г., г. Алматы);

– на 42-ой конференции Европейского физического общества по физике плазмы «EPS-XXXXII» (2015г., г. Лиссабон, Португалия);

– на 21-ом международном симпозиуме по синтезу тяжелых ионов «HIF-2016» (2016г., г. Астана);

– на 9-ой международной научной конференции «Современные достижения физики и фундаментальное физическое образование» (2016г., г. Алматы);

– на 24-ой международной конференции по явлениям в ионизованных газах «ICPIG» (2016г., г. Ешторил, Португалия);

– на 8-ой международной конференции по физике пылевой плазмы «ICPDP-2017» (2017г., г. Прага, Чехия);

– на международной конференции по физике сильно-связанных кулоновских систем «SCCS-2017» (2017г., г. Киль, Германия).

– на международном конференции «JSAP-2017» (2017г., Япония).

**Публикации.** По материалам диссертационной работы опубликовано 37 печатных работ: 7 в журналах из Перечня ККСОН МОН РК для опубликования основных результатов диссертации на соискание степени PhD и 5 статьи в журналах дальнего зарубежья с импакт-фактором, входящих в международный информационный ресурс Web of Science и Scopus; 21 работ в материалах Международных научных конференций; 1 патент РК на изобретение и 1 заявка на патент РК.

**Объем и структура диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, 4 разделов, заключения и списка использованных источников из 161 наименований, содержит 108 страниц основного компьютерного текста, включая 71 рисунок и 4 таблиц.

## 1 ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ ПРОБЛЕМЫ

Общеизвестным фактом является то, что нанотехнология – это область науки и техники, связанная с разработкой устройств размером порядка нанометра (одной миллиардной доли метра), т.е. устройств, составляющих от нескольких десятков до нескольких тысяч атомов [15]. Основное назначение таких устройств – работать с отдельными атомами и молекулами. Основной прорыв в развитии нанотехнологии относится к созданию сканирующего туннельного микроскопа – устройства, позволяющего исследовать вещество на атомарном уровне и манипулировать отдельными атомами. За это изобретение в 1986 году была присуждена Нобелевская премия Герду Биннигу (Gerd Binnig) и Генриху Рореру (Heinrich Rohrer), а также Эрнсту Руска за изобретение просвечивающего электронного микроскопа [16,17]. Вышесказанные достижения имеют одну единственную цель, исследовать структуру и поверхностные характеристики вещества на атомном уровне.

Основной задачей данной области науки является создание наноматериалов. За последние десятилетия актуальность создания методов получения наноматериалов, а также их изучение набирает огромный оборот. Причиной этого стало расширение применения наноматериалов в разных областях науки и промышленности. На сегодняшний день методов получения наноматериалов насчитывается много. К примеру, на рисунке 1.1 приведены основные методы получения материалов с наноразмерами. Существует два основных направления получения наноматериалов: первое – это синтез наноматериалов методом "снизу-вверх" (bottom-up), то есть технология получения наноматериалов, в которой происходит синтез наночастиц из атомов и молекул, достигается увеличение исходных элементов структуры по размерам до частиц нанометрового масштаба. К таким технологиям относятся такие методы, применяемые для получения определенных наночастиц и наноматериалов с требуемыми свойствами (композитных), как газофазный синтез с последующей конденсацией паров; плазмохимический синтез; осаждение из коллоидных растворов; химическое и физическое осаждение пленок и покрытий из газовой фазы (CVD и PVD), плазмы или жидких растворов на подложку; электроосаждение пленок и покрытий; термическое разложение (пиролиз); детонационный синтез. Второе направление относится к получению наноматериалов методом "сверху-вниз" (top-down), то есть технология получения наноструктурированных материалов, в которой нанометровый размер частиц достигается с помощью дробления более крупных частиц, порошков или зерен твердого тела. К технологиям этого типа относятся, например, методы, применяемые для получения компактных наноматериалов и нанопорошков из объемных материалов: кристаллизация аморфных сплавов; интенсивная пластическая деформация; электровзрыв; упорядочение твердых растворов и нестехиометрических соединений.

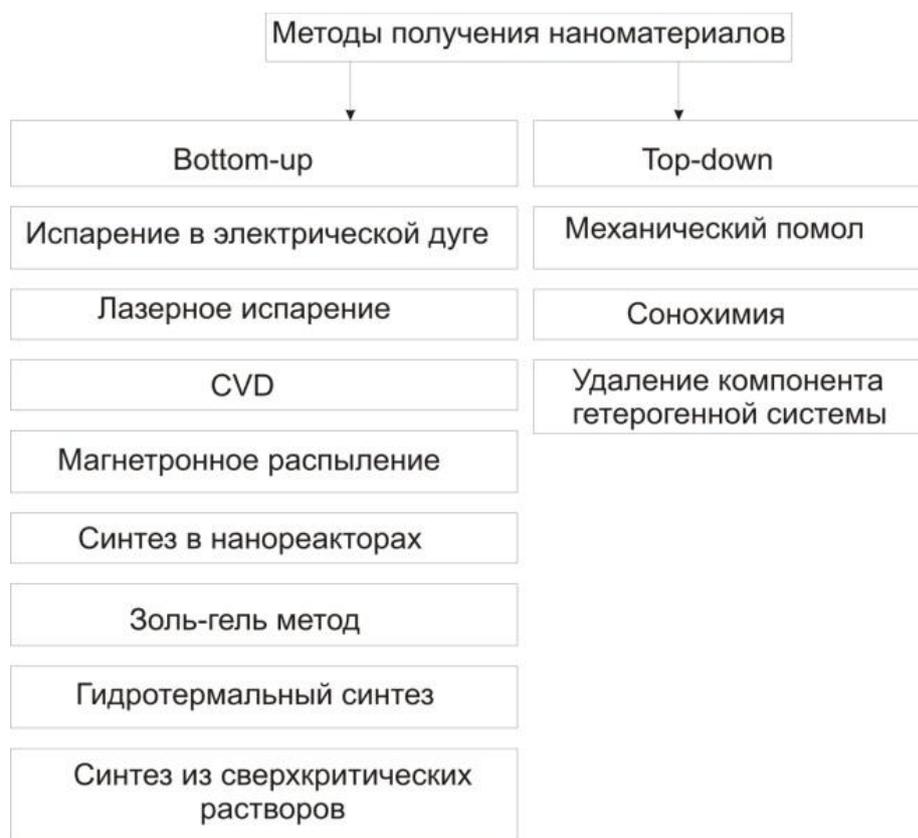


Рисунок 1.1 – Методы получения наноматериалов

Разберем первую группу «снизу-вверх» – это совокупность способов получения наночастиц из атомов представляют собой химические процессы, основанные на преобразованиях в растворе, например, золь-гель, CVD, синтез плазменного или пламенного напыления, лазерный пиролиз, атомная или молекулярная конденсация. Эти химические процессы основаны на наличии в качестве прекурсоров соответствующих «металлоорганических» молекул. Обработка золь-гелем отличается от других химических процессов из-за относительно низкой температуры обработки. Это делает процесс золь-гель экономичным и универсальным. В процессах распыления поток реагентов (газ, жидкость в виде аэрозолей или их смеси) вводят в пламя с высокой энергией, например, с помощью плазменного напыления или лазерного диоксида углерода. Реакторы разлагаются и частицы образуются в пламени путем гомогенного зарождения и роста. Быстрое охлаждение приводит к образованию наноразмерных частиц.

Это химические процессы в материалах на основе трансформаций в растворе, таких как золь-гелевая обработка, гидро- или сольвотермический синтез, органическое разложение металла (MOD) или в парофазном химическом осаждении из паровой фазы (CVD). Большинство химических маршрутов полагаются на наличие подходящих «металлоорганических» молекул в качестве прекурсоров. Среди различных предшественников оксидов металлов, а именно:  $\beta$ -дикетонаты металлов и карбоксилаты металлов, алкоксиды металлов являются наиболее универсальными. Они доступны

практически для всех элементов, и для некоторых из них был разработан экономичный синтез дешевого сырья. К тому же существуют два общих способа контроля образования и роста наночастиц. Один из них называется задержание осадков и зависит либо от истощения одного из реагентов или введения химического вещества, которое будет блокировать реакцию. Другой метод основан на физическом ограничении объема, доступного для роста отдельных наночастиц, с использованием шаблонов.

*Золь-гель-процесс.* Данный метод представляет собой давно установленный промышленный процесс для производства коллоидных наночастиц из жидкой фазы, который был разработан в последние годы для производства передовых наноматериалов и покрытий. Золь-гель-процессы хорошо адаптированы для синтеза наночастиц оксидов и композитных нанопорошков. Основными преимуществами золь-гель-технологий для получения материалов являются низкая температура обработки, универсальность и гибкая реология, позволяющая легко формировать и внедрять. Они предоставляют уникальные возможности для доступа к органическим и неорганическим материалам [18].

*Аэрозольные процессы.* Процессы на основе аэрозолей являются распространенным методом промышленного производства наночастиц. Аэрозоли могут быть определены как твердые или жидкие частицы в газовой фазе, где размеры частицы могут варьироваться от размеров молекул до 100 мкм. Аэрозоли использовались в промышленном производстве задолго до того, как была понята фундаментальная наука и техника аэрозолей. Например, частицы углеродной сажи, используемые в пигментах и автомобильных шинах, вырабатываются путем сжигания углеводородов; пигмент титана для использования в красках и пластмассах производится окислением тетрахлорида титана; коллоидный диоксид кремния и диоксид титана, образованный из соответствующих тетрахлоридов пламенным пиролизом; оптические волокна изготавливаются аналогичным способом [19, 20].

*Химическое осаждение паров (CVD).* CVD состоит в активации химической реакции между поверхностью подложки и газообразным прекурсором. Активация может быть достигнута либо с температурой (Thermal CVD), либо с плазмой (PECVD). Основным преимуществом является недирижабельный аспект этой технологии. Плазма позволяет значительно снизить температуру процесса по сравнению с термическим процессом CVD. CVD широко используется для производства углеродных нанотрубок [21].

*Суперкритический синтез жидкости.* Методы, использующие сверхкритические флюиды, также эффективны для синтеза наночастиц. Для этих методов свойства сверхкритической жидкости (жидкости, вынужденно находящиеся в сверхкритическом состоянии путем регулирования ее температуры и давления) используются для образования наночастиц быстрым расширением параметров. Метод сверхкритической текучей среды в настоящее время разрабатывается в экспериментальном масштабе в непрерывном процессе [22].

*Испарение в электрической дуге.* Предлагаемый метод включает в себя расплавление и диспергирование расплавленного материала катода при помощи импульсного дугового разряда низкого давления, поступление жидких капель этого материала в плазму, охлаждение жидких наночастиц, формируемых в указанной плазме, затвердевание и осаждение твердых наночастиц на носитель. Испарение в газ низкого давления позволяет получить высокие скорости расширения, обеспечивающие быстрое снижение концентрации паров и получение частиц малых размеров. При этом наличие газа позволяет осуществлять достаточно быстрое охлаждение – закалку частиц порошка за счет не только радиационного, как в вакууме, но и молекулярного механизма теплообмена [23].

Импульсный дуговой испаритель металла состоит из цилиндрического охлаждаемого расходуемого катода с пристыкованным к нему токоподводом для подачи электропитания и охлаждающей жидкости, коаксиального охлаждаемого анода, прикрепленного к катоду с помощью фторопластового изолятора, системы подмагничивания, установленной внутри анода, фланца, прикрепленного к стенке камеры и к аноду при помощи фторопластовых изоляторов, анода, совмещенного с цилиндрической охлаждаемой поверхностью конденсации, установленной с возможностью вращения вокруг катода, поджигающего электрода, с пристыкованным к нему токоподводом [24].

### **1.1 Связь между плазмой сложного состава и синтезом наночастиц**

Общеизвестным фактом является то, что плазма – это ионизованный газ, который содержит свободные электроны, положительные и отрицательные ионы, которые, в свою очередь, находятся в квазинейтральном состоянии, то есть суммарный заряд в объеме равен нулю. Если в такой плазме будут присутствовать частицы нано- и микро- размеров, которые проникают в среду принудительно и/или синтезируются в результате химических реакций в плазме (например, плазма газового разряда смеси благородного и углеродосодержащего газов), то такая плазма называется пылевой (сложной, комплексной) [25].

Пылевые частицы могут иметь заряд, превосходящий заряд электрона от нескольких десятков до нескольких десятков тысяч раз. Это и является основой образования пылевых структур в плазме газового разряда. Не секрет, что комплексная плазма находится на стыке таких областей как нанотехнологии, материаловедение [26], физика сильно связанных систем [27] и т.д.

Последние два десятилетия комплексная плазма активно исследуется во всем мире как для фундаментального понимания динамики сильно связанных открытых систем [28–30], так и в практических целях [31–33]. В лабораторных условиях пылевая плазма исследуется в различных видах газового разряда [26, с. 653]. В данное время начинается развитие новых технологий на основе комбинированных разрядов [34], в связи с чем, становятся актуальными исследования, посвященные поведению комплексной плазмы в таких системах.

Как было уже приведено выше, с помощью плазмы газового разряда смеси инертного (группа газов без цвета и запаха, составляющих группу 0 в периодической таблице Менделеева) и углеродосодержащего (метан, ацетилен и т.п.) газов можно синтезировать нано- и микро- частицы, а также пленки углерода, и такой метод синтеза является весьма актуальным (например, для изготовления пленок аморфного кремния (a-Si:H) и наночастиц (Si-NPs) [35], для диспергирования индия [36], а также для получения ультрадисперсных порошков металлов, нитридов, карбидов, оксидов, боридов, а также их смесей [37]). Один из продуктов синтеза таким методом является наноструктурированный углерод, который имеет широкий спектр применения, так, например, в качестве адсорбентов [38–40], молекулярных сит [38, с. 273], мембран [40], катализаторов и носителя для частиц катализатора [41], а также в электронных и электрохимических устройствах различных типов: литий-ионные батареи, суперконденсаторы и топливные элементы [42–46]. Такое использование наноструктурированного углерода связано с высокой площадью его поверхности, высокой химической стойкостью и электропроводностью. Так, например, в топливных элементах прямого окисления метанола первостепенное значение имеют размер частиц катализатора (обычно благородный металл), равномерность его распределения в углеродном носителе и удельная площадь поверхности подложки.

Существуют несколько видов газовых разрядов, применяемых для синтеза наночастиц. Так, например, высокочастотный разряд – наиболее распространенный вид газового разряда, применяемый для получения наночастиц в плазменных средах. Разряд осуществляется с помощью пропускания высокочастотного тока через систему электродов, которая состоит из двух параллельно расположенных металлических пластин-электродов, один из которых соединяется к высокочастотному генератору тока, а второй (верхний) заземляется (рисунок 1.2) [47].

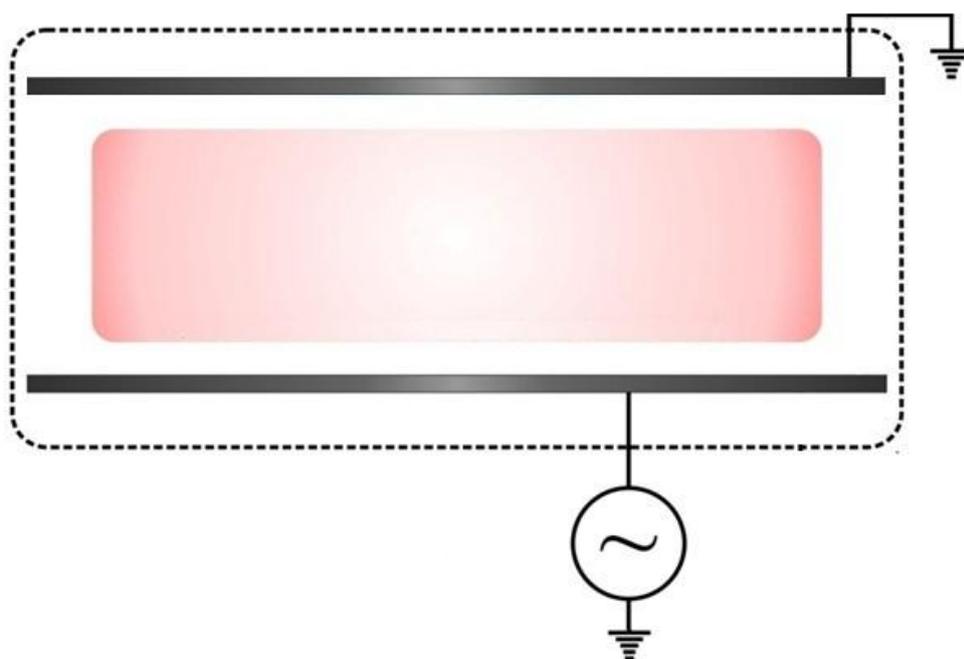
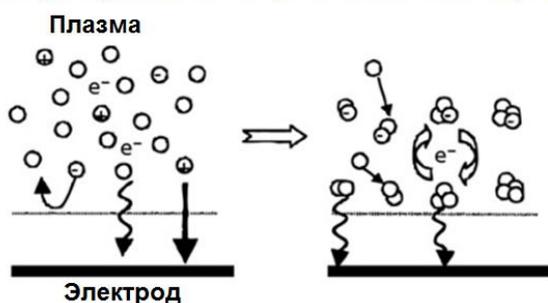


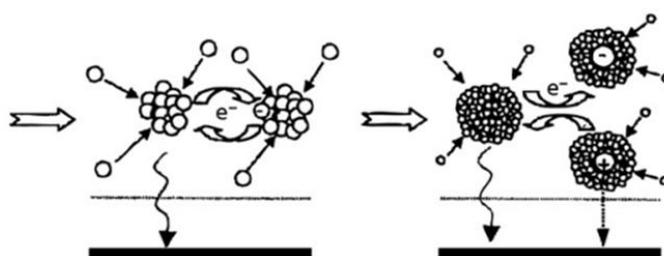
Рисунок 1.2 – Принципиальная схема получения ВЧ разряда

Для синтеза наночастиц в таком разряде часто используется смесь различных газов, например, смесь инертного газа с углеродосодержащим. Механизм образования наночастиц (например, углерода) основывается на вышеуказанном методе "снизу-вверх", который включает несколько этапов формирования наночастиц (рисунок 1.3).

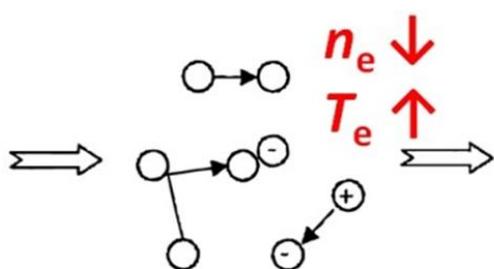
### Формирование первичных кластеров



### Рост кластеров



### Коагуляция



### Рост частицы

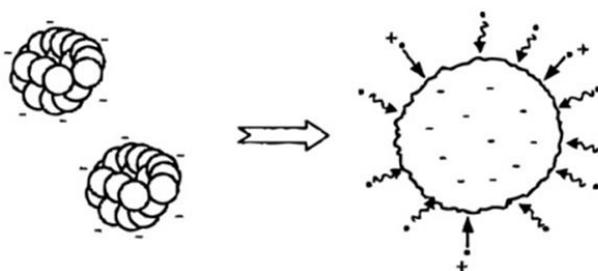


Рисунок 1.3 – Поэтапное формирования наночастиц

Как видно из рисунка 1.3, процесс формирования наночастиц в плазменной среде делится на несколько этапов: формирование первичных кластеров из атомов углерода; коагуляция с последующим ростом наночастиц.

Также для некоторого технологического решения синтеза наночастиц используются комбинированные газовые разряды. Например, в работе [48] газовый разряд, образованный с помощью ВЧ генератора и генератора постоянного тока приводил к синтезу частиц материала электрода. Принцип синтеза наночастиц в таком разряде основывается на катодном распылении электрода, где происходит процесс бомбардировки электрода ионами, что приводит к образованию наночастиц материала электрода. Основным достоинством данного разряда является рост наночастиц за короткое время, по сравнению с ростом в газовой фазе, без каких-либо внешних воздействий на ВЧ разряд.

Еще одним примером использования комбинации разрядов считается магнетронный разряд с ВЧ ловушкой. Данный тип разряда в основном используется для получения композитных частиц [49]. Принцип получения композитных материалов заключается в синтезе наночастиц и/или нанокластеров в газовой среде ВЧ разряда с последующим включением магнетронного разряда. Последнее играет роль при создании покрытий, поверх образованных в ВЧ разряде частиц.

*Пылеобразование в термоядерных реакторах.* В настоящее время, когда началось сооружение Международного термоядерного экспериментального реактора ИТЭР (ITER) и развитие концепции последующего демонстрационного энергетического реактора ДЕМО (DEMO), все более актуальными становятся выбор материалов деталей, контактирующих с плазмой, и проблемы безопасности и экономической эффективности реактора. При этом стало понятным, что пыль и наноструктурные продукты эрозии материалов токамака имеют ключевое значение для термоядерного реактора. Именно поэтому исследования пыли и наноструктурированных пленок проводятся в основном в имитационных экспериментах, ориентированных на процессы в токамаках [50].

Проведя общее обсуждение актуальности пыли в токамаках, ниже приводится несколько видов токамака с некоторыми характеристиками и с общей информацией, а также результаты нескольких экспериментов по исследованию пылеобразования в токамаках.

Таблица 1.1 – Общеизвестные параметры некоторых токамаков

Вид токамака	Внешний радиус (м)	Внутренний радиус (м)	Магнитное поле на оси (Тл)	Ток плазмы (МА)	Мощность (МВт)
1	2	3	4	5	6
ИТЭР (ITER)	6,2	2,0	5,3	15	500
JET	2,96	2,5/4,2	3,45	4,8	16

Продолжение таблицы 1.1.

1	2	3	4	5	6
MAST	1,0	0,8	0,5	2,0	-
ASDEX-Upgrade	1,65	0,5	3,1	1,6	-
TEXTOR-94	1,75	0,47	3	0,8	-
DIII-D	1,67	0,67	2,2	3	-
Alcator C-Mod	0,68	0,22	8,1	2,0	-
TFTR	2,65	1,1	5,5	2,7	10,7
Tore-Supra	2,25	0,70	4,5	1,7	-
NSTX	0,85	0,67	0,6	1,5	-

– ИТЭР ([www.iter.org](http://www.iter.org)) – международный реактор. ИТЭР строится в г. Кадараш, Франция, а первые эксперименты запланированы на декабрь 2025 года. На данный момент находится на стадии установки наибольших компонентов реактора.

– The Joint European Torus (JET, [www.jet.efda.org](http://www.jet.efda.org)) – крупнейший в мире действующий токамак, основанный Органом по атомной энергии Соединенного Королевства, Калхем, г. Оксфордшир, Великобритания. Максимально достигнутое соотношение мощности токамака на входную составило 67%.

– The MegaAmp Spherical Tokamak (MAST, [www.fusion.org.uk/mast](http://www.fusion.org.uk/mast)) – сферический токамак, который означает, что оно имеет равное соотношение сторон. Он также расположен в Калхем, Оксфордшир, Великобритания.

– The Axially Symmetric Divertor Experiment Upgrade (ASDEX-Upgrade) – диверторный токамак, расположенный в Институте плазменной физики им. Макса Планка в Гархинг-бай-Мюнхене, Германия. Вторая в Германии по величине экспериментальная установка для исследования термоядерного синтеза после стелларатора Wendelstein 7-X, целью которого является проверка промышленной пригодности термоядерного реактора типа стелларатор. В данной установке впервые был обнаружен H-режим (High-confinement mode) работы токамака, где плазма более стабильна и лучше удерживается.

– The Tokamak Experiment for Technology Oriented Research (TEXTOR-94) – диверторный токамак, который находится в Юлихском исследовательском центре г. Юлих, Германия, где исследовалось взаимодействие импульсной плазмы со стенкой реактора. Был приостановлен в 2013 г.

– DIII-D – действующий с 1986 года токамак в г. Сан-Диего, США организации General Atomics.

– Alcator C-Mod – приостановленный в 2016 г. небольшой токамак в Массачусетском технологическом институте, Бостон, США. Примечательно, что он имел очень большое магнитное поле порядка 8 Тл.

– The Tokamak Fusion Test Reactor (TFTR) – крупный токамак в Принстонской лаборатории физики плазмы, шт. Нью-Джерси, США. Ныне не используется. На данной установке было достигнуто рекордно значение мощности термоядерного синтеза и температуры 510 МК.

– Tore-Supra ныне WEST – небольшой французский токамак в г. Кадараш, Франция. Он имеет сверхпроводящие полевые катушки и активно охлажденную первую стенку, позволяющую удерживать разряды на длительное время, максимальное достигнутое значение 6 минут 30 секунд.

– The National Spherical Torus Experiment (NSTX) – сферический токамак в Принстонской лаборатории физики плазмы, шт. Нью-Джерси, США.

– Казахстанский Материаловедческий Токамак (КТМ) – отечественный токамак, строительство которого было завершено в 2010 г. Эксперименты в данном токамаке проводятся в целях исследования материаловедческих свойств дивертора и стенки реактора.

По приведенному списку токамаков можно сказать, что каждый токамак был сформирован для конкретных задач. Во всем мире насчитывается 36 токамаков для разных исследований, расположенных в 17 странах, из числа токамаков 1 в процессе создания (ITER), 20 действующих и 4, строительство которых планируется (IGNITOR в России, SFETR в Китае, K-DEMO в Южной Корее, DEMO – прототип для коммерческого термоядерного реактора).

Практически во всех вышеуказанных реакторах основной целью является исследования процессов удержания плазмы на длительное время для управления термоядерным синтезом. Основным препятствием для длительного удержания плазмы является результат взаимодействия ускоренной плазмы с внутренней стенкой и компонентами реактора. В результате проведенных экспериментов было обнаружено, что в процессе столкновения плазмы с внутрикамерными компонентами реактора, последние нагреваются из-за трения плазмы, которое приводит к эрозии стенки и дивертора. Продуктами эрозии считаются малые частицы стенки реактора с характерными размерами от 10 нм до 2 см. Появление продуктов эрозии в процессе ускорения плазмы играет отрицательную роль, которая обусловлена торможением всей плазмы за счет потери энергии [51, 52].

*Исследования эрозии материалов стенки реакторов.* Эрозия материала стенки термоядерного реактора является главной причиной появления пыли и иных материалов в камере реактора. Данное явление возникает вследствие столкновения, точнее сказать, соприкосновения мощного плазменного потока с внутренней стенкой реактора. Пыли и материалы, появившиеся таким образом, имеют разные характеристики и по форме, и по размерам, а также физико-химическим характеристикам.

Далее приводятся несколько примеров результатов исследований продуктов эрозии. В 1999 г. на токамаке ASDEX-Upgrade был проведен эксперимент, где были произведены около 800 выстрелов, в качестве исследуемого объекта был выбран вольфрамовый дивертор [53]. В результате анализа продуктов эрозии было выявлено, что в общей массе продуктов эрозии присутствуют частицы вольфрама (материал дивертора). Для сравнения, количество Fe из стальных компонентов и Си, повторно осажденных в той же области, было более чем на порядок выше, чем частиц вольфрама. Поверхностный анализ вольфрамовых пластин показал концентрацию

вольфрама от 2% до 25%, при этом присутствовало большое количество бора, углерода и кислорода, что является результатом различных химических реакций между компонентами, плазмой и воздухом (окисление). Также в диверторе было обнаружено до 60% запасов дейтерия, которые, как считается, были совместно осаждены с ранее описанными материалами.

Для исследования пылеобразования на установке JET были проведены эксперименты, где дивертор JET марки I был проанализирован после 3500 выстрелов [54]. Дивертор был выполнен из углеродной плитки, а стенки реактора были выполнены из сплава Инконель 600 (75% Ni, 15,5% Cr, 8% Fe), обусловленного бериллием, а лимитеры были изготовлены из хлорфторуглерода (ХФУ). Для анализа поверхности углеродных пластин были разделены на участки. В результате анализа была выявлена значительная эрозия металлов из внутренней стенки и углерода из лимитера. Переосаждение углерода было значительно больше во всех областях, кроме внутренней стенки, по сравнению с переосаждением бериллия и металлов в тех же областях.

Кроме вышеуказанных явлений, в токамаках наблюдается отслаивание поверхностей, например, в TFTR [55]. Компонентами для плазменной обработки в экспериментах на данной установке были ХФУ и графитовые плитки. В результате экспериментов были обнаружены осажденные слои гидрированного углерода толщиной десятки микрон. Отслаивание наблюдалось на 15% плитки. Было обнаружено, что после окисления выделяется значительное количество трития. Возможные механизмы, предлагаемые для отслаивания, обусловлены катализируемой абсорбцией воды, вызывающей набухание и отслоение слоев.

Явления эрозии во многих экспериментах исследуются после завершения экспериментов, то есть по обработанным материалам. Но существуют технологии для исследования явления эрозии в процессе выполнения эксперимента. Так, например, на установке MAST, сотрудники провели эксперименты с использованием ИК-камеры для наблюдения тепловой нагрузки на поверхностях внутрикамерных компонентов реактора MAST [56]. Было высказано предположение, что пыль, возвышающаяся над поверхностью исследуемой плитки во время эксперимента, может привести к тому, что камера будет измерять другую температуру. Одна и та же камера также наблюдала образование пыли во время срыва плазменного шнура (рисунок 1.4), где, по оценкам, скорость пыли составила 1 км/с.



Рисунок 1.4 – Пылеобразование в MAST наблюдается с использованием ИК-камеры [56, с. 788]

*Характеристика продуктов эрозии.* Опубликованные до сих пор работы по токамакам имеют наименьшую информацию о продуктах эрозии. Вероятно, это связано с тем, что анализ внутрикамерных компонентов реактора, соприкасающихся с плазмой, возможен только тогда, когда работы в токамаке приостановлены. Тем не менее, существуют исследования характеристик продуктов эрозии, которые могут дать нам представление о размере, форме и составе пыли.

К примеру, результаты анализа продуктов эрозии на реакторе JET, где был проведен анализ дивертора из Инконеля и ХФУ после 2000 выстрелов [57], показали, что после экспериментов, сыпучую пыль (продуктов эрозии) собирали с помощью циклонного вакуумного очистителя, после чего мельчайшие частицы извлекали из пластин с помощью специальной ткани. Средний диаметр этих частиц составлял 27 мкм. Также были собраны пленки повторно осажденного материала, анализы которых показали, что большинство присутствующих материалов были углеродом (97% углерод, 1% бериллий и 2% металл). К тому же, было обнаружено, что образцы радиоактивные и содержат тритий и  $^7\text{Be}$ . По анализу пленок было выявлено, что они содержат 99% углерода с половиной процента как бериллия, так и металлов. Соотношение дейтерий/углерод составило 0,4, а толщина – порядка 40 мкм. Было также

обнаружено значительное количество трития, причем большое количество находилось в пленках.

Следующий эксперимент на установке JET [58] был специально поставлен для изучения образовавшихся пленок. По результатам анализа пришли к выводу, что пленки, по-видимому, являются эффективными поглотителями трития и других изотопов водорода. Было установлено, что они имеют приблизительно от 3,0 до 3,3 мг трития на грамм пленки. Вывод состоял в том, что основная часть трития, отсутствующего после очистки газа, находилась в пленках. Это подчеркивает тот факт, что удержание трития в пыли и пленках является серьезной проблемой для термоядерного реактора.

Такие характеристики как размер и форма частиц были исследованы в работах на установке TFTR, DIII-D и Alcator C-Mod [59]. Образцы были собраны и проанализированы из различных областей поверхности, обращенной к плазме, а также извлеченных из окон, прикрепленных к диагностическим трубам в TFTR. По результатам анализа вычислен расчетный средний диаметр (РСД). РСД пыли в DIII-D находился в диапазоне от 0,46 до 1,0 мкм, а в Alcator C-Mod составляло от 0,78 до 2,89 мкм. Также авторы данной работы приводят геометрические стандартные отклонения (ГСО) 1,42-4,39 мкм и 1,33-3,43 мкм, соответственно. Для TFTR диапазон варьируется в пределах 0,76-3,00 мкм, при этом ГСО составляло от 1,65 до 2,73 мкм. Состав пыли был непосредственно связан с материалом первой стенки, используемым в реакторе: углерод в TFTR и DIII-D, а также молибден, который использовался в реакторе Alcator C-Mod.

Аналогичный анализ был также проведен для Tore Supra [60] и ASDEX-Upgrade [61]. Образцы были получены несколькими способами, пылесосом, с использованием хлопчатобумажных салфеток, сдиранием поверхностей металлическим лезвием и локальным промыванием камеры жидкостью с последующим пропусканием через фильтр. Было обнаружено, что пыль находится в основном в нижних частях реактора, предположительно из-за воздействия на них силы тяжести. Было установлено, что геометрический средний диаметр однородный, в среднем 2,7–2,8 мкм, а диаметр частиц в ASDEX-Upgrade составил 3,33 мкм, причем частицы состояли в основном из материала дивертора. В таблице 1.2 приводятся характеристики пылевых частиц полученных в результате экспериментов на различных токамаках, в том числе характерные размеры из разных областей реактора.

Таблица 1.2 – Характеристики пылевых частиц в различных токамаках

Токамак	Нижние части		Средние части		Верхние части	
	Собранная масса, мг	РСД±ГСО, мкм	Собранная масса, мг	РСД±ГСО, мкм	Собранная масса, мг	РСД±ГСО, мкм
1	2	3	4	5	6	7
DIII-D	3,34	0,66 ± 2,82	18,5	0,60 ± 2,35	4,20	0,89 ± 2,92

Продолжение таблицы 1.2.

1	2	3	4	5	6	7
TFTR	32,0	0,88 ± 2,63	67,0	1,60 ± 2,33	-	-
Alcator C-Mod	40,2	1,58 ± 2,80	1,73	1,53 ± 2,80	0,48	1,22 ± 2,03
JET	-	27,0 ± (-)	-	-	-	-
TEXTOR	-	5,20 ± (-)	-	-	-	-
Tore Supra	14,3	2,68 ± 2,89	1,97	2,98 ± 2,94	0,55	3,32 ± 2,94
ASDEX-Upgrade	116	2,21 ± 2,93	2,54	3,69 ± 2,81	1,25	3,59 ± 3,08

*Безопасность реактора и пылеудаление.* При выявленных проблемах безопасности были обнаружены запасы пылевидного трития и радиоактивной пыли, которые становятся мобильными в случае аварии. В случае проблемы с системой охлаждения возникает риск появления трещины на поверхности, откуда высвобождаются Н и СО, что приводит к возможному взрыву. Пылеобразование включает и другие аспекты отрицательной роли, такие как препятствие потоку тепла для охлаждающих конструкций, и блокирование зазоров, оставшихся по техническим причинам. Эти вещи могут не иметь решающего значения для этого поколения токамаков с относительно малыми мощностями, но тепловая нагрузка, предсказанная при срыве плазмы в ИТЭР, составляет 100 ГВт/м<sup>2</sup>. К тому же, численные расчеты, сделанные для работы ИТЭР при таких мощностях [62], где одновременно рассчитывались динамика и тепловые характеристики плазмы в токамаке было выявлено, что производство бериллиевой пыли может составлять от 7 до 10,3 кг на каждый срыв плазмы при использовании бериллиевых компонентов для внутрикамерных материалов реактора, а также для углерода 1,9–2,4 кг на каждый срыв плазмы при использовании углеродного материала в качестве материала реактора.

В работе [63] представлен метод, предназначенный для удаления пыли с поверхностей, который представляет собой вибрационную транспортировку. Любой используемый метод должен быть надежным, способным работать в вакууме и сильных магнитных полях. Вибрационная транспортировка – простой метод, состоящий из желоба, поддерживаемого пружинами и вибрирующего с соответствующей частотой. По результатам экспериментов было выявлено, что метод хорошо работает с отдельными частицами, чтобы избежать соприкосновения с радиоактивными материалами, а также регулируется, т.е. и горизонтально, и вертикально, а также до склонов в 15°.

## **1.2 Влияние на работу термоядерных установок, образующихся в них наноструктур**

Как было уже отмечено выше, продукты эрозии при срыве плазменного шнура в токамаке имеют обширные характеристики. Размер продуктов эрозии варьируется в пределах от нескольких нанометров до нескольких сантиметров.

Известно, что наноструктурные материалы, наряду с относительно большими материалами, возникающие в итоге эрозии частей камеры токамака, обращенных к плазме, в основном тоже играют негативную роль. Но в настоящее время появились работы, где предполагается применять частицы эрозии для управления работой токамака.

Как было уже приведено в предыдущем разделе, наноструктуры могут быть ответственны за захват и накопление трития в реакторе. По прогнозу в работе реактора ИТЭР, в токамаке не должно накапливаться более 300 г трития [64].

Помимо захвата трития наноструктуры с сильно развитой поверхностью представляют опасность при аварийных инцидентах, связанных, в частности, с прорывом воды в камеру реактора, как катализатор для разложения воды и образования взрывоопасного количества водорода [65].

Эрозия в токамаке является источником как атомарных потоков, так и потоков, нано- и микрочастиц, из которых и образуются наноструктурные пленки и частицы пыли размером от нескольких нанометров до нескольких десятков микрометров [66].

В научной литературе характерным процессам эрозии в токамаке приводятся следующие определения:

*Физическое распыление* в результате бомбардировки поверхностей, обращенных к плазме, как ионами, так и нейтральными атомами, образующимися при перезарядке. Это является основным механизмом эрозии собственно первой стенки реактора. В результате распыления образуются потоки атомов с поверхности, направленные в пристеночную плазму, которые, в свою очередь, образуют пристеночную пылевую плазму из нано- и микрочастиц.

*Блистеринг* – это процесс образования газовых пузырей в результате накопления в поверхностном слое материала первой стенки реактора водорода и гелия, сопровождаемое взрывом (отрывом крышек) блистеров.

*Химическое распыление* – эрозия материала в результате образования летучих соединений атомов материала и изотопов водорода. Наиболее существенным химическое распыление является для графитовых материалов, где в результате образуются летучие углеводороды  $C_nH_n$ .

*Радиационно-ускоренная сублимация графита* – это процесс эрозии при высоких температурах (более 100 градусов по шкале Цельсия) при облучении ускоренными ионами или нейтральными атомами, результатом которой является поток атомов, направленных в пристеночную плазму.

*Эрозия при EML (Edge Localized Modes)* – это процессы эрозии при импульсно-периодических неустойчивостях, развивающихся на поверхности плазменного шнура, а также при срывах плазмы – погашении всего разряда. При таком режиме работы токамака происходит выделение большой мощности на поверхности, где температура поверхности повышается до тысяч градусов и происходит испарение и капельная эрозия поверхности, также хрупкое

разрушение и эмиссия нано- и микрочастиц при графитовых поверхностях. Такая эрозия наиболее характерна для элементов дивертора.

Как было отмечено выше, продукты эрозии в разных областях реактора имеют разные характеристики. Считается, что продукты эрозии, возникающие в одних областях камеры токамака, переносятся в другие. Перенос продуктов эрозии от одной области до другой осуществляется по двум направлениям: 1) перенос вдоль силовых линий магнитного поля и оседание в диверторе, 2) оседание на наиболее холодных поверхностях, в частности, в нижней части дивертора.

### **1.3 Задачи исследования данной работы**

По вышеизложенному обзору работ по образованию наноструктур можно сделать заключение, что существуют много разных методов получения наноматериалов, от самоорганизации в плазменной среде углеродосодержащего газа, до образования в результате эрозии материала первой стенки термоядерных реакторов, тем самым подтверждая высокую актуальность исследования синтеза и свойств наноматериалов в комплексной газоразрядной плазме сложного состава.

Принимая во внимания стремительное развитие научных исследований в области получения наноматериалов в плазменной среде, в данной работе были проведены исследования по синтезу наноматериалов в газоразрядной плазме и изучению их свойств.

На первом этапе выполнения диссертационной работы был рассмотрен комбинированный разряд высокочастотного и постоянного тока, где основной идеей было управление структурными характеристиками плазменно-пылевого образования из наночастиц углерода. В ходе выполнения экспериментальных работ были обнаружены эффекты сжимания плазменно-пылевой структуры, которые послужат основой для метода пространственного управления полной пылевой системой, а также изменения свойств образованного войда, характерной пустоты в структуре пылевых наночастиц при синтезе плазмохимическим методом.

На следующем этапе приведены результаты экспериментов, проведенных в период зарубежной стажировки в г. Будапешт, Венгрия совместно с научной группой доктора Питера Хартманна. Экспериментальные работы были посвящены разработке системы определения размеров наночастиц на ранней стадии их синтеза в плазме смеси инертного и реактивного газов на основе метода динамического рассеяния света. Мотивацией проведения данных экспериментов послужил тот факт, что размеры наночастиц в основном определяются после их синтеза. Один из примеров – анализ с помощью сканирующего электронного микроскопа, и существует очень малое количество методов определения размеров наночастиц в процессе их синтеза.

В последней части данной работы был исследован процесс пылеобразования материала первой стенки термоядерного реактора в импульсном плазменном ускорителе. Как было отмечено в предыдущей

подглаве, процесс пылеобразования является следствием эрозии поверхности материала (в экспериментах использовался графит, так как он является одним из кандидатных материалов первой стенки термоядерного реактора). Мотивацией проведения такого рода экспериментальных работ послужил тот факт, что нано- и микро- размерные пылевые частицы, полученные в раннее поставленных экспериментах, являются основными элементами абсорбции энергии плазмы, в следствие которого наблюдается срыв плазменного шнура.

Импульсный плазменный ускоритель является хорошим инструментом для исследования пылеобразования материалов первой стенки термоядерного реактора, так как импульсные плазменные ускорители имеют идентичные с токамаками удельные энергетические характеристики. Также в ИПУ наблюдения за процессами пылеобразования и срыва плазменного шнура проводятся без затруднения ввиду того, что такие ускорители имеют малые габаритные размеры и оснащены удобными техническими оснастками.

## 2 НАНОЧАСТИЦЫ УГЛЕРОДА, ОБРАЗОВАННЫЕ В ВЧ ГАЗОВОМ РАЗРЯДЕ И ИХ ОСОБЕННОСТИ

Образование и рост частиц в реактивной плазме является результатом сложной химии, которая сама сильно зависит от параметров плазмы. Начиная с молекул газа-прекурсора (как, например,  $C_2H_2$ ), реакции полимеризации могут приводить к образованию частиц в микрометровом диапазоне. Помимо электронной плотности, плотности ионов и электронной температуры, существует ряд других факторов, таких как, например, температура газа, размер камеры и коэффициенты прилипания реактивных частиц, которые сильно влияют на процессы полимеризации в низкотемпературной плазме. Отдельные процессы, в конечном счете ответственные за образование пылевых частиц, сильно зависят от газов (органических), используемых в процессе полимеризации, и от вида разряда. Образование частиц наблюдалось в плазме, содержащей различные виды газов или газовых смесей. Вероятно, наиболее характерными системами в отношении образования частиц являются разряды, работающие в силане ( $SiH_4$ ) [67,68] и во фторуглеродах, таких как  $CF_4$  или  $C_2F_6$  [69,70]. Исследования по формированию частиц в силановых и фторуглеродных газах были высоко мотивированы их технологической значимостью [71]: фторуглеродная плазма является важным инструментом для травления микроструктур, в то время как разряды, работающие в силане, в основном используются для производства солнечных элементов. Другим классом газов, используемых для производства частиц, являются углеводороды, такие как  $C_2H_2$  или  $CH_4$ . Работы по исследованию образованию порошка в углеводородной плазме вместе с предложенными моделями нуклеации [72–74] были сделаны еще в 1970-х годах. Хотя некоторые опубликованные статьи [71, 75, 76] дают представление о механизмах, ответственных за образование частиц, но химическая картина пылеобразования в углеводородной комплексной плазме до сих пор не ясна.

Комплексная, или пылевая плазма это ионизированный газ, состоящий из электронов, медленно движущихся ионов и нейтральных молекул газа, а также с внешне добавленными частицами твердого тела с нано- и микронными размерами. Пылевые частицы могут иметь заряд превосходящий заряд электрона от нескольких десятков до нескольких десятков тысяч раз. Присутствие пыли в плазме во многих технологических отраслях является негативным явлением, например, при обработке, травлении и напылении поверхности материала плазмой [77], в термоядерных установках с магнитным удержанием [78]. Поэтому исследование плазмы с пылью является актуальной проблемой, и эта задача изучается уже на протяжении последних трех деkad [79].

По данной тематике было продемонстрировано несколько методов исследования пылевой плазмы, например, исследование роста пылевых наночастиц в плазме смеси химически активных и инертных газов [80–81], исследование поведения пылевых структур в разных газовых разрядах [82–83],

исследование поведения пылевых частиц вблизи ленгмюровского зонда [84]. Кроме того, надо отметить о приложениях пылевой плазмы: сепарация пылевых частиц в плазменной среде с целью получения монодисперсных порошков [85], технология осаждения аэрозольных частиц в продуктах сгорания тепловых электростанции [78, с. 133].

Также в установке токамак Т-10 пылевое образование является основным препятствием для удержания плазменного шнура, так как проникшие в плазму пылевые частицы с нано и микронными частицами поглощают энергию плазмы, таким образом, уменьшают время удержания плазмы. Но, есть и положительный эффект пылевых частиц в токамаке Т-10, это – образование пристеночной пылевой плазмы. Пристеночная пылевая плазма, наряду со своими негативными влияниями, имеет положительную сторону. При зажигании разряда температура плазмы достигает порядка  $10^8$  К. По сути, при такой температуре, отдельные части установки, соприкасающиеся непосредственно с плазмой, должны расплавиться. Но, после зажигания разряда такое явление не наблюдается. Это объясняется тем, что пылевая плазма, образовавшаяся около стенки установки, образует защитный слой, в результате этого стенки термоядерной установки остаются целыми.

Характеристики плазменно-пылевых структур, образовавшихся в термоядерных установках, следующие: температура электронов  $T = (1 \div 5)$  эВ; плотность  $n = (10^7 \div 10^{10}) \text{ см}^{-3}$ ; заряды пылинок достигают  $Z = (10^4 \div 10^6)e$ . Замечено, что плазма с перечисленными параметрами образуется также в экспериментах по плазменному травлению, что позволяет моделировать основные свойства пристеночной пылевой плазмы термоядерного реактора в лабораторных низкотемпературных газоразрядных установках [79, с. 7].

Предметом исследования на данном этапе работы является плазма сложного состава комбинированного разряда с наночастицами углерода и с микрочастицами меламина-формальдегида, а также управление пространственными характеристиками частиц микро и нано размеров.

## **2.1 Экспериментальная установка для синтеза наночастиц углерода в ВЧ газовом разряде**

Для получения пылевой плазмы с наночастицами была использована установка высокочастотного разряда, где основными частями являются параллельно расположенные круглые электроды с диаметрами по 110 мм на расстоянии 33 мм. Нижний электрод питается от ВЧ генератора с частотой 13,56 МГц с напряжением от 10–200 В через согласующее устройство, а верхний электрод заземляется. При подаче напряжения между электродами образовывается плазма высокочастотного емкостного разряда (рисунок 2.1) [79, с. 10].

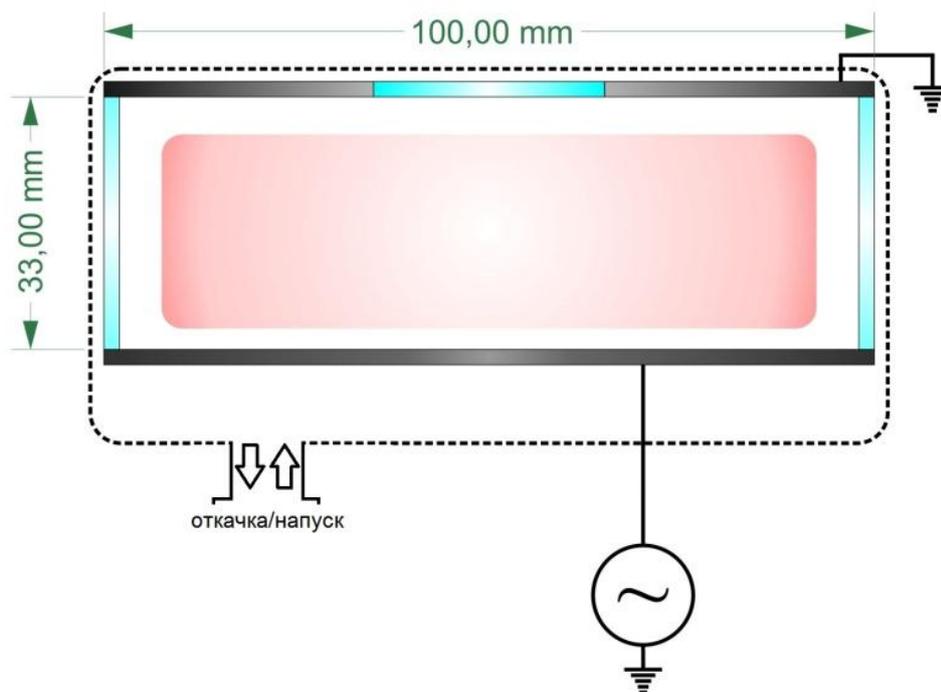


Рисунок 2.1 – Принципиальная схема экспериментальной установки для синтеза наночастиц плазмохимическим методом

На данном этапе работы были проведены экспериментальные работы по исследованию влияния дополнительного электростатического поля на пылевую плазму высокочастотного газового разряда. Под определением пылевой плазмы, мы подразумеваем плазму, содержащую частицы разных размеров и материалов, которые попадают в плазму извне или синтезируются в плазме с помощью физико-химических реакций. В случае с микрочастицами нами были использованы материалы: меламин-формальдегид, частицы которого имеют дисперсность, и имеют размер 10,15 мкм в диаметре, то есть являются монодисперсными; стекло, частицы, которые имеют полидисперсный характер и размеры варьируются в пределах от 4 мкм до 25 мкм. Для синтеза наночастиц углерода использовался плазмохимический метод, где генерируется плазма посредством разряда смеси инертного (аргон) и реактивного (метан) газов. Процесс синтеза наночастиц углерода в данной среде делится на несколько этапов: формирование первичных кластеров из атомов углерода; коагуляция с последующим ростом наночастиц [86].

В нескольких экспериментах с микрочастицами было обнаружено облако из наночастиц, которые синтезировались за счет ионного распыления электрода. Механизм синтеза наночастиц в данном случае можно объяснить следующим образом: в первую очередь генерируется плазма с помощью высокочастотного напряжения ( $U_{pp} = 50 \div 175$  В). Как мы знаем, плазма состоит из заряженных частиц, ионов плазмообразующего газа, электронов и нейтральных атомов, которые в свою очередь создают квазинейтральную среду. Как известно, по сравнению с электронами ионы имеют медленную динамику

[79, с. 35]. После возникновения ВЧ плазмы, подается электростатический сигнал на электрод, который соединен с ВЧ генератором. Подача данного сигнала производится с помощью источника постоянного тока (DC) с ВЧ фильтром ( $U_{DC} = 0 \div -100$  В). Электростатическое поле, созданное с помощью источника, передает дополнительную энергию заряженным частицам плазмы. Также изменяя полярность постоянного поля, становится возможным менять направления заряженных частиц. Таким образом, подавая дополнительный отрицательный постоянный потенциал на ВЧ электрод, мы создаем направленный поток ионов, ввиду того, что отрицательно питаемый электрод будет отталкивать поток электронов и в то же время притягивать поток ионов. Размещая нужный материал (здесь имеется в виду мишень, которая будет располагаться на ВЧ электроде, в качестве мишени можно использовать графит, медь и т.д.) и, создавая данный вид разряда, мы будем иметь плазму с частицами материала, который в свою очередь и называется пылевой плазмой. Иллюстрация данного процесса представлена на рисунке 2.2. После выбивания атомов материала электрода/мишени происходит процесс коагуляции, когда несколько атомов материала начинают слипаться, в результате образовывая частицы с наноразмерами. В качестве электрода-мишени были выбраны медные и углеродные пластины [79, с. 37].

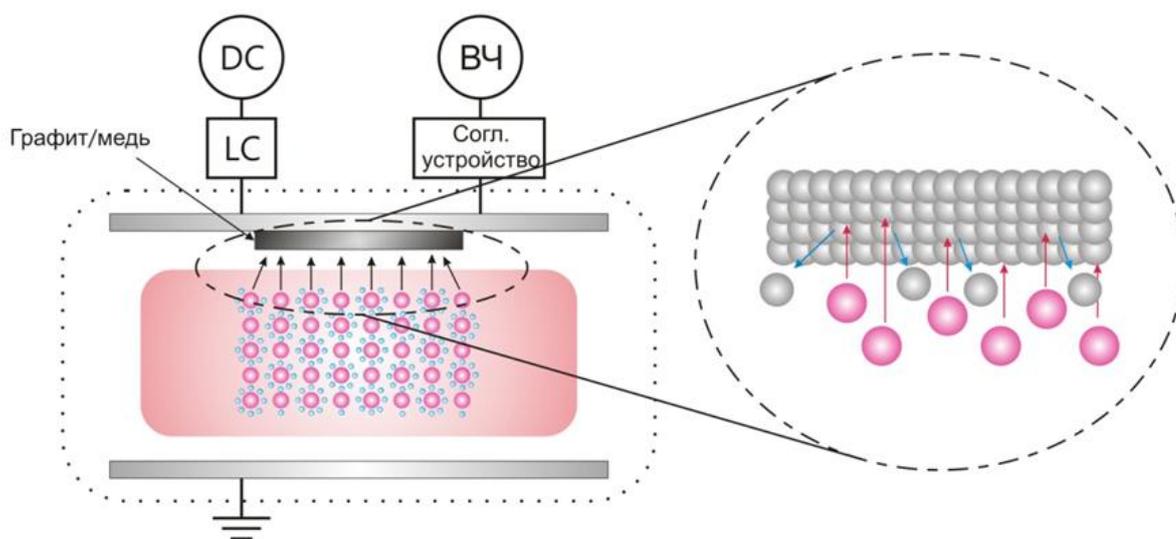
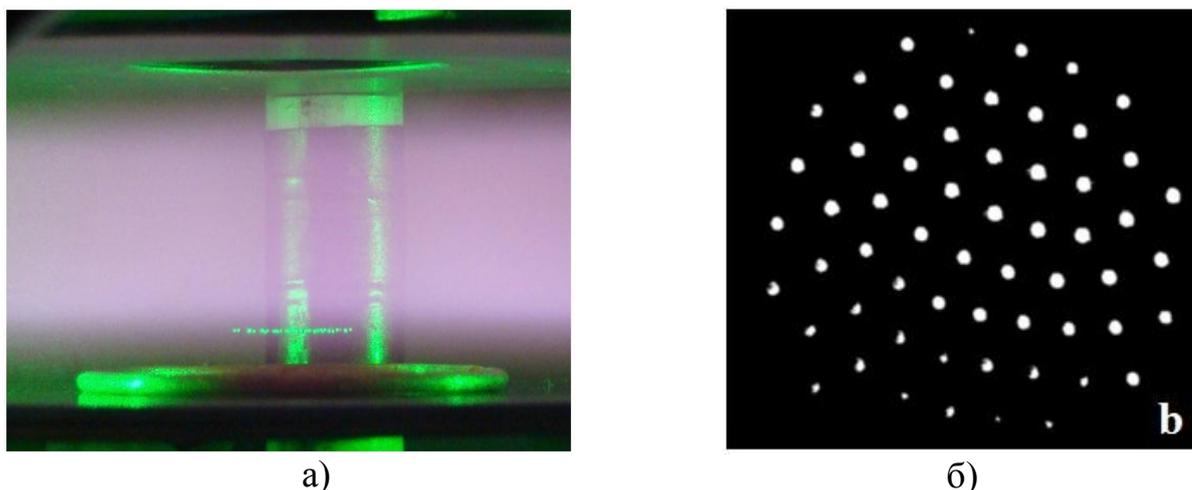


Рисунок 2.2 – Схематическое изображение ионной бомбардировки электродного материала/мишени

## 2.2 Результаты экспериментальных работ

*Образование войда.* После вышеприведенного процесса в объеме плазмы образовывается облако из наноразмерных частиц. Характерным для пылевой плазмы в лабораторных условиях (условия гравитации) является то, что размер частиц влияет на структуру пылевого облака. Так, например, если рассматривать пылевую плазму с монодисперсными частицами микронных размеров, в связи с балансом двух основных сил (в экспериментах с пылевой плазмой в газовых разрядах) – электростатического и гравитационного,

частицы будут находиться в условии левитации (рисунок 2.3). Надо отметить, что в данном случае присутствуют и другие силы, такие как сила ионного увлечения, сила действия нейтральных сил за счет нейтральных атомов среды и т.д. [78, с. 154]. Но поскольку, микронные частицы имеют относительно высокую массу чем заряженные частицы плазмы, то их влияние не учитывается.



а – вид сбоку;  
б – вид сверху;

Рисунок 2.3 – Плазменно-пылевое облако из микронных частиц

На рисунке видно, что вблизи нижнего электрода находятся слой из пылевых частиц. Здесь, также, можно отметить, что пылевые частицы взаимодействуют между собой, ввиду того, что частицы имеют некоторый заряд что, приводит к образованию той или иной структуры как на кристаллических решетках твердого тела [78, с. 103]. Но, в случае с наночастицами рисунок меняется кардинально. Дело в том, что в данном случае требуется учитывать силы воздействия от заряженных частиц, поскольку наночастицы будут иметь массу в тысячи раз меньше, чем микронные частицы. И характерным для плазменно-пылевой структуры с наночастицами является появления войда, пространства, свободного от пыли. Данный эффект можно охарактеризовать как неравномерное распределение наночастиц по объему (рисунок 2.4).

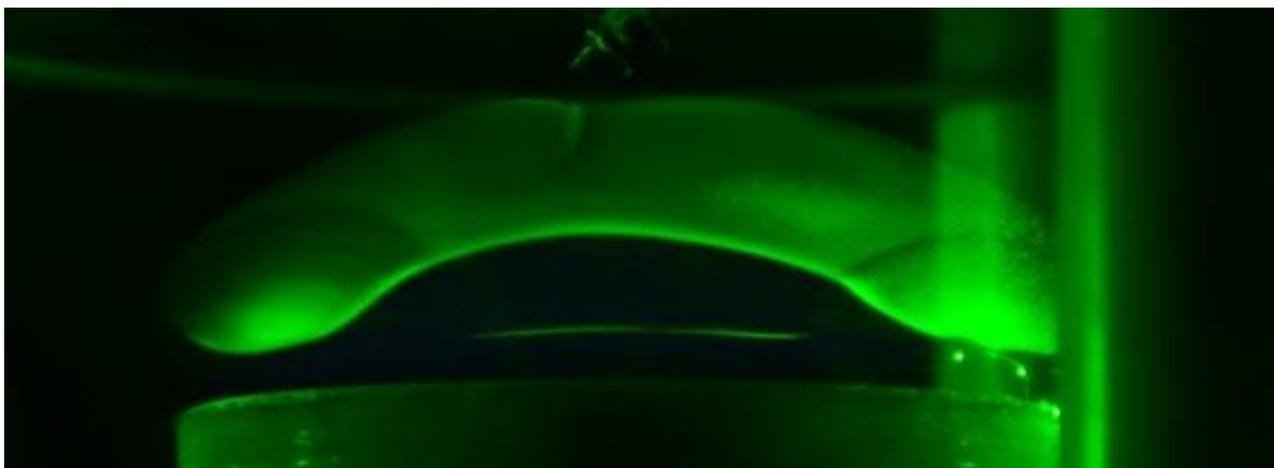


Рисунок 2.4 – Войд, образованный в плазменно-пылевой структуре из наночастиц углерода

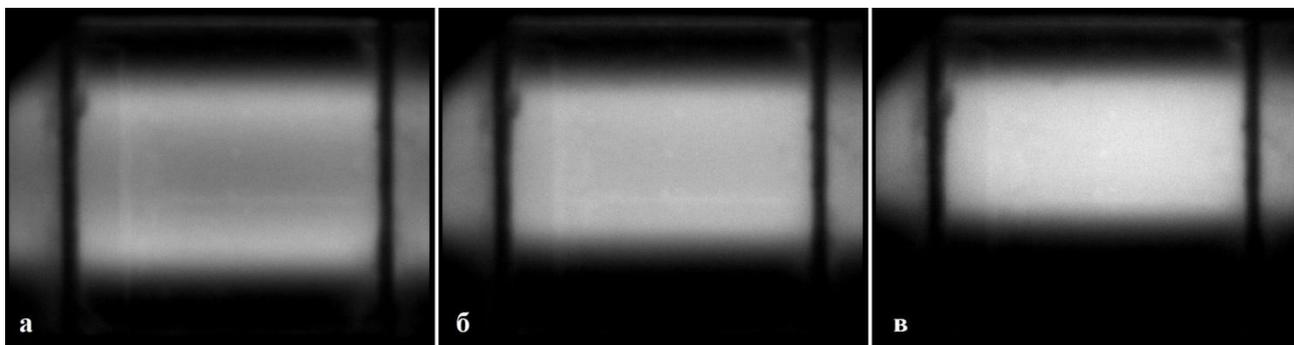
Первые эксперименты по изучению войда относились к исследованиям в Международной Космической Станции (МКС), где было обнаружено, что исключение гравитационных сил в подобных плазменных средах приводит к тому, что нужно учитывать силу ионного увлечения [78, с. 189]. Надо отметить, что в данных экспериментах использовались частицы микронных размеров. А в лабораторных условиях такие неравномерности плазменно-пылевой структуры с микронными частицами были выявлены только в экспериментах тлеющего газового разряда, где увеличение разрядного тока приводит к уходу частиц в радиальном направлении и образованию войда в середине исследуемой области [87].

Образование войда в экспериментальных установках газового разряда в основном играет отрицательную роль, ввиду того, что неравномерность плазменно-пылевой структуры приводит к неравномерному распределению пылевых частиц в объеме, что способствует увеличению дисперсности синтезируемых частиц [88]. Для решения данной задачи и задачи пылевой плазмы с микронными частицами была модернизирована экспериментальная установка ВЧ газового разряда.

*Изменение оптических характеристик буферной плазмы высокочастотного разряда при дополнительном воздействии электростатическим полем.* Для диагностики пылевых частиц и их пространственных структур успешно используются оптические и спектроскопические методы, а также методы, основанные на непосредственном наблюдении пылевых частиц. Но классические методы диагностики в пылевой плазме оказываются применимыми далеко не всегда. В некоторых случаях мы вынуждены делать дополнительные предположения о характере поведения пылевого образования [79, с. 20].

В результате проведенных экспериментов по изучению оптических свойств, в частности интенсивности свечения буферной плазмы было выявлено, что при добавлении электростатического поля к высокочастотному разряду, смещается приэлектродный плазменный слой, что можно заметить на рисунке

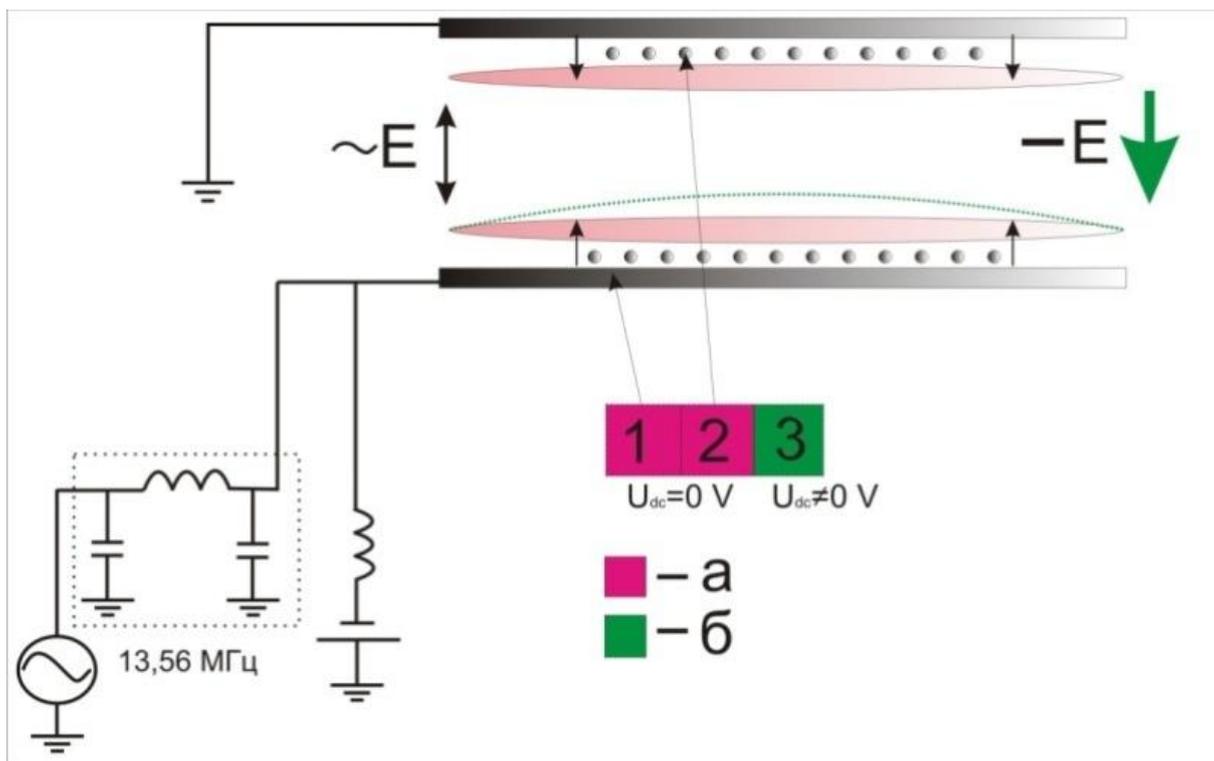
2.5, где приведено фотоизображение горения разряда при разных значениях постоянного тока. На рисунках 2.5а, 2.5б и 2.5в приведены рисунки горения высокочастотного разряда при дополнительном воздействии постоянного поля с напряжениями -30 В, -50,7 В и -70,1 В, соответственно. Электрод, соединенный с источниками постоянного и высокочастотного тока, расположен в нижней части рисунка [79, с. 21].



а –  $U_{dc} = -30$  В;  
б –  $U_{dc} = -50,7$  В;  
в –  $U_{dc} = -70,1$  В

Рисунок 2.5 – Смещение приэлектродного плазменного слоя

Это явление можно объяснить следующим образом: по сути, горение высокочастотного разряда основывается на протекании тока в межэлектродном пространстве с частотой 13,56 МГц, то есть в первом цикле (рисунок 2.6а) электроны разгоняются в межэлектродном пространстве за счет переменного напряжения. Но если прикладывать дополнительный отрицательный потенциал на нижний (высокочастотный) электрод, то электроны, направленные на этот электрод, замедляются, а электроны, которые имеют обратное направление, начинают ускоряться. Поэтому, прикладываемый дополнительный потенциал увеличивает энергию электронов, которые возбуждают атомы данной среды [89].



а – высокочастотный разряд без влияния постоянного тока;  
 б – высокочастотный разряд с дополнительным электростатическим полем;

Рисунок 2.6 – Иллюстрация к объяснению процесса влияния электростатического поля на ВЧ разряд

На рисунках 2.7 и 2.8 это явление наблюдается, как смещение интенсивности свечения плазмы вертикально вверх, тем самым заметно, что в верхней части горения плазмы интенсивность свечения становится больше чем в нижней части [79, с. 22].

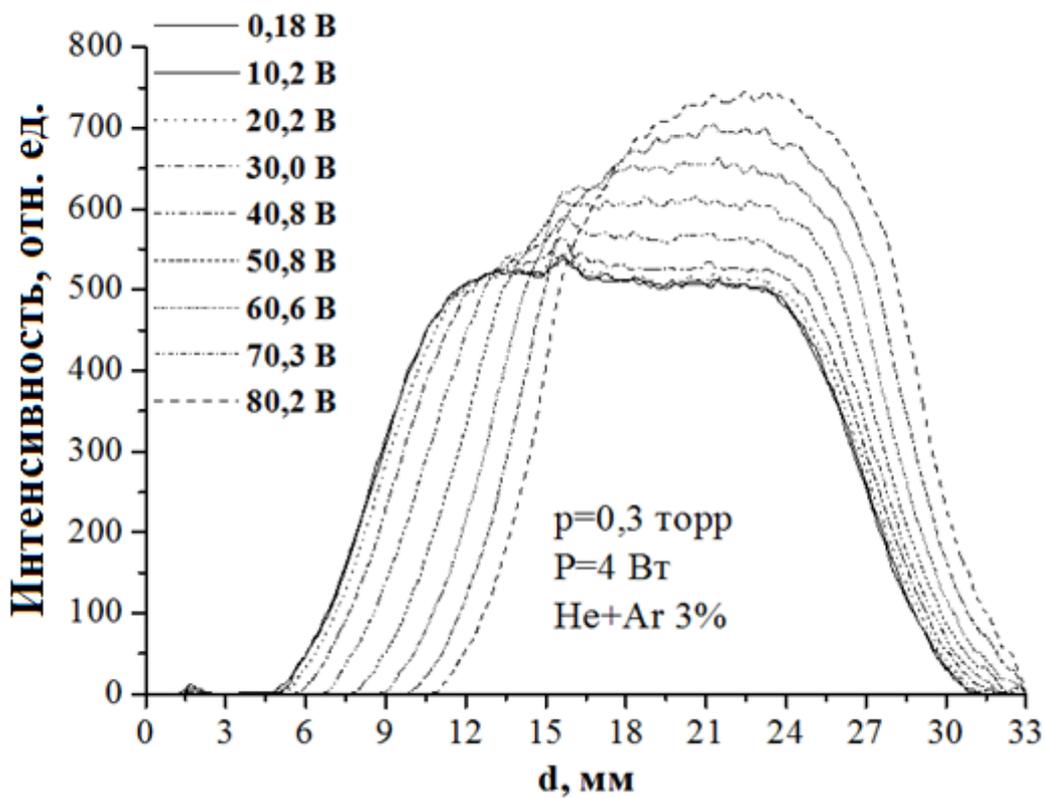


Рисунок 2.7 – Аксиальное распределение интенсивности свечения буферной плазмы при давлении  $p=0,3$  торр

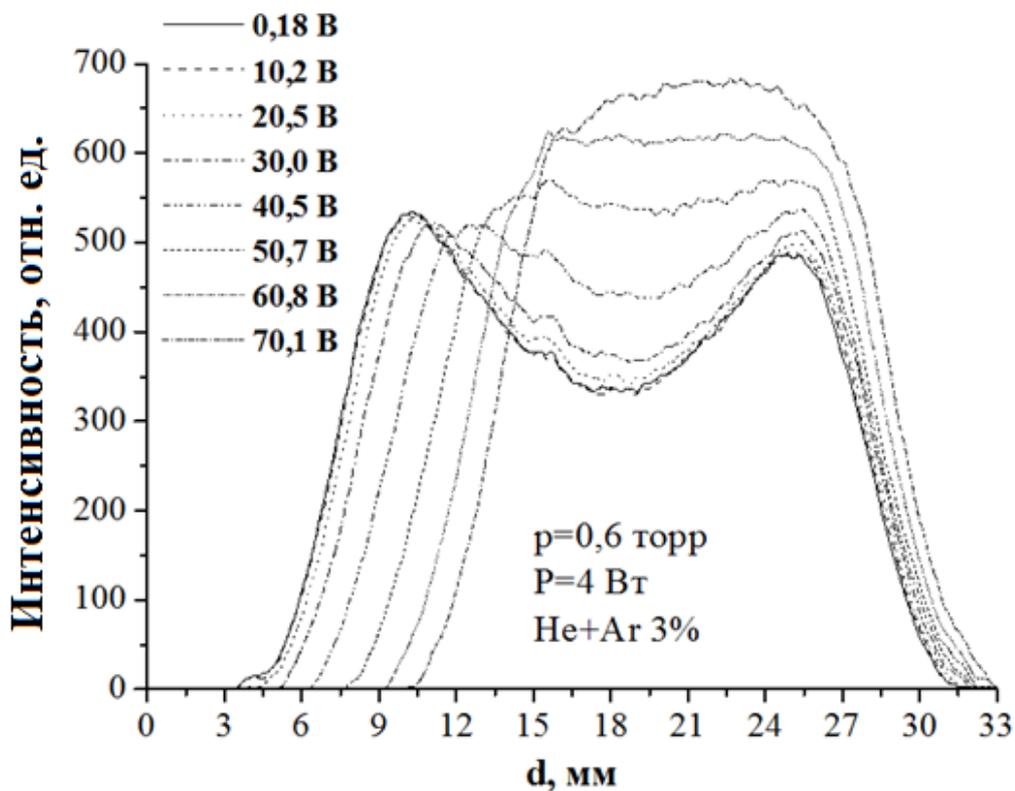


Рисунок 2.8 – Аксиальное распределение интенсивности свечения буферной плазмы при давлении  $p=0,6$  торр

На рисунках 2.7 и 2.8 приведены распределения интенсивности свечения в межэлектродном пространстве высокочастотного разряда при разных давлениях (рисунок 2.7 – при 0.3 торр; рисунок 2.8 – при 0.6 торр) [90]. Начало координат соответствует положению нижнего электрода, на 33 мм высоты расположен заземленный электрод. Из рисунка 2.7 видно, что в наибольшей части свечение разряда распределено равномерно (от 12 мм до 26 мм, исключая приэлектродную область от 0 до 12 мм), следовательно, в этой области процесс возбуждения атомов тоже происходит приблизительно равномерно [91–99]. Из этого следует, что электроны при данных условиях успевают приобрести достаточную энергию для возбуждения атомов. На рисунке 2.8 видно, что при значении давления 0.6 торр интенсивность свечения разряда в центральной части меньше чем по сравнению с областями, которые ближе расположены к электродам, то есть в сравнительно плотной среде большая часть электронов в результате частых столкновений медленно набирают кинетическую энергию. В таком случае вероятность возбуждения тоже уменьшается. По сравнению с результатами при 0.3 торр (рисунок 2.7), в этих областях частота возбуждения меньше приблизительно на 25 % [100].

Если к переменному электрическому полю добавить дополнительное постоянное поле, то есть к нижнему электроду подать отрицательный потенциал, то можно заметить, что при обоих значениях давления проявляется рост интенсивности свечения и с уменьшением потенциала, кривая свечения смещается в направлении верхнего заземленного электрода. Это явление можно объяснить следующим образом, потенциал, подаваемый на нижний электрод, приводит к торможению электронов, движущихся к этому электроду. Этот же процесс обратно влияет на электроны, которые движутся в направлении верхнего электрода, они ускоряются, соответственно вероятность возбуждения тоже увеличивается, что приводит к росту интенсивности свечения. Данный факт отражен на рисунках 2.7 и 2.8.

Такое же поведение можно увидеть и в плазме чистого гелия, где с добавлением дополнительного статического поля на ВЧ разряд плотность плазмы увеличивается в сторону верхнего заземленного электрода, чему способствует рост интенсивности свечения плазмы, показанного на рисунках 2.9 и 2.10. Данные процессы соответствуют процессам слаботоочного  $\alpha$ -режима ВЧ газового разряда [101]. В данном режиме плотность плазмы максимальна в центральной области разрядного промежутка (при 0.3 тор), а в  $\gamma$ -режиме высокая плотность плазмы наблюдается вблизи границы приэлектродного слоя, а в центральной области разряда на осевом распределении плотности плазмы наблюдается минимум. Это можно объяснить тем, что при низком давлении газа из приэлектродного слоя в плазму выходит пучок быстрых электронов, способных ионизовать атомы газа. Чем ниже давление газа, тем реже электроны сталкиваются в приэлектродном слое с атомами газа, тем выше энергия электронов на выходе из слоя. Следовательно, при низких давлениях интенсивность свечения плазмы распределяется равномерно, когда как при более высоком давлении газа появляются пики. Сравнивая рисунки 2.8 и 2.10,

можно увидеть, что  $\gamma$ -режим в плазме смеси газов гелий-аргон при 0,6 торр имеет ярко выраженный минимум по сравнению с плазмой чистого гелия. Это можно объяснить тем, что энергия первого уровня возбуждения атома гелия больше чем энергия ионизации атома аргона, поэтому при разряде плазмы смеси газов гелий-аргон атом аргона успевает ионизоваться, когда как атом гелия находится в возбужденном состоянии. Вследствие чего в объеме плазмы появляются свободные электроны, которые в свою очередь приводят к торможению электронов, вышедших из границы приэлектродного слоя в плазму. Тем самым, в центральной части разряда смеси газов появляется ярко выраженный минимум, когда как в плазме чистого гелия интенсивность свечения распределена равномерно.

Надо отметить, что в проводимых экспериментах, при различных составах газа (He, He+Ar) максимальное значение подаваемого дополнительного постоянного поля было разным: в плазме смеси газов гелия и аргона -80.2 В (при  $p=0.3$  торр) и -70.1 В (при  $p=0.6$  торр), а в плазме чистого гелия -90.3 В (при  $p=0.3$  торр) и -90.4 В (при  $p=0.6$  торр). При дальнейшем увеличении постоянного напряжения плазма исчезает [102].

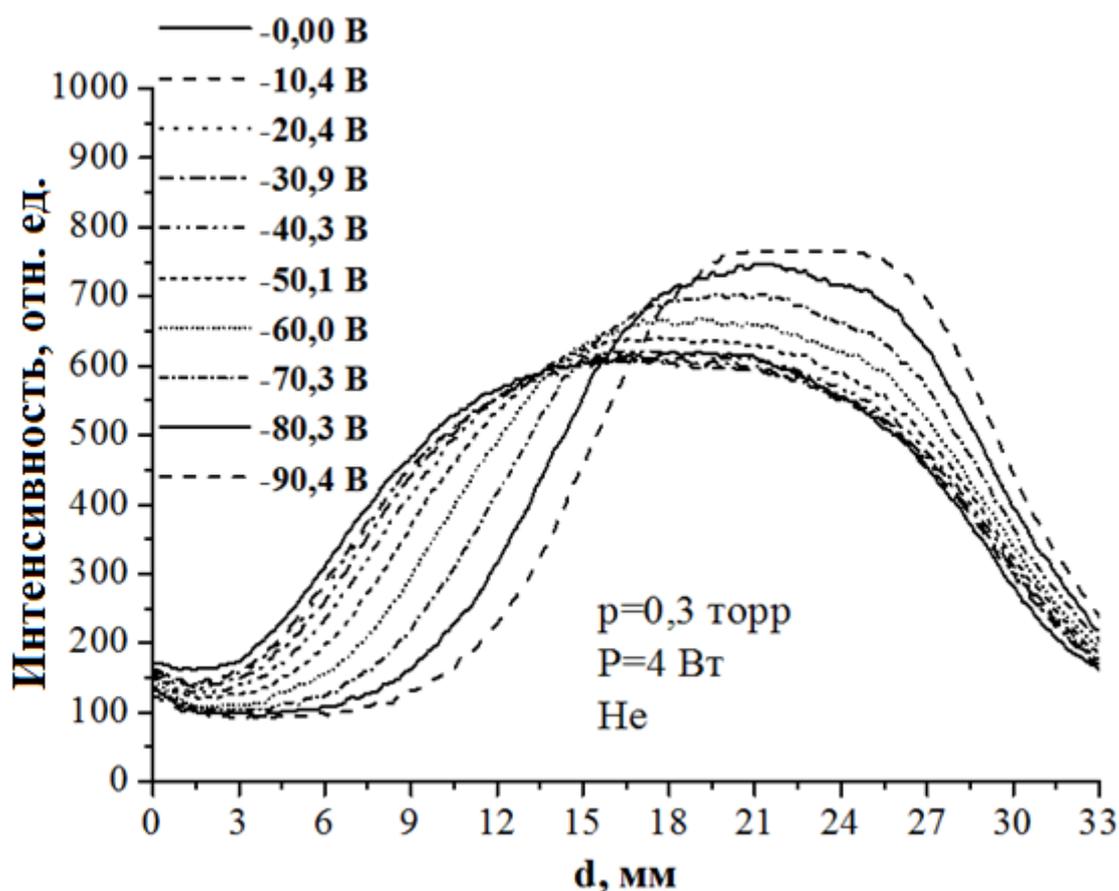


Рисунок 2.9 – Аксиальное распределение интенсивности свечения буферной плазмы при давлении газа гелия  $p=0,3$  торр

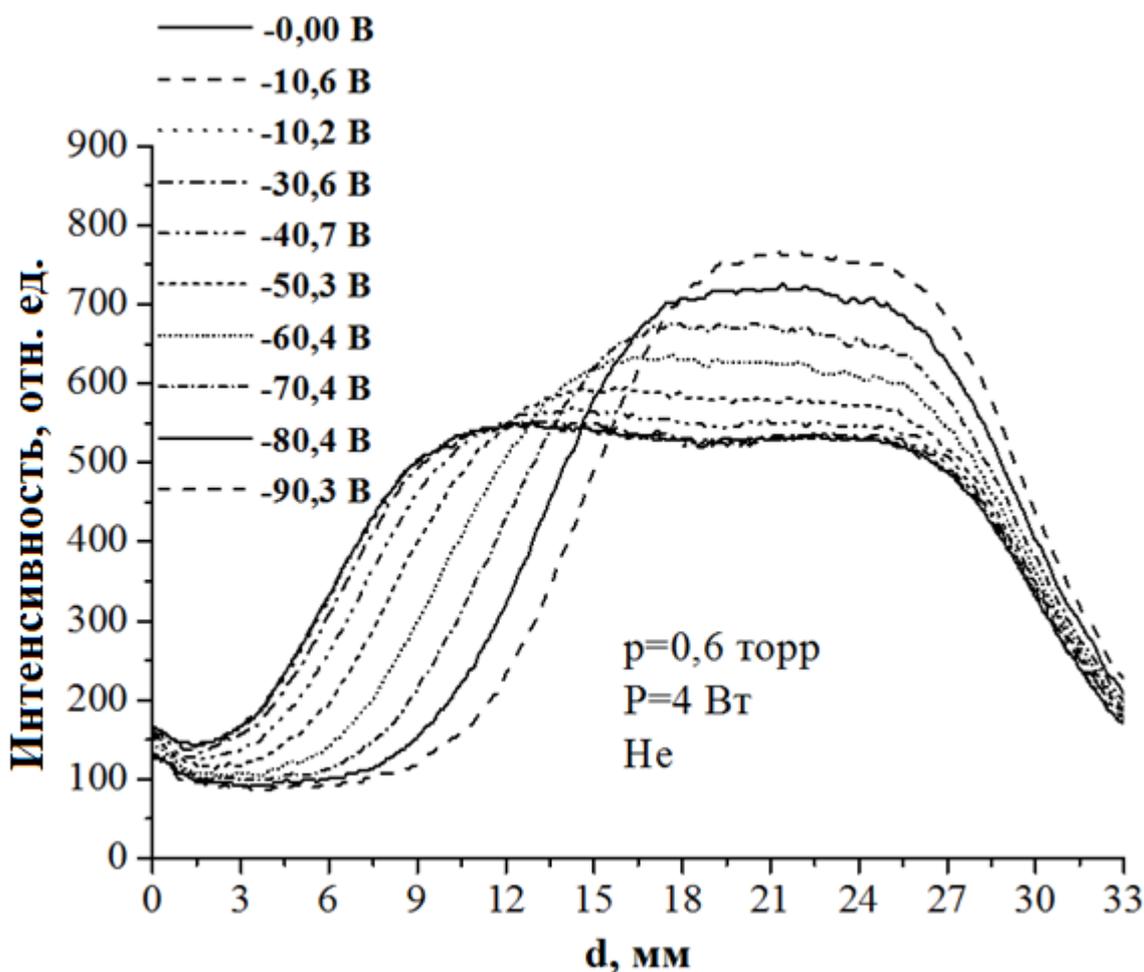
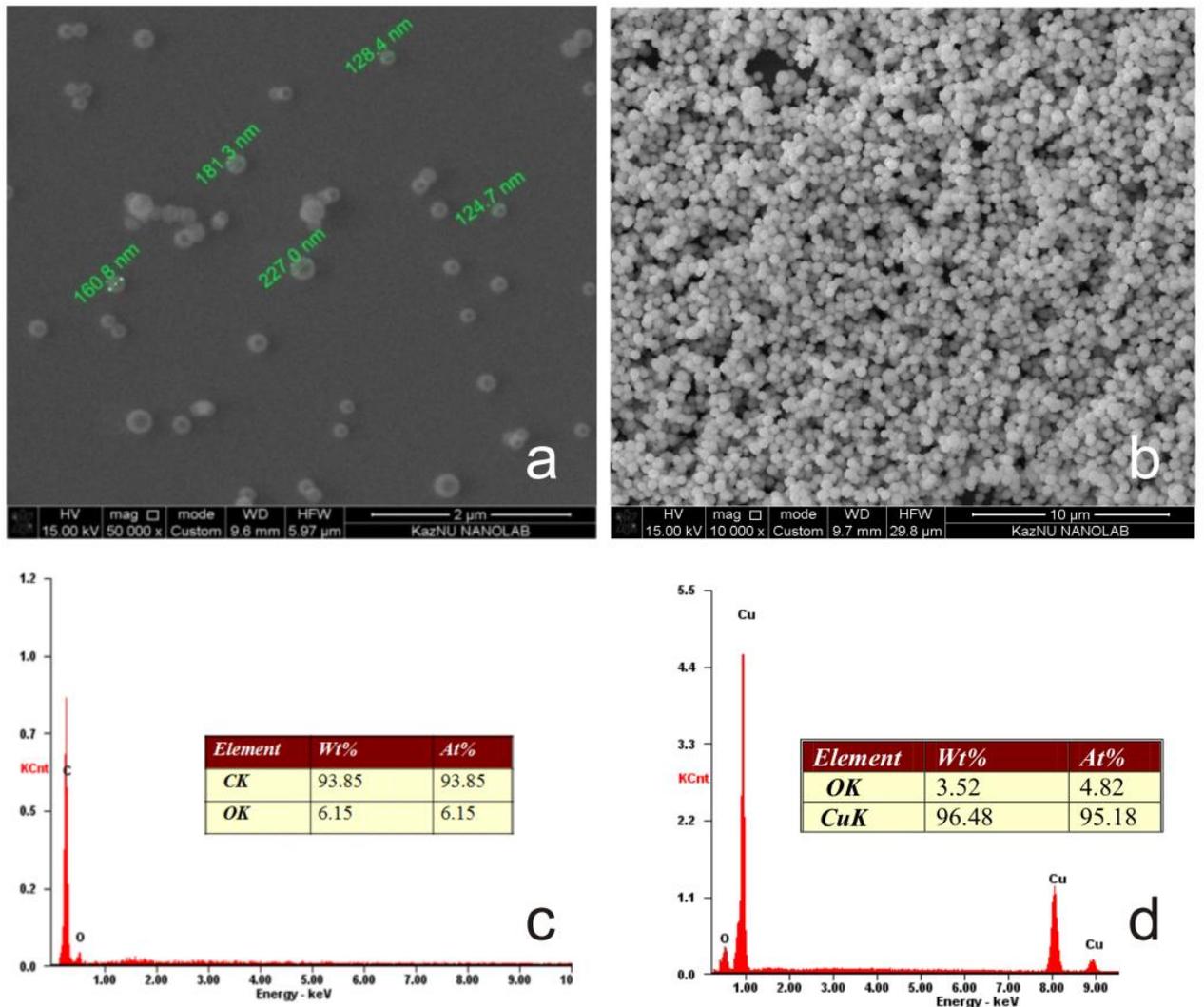


Рисунок 2.10 – Аксиальное распределение интенсивности свечения буферной плазмы при давлении газа гелия  $p=0,6$  торр

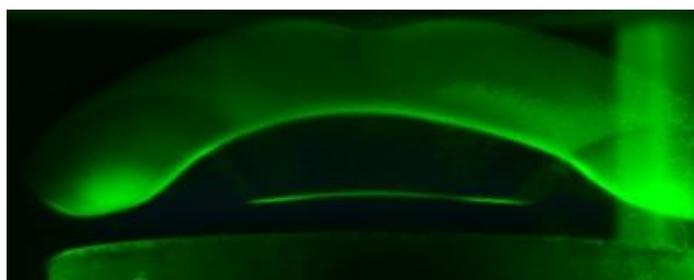
*Результаты синтеза углеродных и медных наночастиц методом катодного распыления.* Как уже было сказано выше, для манипуляции пылевыми частицами микронных размеров мы использовали частицы меламин-формальдегид, у которых основные характеристики хорошо известны. Для подтверждения модальности пылевых наночастиц к материалу мишени был изучен химический состав последнего. По полученным результатам (рисунок 2.11) можно удостовериться, что полученные наночастицы являются продуктами ионного распыления материала электрода/мишени. На рисунке 2.11 приведены SEM изображения графитовых (рисунок 2.11а) и медных (рисунок 2.11б) наночастиц, а также химические составы образцов, которые были получены с помощью EDS (Electron Dispersive Spectroscopy) спектроскопии. Видно, что в случае графитовых частиц, исследуемый образец на 93,85% состоит из графитового материала, а в случае медных частиц, на 96,48% состоит из меди. Более того, полученные образцы графитовых частиц имеют размеры в пределах от 50 до 180 нм, а в случае с медными образцами в пределах от 300 до 750 нм [63, с 3].



- а – SEM изображение графитовых частиц;
- б – SEM изображение медных частиц;
- в – Химический состав частиц графита;
- г – Химический состав частиц меди;

Рисунок 2.11 – SEM изображение и химический состав продуктов ионного распыления электрода/мишени

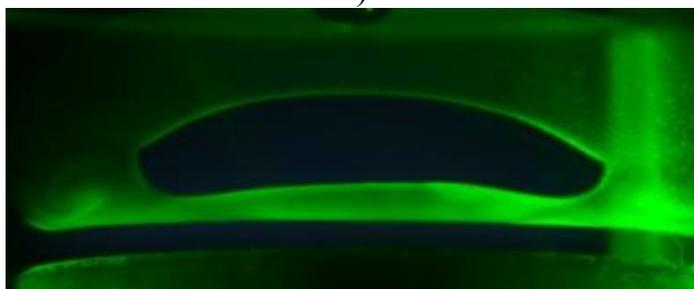
*Изменение свойств плазменно-пылевого образования из наночастиц углерода при изменении дополнительного электростатического поля. После образования наночастиц, такого рода плазменно-пылевое образование будет иметь неравномерное распределение частиц. В данном случае, как было уже отмечено, под неравномерностью мы понимаем образования войда – свободную от пылевых частиц часть пылевой плазмы. Данное явление является характерным только для плазмы из наночастиц при проведении исследований в земных условиях. Появление войда основывается на ионном потоке, который действует на пылевую структуру со стороны подаваемого электрода.*



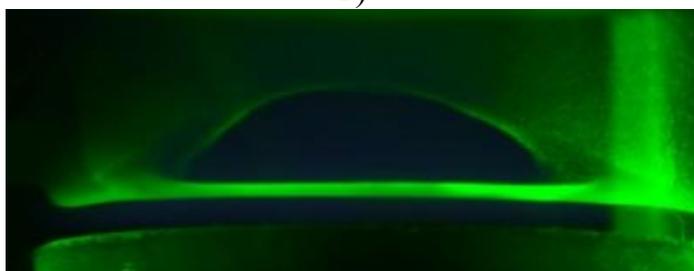
а)



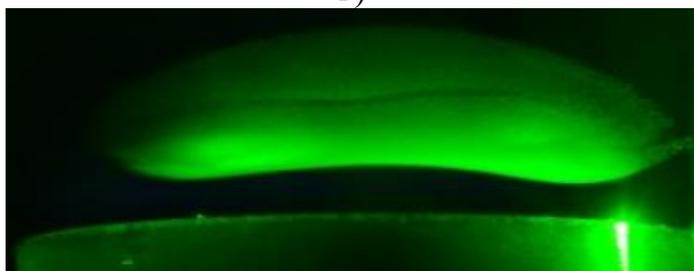
б)



в)



г)



д)

а)  $U_{dc} = 0$  В; б)  $U_{dc} = -20$  В; в)  $U_{dc} = -40$  В; г)  $U_{dc} = -60$  В; д)  $U_{dc} = -80$  В;

Рисунок 2.12 – Фотоизображения плазменно-пылевого облако из наночастиц углерода с войдом в центральной области

Таким образом, как в случае с микрочастицами, манипулируя пространственными характеристиками наночастиц, мы управляем размером

войда. Фотоизображения плазменно-пылевого облака с наночастицами углерода представлены на рисунке 2.12. По приведенному рисунку можно заметить, что изменение значений дополнительного постоянного напряжения от 0 В до -80 В приводит к изменению пространственных характеристик пылевого облака из наночастиц, то есть к уменьшению объема войда.

На рисунке 2.13 приведена зависимость площади войда от значения дополнительного постоянного напряжения. Видно, что с увеличением отрицательного напряжения площадь войда убывает и при значении -80 В войд в центре пылевой структуры окончательно закрывается, образуя структуру с равномерно распределенными частицами.

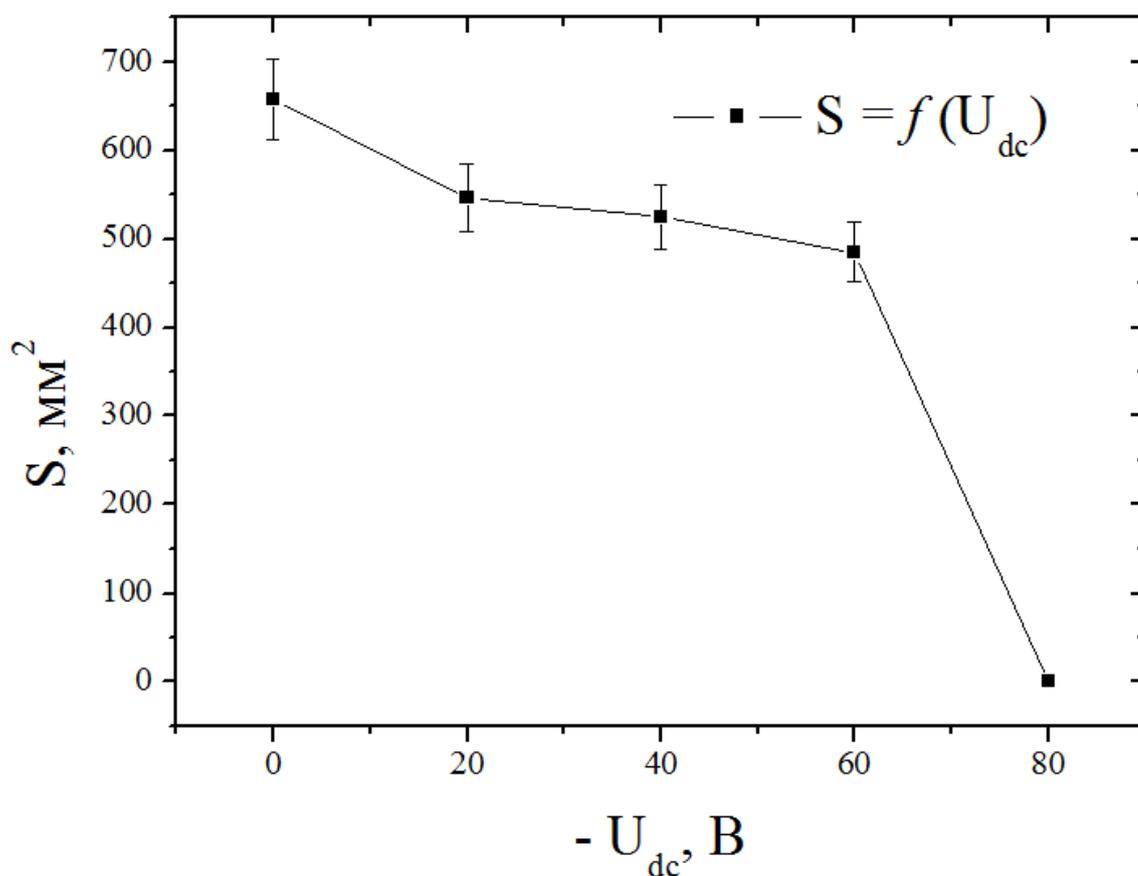
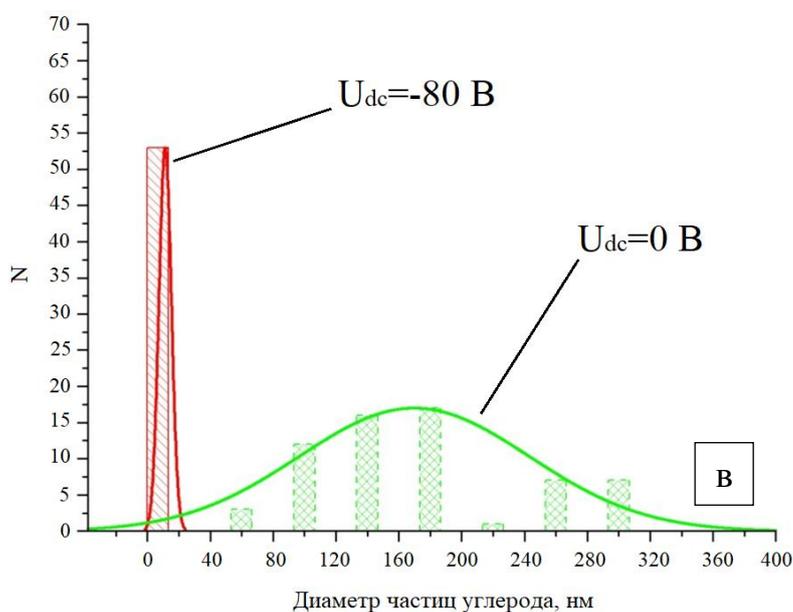
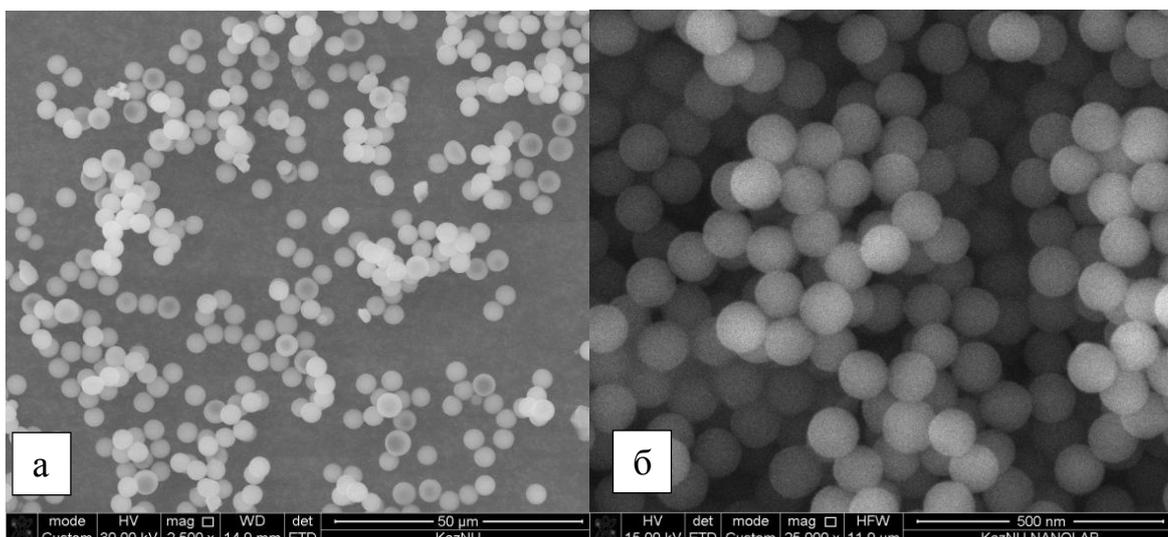


Рисунок 2.13 – Зависимость площади войда от постоянного напряжения наложенного на ВЧ электрод

*Влияние войда на продукты синтеза наночастиц углерода.* Известно, что появление войда имеет граничные условия. При росте наночастиц плазмохимическим методом в разряде смеси инертного и реактивного газов, войд появляется после при размере наночастиц больше 20 нм [66, с. 1].

Экспериментальные исследования по влиянию войда на размер синтезированных частиц углерода показали, что размер полученных наночастиц углерода варьируется от 10 до 300 нм (рисунок 2.14).



а – СЭМ изображение наночастиц углерода синтезированных при  $U_{dc}=0$  В  
 б – СЭМ изображение наночастиц углерода синтезированных при  $U_{dc}=-80$  В  
 в – Распределение наночастиц углерода по размерам при разных значениях  $U_{dc}$

Рисунок 2.14 – СЭМ изображения наночастиц углерода и распределение по размерам

На рисунке 2.14 приведены СЭМ изображения и распределение наночастиц углерода по размерам при разных значениях  $U_{dc}$ . По результатам экспериментальных работ было выявлено, что при значении  $U_{dc}=0$  В размеры получаемых наночастиц варьируется в пределах от 10 до 300 нм (рисунок 2.14в), когда как при значении  $U_{dc}=-80$  В размер полученных наночастиц лежит в пределах от 10 до 20 нм. Надо отметить, что значение  $U_{dc}=-80$  В соответствует тому параметру при котором войд в центре ансамбля из наночастиц углерода исчезает полностью.

*Изменение структурных характеристик плазмы высокочастотного разряда с микрочастицами при дополнительном воздействии электростатическим полем.* Для исследования воздействия постоянного поля на поведение пылевой плазмы комбинированного разряда использовалась экспериментальная установка ВЧ разряда (рисунок 2.15), к основным частям которой входят следующие устройства и детали: вакуумный универсальный пост ВУП-5, использовался для обеспечения вакуума ( $10^{-4}$  торр) внутри камеры; электродная система, где образуется высокочастотный емкостной газовый разряд; дисковые электроды с диаметрами 100 мм из нержавеющей стали, которые расположены параллельно друг другу в горизонтальном положении, на расстоянии 33 мм; кольцо для предотвращения ухода пылевых частиц в радиальном направлении.

На нижний электрод подсоединяется ВЧ генератор с частотой  $f = 13.56$  МГц и источник постоянного тока (DC). Для измерения ВЧ мощности использовался осциллограф LeCroy 354A (500 МГц) и пояс Роговского. Так как источники переменного и постоянного тока подсоединяются непосредственно к одному электроду, высокочастотное поле, создаваемое ВЧ генератором, может отрицательно повлиять на работу источника DC. Поэтому источник DC подсоединяется к электроду через катушку и высокочастотный LC фильтр, схема которого содержит катушку с индуктивностью  $L = 3$  мГн и конденсатор с емкостью  $C = 4.7$  нФ. В эксперименте использовались пылевые частицы из меламин формальдегида диаметром 10.17 мкм, и полидисперсные частицы стекла. Инжекция частиц в объем плазмы осуществлялась с помощью импульсного электродинамического дозатора.

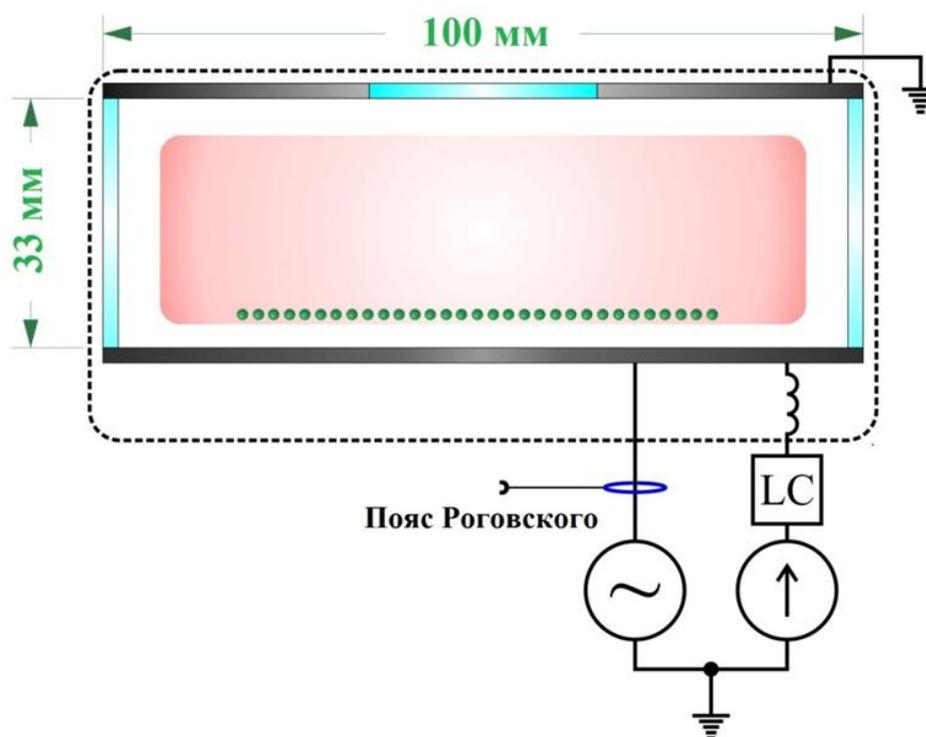
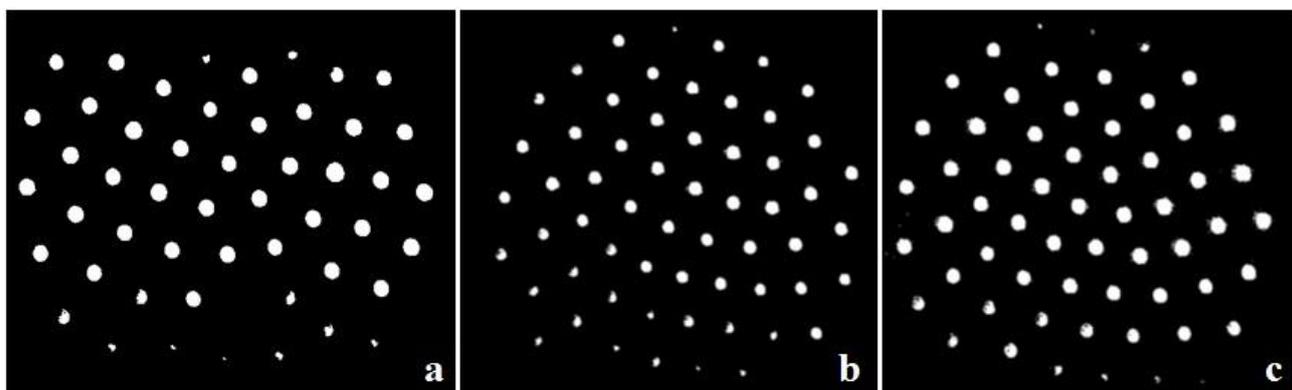


Рисунок 2.15– Принципиальная схема экспериментальной установки

Для определения параметров буферной и пылевой плазмы были использованы системы для визуального наблюдения и отдельные устройства: для исследования оптических характеристик буферной плазмы был использован спектрометр Solar S-100 и с помощью специальных программ были получены распределения интенсивности свечения плазмы, а также с помощью зондовой диагностики была определена концентрация электронов; для того, чтобы иметь возможность для наблюдения за пылевой структурой была использована специальная лазерная оптическая система, которая обеспечивает хорошую светимость частиц пылевой структуры; для исследования структурных свойств плазменно-пылевого образования по горизонтальному и вертикальному сечению была использована ПЗС камера, подключенная к персональному компьютеру [79, с. 37].

Из рисунка 2.16 видно, что с увеличением постоянного поля уменьшается среднее межчастичное расстояние.

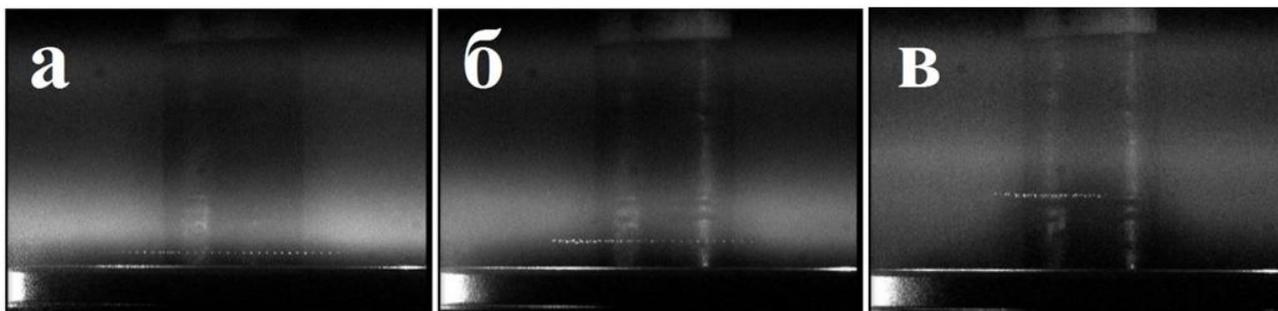


а – -30 В;  
 б – -60 В;  
 в – -70 В;

Рисунок 2.16 – Однослойные пылевые структуры при разных значениях  $U_{dc}$ ,

При увеличении отрицательного постоянного поля в ВЧ разряде среднее межчастичное расстояние уменьшается, вследствие чего пылевая структура становится более сильносвязанной (рисунок 2.16). Данное поведение объясняется тем, что с увеличением отрицательного поля появляется дополнительный ионный поток, направленный на нижний электрод. Этот процесс приводит к уменьшению флуктуации заряда пылевых частиц, после чего структура становится сильно-связанной системой.

Плазменно-пылевая структура образуется в области границы плазмы и приэлектродного плазменного слоя [103], в данных экспериментах мы использовали монодисперсные частицы размером 10,17 мкм. Так как частицы пылевого образования не отличаются по размерам и плотности, то такая пылевая структура при формировании становится плоскостью (монослой) (рисунок 2.17) [104].



а –  $U_{dc} = -10$  В; б –  $U_{dc} = -60,6$  В; в –  $U_{dc} = -96$  В

Рисунок 2.17 – Пылевая структура при разных значениях  $U_{dc}$

Видно, что с увеличением отрицательного постоянного напряжения длина приэлектродного плазменного слоя увеличивается, тем самым расположение пылинок смещается вверх (рисунок 2.17).

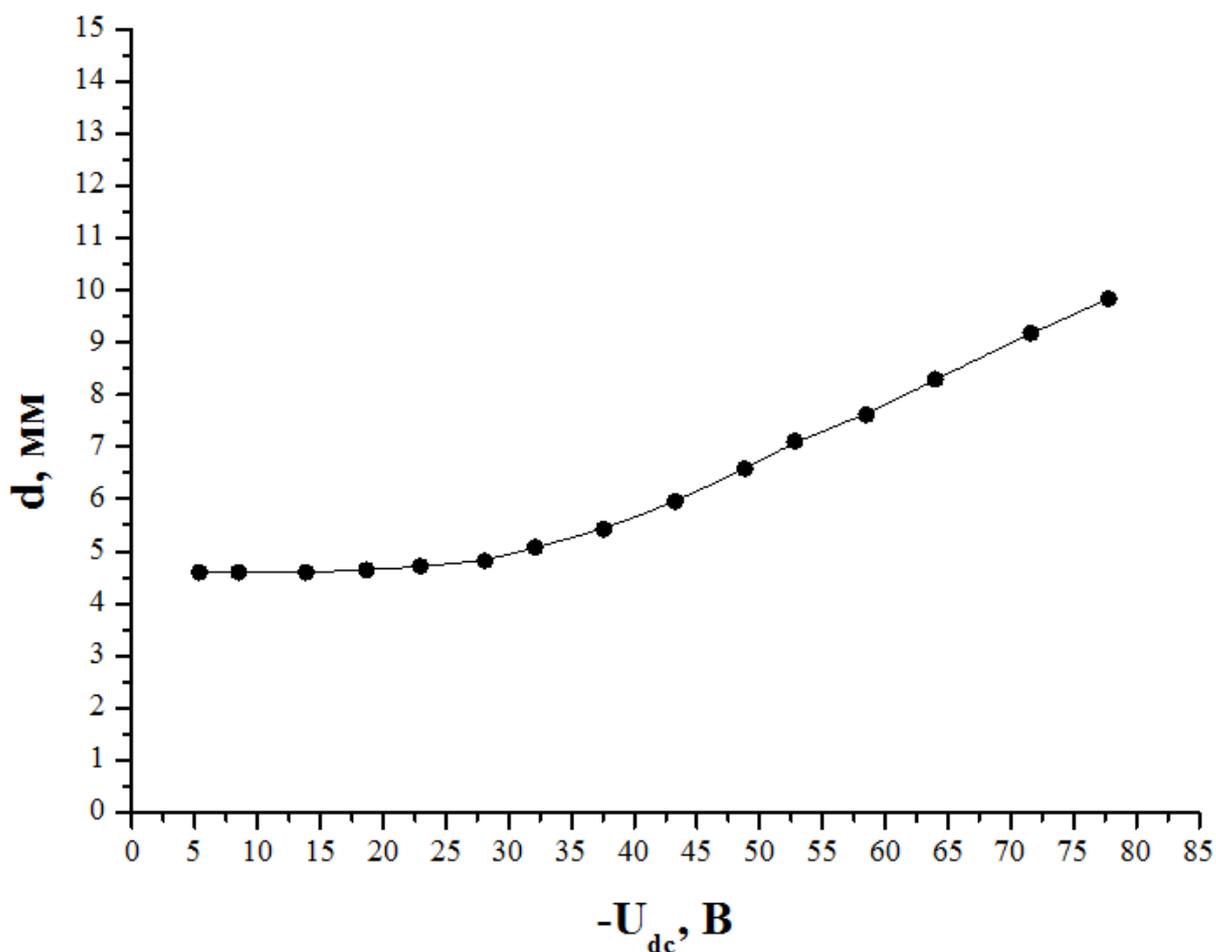


Рисунок 2.18 – Зависимость положения микронных частиц от постоянного напряжения

Из рисунка 2.18 видно, что с нарастанием постоянного поля расположение пылевой структуры меняется в аксиальном направлении. Надо отметить, что

локация пылевой структуры находится на границе плазмы и приэлектродного слоя и как уже отмечалось выше, при увеличении постоянного поля буферная плазма (плазма без пылевых частиц) сжимается в центр, то есть наблюдается увеличение ширины приэлектродного слоя. Следовательно, это явление влияет на расположение пылевой структуры [64, с. 3].

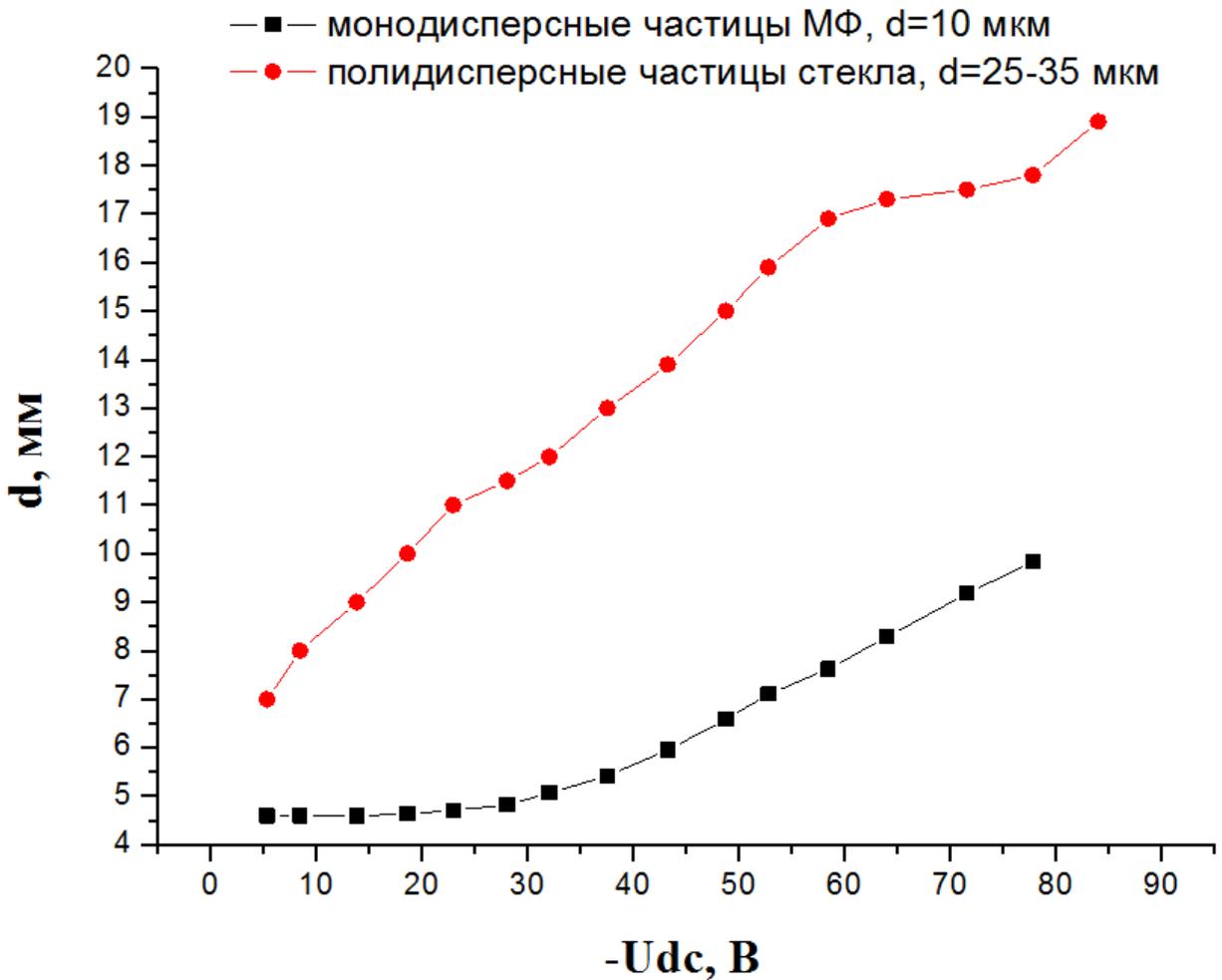


Рисунок 2.19 – Зависимость положения пылевого образования от постоянного напряжения

Полученные результаты были сравнены с результатами экспериментов с полидисперсными частицами. Результаты приведены на рисунке 2.19. Из рисунка видно, что полидисперсные частицы стекла расположены выше, чем монодисперсные частицы меламина формальдегида при одних и тех же параметрах [79, с. 38]. Это связано с различиями в массе частиц, частицы стекла являются полыми, следовательно, масса одной полой стеклянной частицы меньше чем масса частицы меламина формальдегида [105].

### 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ УГЛЕРОДА, ОБРАЗОВАННЫХ В ПЛАЗМЕ СМЕСИ ГАЗОВ АРГОН-АЦЕТИЛЕН

Комплексная или пылевая плазма состоит из электронов, ионов, нейтралов и макроскопических твердых пылевых частиц с нано- или микронным размером. В плазме пылевые частицы обретают заряд, который может быть положительным или отрицательным в зависимости от механизмов зарядки. В большинстве лабораторных экспериментов пылинки в основном заряжаются потоком электронов и приобретают отрицательный заряд, как правило, порядка  $10^3$ - $10^5$  элементарных зарядов. Пылевые компоненты связаны гораздо сильнее, чем другие компоненты плазмы, вследствие чего в объеме плазмы наблюдается образование упорядоченных структур. Эти структуры, также называемые «плазменными кристаллами», были обнаружены в 1994 году исследовательской группой Чу [106], Хаяси [107] и Томаса [108]. Увлекательной особенностью комплексной плазмы являются фазовые переходы. Структуры могут быть расплавлены изменением давления в рабочей среде или мощности разряда. Пылевые частицы достигают неожиданно высоких тепловых энергий, которые на четыре порядка выше по сравнению со статическим состоянием. Здесь важную роль играет анизотропия в приэлектродном слое. Поток ионов в слое приводит к ионной двухпоточной неустойчивости [109–111] и фоновой неустойчивости [112, 113], которые ответственны за фазовые переходы и приводят к огромной кинетической энергии пылевой компоненты в неупорядоченное фазовое состояние. Измерение явлений фазового перехода довольно требовательно, и до сих пор было проведено лишь несколько экспериментов, в основном на системах с несколькими кристаллографическими слоями [114, 115]. В отличие от других сильно связанных систем, комплексные (пылевые) плазмы могут быть изучены непосредственно на кинетическом уровне, потому что микронные частицы можно увидеть невооруженным глазом. Для изучения в экспериментах используется прибор с зарядовой связью (ПЗС, на англ. CCD – Charge Coupled Device) [116]. В экспериментах для освещения и для лучшего наблюдения за пылевой структурой используется лазерный луч, фокусированной цилиндрической системой линз. Данный луч (лазерный "нож" – появляется вследствие прохождения лазерного луча через цилиндрический фильтр, что в выходе оптической системы образует плоско-распространяющийся луч толщиной от 10 до 200 мкм), используется для освещения одного слоя пылевой системы, и движение частиц, обнаруживается с помощью системы ПЗС-камеры, которая устанавливается перпендикулярно лазерному ножу. Видеоданные анализируются с использованием программного обеспечения для обработки видео и процедур отслеживания [117].

Обычно в экспериментах устойчивый кристалл наблюдается при достаточно больших давлениях в рабочей камере. Анизотропный потенциал частиц (эффект "wakefield", который появляется при ускорении заряженной частицы) в плазменной среде приводит к расположению частиц в вертикальных цепях [118]. При более низком давлении вся система будет находиться в

высокоэнергетическом неупорядоченном состоянии, а система ПЗС-камеры не способна следить за движением быстрых частиц. Чтобы преодолеть основные ограничения диагностики изображений в отношении временного и пространственного разрешения, в этой работе предлагается метод «динамического рассеяния света» (ДРС). ДРС хорошо зарекомендовал себя в других областях исследований биологии, химии и физики [119–121]. Освещение системы частиц осуществляется когерентным лазерным излучением, а рассеянный свет детектируется с помощью фотонного детектора. Движение частиц вдоль вектора рассеяния вызывает флуктуации интенсивности рассеяния, а временной анализ этих флуктуаций дает представление о динамике рассеивателей в одном измерении. В зависимости от отношения длины столкновения рассеивателей и обратного абсолютного значения вектора рассеяния наблюдается диффузионное движение или свободное движение. В первом случае можно измерить константы диффузии, и в последнем случае можно получить среднюю скорость частиц. Этот метод был применен ранее для получения констант диффузии частиц наномасштабных размеров [122, 123].

На данном этапе работы показана применимость ДРС к плазме сложного состава в низкотемпературном высокочастотном разряде, состоящей из наночастиц размером до 20 нм.

### **3.1 Известные методы определения размеров наночастиц**

*Классификация нанообъектов.* Квазиодномерные наноразмерные объекты (1D) – это наностержни, нанопроволоки; здесь один характерный размер объекта, по крайней мере, на порядок превышает два другие; их называют «квантовые провода».

Основные особенности наночастиц:

- относительно маленькая масса;
- большая поверхностная площадь;
- быстрое рассеивание;
- образование агломератов;
- основные методы измерения наночастиц базируются на определении:
  - масса, измеряется с помощью пьезобаланса и поверхностных акустических волн;
  - электрический заряд, который пропорционален площади поверхности частиц, как правило, определяется электронами;
  - световое рассеяние от нанометровых частиц, используется в оптических и конденсационных счетчиках частиц [124].

*Методы определения размеров наночастиц.* Наиболее часто применяющиеся в настоящее время методы определения размеров наночастиц приведены в таблице 3.1 [125].

Таблица 3.1 – Методы определения размеров наночастиц

Методы анализа	Основные процессы данного метода
Электронная микроскопия	Образцы анализируют с помощью потока ускоренных электронов
Просвечивающая электронная микроскопия	Образцы просвечиваются пучком электронов, после чего определяется размер и внутренние структуры частиц
Сканирующая электронная, зондовая, туннельная микроскопия	Сканирование поверхности образца потоком электронов, с помощью подвижного зонда и анализ рельефа токопроводящих поверхностей путем фиксирования величины туннельного тока для получения объемного изображения образца, соответственно
Атомно-силовая микроскопия	Анализ рельефа поверхностей путем фиксирования величины Ван-дер Ваальсовых сил, возникающих между острием зонда и поверхностью исследуемого образца
Фотонная корреляционная спектроскопия света	Определение размера частиц по (метод динамического рассеяния света) коэффициенту диффузии
Малоугловое рассеяние (рентгеновских лучей и нейтронов)	Оценка размера частиц по угловой зависимости интенсивности диффузного рассеяния (в области малых углов)
Дифракционные методы	Дифракция излучения на кристаллической решетке образца с получением дифрактограммы и оценка размеров кристаллов
Адсорбционный метод	Определение размера частиц путем измерения величины адсорбции инертных газов

### 3.2 Теоретические основы метода динамического рассеяния света

Как было уже отмечено выше, в основе данного метода лежит рассеяния света, в которых измеряются временные флуктуации рассеянного света. Временная эволюция интенсивности рассеянного света связана с движением рассеивателей. Таким образом, таким светом может быть исследована не только структура, но и динамика системы частиц. Физический механизм, ответственный за флуктуации, можно описать как эффект Доплера. Доплеровские сдвиги вызывают расширенный спектр в частотной области, который эквивалентен флуктуирующему электрическому полю во временной области. Это означает, что временной анализ рассеянного света можно понимать, как спектроскопическое измерение в пределе уширения малых линий. В настоящее время временные измерения могут разрешать движения частиц на шкале времени до  $10^{-8}$  с. Для более быстрых движений прямое

измерение расширенного спектра мощности рассеянного света возможно с помощью дисперсионных сред.

Анализ стохастических процессов и флуктуирующих сигналов является целью временных корреляционных функций. Автокорреляционная функция – корреляция стохастического сигнала с самим собой, показывает характерное время затухания флуктуации. Теоретически, форма автокорреляционной функции дает информацию о характере движения частиц. В целом вывод теоретической модели для формы распада автокорреляционной функции является сложной задачей. Необходимо учитывать временные и пространственные корреляции большого числа частиц, что трудно, в частности, для взаимодействующих частиц. Но если предположение о независимых и одинаковых рассеивателях выполняется, ситуация упрощается. В этом случае можно получить теоретические формы для основных типов движения частиц, таких как диффузия, свободное движение частицы или потока частиц.

Методы ДРС широко используются, так как доступны быстрые световые детекторы и быстрые автокорреляторы. Было разработано множество экспериментальных подходов к решению проблем физики, биологии, химии и медицины. Теоретические аспекты ДРС были опубликованы в монографиях Берна [118, с. 12] в 1976 году, Пекора [119, с. 35] в 1985 году и Борсали [126] в 2008 году, а в монографии, написанной Чу [127], подчеркивается экспериментальная установка ДРС.

*Автокорреляционные функции времени.* Для введения автокорреляционного формализма рассматривается функция  $A(t)$ , которая зависит от распределения частиц. Тепловое движение частиц делает данную функцию  $A(t)$  стохастической флуктуационной функцией. Измерение  $A(t)$  приводит к дискретным значениям диаграммы шума, показанной на рисунке 3.1.

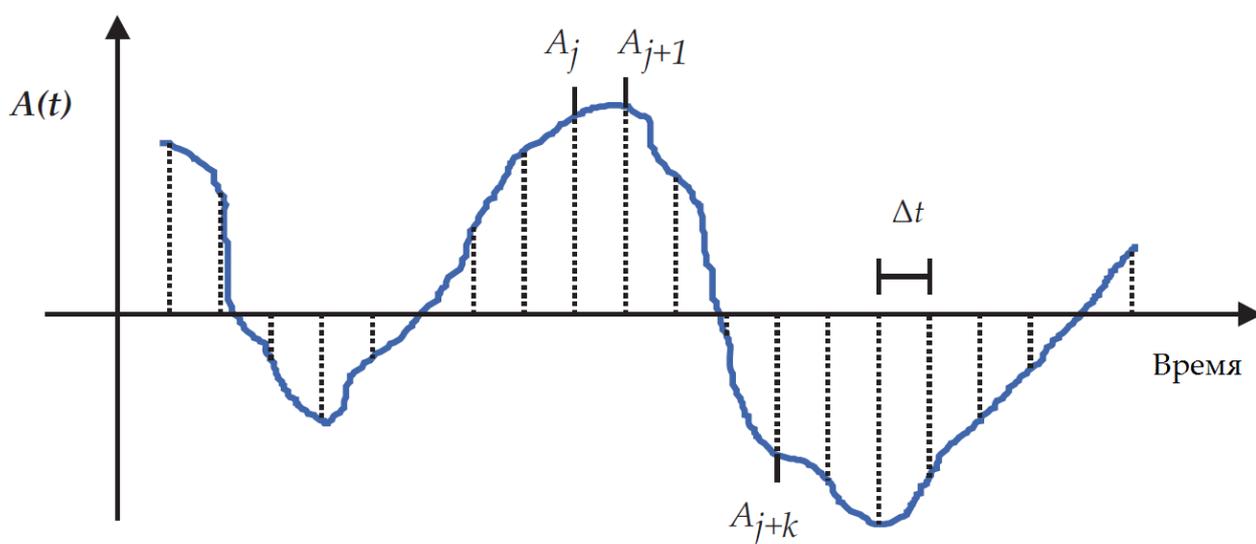


Рисунок 3.1 – Диаграмма шума стохастической функции  $A(t)$

Временное изменение описывается индексом  $j$ . Приращение времени  $\Delta t$  определяется частотой дискретизации измерения.  $A(t)$  колеблется вокруг среднего значения  $\langle A \rangle$ , которое для дискретного свойства  $A(t)$  задается формулой

$$\langle A \rangle := \lim_{J \rightarrow \infty} \frac{1}{J} \sum_{j=0}^J A_j. \quad (3.1)$$

Как изображено на рисунке 3.1,  $A_{j+1}$  и  $A_j$  имеют почти одинаковые значения. Это означает, что они сильно коррелированы. Увеличивая задержку между двумя точками, их корреляция уменьшается, например,  $A_{j+k}$  сильно отклоняется от  $A_j$ . Величина корреляции между точками, разделенными временем запаздывания  $\tau$ , описывается функцией автокорреляции, временной корреляцией  $A(t)$ . Функция автокорреляции для непрерывной функции определяется формулой

$$\langle A(0)A(\tau) \rangle_{\text{непр.}} := \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int dt A(t)A(t + \tau). \quad (3.2)$$

А для дискретного случая:

$$\langle A(0)A(\tau) \rangle_{\text{дискр.}} := \lim_{J \rightarrow \infty} \frac{1}{J} \sum_{j=0}^J A_j A_{j+m}. \quad (3.3)$$

Автокорреляционная функция является функцией времени запаздывания  $\tau$  или  $m$  в дискретном случае с  $\tau = m\Delta t$ . Для времени запаздывания  $\tau = m\Delta t$  сила корреляции определяется усреднением всех случаев от  $A_1 A_{1+m}$  до  $A_{J-m} A_J$ , где  $J$  обозначает количество точек во всем наборе данных. Чтобы вычислить всю автокорреляционную функцию, необходимо учитывать все времена задержки.

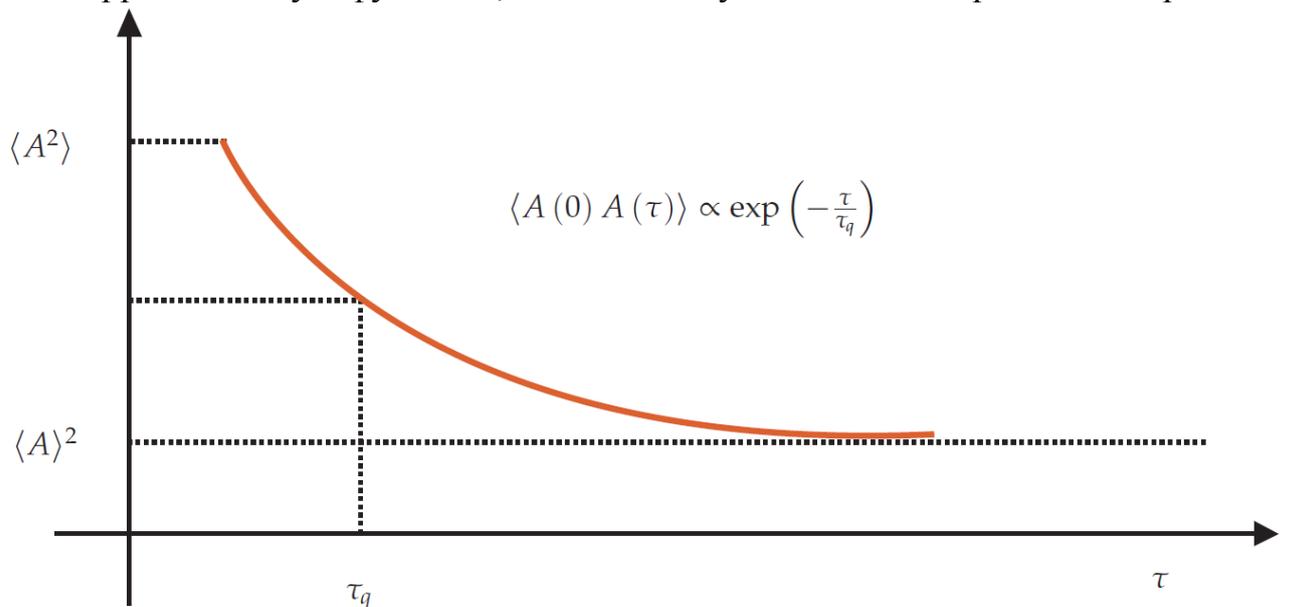


Рисунок 3.2 – Автокорреляционная функция с экспоненциальной формой распада

Экспоненциальное затухание на рисунке 3.2 дает общий пример автокорреляционной функции. Характерное время затухания  $\tau_q$  представляет собой среднее время, необходимое для значительного изменения свойства  $A(t)$ , т.е. для его изменения в  $1/e$ . Поскольку  $A(t)$  связано с положениями частиц, это время также обозначает время релаксации распределения частиц.

Метод динамического рассеяния света, или как иногда называют в литературе «фотонная корреляционная спектроскопия», – это метод, использующий явление рассеяния света, и предназначенный для измерения размеров нано- и субмикронных дисперсных частиц. Метод является бесконтактным, то есть процесс не вносит возмущение в исследуемую среду.

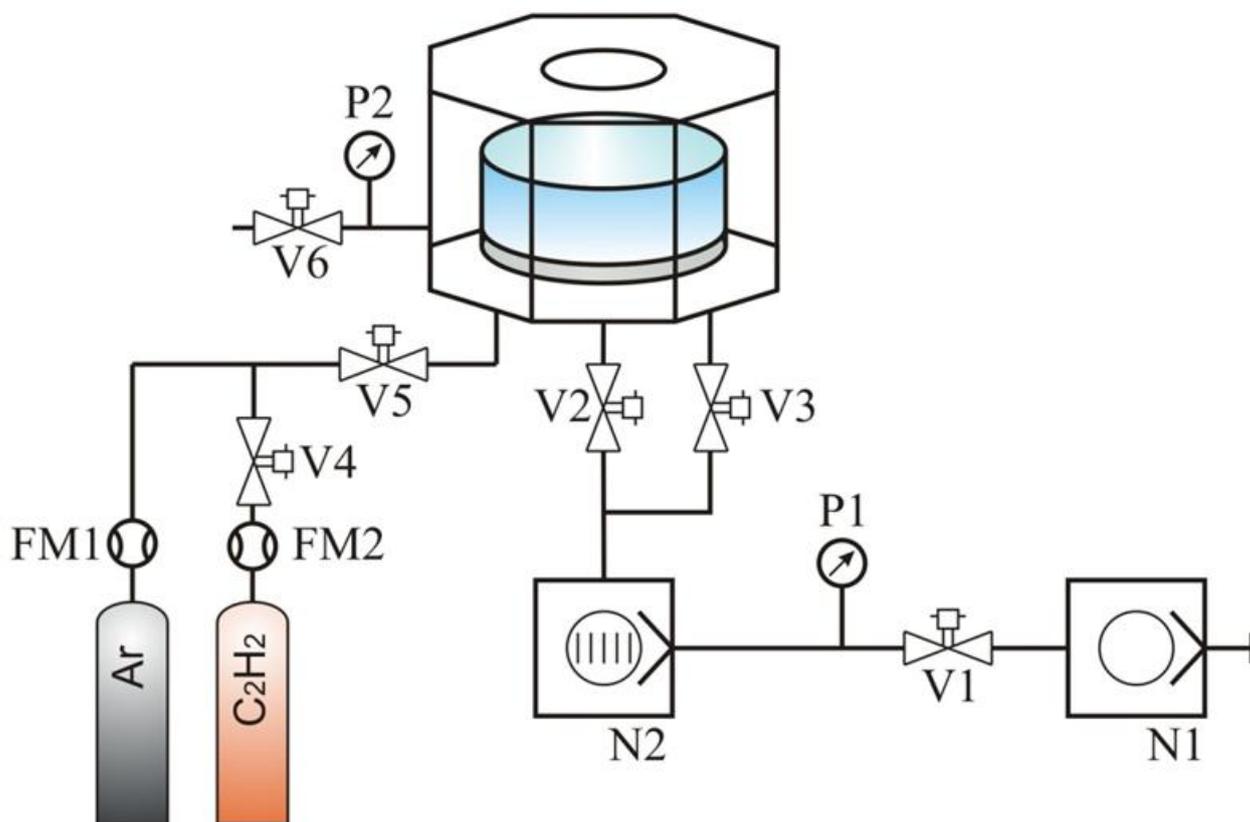
Имеются два случая рассмотрения принципиального механизма флуктуации интенсивности рассеянного света. В случае больших частиц ( $a > 1$  мкм) число частиц в рассматриваемой области колеблется в статическом направлении. А в случае малых частиц ( $a < \lambda$ ) рассеянный от ансамбля наночастиц свет является интерференцией рассеянного света от индивидуальных частиц. В зависимости от относительного смещения частиц в фиксированном направлении интенсивность рассматриваемого света колеблется во времени. Эта флуктуация является случайной при больших временах, но при достаточном коротком времени смещение частицы является малым, чтобы значительно изменить интерференционную картину, поэтому интенсивности измеряемого света остается коррелированной при малых временах.

### **3.3 Экспериментальная установка для синтеза наночастиц углерода и определения их размеров**

Как было уже отмечено выше, основой данного метода определения размеров наночастиц является динамическое рассеяние света. Данная система широко используется для определения размеров молекул, в том числе наночастиц твердого вещества. Принцип измерения размеров частиц основан на измерении и анализе флуктуаций в разные моменты времени интенсивности рассеянного света в объеме, содержащем частицы в растворителе. Вследствие случайного движения частиц, вызванного некомпенсированными толчками молекул растворителя (Броуновское движение), интенсивность света осциллирует относительно своего среднего значения. По частоте этих осцилляций можно получить информацию о коэффициенте диффузии частиц, который, в свою очередь, зависит от размеров частиц. Но на сегодняшний день, данный метод ограничивается только определением размеров готовых образцов, то есть по использованию стационарных контейнеров со специальными жидкостями с известными табличными данными (вязкость, степень сжатия, химические свойства и т.д.).

Особенностью данного этапа работы является разработка системы для онлайн мониторинга размеров, синтезируемых наночастиц в плазме реактивных газов, где размеры частиц можно определять на ранней стадии их развития.

Вакуумная система экспериментальной установки для синтеза наночастиц в газовом ВЧ разряде смеси газов аргон-ацетилен представлена на рисунке 3.3 [128–132].



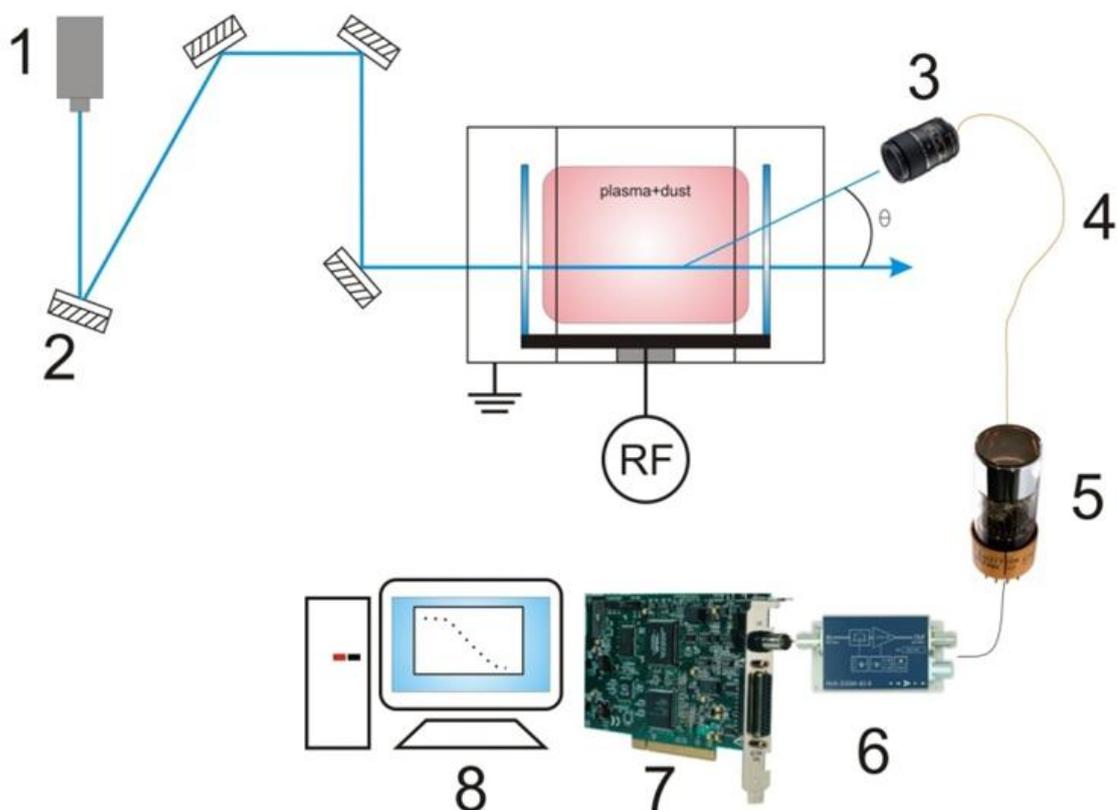
N1 – Форвакуумный насос;  
 N2 – Турбомолекулярный насос;  
 V1-V6 – клапаны;  
 P1, P2 – датчики давления;  
 FM1, FM2 – расходомеры (mass-flow-meters);

Рисунок 3.3 – Вакуумная система экспериментальной установки

Как показано на рисунке 3.3, вакуумная система данной экспериментальной установки содержит форвакуумный и турбомолекулярный насосы, клапаны, датчики давления. После откачки (очистки) вакуумной камеры в объем запускается нужный газ (Ar+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) до необходимого давления. Далее, с помощью ВЧ генератора, подается напряжения на питаемый электрод, после чего, в межэлектродном промежутке зажигается газовый разряд, то есть образовывается плазма.

Синтез наночастиц углерода на данной установке протекает идентично процессу на основе плазмохимического метода, где используется газовый разряд смеси инертного и реактивного газов. В качестве плазмообразующего газа и для синтеза наночастиц мы использовали смесь газов аргон (Ar) и ацетилен (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>).

В экспериментальных работах мы использовали гомодинную систему динамического рассеяния света как показано ниже (рисунок 3.4). Диаметр нижнего электрода 17 см, туда же подается высокочастотное (ВЧ) напряжение. Лазерный луч мощностью 1 Вт с длиной волны 445 нм рассеивался от пылевого облака. Далее рассеянный свет (под углом  $\theta$ ) собирался с помощью линзы Tamron 90 мм (диафрагма f/18) во внутрь оптического волокна с диаметром 50 мкм. Оптоволокно соединялось с фотоэлектронным умножителем (PMT Hamamatsu H7732P-11) с конфигурацией подсчета фотонов. Импульсы фототока усиливались с помощью FemtoHVA усилителя, который соединялся с многоканальной считывающей картой Ortec в ПК. Сбор данных и предварительная обработка контролировалась с помощью программы LabView.



- 1 – лазер (1 Вт, 445 нм);
- 2 – зеркало;
- 3 – детектор с макролинзой (Tamron 90 mm) и с интерференционным фильтром (445 нм);
- 4 – оптическое волокно (50 мкм);
- 5 – фотоэлектронный умножитель;
- 6 – усилитель (Femto HVA);
- 7 – мультиканальная карта (Ortec);
- 8 – ПК;

Рисунок 3.4 – Принципиальная схема экспериментальной установки

На рисунке 3.5 представлено фотоизображение экспериментальной установки. Надо отметить, что данные работы по определению размеров наночастиц углерода на ранней стадии их развития были проведены при прохождении научной стажировки под руководством зарубежного консультанта П. Хартманна в исследовательской группе З. Донко в Исследовательском центре физики имени Вингера, Академии наук Венгрии, г. Будапешт, Венгрия.

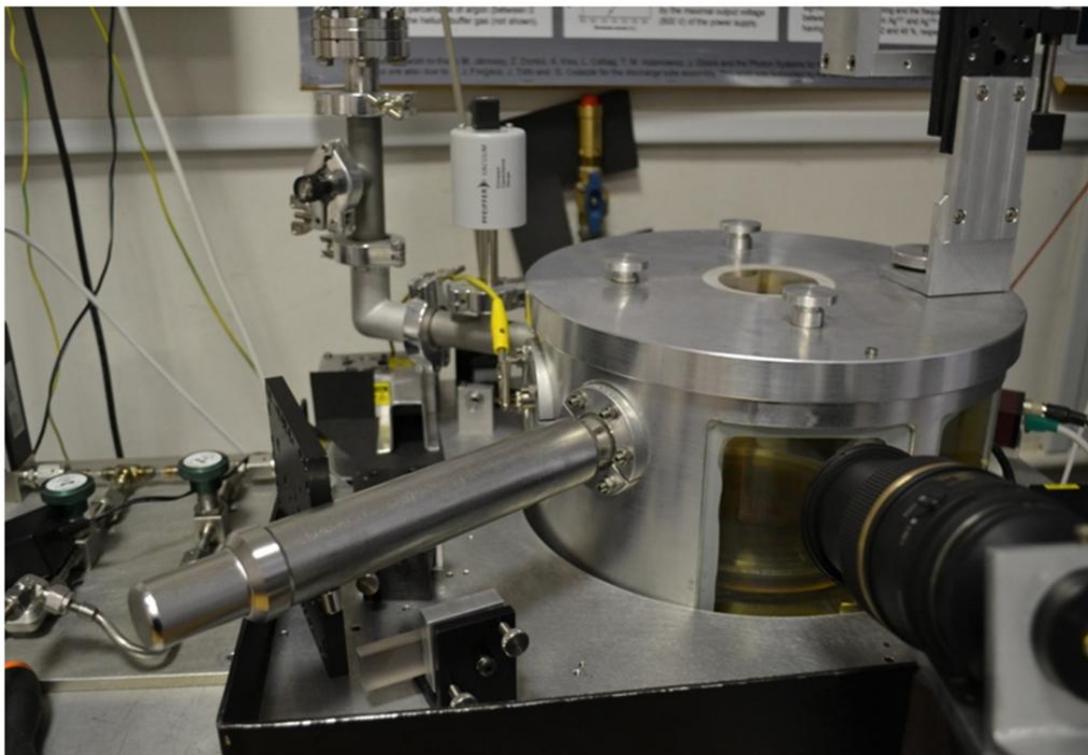


Рисунок 3.5 – Фотография экспериментальной установки

#### **3.4 Результаты исследования размеров наночастиц углерода с помощью метода динамического рассеяния света**

В экспериментальных работах для получения ансамбля наночастиц углерода был использован газовый разряд, который зажигался в потоке (3 и 6 sccm) газовой смеси  $\text{Ar}+\text{C}_2\text{H}_2$  с концентрацией последнего 5 и 10 %. Так как было сказано выше, для освещения наночастиц углерода в плазменном промежутке был использован лазер. На рисунке 3.6 представлен рабочий режим экспериментальной установки, где отчетливо видны рассеянный от синтезированных в плазменной среде наночастиц углерода свет, так как при их отсутствии на данном промежутке отсутствовало бы и отраженный свет.

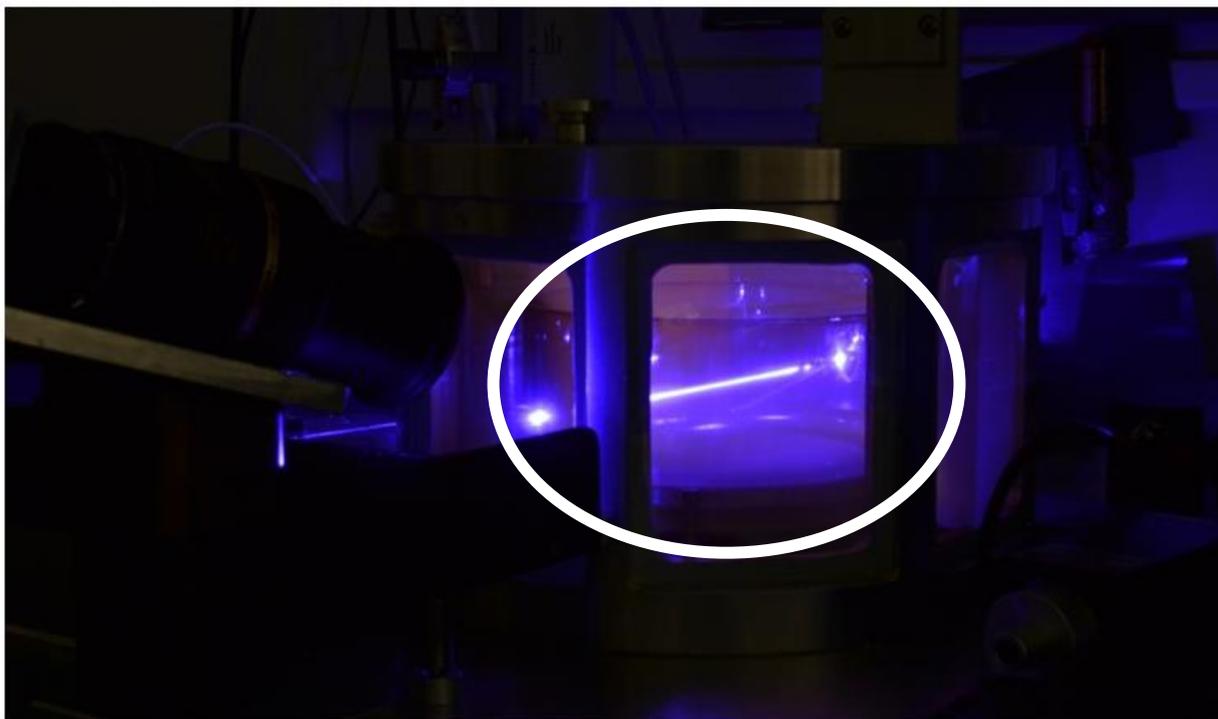


Рисунок 3.6 – Фотоизображение экспериментальной установки в рабочем режиме

Как было отмечено выше, оптическая система наблюдения за наночастицами осуществлялась с помощью программы LabView, интерфейс в рабочем состоянии, которого представлен на рисунке 3.7.

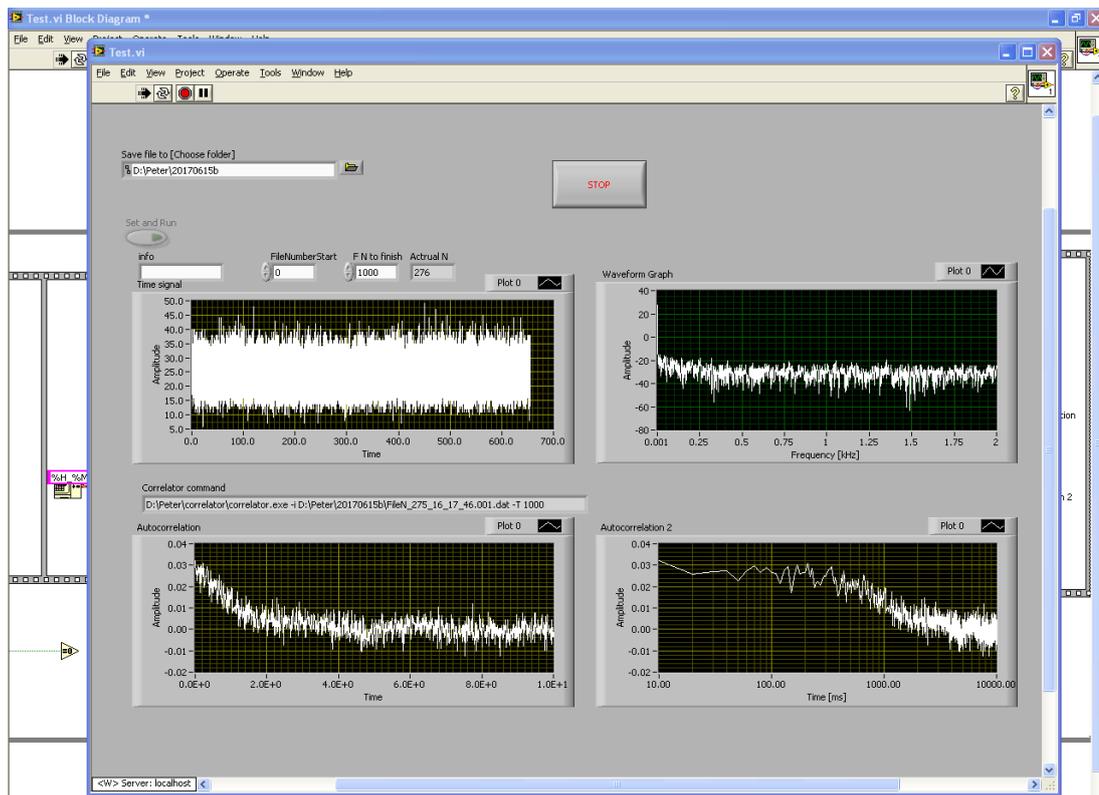


Рисунок 3.7 – Интерфейс созданной программы для наблюдения за наночастицами на базе программы LabView

Типичные автокорреляционные функции флуктуации интенсивности свечения приведены на рисунке 3.8.

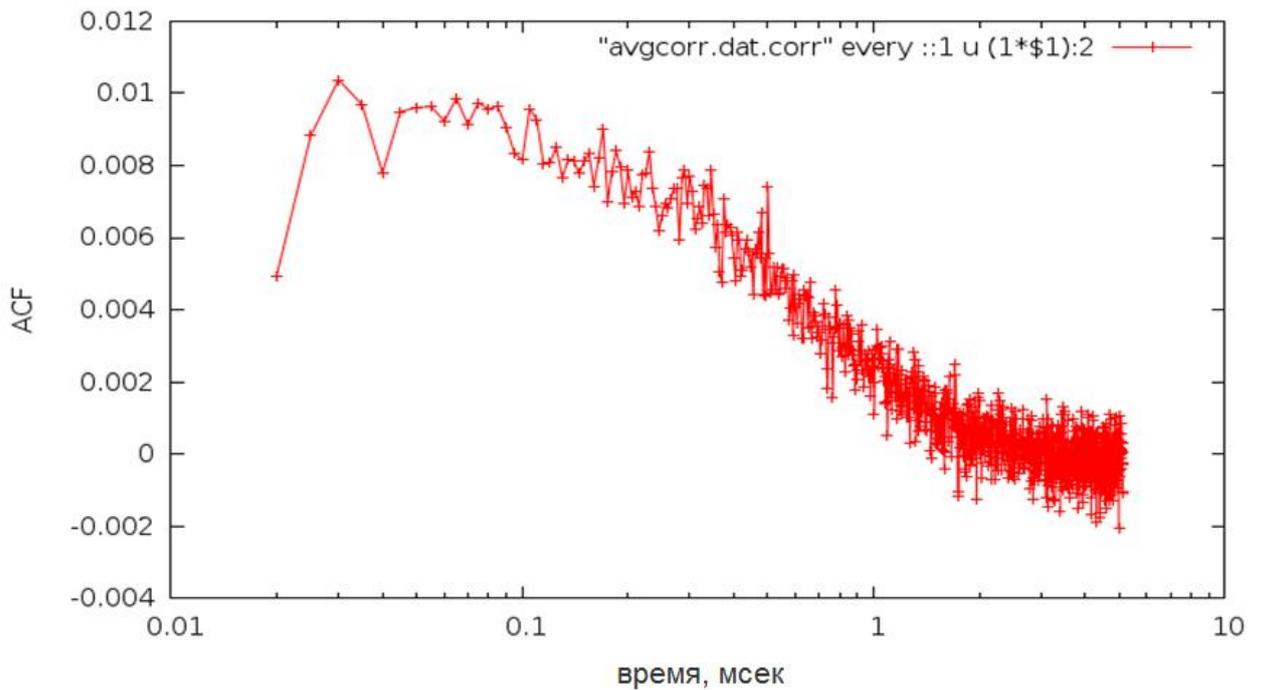
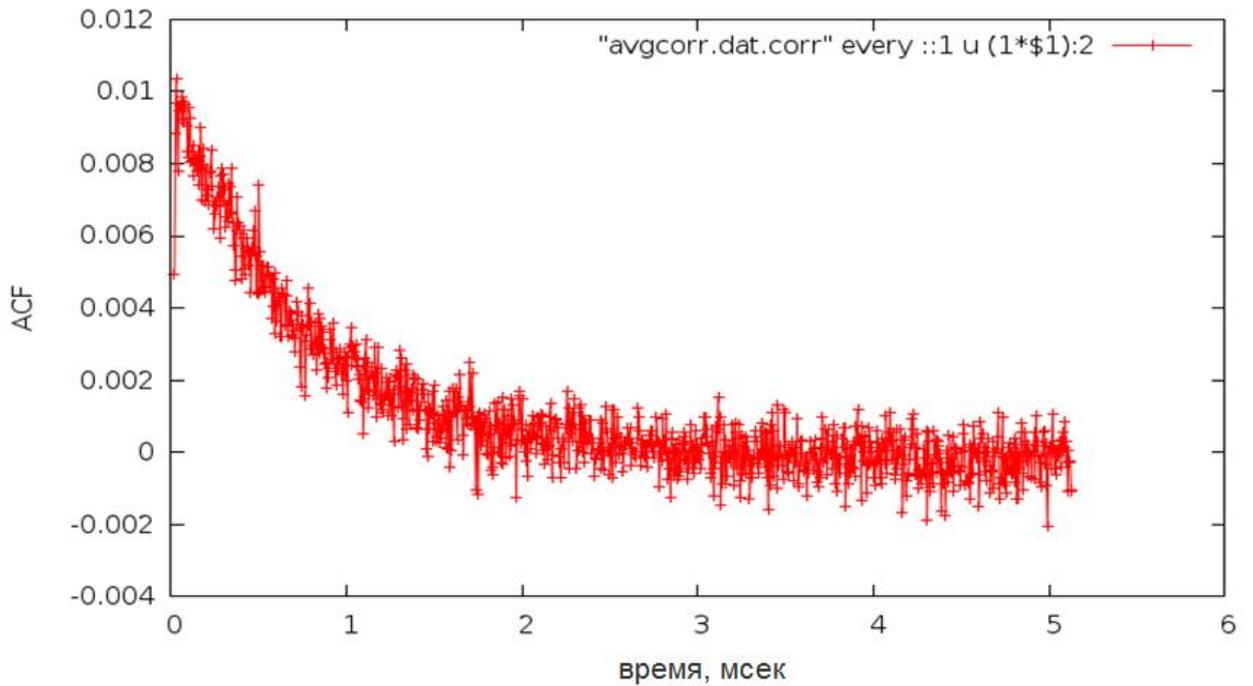


Рисунок 3.8 – Типичные автокорреляционные функции флуктуации интенсивности свечения

В области наблюдения за ансамблем наночастиц углерода в плазменной среде смеси газов ацетилен-аргон синтез начинается в определенном моменте времени, через несколько секунд после зажигания данного разряда. На рисунке 3.9 приведена зависимость изменения интенсивности свечения, рассеянного от наночастиц света со стечением времени. Экспериментальные параметры следующие: давление в камере 10 Па, мощность разряда 10 Вт, процентное соотношение смеси газов аргон-ацетилен 95% и 5%, соответственно. Из

рисунка 3.9 видно, что в начале зажигания разряда интенсивность свечения в наблюдаемой области минимальна, что свидетельствует о том, что в данной области рост наночастиц еще не начался. После ~16 сек наблюдается изменение в интенсивности, которое свидетельствует, что в данной области начинается синтез наночастиц углерода, которые в свою очередь являются рассеивателями падающего на них лазерного луча.

Измерение флуктуации интенсивности свечения рассеянного света начинается после ~ 400 сек, когда рост частиц приостанавливается по средством прекращения подачи газа в камеру с фиксацией давления в камере, тем самым приводит к тому, что останавливается рост частиц.

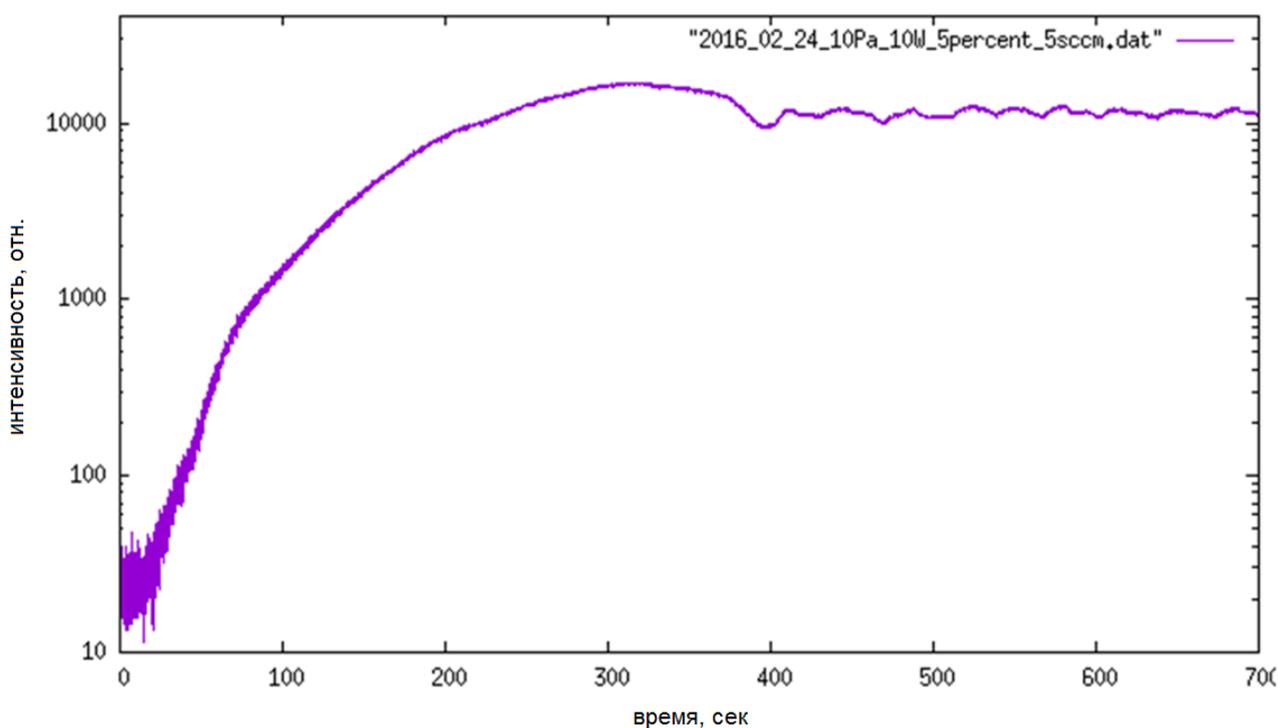


Рисунок 3.9 – Изменение интенсивности свечения в наблюдаемой области

*Определение времени декорреляции автокорреляционной функции.* Следуя теоретическим данным, описанным в работе [133], время, необходимое для сферической частицы, чтобы выйти из фазы интерференции и таким образом, что является причиной декорреляции в обнаруженном свете округляется в диффузионном режиме по формуле:

$$\tau = \frac{1}{2Dq^2}, \quad (3.4)$$

где  $q$  – волновой вектор и зависит от длины волны лазера и угла обзора:

$$q = \frac{4\pi n}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2}. \quad (3.5)$$

Коэффициент диффузии можно найти из формулы Стокс-Эйнштейна:

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta a}, \quad (3.6)$$

где  $\eta$  – вязкость среды, и  $a$  – радиус частицы. Вязкость газовой смеси можно определить, пользуясь эмпирической формулой и табличными данными указанными в книге [134]. Для смеси 95% Ar и 5% C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> величина  $\eta \approx 2.15 \cdot 10^{-5}$  Па · с.

Используя экспериментальные параметры ( $\lambda = 445$  нм,  $\theta \approx 20^\circ$ ,  $T = 300$  K,  $n = 1$ ) определялось время декорреляции (распада) автокорреляционной функции:

$$\tau \approx \frac{a}{2 \times 1.03 \cdot 10^{-17} \times (4.9 \cdot 10^6)^2} \approx 2000 \text{ а}. \quad (3.7)$$

Согласно этому, частицы диаметром 100 нм (с радиусом 50 нм) имеют время декорреляции в обнаруженном сигнале  $\tau \approx 100$  мкс.

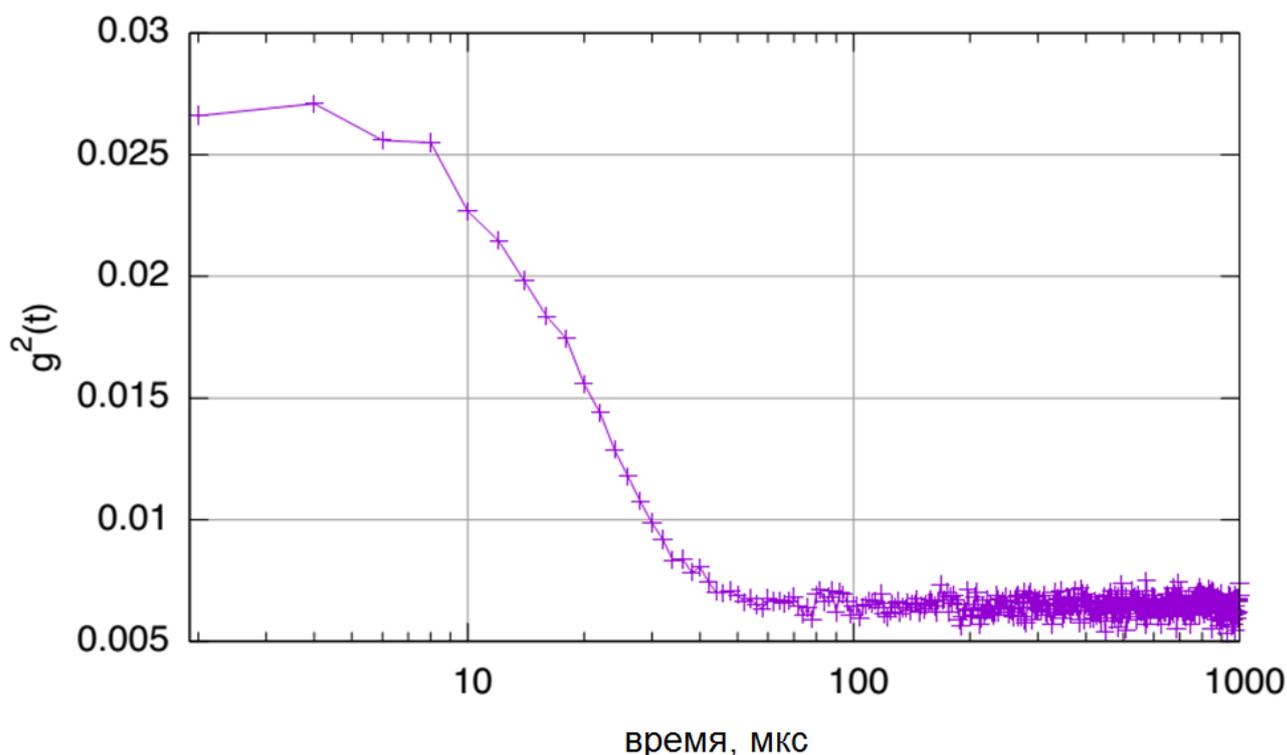


Рисунок 3.10 – Усредненная автокорреляционная функция

На рисунке 3.10 показан пример усредненной автокорреляционной функции от регистрации 100 измерений в течении 2 мкс с 65536 точками для каждого измерения.

*Ограничения данного метода.* ДРС – это стандартная методика определения размеров наночастиц в жидкой среде, где температура и вязкость среды очень хорошо контролируются, где динамика частиц относительно

медленная. В нашем случае главной особенностью является то, что наночастицы в газоразрядной среде подчиняются гораздо более быстрой динамике, поэтому обнаружение должно быть в диапазоне разрешения МГц. Подсчет фотонов на этой высокой скорости находится на грани возможного с современными системами обнаружения. Во-вторых, чтобы получить сильные корреляции в детектированном сигнале, объем обнаружения и конус обнаружения света должны быть как можно меньше (малая фокальная область освещения и малая апертура оптики обнаружения), но в то же время поток фотонов должен быть достаточно большим для регистрации МГц флуктуаций. Эти противоречивые требования представляют основные трудности, и необходимо найти оптимальный баланс для максимизации отношения сигнал-шум, где необходимо дополнительно улучшить с помощью широкого усреднения обнаруженных автокорреляционных функций.

*Определение оптимальных режимов наблюдения за наночастицами.* Главной трудностью данного метода при определении размеров наночастиц является определение оптимального режима наблюдения. Для корректного решения данной задачи были измерены разные точки плазменно-пылевого пространства, потому как в разных точках наблюдаются разного рода нестабильности, вызванные высокочастотным полем, интенсивности свечения, к тому же важным является и площадь наблюдаемой точки.

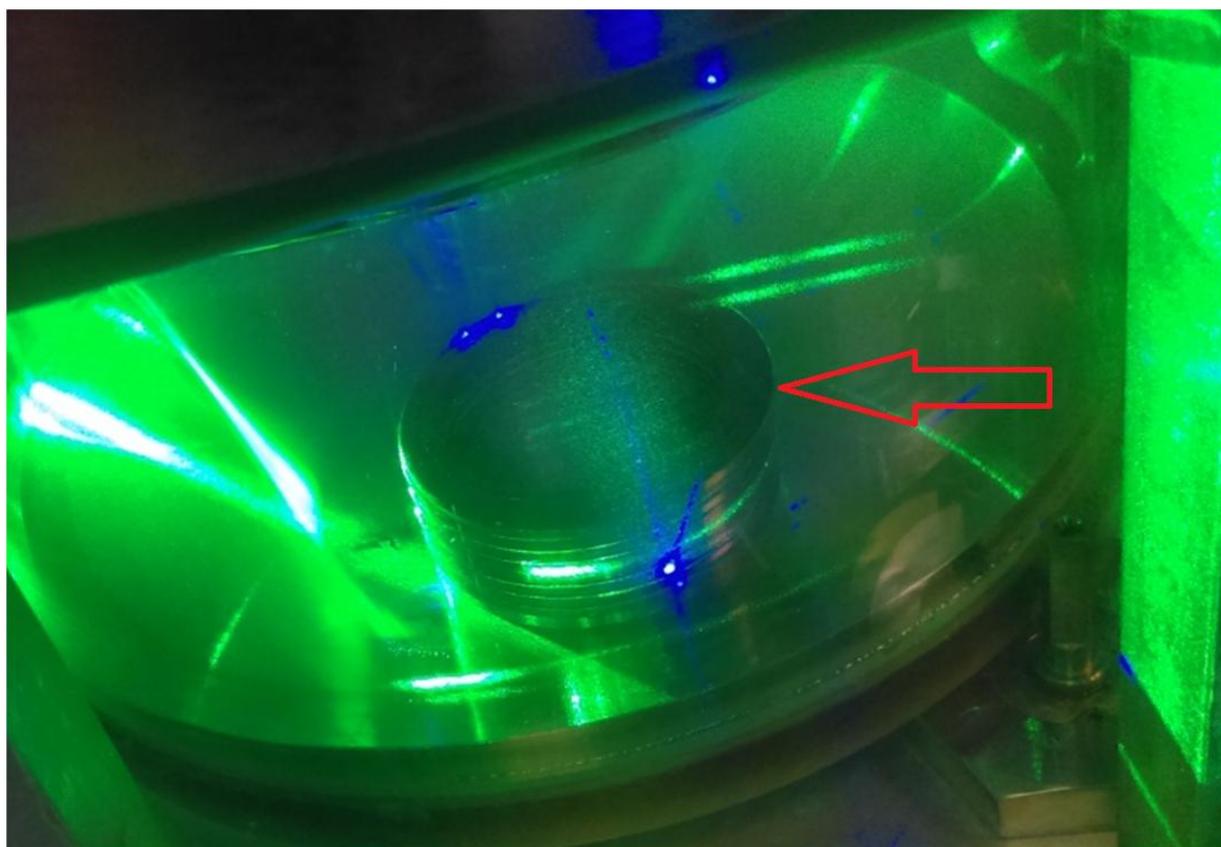
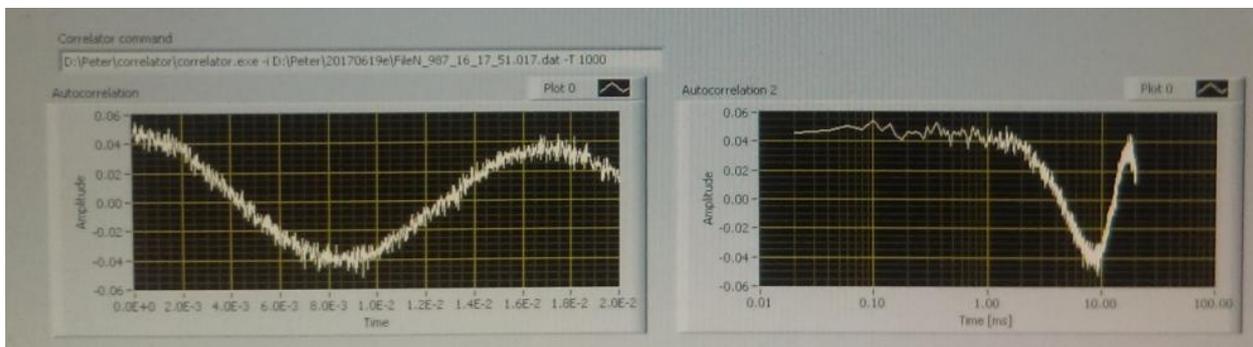
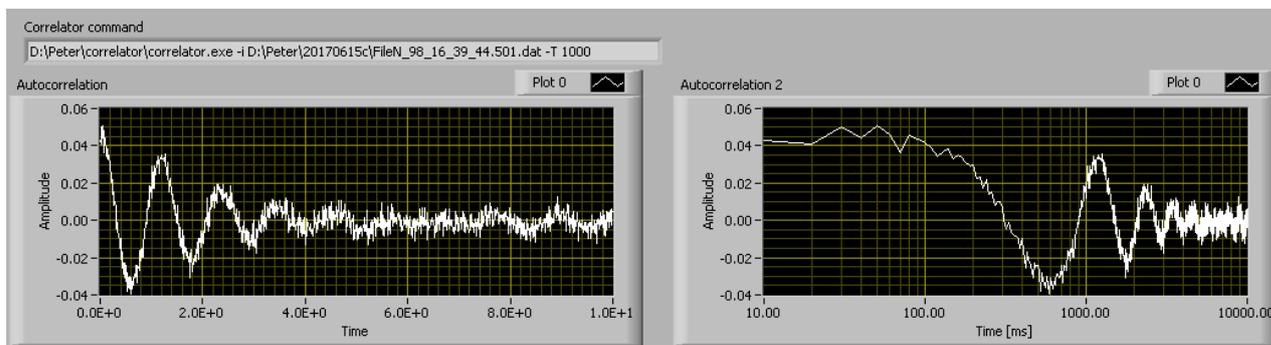


Рисунок 3.11 – Медное кольцо для удержания плазменно-пылевого облака из наночастиц в центре (указано стрелкой)

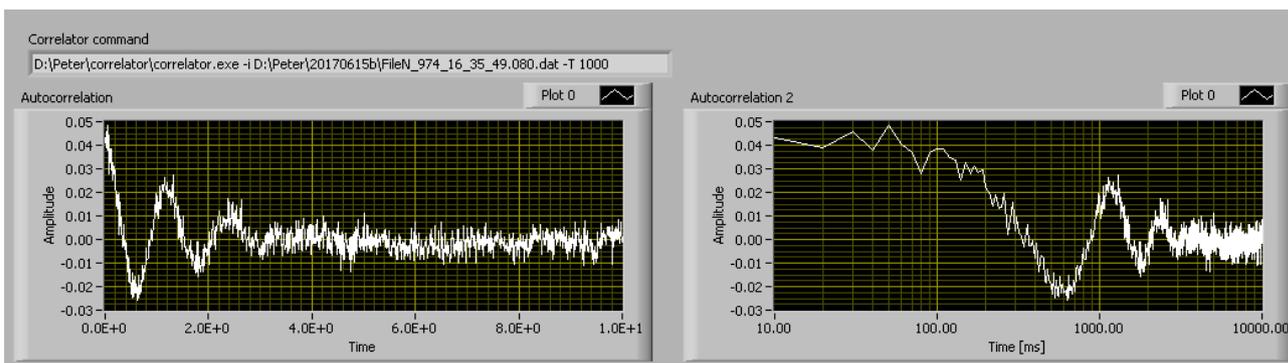
В связи с этим при выполнении экспериментов были применены разные манипуляции с давлением в камере, мощность разряда, интенсивность свечения лазера и использование медного кольца для удержания пылевого облака (рисунок 3.11). Медное кольцо в данной случае образует своеобразную потенциальную яму, потому как данное кольцо располагается над активным электродом (электрод, соединенный с ВЧ генератором).



а)



б)



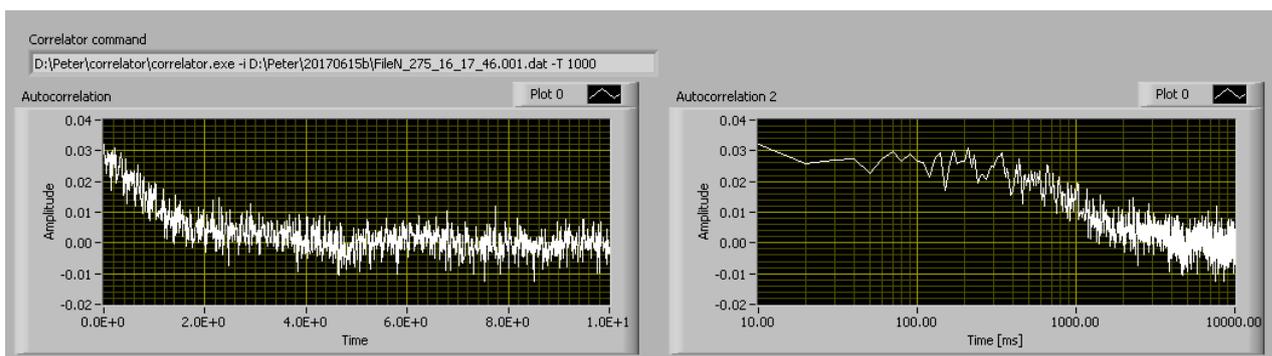
в)

а) при  $p = 4$  Па,  $P = 2$  Вт без фильтра; б) при  $p = 10$  Па,  $P = 3$  Вт со светоделителем 50/50; в) при  $p = 10$  Па,  $P = 12$  Вт со светоделителем 50/50;

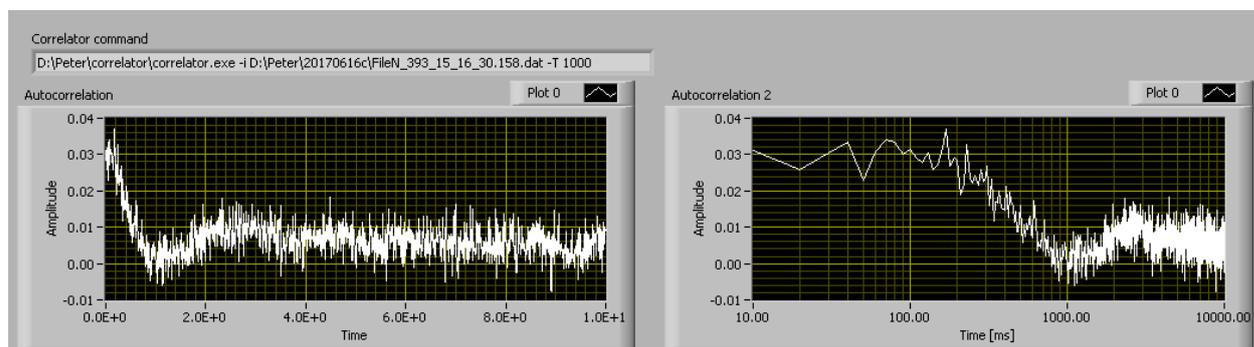
Рисунок 3.12 – Автокорреляционные функции интенсивности свечения на краевых точках кольца

На рисунке 3.12 приведены результаты измеренных автокорреляционных функции флуктуации интенсивности рассеянного света при разных значениях давления в камере и мощности ВЧ разряда с использованием оптических интерференционных фильтров, установленных на детектор. По вышепоказанному рисунку видно, что на краевых точках кольца наблюдаются некоторые осцилляции всей системы в наблюдаемой области, основной причиной появления которых является электрическое поле самого кольца.

Оптимальной точкой наблюдения при использовании кольца являлась центральная часть. Результаты измерения автокорреляционной функции флуктуации интенсивности рассеянного света приведены на рисунке 3.13.



а)



б)

а) – время декорреляции 0,5 мксек, соответствует 13 нм;

б) – время декорреляции 0,7 мксек, соответствует 18 нм;

Рисунок 3.13 – Автокорреляционные функции интенсивности свечения в центральной области кольца

Таким образом, анализируя результаты, показанные на рисунках 3.12 и 3.13 можно сделать вывод, что оптимальными условиями эксперимента являются работы при давлении  $p = 5.6-8$  Па и мощности разряда  $P = 4-9$  Вт с использованием интерференционных фильтров T60/R40, светоделителями 50/50 с диаметр апертуры  $f 1/4$  используемого детектора Tamron 90 mm. При использовании данных параметров в экспериментах показали, что в регистрируемом рассеянном от ансамбля наночастиц свете не наблюдается

коллективная флуктуация всей системы, и данный свет является результатом интерференции рассеянного света от индивидуальных частиц.

Сравнение полученного результата с результатом сканирующей электронной микроскопии. На рисунке 3.14 приведено изменение усредненной автокорреляционной функции по времени.

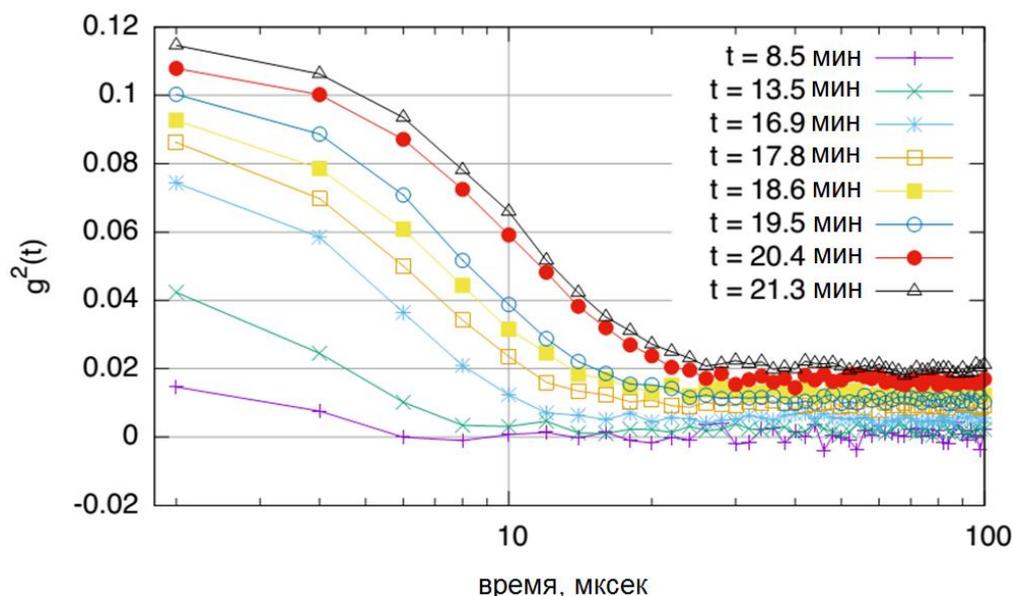


Рисунок 3.14 – Изменение усредненной автокорреляционной функции по времени

Как видно из рисунка 3.14, время декорреляции составляло  $\tau_{min} \approx 5.3$  мкс при измерении в момент времени 8,5 мин и  $\tau_{max} \approx 20$  мкс при 21,3 мин. Пользуясь формулой (3.7) рассчитанные диаметры наночастиц углерода составили от 5,3 до 20 нм.

На рисунке 3.15 приведен СЭМ снимок образцов синтезированных наночастиц углерода в данном эксперименте. По измерениям образцов наночастиц было выявлено, что средний размер составляет 17,4 нм (рисунок 3.15б).

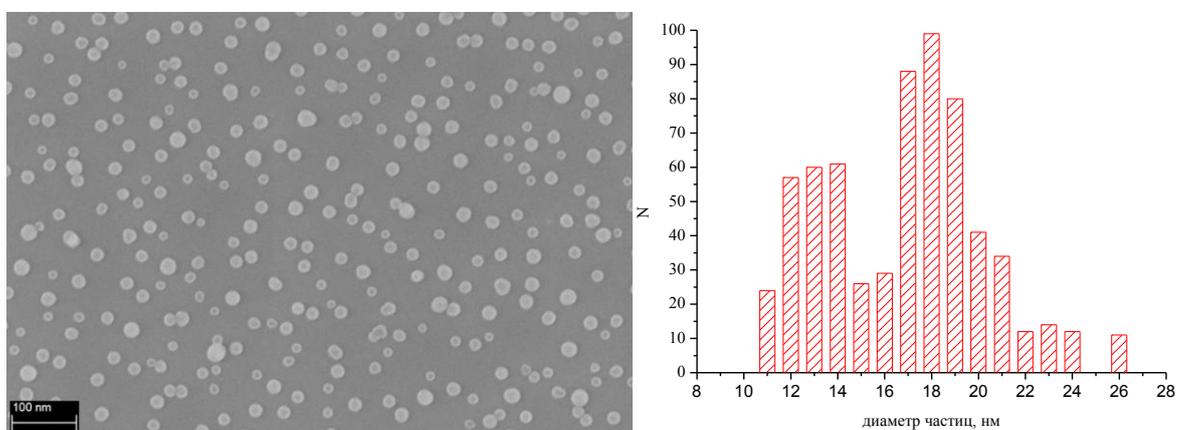


Рисунок 3.15 – СЭМ снимок наночастиц углерода

Таким образом, была разработана система по определению размеров наночастиц углерода в плазме ВЧ разряда смеси газов аргон-ацетилен на основе метода динамического рассеяния света. Результаты экспериментальных работ показали, что с ростом размеров наночастиц в наблюдаемом объеме время декорреляции (распада) автокорреляционной функции флуктуации интенсивности свечения рассеянного света увеличивается. Полученные результаты были сравнены с результатами СЭМ анализа. По полученным результатам измерения можно заключить, что данная система определения размеров наночастиц на ранней стадии их роста показывает вполне адекватные результаты, где погрешность измерения данным методом составила порядка 13 %.

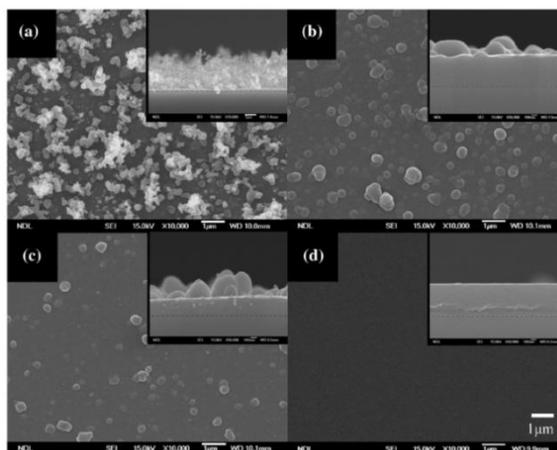
### **3.5 Исследование зависимости параметров плазмы ВЧ разряда от изменений модулированного высокочастотного сигнала**

Как было уже отмечено в предыдущих главах, плазменная среда является универсальной средой для создания наноматериалов с требуемыми свойствами [135]. Одной из прикладных задач в данной области является создания гидрофобных и гидрофильных поверхностей в плазменной среде и одним из основных методов создания таких материалов является применение ВЧ газового разряда. В данной части диссертационной работы приводятся результаты экспериментальных работ по исследованию параметров плазмы ВЧ разряда в режиме модуляции.

Область применения модулированных ВЧ сигналов очень широка. Одним из возможных использований таких сигналов является создание поверхностей с заданными свойствами. Во многих экспериментальных работах [107, 130, 132, 135] в создании таких материалов был использован ВЧ газовый разряд, как уникальная среда, в которой удобно управлять параметрами газового разряда и параметрами получаемых продуктов.

Основные результаты в данной области были достигнуты при создании гидрофобных и гидрофильных поверхностей [135–138]. В данных экспериментах было выявлено, что увеличение значений коэффициента заполнения, модулированного ВЧ сигнала, приводит к уменьшению шероховатости поверхности флюорокарбонированных покрытий, тем самым увеличивая его гидрофобные свойства (рисунок 3.16).

Но особо важным фактором в данных экспериментах является свойства плазменной среды, где изменение модулированного ВЧ сигнала приводит к изменению основных параметров плазмы, таких как температура электронов и концентрация ионов, которые в свою очередь играют важную роль при создании гидрофобных поверхностей. Надо отметить, что в международном научном сообществе параметры плазмы в условиях модуляции ВЧ сигнала изучены недостаточно. Принимая во внимание данный факт, была поставлена цель – исследовать параметры (температура электронов и концентрация ионов) плазмы ВЧ газового разряда при изменении модуляции ВЧ сигнала.



- А – СЭМ поверхности, полученной без модуляции ВЧ;
- Б – значение коэффициента заполнения 20%;
- В – значение коэффициента заполнения 50%;
- Г – значение коэффициента заполнения 80%;

Рисунок 3.16 – Изменение поверхности флюорокарбоновой покрытий при увеличении коэффициента заполнения [138, с. 1381]

На рисунке 3.16 приведены результаты экспериментальных работ (СЭМ изображения) по получению гидрофобных и гидрофильных поверхностей в ВЧ газовом разряде в режиме модуляции сигналов. Как видно из рисунка, с увеличением параметра модуляции, коэффициента заполнения (подробно описывается ниже), поверхность получаемого образца становится более гладкой (рисунок 3.16г) по сравнению с поверхностями, полученным при низких значениях коэффициента заполнения (рисунок 3.16б), тем самым увеличивая смачиваемость поверхности и в последствии контактный угол.

*Модулированный сигнал.* Режим модуляции – это режим, в котором генерация плазмы осуществляется с помощью модулированного ВЧ сигнала с некоторой частотой. Пример осциллограммы такого сигнала приведен на рисунке 3.17.

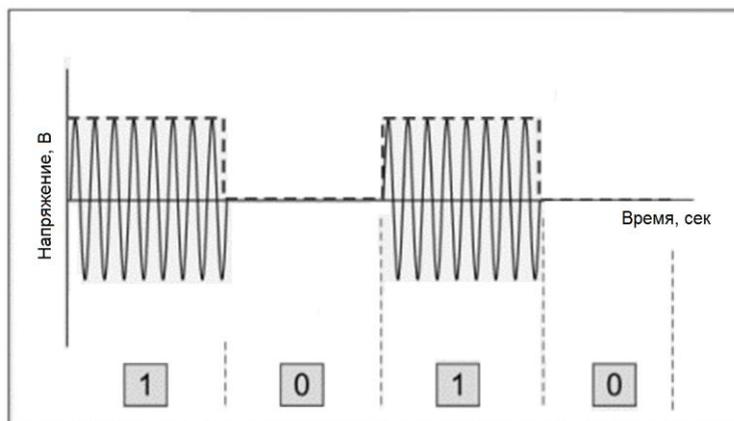


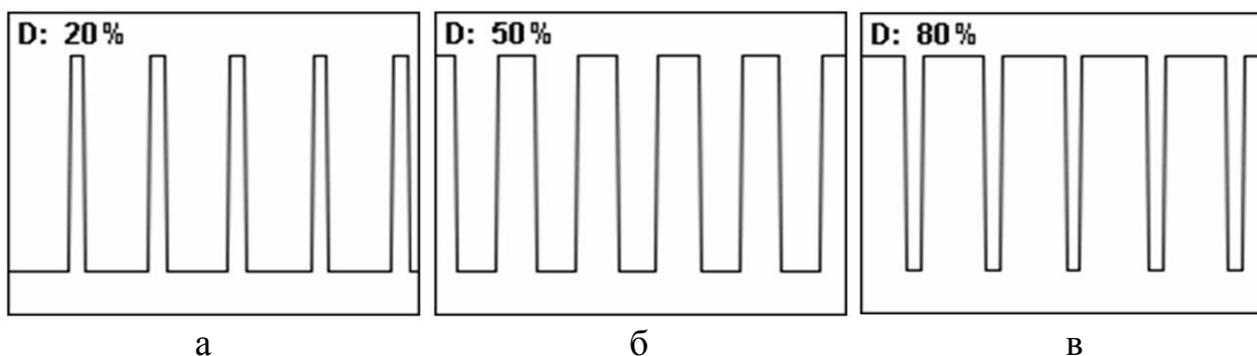
Рисунок 3.17 – Иллюстрация модулированного переменного напряжения

Как видно из рисунка 3.17, значение «1» является подключенное состояние и значение «0» соответствует отсутствию сигнала. Более того, возможным является изменения частоты подачи такого сигнала, как было указано выше.

Особо важным параметром для таких сигналов является коэффициент заполнения – это величина, измеряемая в процентах, которая рассчитывается как отношение длительности сигнала к периоду следования импульсов:

$$DC = \frac{T}{P} \cdot 100\%, \quad (4.1)$$

где DC – коэффициент заполнения, T – длительность импульса, P – период следования импульсов. К примеру, коэффициент заполнения 60% означает, что напряжение сигнала присутствовало в 60% времени и отсутствовало в 40%. Примеры формы сигнала при разных значениях коэффициента заполнения приведены на рисунке 3.18.



- а – значение коэффициента заполнения 20%;
- б – значение коэффициента заполнения 50%;
- в – значение коэффициента заполнения 80%;

Рисунок 3.18 – Формы сигнала при разных значениях коэффициентов заполнения

*Экспериментальная установка РК-3 plus.* Эксперименты были проведены в коллаборации с группой профессора К. Такахаши в Киотском Институте Технологии г. Киото, Япония на установке РК-3 Plus, которая используется для исследования характеристик комплексной ВЧ плазмы в земных условиях и в условиях пониженной гравитации. Надо отметить, что данная установка была использована в уникальных экспериментах, проведенных на борту МКС [139].

Экспериментальная установка РК-3 plus состоит из параллельно расположенных электродов. Нижний электрод соединен с ВЧ генератором, а верхний электрод заземлен. Основные характеристики экспериментальной установки следующие:

- диаметр каждого электрода 60 мм;
- расстояние между электродами 30 мм;
- для определения характеристик плазмы был использован двойной зонд.

Принципиальная схема экспериментальной установки РК-3 plus представлена на рисунке 3.19.

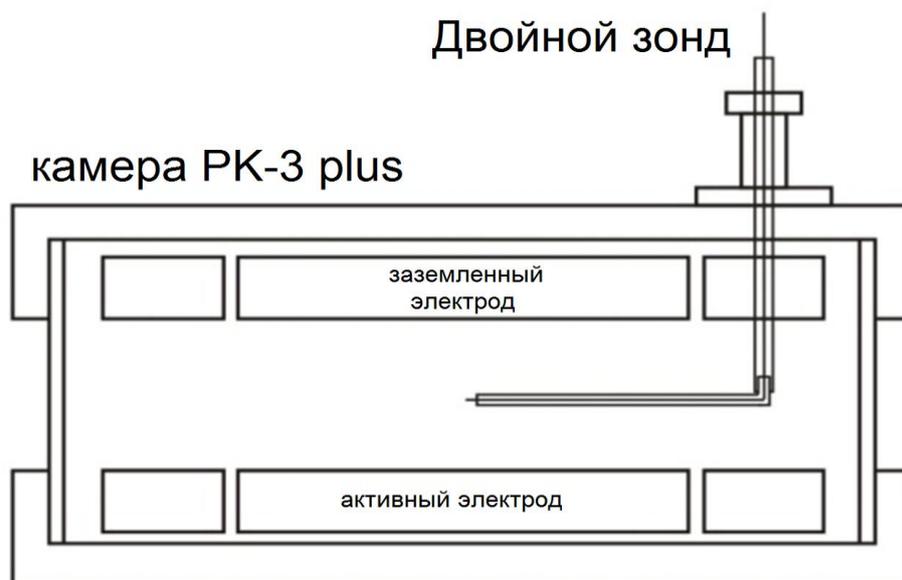


Рисунок 3.19 – Принципиальная схема установки РК-3 plus

Для измерения температуры электронов и концентраций ионов плазменной среды на данной установке был использован двойной зонд. В данном случае зонд представляет собой вольфрамовую проволоку с сечением 100 мкм. Область зонда, которая непосредственно контактирует с плазмой, имеет длину 8 мм. Расстояние между зондами 7 мм. На рисунке 3.20 приведена фотография общего вида экспериментальной установки РК-3 plus.

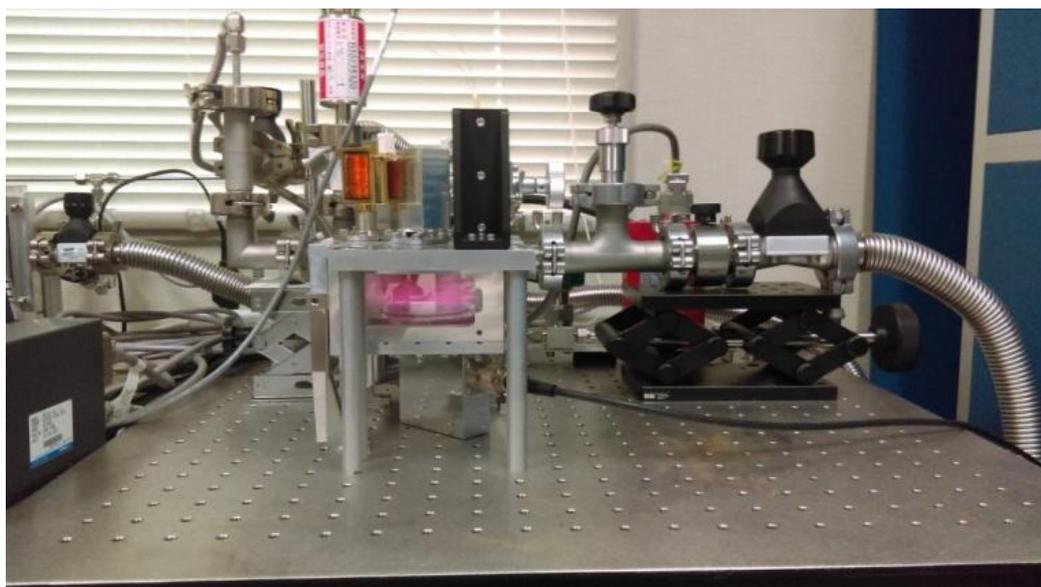


Рисунок 3.20 – Фотография экспериментальной установки РК-3 plus

*Результаты экспериментальных работ.* Эксперименты проводились для двух различных значений давления газа в камере, 10 и 20 Па (аргон), двух различных значений напряжения разряда 40 и 78 В (измерения напряжения проводились осциллографом Tektronix DPO 4034), соответственно, и частоты модуляции, изменяющейся от 5 до 60 кГц с коэффициентом заполнения 50%, 75%, 25%. Исследованы пространственные, в частности, аксиальные распределения электронной температуры. Для получения этих распределений во всех экспериментах измеряли температуру электронов 3 раза в 9 различных точках межэлектродного промежутка для каждого набора условий. Результаты экспериментов показали, что при высокой модуляции частоты (60 кГц), аксиальное распределение температуры электронов в плазме приближается к нормальному значению, в то время как при малых частотах (5 кГц) температура электронов уменьшается почти в 4 раза (рис. 3.21а, точка "0" соответствует центральной точке межэлектродного промежутка).

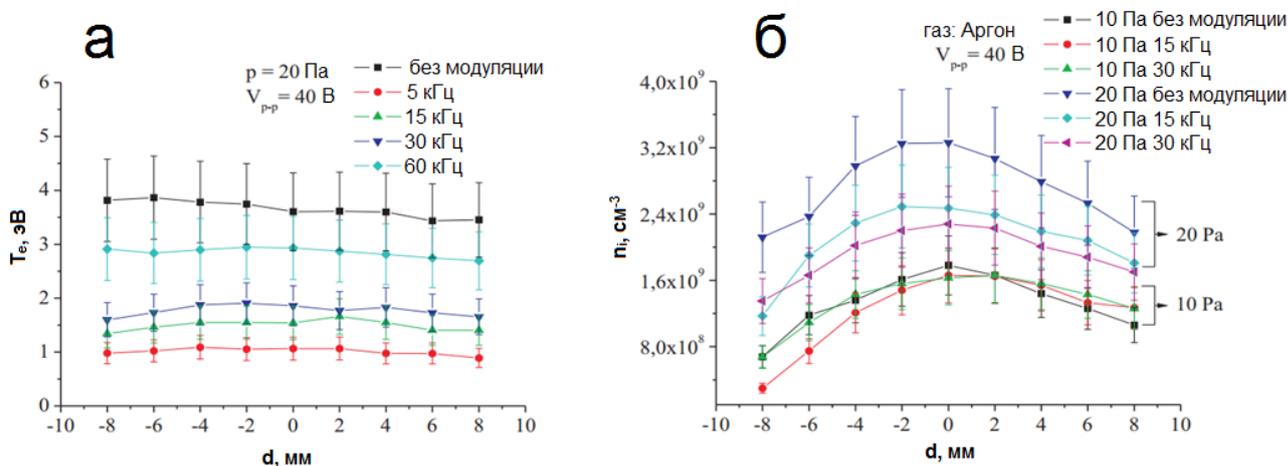


Рисунок 3.21 – Аксиальные распределения температур электронов и концентрации ионов плазмы аргона ВЧ разряда при разных значениях частоты модуляции

Экспериментальные результаты показали, что при больших значениях частоты модуляции (60 кГц) аксиальное распределение температуры электронов в плазме приближается к нормальному значению, когда как при малых значениях частоты (5 кГц) температура электронов снижается в почти 4 раза (рисунок 3.21).

В случае плотности ионов эффект имел противоположный характер (рис. 3.21б). При относительно небольшом давлении (10 Па) разница в плотностях была очень мала, но она увеличивалась с увеличением давления. Большая разница в измеренных значениях  $n_i$  обусловлена именно изменением давления, поскольку остальные параметры плазмы остались неизменными (тип газа, напряжение, частота модуляции и др.). Увеличение плотности ионов при двукратном увеличении значения давления обусловлено увеличением плотности атомов аргона в плазменной среде, что существенно влияет на

увеличение плотности ионов при зажигании разряда. Поэтому дальнейшие измерения производились при давлении газа 20 Па.

Оба эффекта можно объяснить тем, что низкие частоты модуляции приводят к замедлению частиц плазмы, а, следовательно, к их локальному накоплению. Этот результат объясняется обратным влиянием различных частот модуляции на значения плотности, когда наблюдается увеличение плотности частиц плазмы при уменьшении частоты модуляции [140–142]. Термин "локальное накопление" указывает на увеличение значений плотности ионов, так как при низких частотах модуляции время  $T_{off}$  (случай, когда плазма выключена) меньше, чем при высоких частотах модуляции. Например, для 5 кГц значение  $T_{off}$  равно  $2 \cdot 10^{-4}$  сек, а для 30 кГц  $0,3 \cdot 10^{-4}$  сек. Последнее означает, что при малых значениях частоты модуляции частицы плазмы замедляются из-за малых энергии, тогда как при высоких частотах обратное взаимодействие электрического поля происходит в 6 раз быстрее, при сравнении с результатами при 5 и 30 кГц.

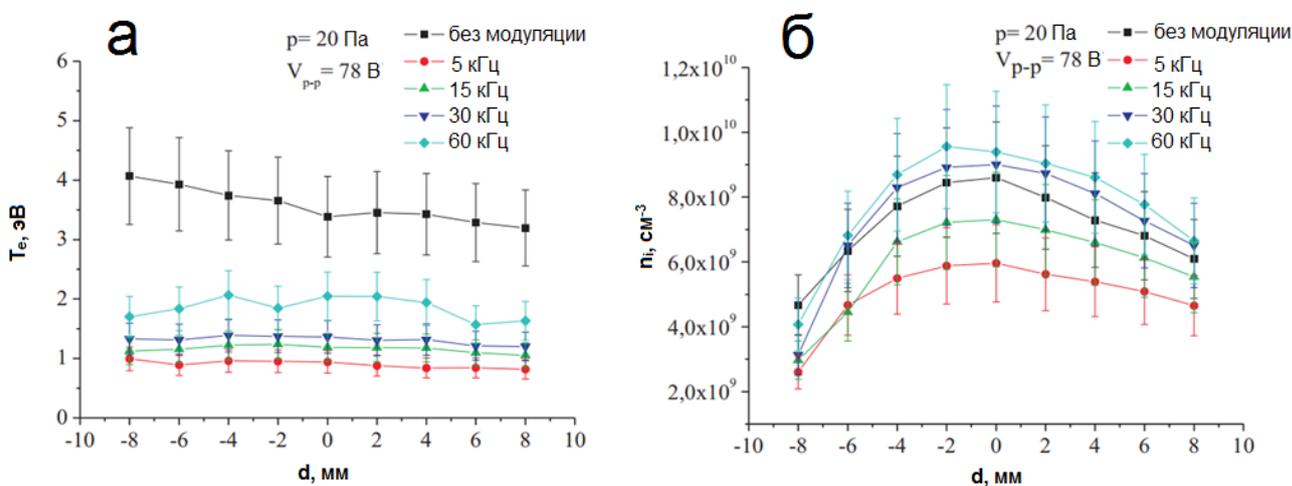


Рисунок 3.22 – Аксиальные распределения температур электронов и концентрации ионов плазмы аргона ВЧ разряда при разных значениях частоты модуляции

На рис.3.22а показаны аксиальные распределения электронной температуры в ВЧ-аргонной плазме при различных значениях частоты модуляции, полученных при 78 В. При этом напряжении частота модуляции имеет тот же эффект, что и при меньших значениях частоты модуляции, т.е. температура электронов уменьшается почти на 4 порядка. На низких частотах время послесвечения разряда будет большим по сравнению с большими частотами и за это время влияние электрического поля на частицы плазмы будет небольшим, что приводит к замедлению частиц. А на больших частотах время послесвечения сокращается, что означает меньшее время, затрачиваемое на эти частицы в отсутствие электрического поля.

Однако, как видно из рисунка 3.22б, распределение плотности ионов имеет очень сильную зависимость от значения напряжения (78 В). При таком напряжении уменьшение частоты модуляции с 60 кГц до 5 кГц приводит к

увеличению плотности ионов, что противоположно тенденции, показанной на рисунке 3.21б. При относительно более низких напряжениях ВЧ разряда (40 В) на расстоянии от -4 до 8 мм (от центральной точки) в межэлектродном промежутке плотность ионов имеет несколько иное распределение, например, при 30 и 60 кГц значения в указанных точках превышают значения для режима без модуляции ВЧ сигнала. Однако при -8 мм с увеличением частоты модуляции от 5 до 60 кГц плотность ионов возрастает до значения порядка  $4 \cdot 10^{-9} \text{ см}^{-3}$ , не превышающего начального значения при отсутствии модуляции [143].

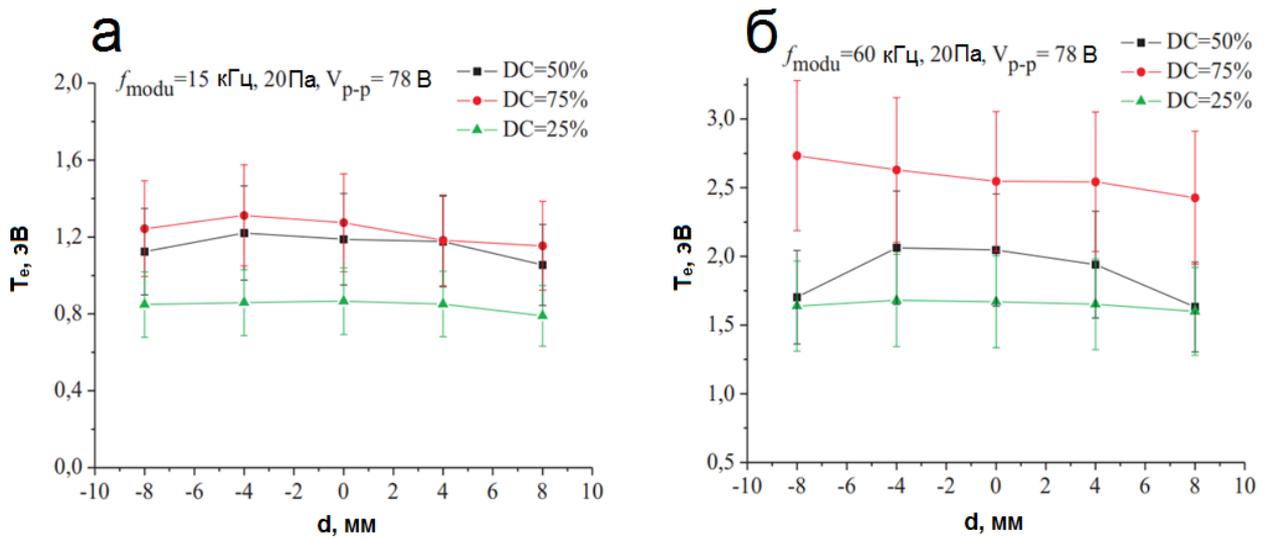


Рисунок 3.23 – Аксиальные распределения температур электронов плазмы аргона ВЧ разряда при разных значениях DC

На рисунках 3.23 и 3.24 приведены аксиальные температуры электронов и концентрации ионов плазмы аргона ВЧ разряда при разных значениях коэффициента заполнения (DC) при фиксированных значениях частоты модуляции 60 кГц, давлении в камере 20 Па и напряжении разряда 78 В.

На рисунке 3.23а показано, что при коэффициентах заполнения 50% и 75% электронная температура  $T_e$  имеет одинаковую величину  $\approx 1,2 \text{ эВ}$  в каждой точке, тогда как при 25% температура электронов уменьшается. В случае 60 кГц температура электронов выше значений, полученных при 15 кГц. Это явление можно объяснить различным временем горения плазмы, которое зависит от частоты модуляции и значения постоянного тока. Например, при частоте модуляции 15 кГц и постоянном токе 50% и 75% температурное распределение электронов в аксиальном направлении межэлектродного промежутка имеет одинаковое значение, однако при постоянном токе 25% электроны не могут получить достаточно энергии, что вызывает снижение температуры электронов. На рисунке 3.23б показано, что при частоте модуляции 60 кГц и 75% электроны способны получать достаточное количество энергии, о чем свидетельствует повышение температуры, тогда как при постоянном токе 50% и 25% температуры электронов имеют более низкие значения по сравнению с результатами при 75%.

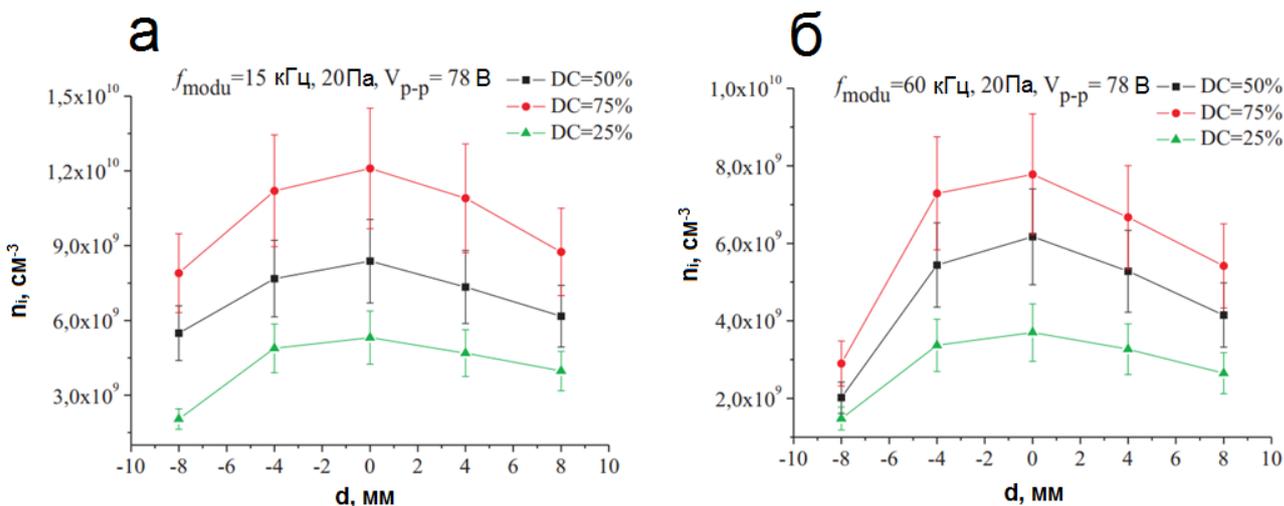


Рисунок 3.24 – Аксиальные распределения концентрации ионов плазмы аргона ВЧ разряда при разных значениях DC

На рисунках 3.24а и 3.24б показаны зависимости распределения плотности ионов от частоты модуляции и величины коэффициента заполнения. Графики показывают, что при малых значениях частоты модуляции (15 кГц) в каждой из исследуемых точек плотности ионов выше плотностей, полученных при 60 кГц. Единственная разница наблюдается при -8 мм, где при значении постоянного тока 25%, независимо от значений частот модуляции, плотности ионов остаются неизменными ( $\sim 2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$ ). Сравнивая результаты, полученные для различных частот модуляции, можно предположить, что низкая частота модуляции вызывает накопление ионов, приводящее к увеличению плотностей ионов, что видно из сравнения всех точек двух графиков. На рисунке 3.24б показано, что при 60 кГц плотности ионов в исследуемых точках уменьшаются, и это уменьшение можно объяснить различными значениями времени горения плазмы при различных частотах модуляции, как и в случае электронной температуры (рисунок 3.23).

По итогам данной части работы можно заключить, что электронная температура и плотность ионов сильно зависят от модуляции применяемого высокочастотного сигнала. Эти параметры в 4 раза ниже в модулированной аргоновой плазме на частоте 5 кГц, чем в непрерывной ВЧ аргоновой плазме. Установлено, что при низком давлении модулированный сигнал не влияет на плотность ионов, так как различия в измерениях получены только при высоких значениях давления (20 Па). Можно предположить, что равномерные изменения параметров модуляции приводят к нелинейным изменениям параметров ВЧ аргоновой плазмы. Кроме того, анализ экспериментальных результатов показывает, что при меньшем рабочем цикле значения  $T_e$  и  $n_i$  ниже.

Таким образом, были поставлены эксперименты по исследованию свойств ВЧ газового разряда в модулированном режиме на установке РК-3 plus, которая ранее использовалась для экспериментальных работ по исследованию плазменных сред в условиях микрогравитации. Данный вид разряда широко используется для создания поверхностей с заданными свойствами

(гидрофильные и гидрофобные). Для измерения температуры электронов и концентраций ионов плазменной среды на данной установке был использован двойной зонд. Зондовая диагностика показала, что при больших значениях частоты модуляции (60 кГц) аксиальное распределение температуры электронов в плазме приближается к нормальному значению ( $\sim 4$  эВ), тогда как при малых значениях частоты (5 кГц) температура электронов снижается в почти 4 раза.

## **4 ПОЛУЧЕНИЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ УГЛЕРОДА НА УСТАНОВКЕ ИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО УСКОРИТЕЛЯ И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ СВОЙСТВ**

В настоящее время существует значительный интерес к проблеме образования продуктов эрозии в установках термоядерного синтеза. Пыль и осаждаемые пленки в токамаках играют, в основном, отрицательную роль, во-первых, в связи с накоплением дорогого и радиоактивного трития, во-вторых, поскольку являются хорошими катализаторами при возможных прорывах воды в камеру установки и образовании взрывоопасного количества водорода. Поэтому, для создания термоядерного реактора необходимы знания о механизмах формирования пленок и пыли, их свойствах (в том числе температура, поверхность пленок, заряд и механизм зарядки пылевых частиц), условиях образования пыли и пленок на стенках реактора, продолжительности их существования.

### **4.1 Экспериментальная установка импульсного плазменного ускорителя и ее энергетические характеристики**

Для исследования процесса образования пыли и пленок с наноструктурированными поверхностями была использована экспериментальная установка, собранная в НИИЭТФ, на основе плазменного ускорителя. На рисунке 4.1 показана принципиальная схема основных узлов экспериментально установки.

Установка состоит из трех основных частей:

- Системы электродов коаксиального типа;
- Системы вакуумных насосов, предназначенных для получения вакуума внутри камеры;
- Системы зарядо-накопительных конденсаторов.

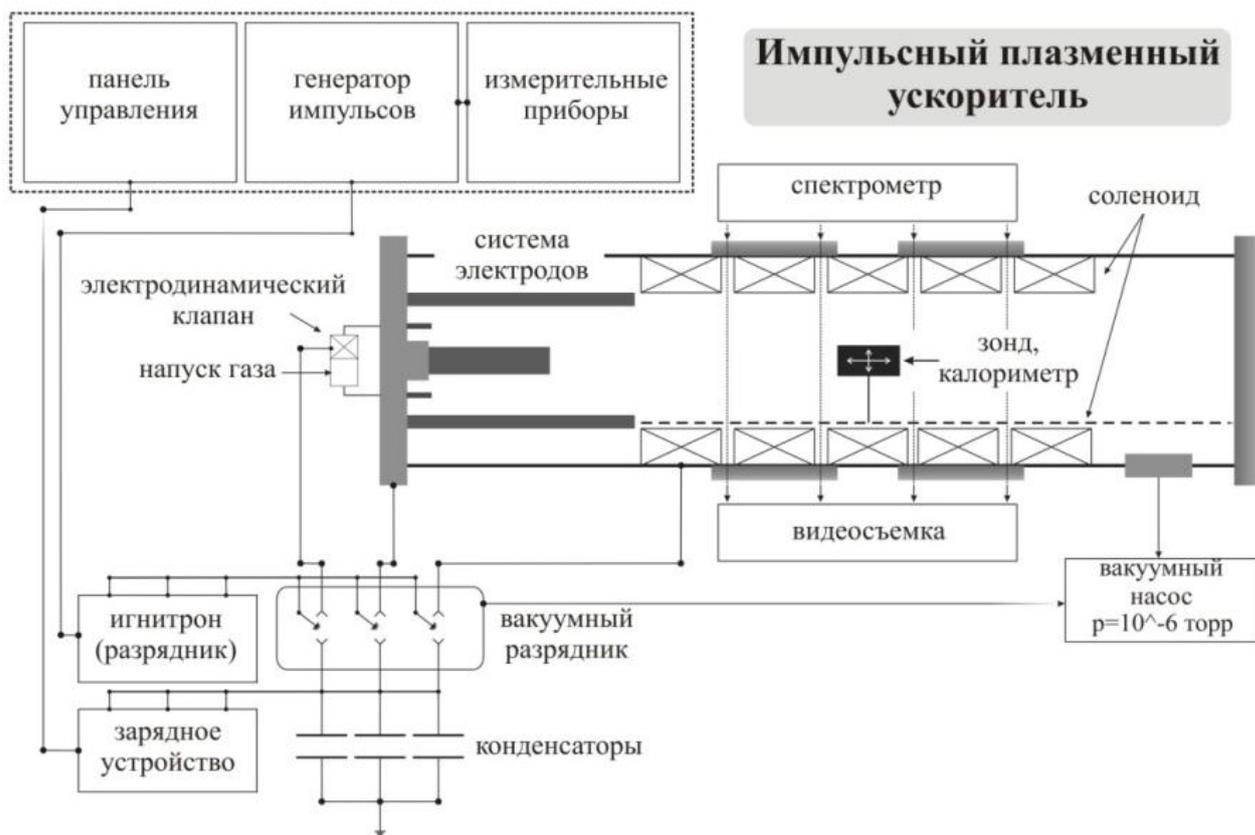


Рисунок 4.1 – Принципиальная схема импульсного плазменного ускорителя (ИПУ)

Механизмы ускорения плазмы различны, но в основном это связано с тем, что при зажигании плазмы появляется собственное магнитное поле, которое взаимодействует с компонентами тока плазмы, при этом создавая ускоряющую силу, силу-Ампера [144, с. 23].

Принцип работы установки основан на ускорении плазменного сгустка (2) (рисунок 4.2), сформированного в межэлектродном пространстве при электрическом разряде собственным магнитным полем, воздействием силой Лоренца

$$F = j \cdot B, \quad (4.1)$$

эквивалентной магнитному давлению

$$P = B^2 / (2\mu_0), \quad (4.2)$$

где  $j$  – плотность тока;  $B$  – напряженность магнитного поле;  $\mu_0$  – магнитная проницаемость. Для этого к коаксиально расположенным электродам (1) прикладывается высокое напряжение, а в рабочей камере создается высокий вакуум, достаточный для развития разряда. Разряд в межэлектродное пространство подается с помощью разрядника (R). Разрядник представляет собой два круглых плоскопараллельных медных диска, разделенных

изолятором из капролона. Вакуум создается отдельным форвакуумным насосом. Пробой вакуумного промежутка осуществляется при зажигании иницирующего искрового разряда, для чего по периметру дисков разрядника установлены три поджигающих электрода. Напряжение для поджига подается от высоковольтных конденсаторных батарей (С) [144, с. 28].

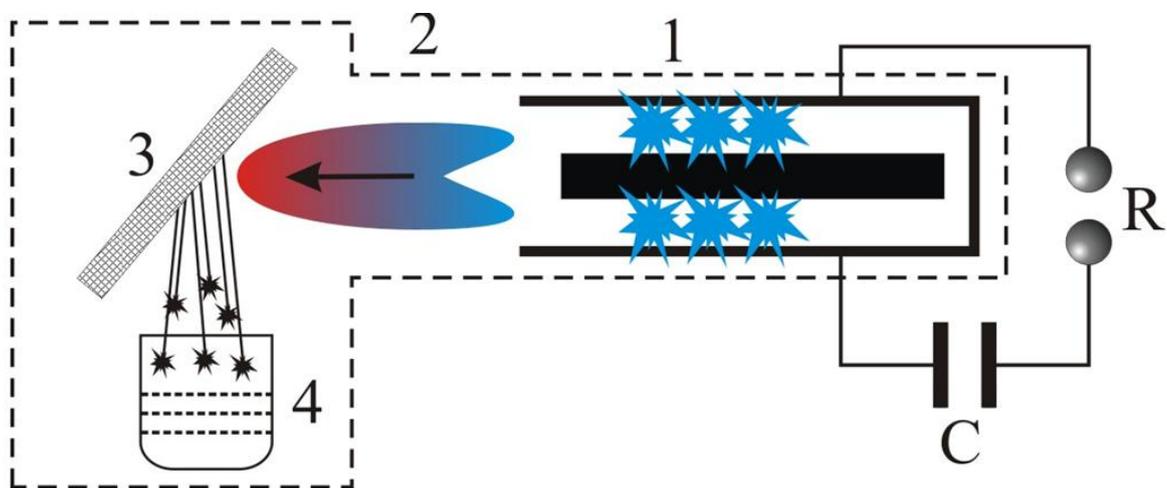


Рисунок 4.2 – Иллюстрация к объяснению принципа работы ИПУ

На рисунке 4.3 приведено фотоизображение ИПУ, расположенного в лаборатории пылевой плазмы и плазменных технологий в НИИЭТФ при КазНУ им. аль-Фараби.



Рисунок 4.3 – Фотография ИПУ

*Энергетические характеристики ИПУ.* Основным параметром импульсно-плазменного потока является его энергетические свойства. Для определения энергии плазменного шнура, в целом приходящегося на единицу площади мы использовали диагностический прибор – проволочный калориметр (рисунок 4.4) [145, 146]. Принципиальная схема показана на данном рисунке. Калориметр из последовательно соединенных проволок был присоединен к электрической схеме для регистрации сигналов. Метод основан на том, что при прохождении плазмы через проволоки, их сопротивление увеличивается от начального из-за нагрева [144, с. 25].

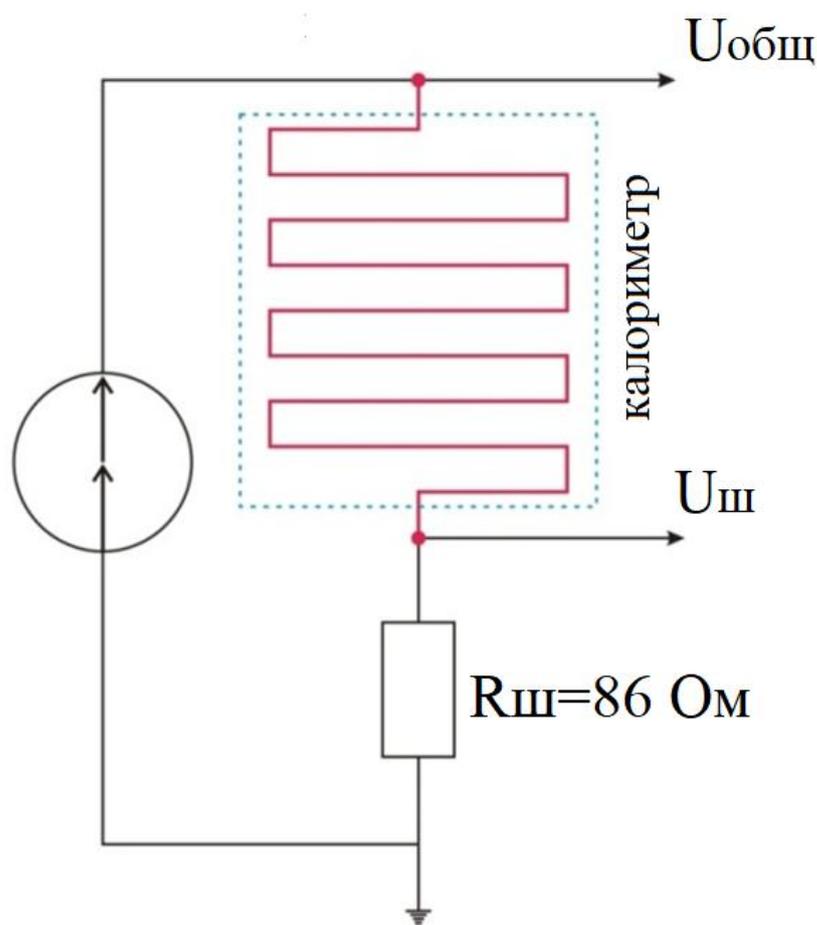
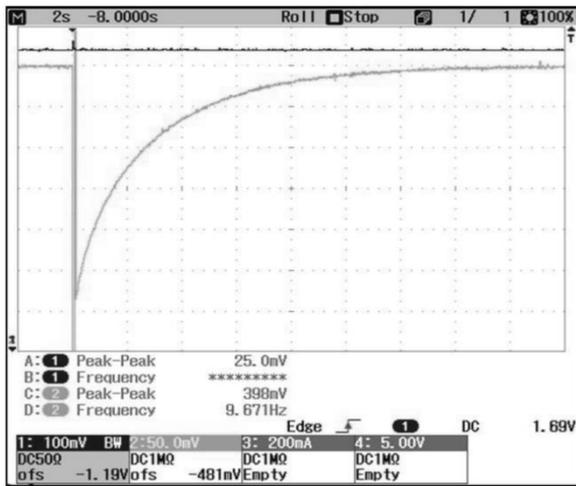
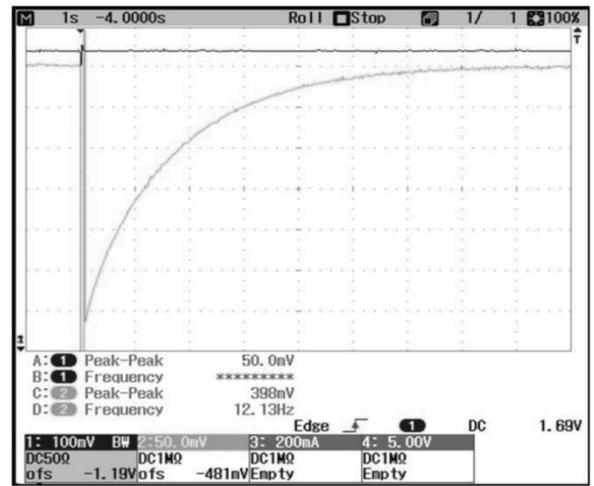


Рисунок 4.4 – Принципиальная схема проволочного калориметра

Нагрев происходит за счет поглощенной энергии плазмы проволоками, которые питаются постоянным напряжением с помощью батарейки. На осциллограмме мы регистрируем общее напряжение, при прохождении плазмы через проволоку напряжение на шунтирующем резисторе уменьшается из-за увеличения сопротивления проволоки на  $\Delta R$ . Изгиб сигнала на осциллограмме (рисунки 4.5–4.6) связан с тем, что после нагрева, проволоки медленно остывают и сопротивление опять начинает приобретать свое начальное значение [144, с. 28, 147].



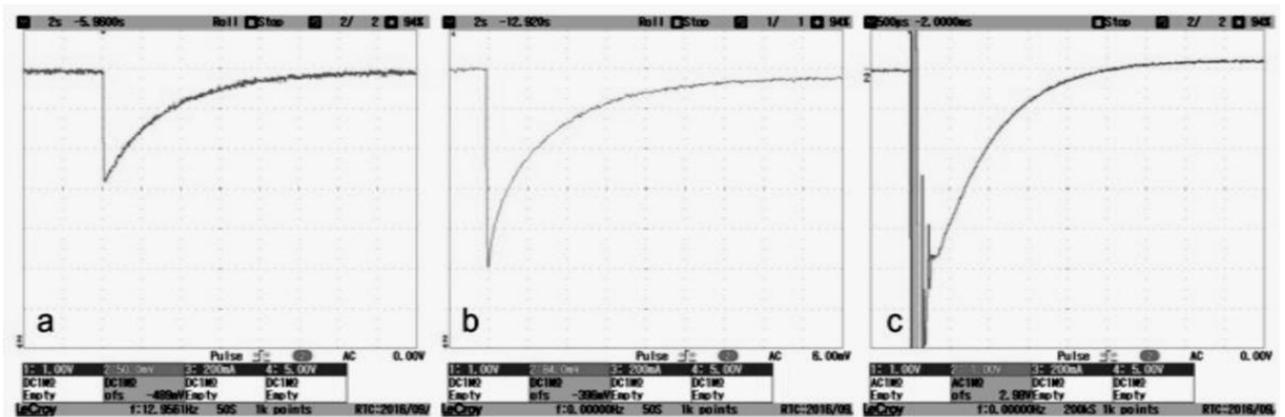
a)



b)

- a) –  $U=9,1$  kV;  $p=1,5 \cdot 10^{-2}$  торр;  
 b) –  $U=9,5$  kV;  $p=6 \cdot 10^{-1}$  торр;

Рисунок 4.5 – Осциллограммы изменения напряжения на проволочном калориметре



- a) –  $U=6,1$  kV;  $p=1,9 \cdot 10^{-2}$  торр;  
 b) –  $U=7,1$  kV;  $p=1,8 \cdot 10^{-2}$  торр;  
 c) –  $U=13,1$  kV;  $p=1,9 \cdot 10^{-2}$  торр;

Рисунок 4.6 – Осциллограммы изменения напряжения на проволочном калориметре

Из осциллограммы, определив изменение сопротивления на проволоке мы рассчитывали плотность энергии плазмы по следующим формулам:

$$\rho = \rho_0(1 + \alpha \Delta T), \quad (4.3)$$

где  $\rho_0$  – удельное сопротивление до начала нагрева,  $\alpha$  – температурный коэффициент,  $\Delta T$  – изменение температуры металла после нагрева его плазмой.

$$E_1 = \frac{c\rho_w S^2}{\alpha\rho_0} \Delta R, \quad (4.4)$$

где  $\rho_w$  – плотность вольфрама,  $c$  – удельная теплоемкость вольфрама,  $\rho_0$  – удельное сопротивление до начала нагрева,  $\alpha$  – температурный коэффициент сопротивления.

$$E = \frac{\Delta x}{d} \sum E_1, \quad (4.5)$$

где  $\Delta x$  – расстояние между проволоками вольфрама,  $d$  – диаметр проволок.

Полученные результаты по энергетическим характеристикам импульсной плазмы показаны в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты расчетов энергетических характеристик импульсной плазмы

$U_p$ , кВ	$\Delta R$ , Ом	$E_{\text{плазма}}$ , Дж	$\frac{E_{\text{плазма}}}{S}, \frac{\text{Дж}}{\text{см}^2}$
5	42,266	9,12	11,4
6	60,286	13	16,3
7	85,504	18,4	23
8	122,237	26,4	33
9	158,919	34,3	43
10	196,264	42,3	53
11	240,868	52	65
12	315,521	68,1	85
13	364,165	78,5	98

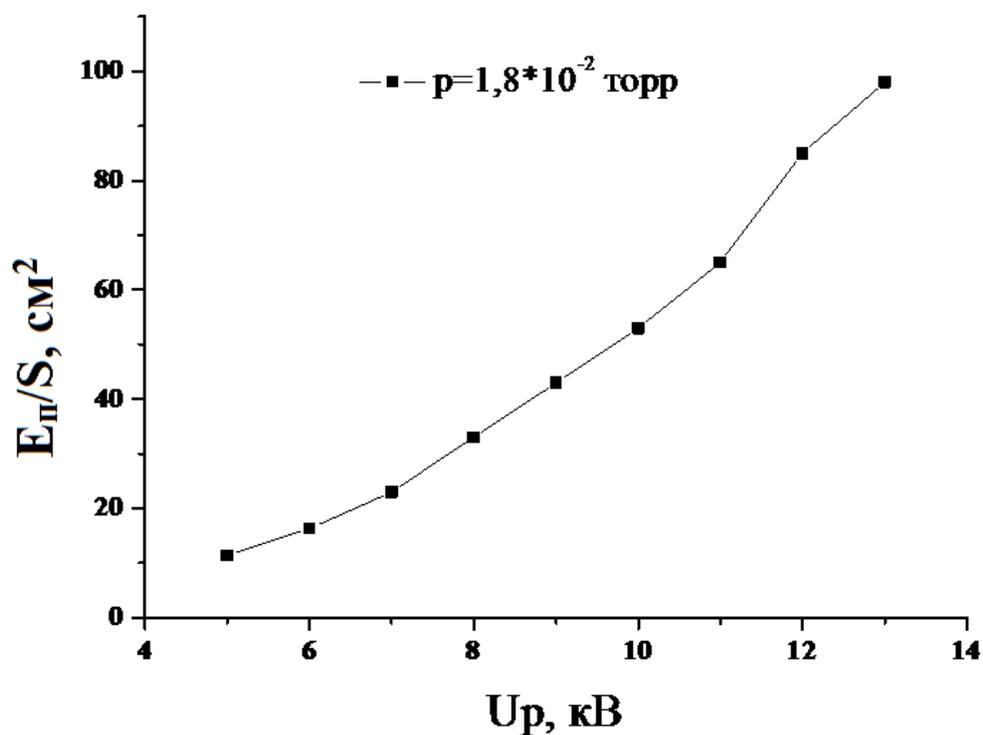


Рисунок 4.7 – Зависимость плотности энергии от напряжения разряда [145]

Видно, что при увеличении напряжения разряда количество поглощаемой теплоты на единице площади проволоки становится больше. Как мы знаем, заряженные частицы импульсной плазмы обладают кинетической энергией, которая зависит от напряжения разряда. Величина разрядного напряжения определяет величину кинетической энергии. Если его постепенно увеличивать, то подвижность заряженных частиц будет расти, и соответственно кинетическая энергия увеличивается. Вследствие чего, частицы передают эту энергию проволокам, поэтому мы получаем такую зависимость, как показано на рисунке 4.7.

Таким образом, максимальная плотность энергии импульсного потока составляет  $98 \text{ Дж/см}^2$ , что соответствует величине тепловой нагрузки, которую получает первая стенка термоядерной энергетической установки [144, с. 32, 148].

#### 4.2 Анализ поверхностей продуктов эрозии

*Исследование процесса образования наноструктурированных материалов в ИПУ.*

В нашем случае для исследования использовался графит как один из кандидатных материалов первой стенки современных термоядерных установок [149]. Пластина из графита (3) была расположена от источника плазмы на расстоянии 10 см, под углом к основной оси 40 градусов, как показано на рисунке 4.2. Такое расположение мишени связано с целью более точного моделирования геометрии и процесса эрозии в установках токамак, например, в Т-10. Методики диагностики и сбора пыли следующие. При взаимодействии

ускоренного плазменного сгустка с пластинкой графита на поверхности образуются наноструктурированные пленки и частицы пыли, которые за счет тепловой энергии попадают в контейнер для сбора образцов (4). Были случаи, когда внутри контейнера обнаруживались пленки, вырванные с поверхности графитовой пластины. Внутри контейнера коллектора расположен трех секционный фильтр из стальной сетки для предотвращения ухода пыли обратно в вакуумную камеру.

*Процесс образования наноструктурированных материалов.* На данном этапе работы были исследованы процессы прохождения плазменного шнура вдоль импульсного плазменного ускорителя и процесс пылеобразования при взаимодействии импульсного плазменного потока с графитовой мишенью в лаборатории пылевой плазмы и плазменных технологий НИИЭТФ при КазНУ имени аль-Фараби. Выбор графитового материала обуславливается тем, что графитовый материал является одним из возможных кандидатных материалов первой стенки термоядерного реактора [148].

Параметры экспериментов следующие: в экспериментах в качестве плазмообразующего газа был использован остаточный воздух, во многих экспериментах давление газа в камере оставалось постоянным, и оно составило  $1,8 \cdot 10^{-2}$  торр; напряжение зарядки конденсаторной батареи (общая емкость конденсаторной батареи составила  $C=100$  мкФ) ускорителя варьировалось от 3 до 14 кВ.

Как было показано в главе 2, средняя скорость импульсного плазменного потока составила  $\sim 20-30$  км/сек. Однако видеокамера, которая использовалась в работах, описанных в главе 2, не подходит для исследования процесса пылеобразования, ввиду того, что сам процесс протекания импульсного плазменного шнура и процесс образования пыли протекают несколько микросекунд. Поэтому видеозаписи экспериментов по исследованию взаимодействия импульсного плазменного потока с графитовой мишенью проводилась с помощью высокоскоростной камеры Phantom версии v2512 с максимальной частотой 677000 кадров в секунду. Данное устройство позволяет оценить толщину и скорость плазменного шнура с минимальной ошибкой [144, с. 30].

В нашем эксперименте для изучения динамики плазменного потока производились видеозаписи со скоростью 470000 кадров в секунду, так как данная частота съемки позволяла отчетливо зафиксировать развитие и движение импульсного плазменного потока. Так как срыв плазменного шнура сопровождается высокой интенсивностью свечения, видеосъемка производится через световой фильтр, который использовался для поглощения света [144, с. 32].

На рисунке 4.8 приведен зафиксированный кадр начала импульсного плазменного пучка. Также по результатам видеосъемки был определен диаметр плазменного шнура, который составил  $\sim 4$  см (рисунок 4.8).

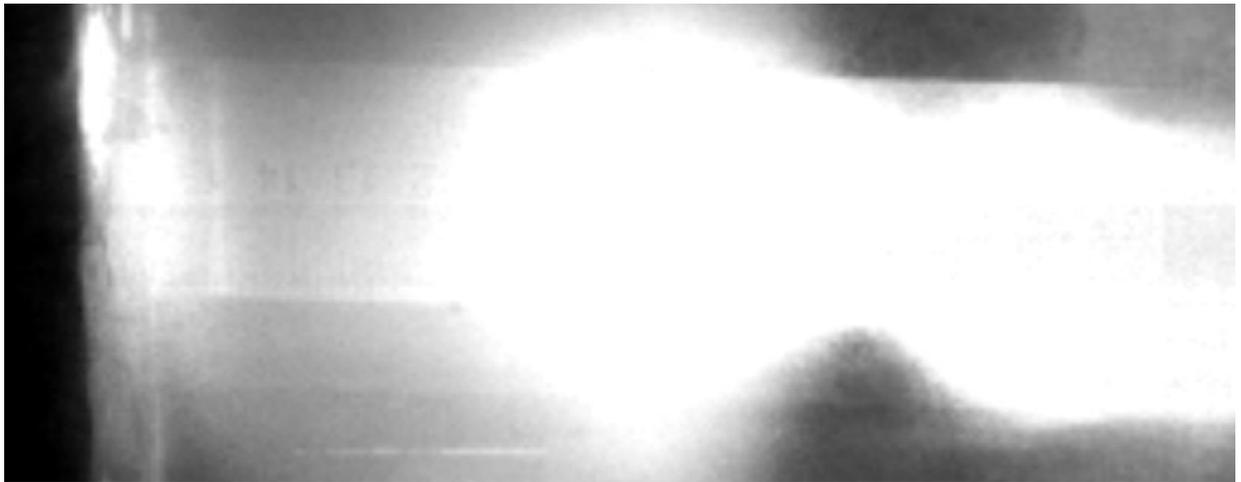


Рисунок 4.8 – Фотография начала импульсного плазменного пучка, вид сбоку

Таким образом, зная время между последующими кадрами, определялась скорость плазменного потока при напряжении 8 кВ, которая составила  $\sim 23$  км/сек.

После взаимодействия импульсного плазменного пучка с графитовой пластиной образуется пылевое облако. Появление пылевых частиц также было заснято на камеру. Данное явление представлено на рисунке 4.9, где отчетливо видно образованное облако из пылевых частиц (выделено белым кругом) после взаимодействия импульсного плазменного потока с графитовой мишенью [144, с. 32].

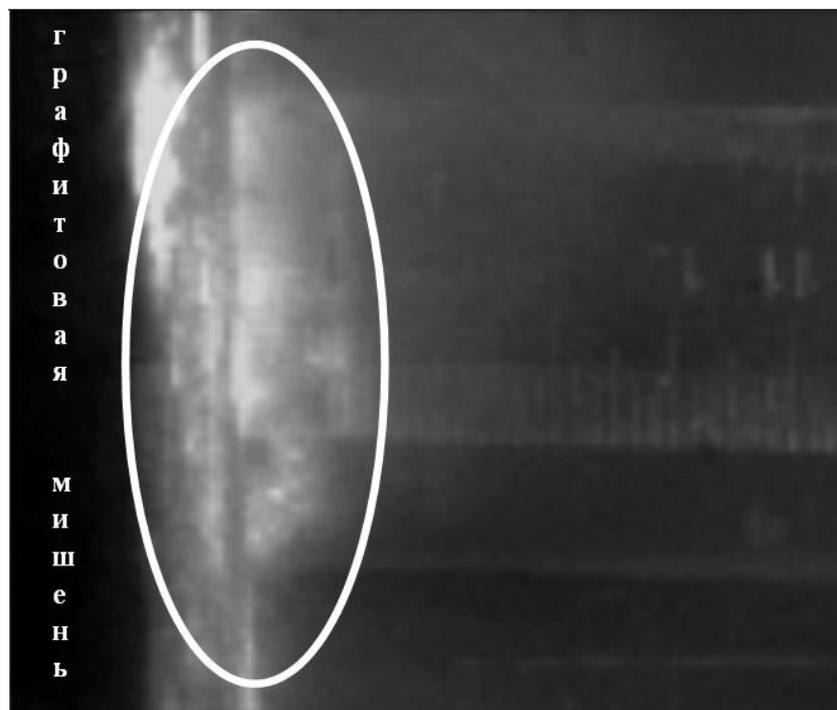


Рисунок 4.9 – Образованное пылевое облако вблизи графитовой мишени (вид сбоку)

После соударения плазменного потока с мишенью, образованные пылевые частицы собирались в отдельный контейнер для дальнейшего анализа. С помощью сканирующего электронного микроскопа были сделаны снимки полученных образцов (рисунок 4.10).

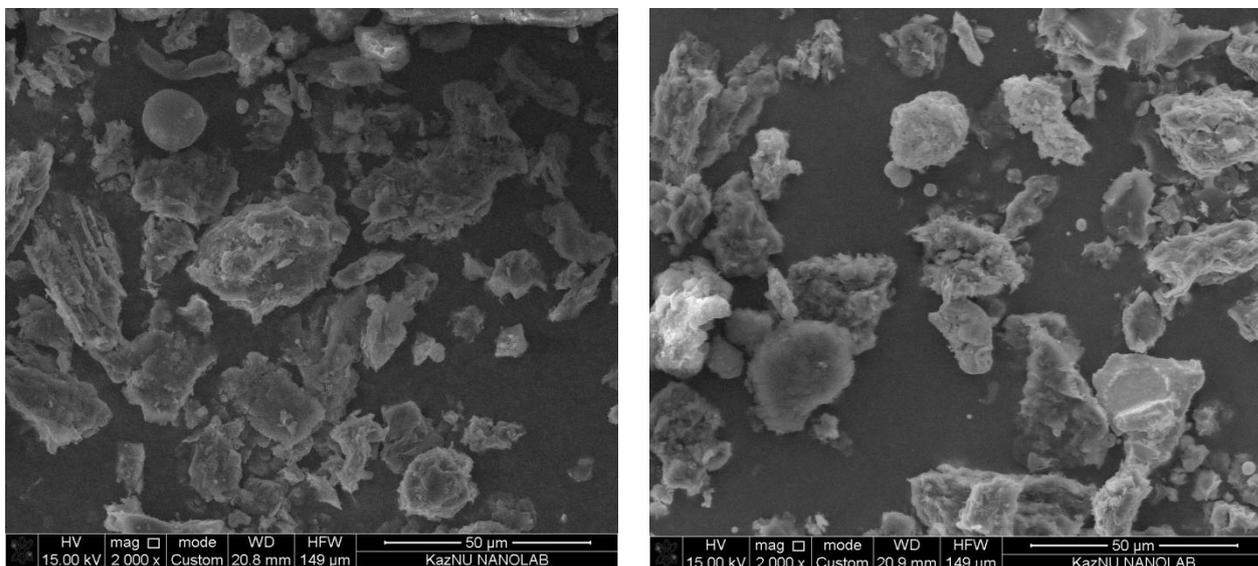


Рисунок 4.10 – СЭМ изображение полученных пылевых частиц графита после взаимодействия с импульсным плазменным потоком

Таким образом, полученные образцы подтверждали образование пленок и частиц с сильно развитыми фрактальными поверхностями, характеристика которых единична с результатами полученными на термоядерных установках. На рисунке 4.11 показана расплавленная область графитовой пластины после облучения двадцатью импульсами плазменного сгустка [144, с. 35].

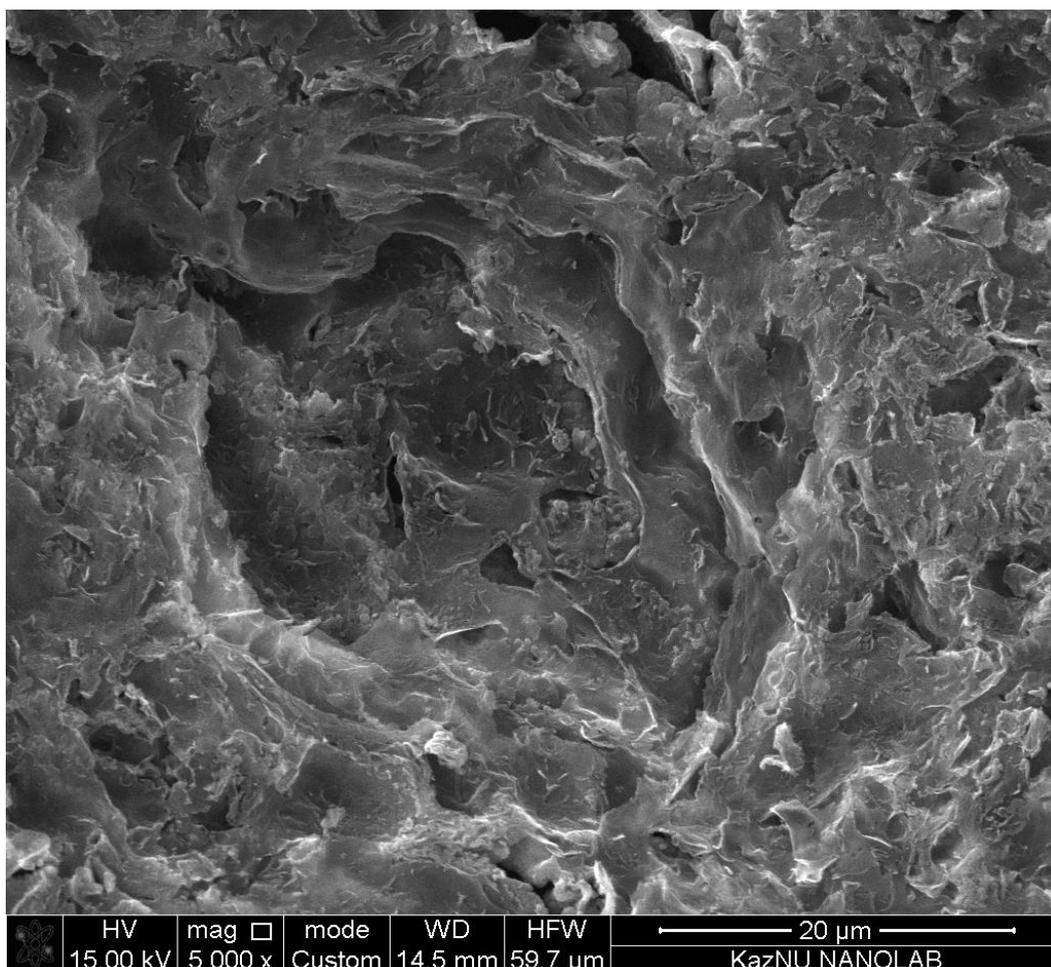


Рисунок 4.11 – Поверхность графитовой пластины после облучения плазмой

Как видно из рисунка поверхность имеет углубление, которое образовалось во время длительного (несколько миллисекунд) взаимодействия с плазменным потоком. Из рисунка 4.11 видно, что данный образец имеет несколько слоев, то есть является слоистой пленкой. Теперь рассмотрим пленки и пыли, оторванные от таких мест и упавшие в контейнерю. На рисунке 4.12 показана общая картина группы таких пленок и частиц [144, с. 36].

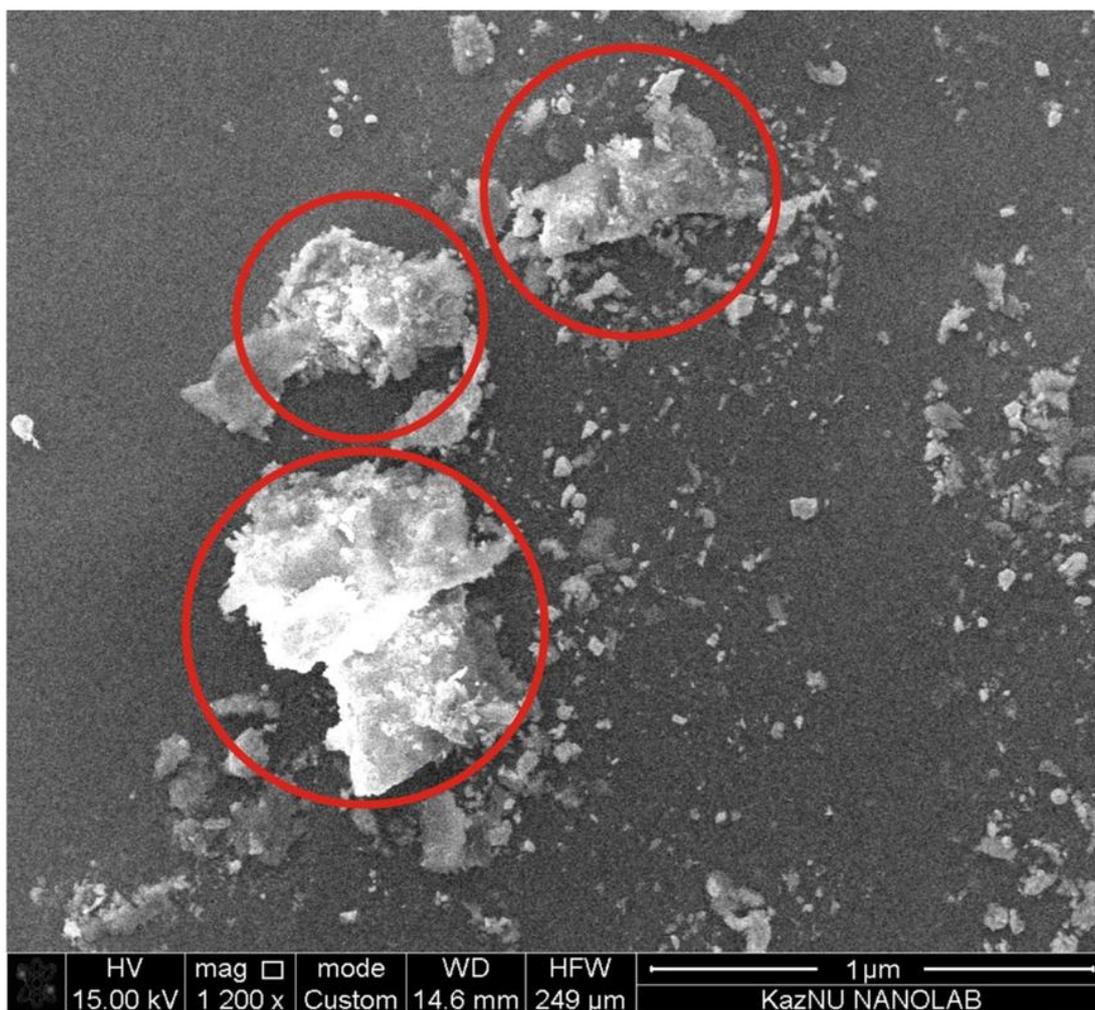


Рисунок 4.12 – Общий вид пленок и частиц (пыли) с наноструктурированными поверхностями

В большинстве случаев пленки с развитым рельефом имеют несколько иерархических уровней гранулы. Крупные гранулы состоят из более мелких элементов, которые, в свою очередь, состоят из еще более мелких. Такое образование характерно для фрактальных структур. Раньше предполагалось, что образованию такого вида структур способствует появление примеси, например, на поверхности вольфрамовой пленки образовался фрактальная структура из примеси C, J, Ca Fe, Cr, Cu [150]. Один из примеров фрактальной структуры собственного материала полученного в ходе данного эксперимента представлен на рисунке 4.13. Заметно, что эти структуры состоят из разветвленных структур типа «цветной капусты», рост таких структур может быть связан как с процессом осаждения, так и с процессом диффузии адатомов. Для этого требуется одновременное выполнение следующих условий [144, с. 38].

- а) Поток атомов должен быть изотропным, температура подложки мала (~300 К).
- б) Необходимо наличие начальной неровности.

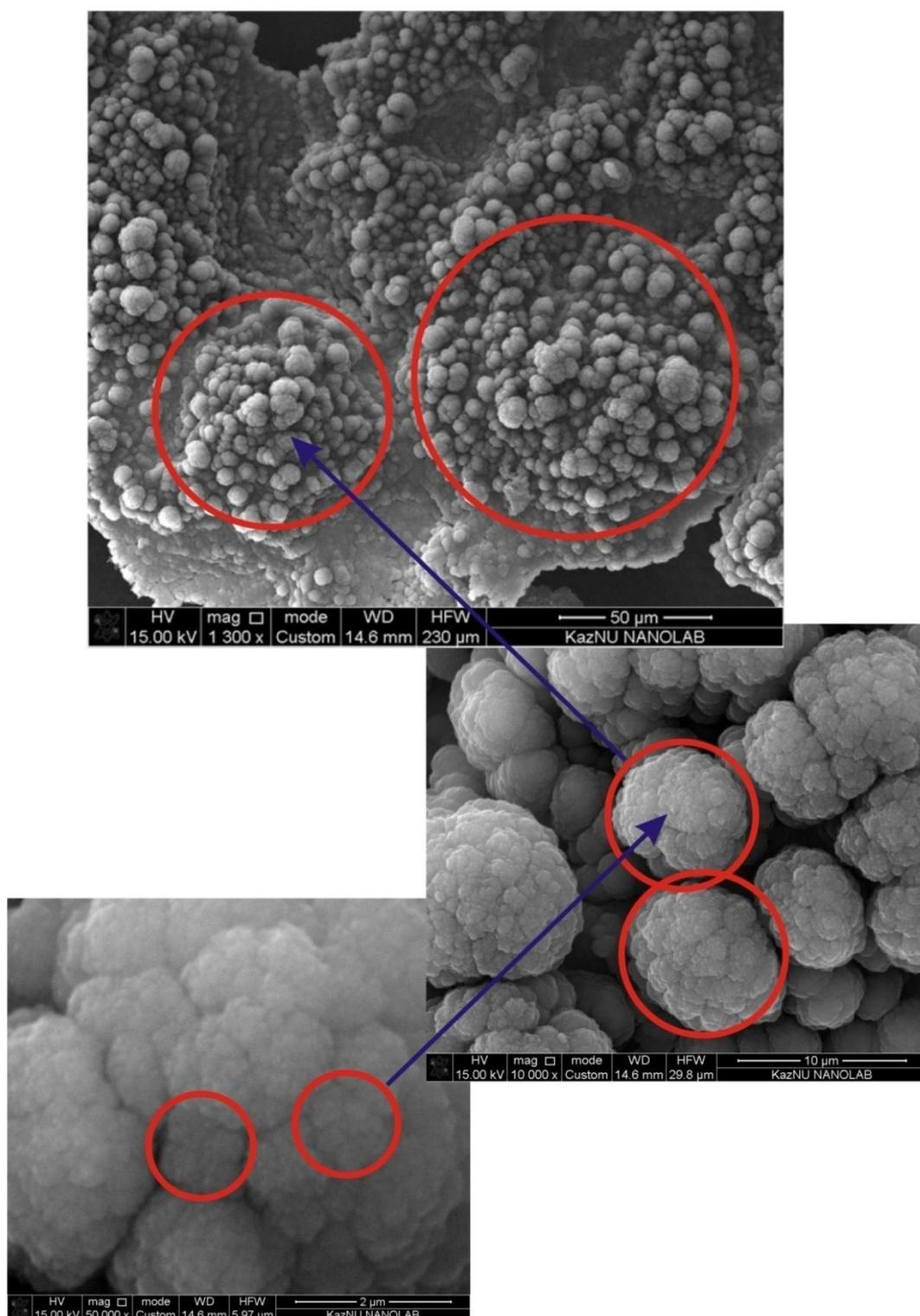


Рисунок 4.13 – Фрактальная структура частицы графита

Причиной появления пленки с различным рельефными поверхностями может быть образование устойчивых кластеров или результатом неравномерного образования зародышей определенных размеров. При больших значениях температуры поверхности, возможен перенос адатомов к более горячим элементам рельефа (к поверхности пленки) вследствие убывания энергии активации диффузии с ростом температуры. Это способствует

образованию развитой структуры на поверхности, как показано на рисунке 4.14.

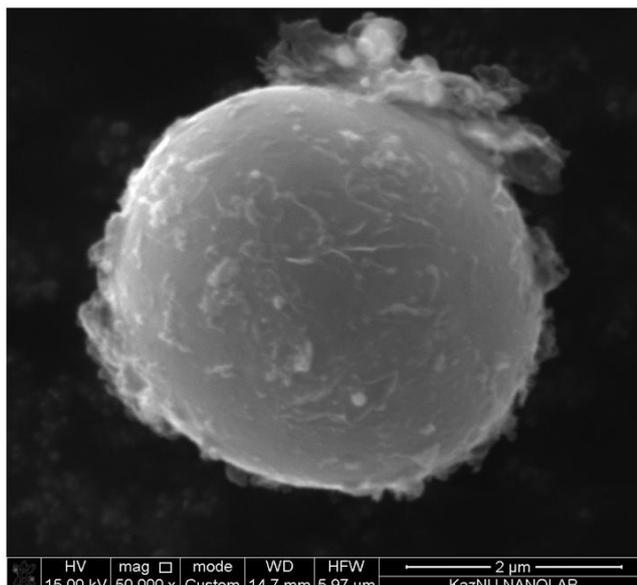


Рисунок 4.14 – Вид поверхности углеводородных частиц, полученный с помощью электронного микроскопа

Кроме того, росту кластеров может способствовать их кристаллическая структура: преимущественно растут кристаллы, у которых ось перпендикулярна грани с наименьшей плотностью (законы Шубникова и Бравэ), а также лучшее закрепление на вершинах кластеров в силу большей кривизны (и, следовательно, большего количества ловушек для адатомов) таких участков поверхности [144, с. 39].

Таким образом, приведенные экспериментальные результаты характеризуют свойства пленок и пылевых частиц в токамаках и других плазменных установках. Тем самым дают возможность получать более глубокую информацию об их свойствах и могут объяснить процессы пылеобразования и образовании пленок в современных термоядерных плазменных установках.

Согласно классическому определению, к фракталам относятся объекты, обладающие свойствами самоподобия, масштабной инвариантности и имеющие иерархическое строение. Самоподобие означает, что в пространственном распространении (дальнем порядке) фрактала отсутствуют какие-либо характерные размеры, с которыми можно сравнить размеры составных частей ансамбля. Все части и локальные области фрактального ансамбля самоподобны. При отсутствии характерных размеров система должна обладать одинаковыми свойствами во всех масштабах, так как ни одна область масштабов не может быть выделена по сравнению с другими. Поэтому принцип самоподобия фрактальных структур принято связывать с масштабной инвариантностью. Все части фрактала подобны самим себе на любой ступени

рассмотрения и при этом подобны всему фракталу в целом. Это характеризует третий признак фрактала – иерархичность [151].

*Анализ поверхностей графитовых мишеней и продуктов эрозии с помощью сканирующего электронного микроскопа.* Анализ поверхности образцов можно провести с помощью разных методов микроскопии, основными достоинствами которых являются точность получаемой информации и многофункциональность того или иного устройства наблюдения. Но, тем не менее, каждое устройство имеет свой предел возможностей. Так, например, для туннельной и атомно-силовой микроскопии поверхность исследуемых образцов может иметь пористую и шероховатую структуру, глубина пор которых не должна превышать  $\sim 100$  нм. Поскольку данные методы микроскопии основываются на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом (наноразмерная игла), то исследование наших образцов может привести к повреждению зонда. Поэтому на данном этапе работы были применены: сканирующий электронный и оптический микроскоп для исследования поверхности образцов графитовых мишеней, рамановский спектрометр для получения информации о дефектности и структурной характеристики образцов.

Для синергетического анализа получаемых продуктов эрозии вследствие взаимодействия импульсного плазменного пучка с графитовой мишенью, был сделан следующий эксперимент: в качестве исследуемых образцов выбрали 5 графитовых пластин, расположение которых показано на рисунке 4.15. Образцы №1-4 были расположены по краям фторопластовой подложки, а средний образец под номером №5 был размещен в центре над металлическим стержнем. В нижней части этой системой располагался контейнер для сбора частиц-продуктов эрозии [152, 153].

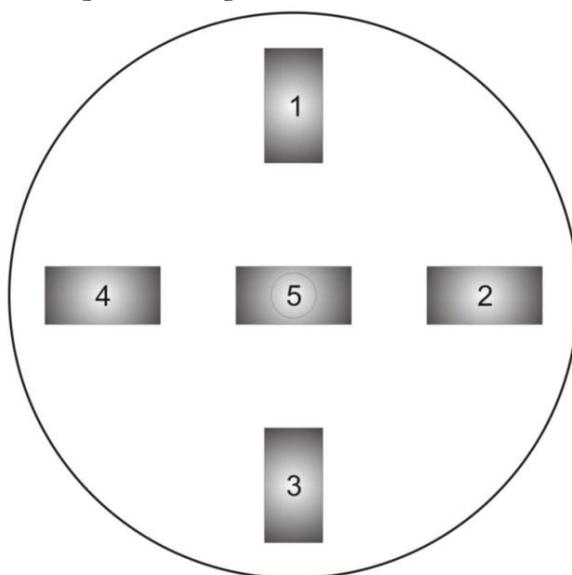
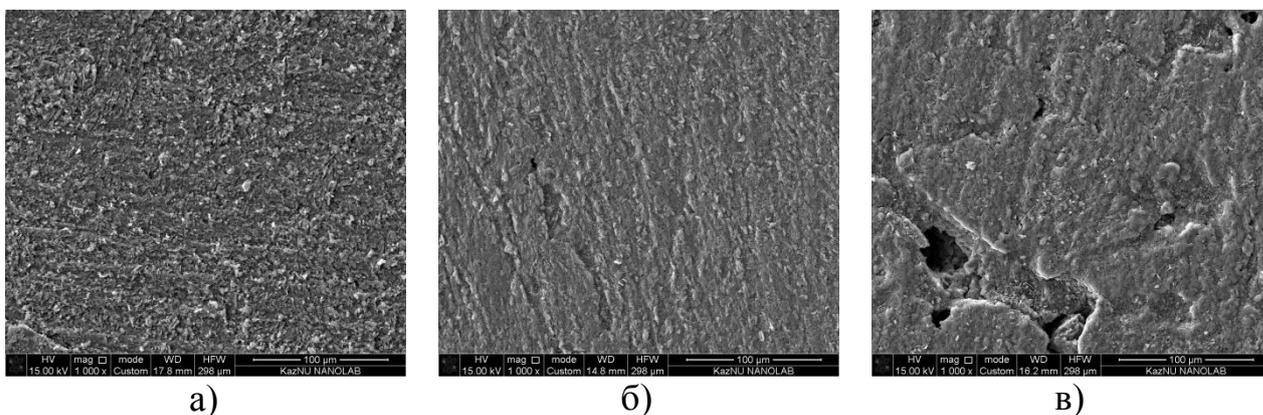


Рисунок 4.15 – Расположение графитовых пластин

После взаимодействия графитовых мишеней с импульсным плазменным потоком, поверхности мишеней подвергаются эрозии, вследствие чего

образуются пылевые частицы. Далее с помощью разных методов микроскопии были исследованы свойства поверхности графитовых мишеней и собранных частиц.

На данном этапе приведены результаты по анализу поверхностных свойств графитовых пластин и продуктов эрозии, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа при разных значениях кратности увеличения.



а)

б)

в)

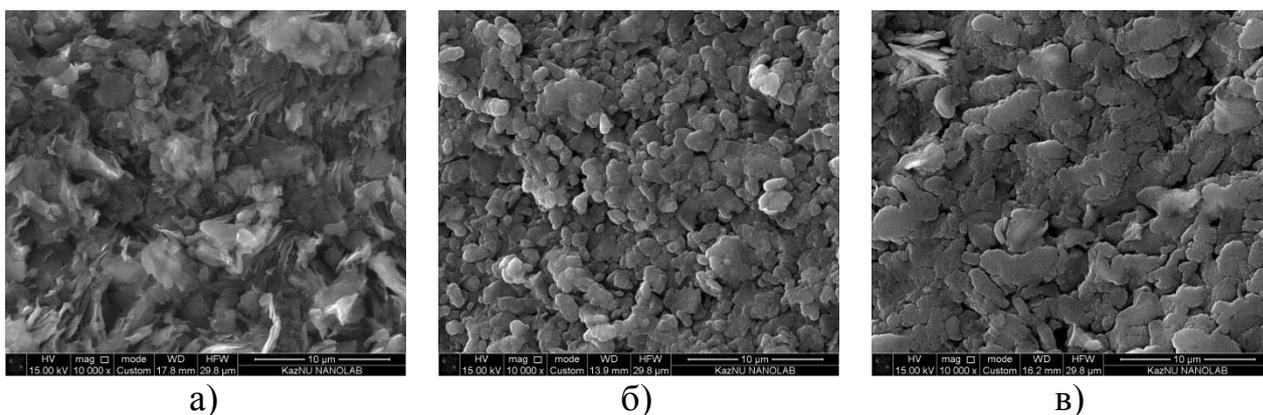
а) исходный образец

б) образцы №1-4

в) образец №5

Рисунок 4.16 – Поверхность графитовой пластины в 1000 кратном увеличении

Как видно из рисунка 4.16а, исходный вид графитовой пластины имеет более шероховатую поверхность. После взаимодействия с импульсным плазменным потоком поверхности меняются, также заметно, что поверхность графитовых пластин, которые находились по краям, существенно отличается от образца №5, который был расположен в центре подложки (рисунки 4.16б и 4.16в).



а)

б)

в)

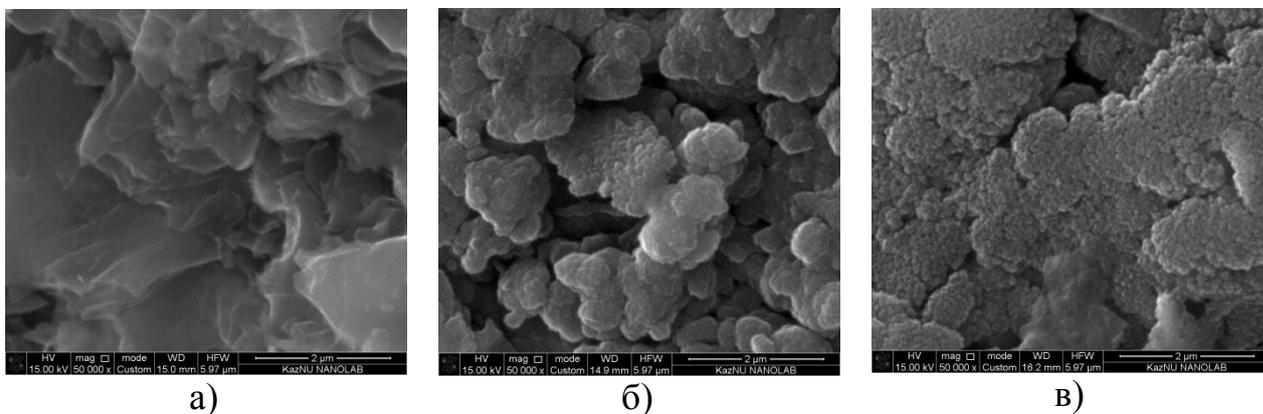
а) исходный образец

б) образцы №1-4

в) образец №5

Рисунок 4.17 – Поверхность графитовой пластины в 10000 кратном увеличении

При 10000 кратном увеличении отчетливо видно, что поверхности образцов после взаимодействия с импульсным плазменным потоком становятся сглаженными и шероховатость исчезает (рисунки 4.17б и 4.17в), а вместо этого появляются поверхности с фрактальными структурами (рисунки 4.17б и 4.17в).



- а) исходный образец
- б) образцы №1-4
- в) образец №5

Рисунок 4.18 – Поверхность графитовой пластины в 50000 кратном увеличении

Как видно из рисунков 4.18а-4.18в, поверхности образцов пористые и имеют самоподобный рельеф. Надо отметить то, что графитовые пластины подвергались 21 импульсам плазменного потока. На рисунке 4.19 показана поверхность продуктов эрозии и как видно из рисунка, поверхности полученных образцов материала мишеней также являются фрактальными. Это свидетельствует о том, что частицы, оторванные с поверхности графитовых мишеней, некоторое время находятся в плазме, после чего они обретают фрактальную поверхность [154, 155].

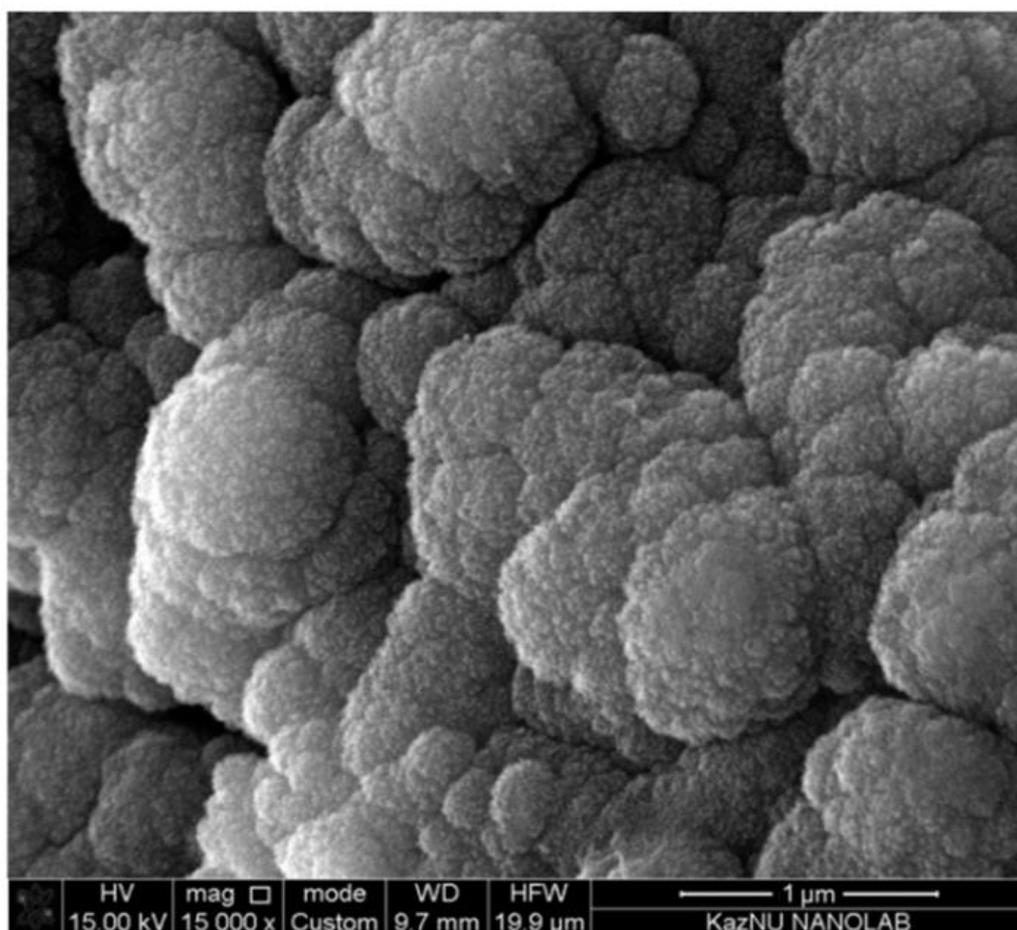


Рисунок 4.19 – Поверхность продуктов эрозии

#### 4.3 Анализ поверхностей частиц и графитовых мишеней с помощью Рамановского спектрометра

Известно, что в основе Рамановской спектроскопии (спектроскопия комбинационного рассеяния) лежит способность исследуемых систем к неупругому рассеянию монохроматического света. Суть данного метода спектроскопии заключается в том, что через образец исследуемого вещества пропускают луч с определенной длиной волны, который при контакте с образцом приводит к осцилляционному движению узлов кристаллической решетки образца, вследствие чего последние начинают испускать фононы. При регистрации фононов, лучи собираются в один пучок с помощью линзы и пропускаются через светофильтр, отделяющий слабые (0,001 % интенсивности) рамановские лучи от более интенсивных (99,999 %) рэлеевских. Рамановские лучи усиливаются и направляются на детектор, который фиксирует частоту их колебания [156]. Наши образцы графитовых пластин были исследованы с помощью Рамановского спектрометра NT-MDT NTegra Spectra с длиной волны лазера 473 нм.

Как известно, в типичном спектре графита присутствуют три пика: первый пик D при  $1351 \text{ см}^{-1}$  называют «дефектной рамановской зоной», который обусловлен неупругим рамановским рассеянием на дефектах структуры, второй

пик G при  $1580\text{ см}^{-1}$  соответствует спектру фононов кристалла графита вблизи центра зоны Бриллюэна ( $1580\text{-}1582\text{ см}^{-1}$ ) [157] и третий пик 2D при  $2700\text{ см}^{-1}$  имеет составную природу (обертоны), соответствует удвоенной частоте «дефектной рамановской зоны». Соотношение между интенсивностью G пика ( $I_G$ ) и D пика ( $I_D$ ) дает оценку дефектности ( $I_G/I_D$ ), а также соотношение  $I_G/I_{2D}$  дает оценку дефектности слоев [144, с. 42, 158-160].

На рисунке 4.20 показан Рамановский спектр исходного графита, положение G (graphite) пика –  $1582\text{ см}^{-1}$ , что является табличным значением для пиролитического графита. Пик D (disorder) при  $1360\text{ см}^{-1}$ , как было указано выше, отвечает за дефектность структуры и в случае микрокристаллического графита его интенсивность растет с уменьшением размера зерен.

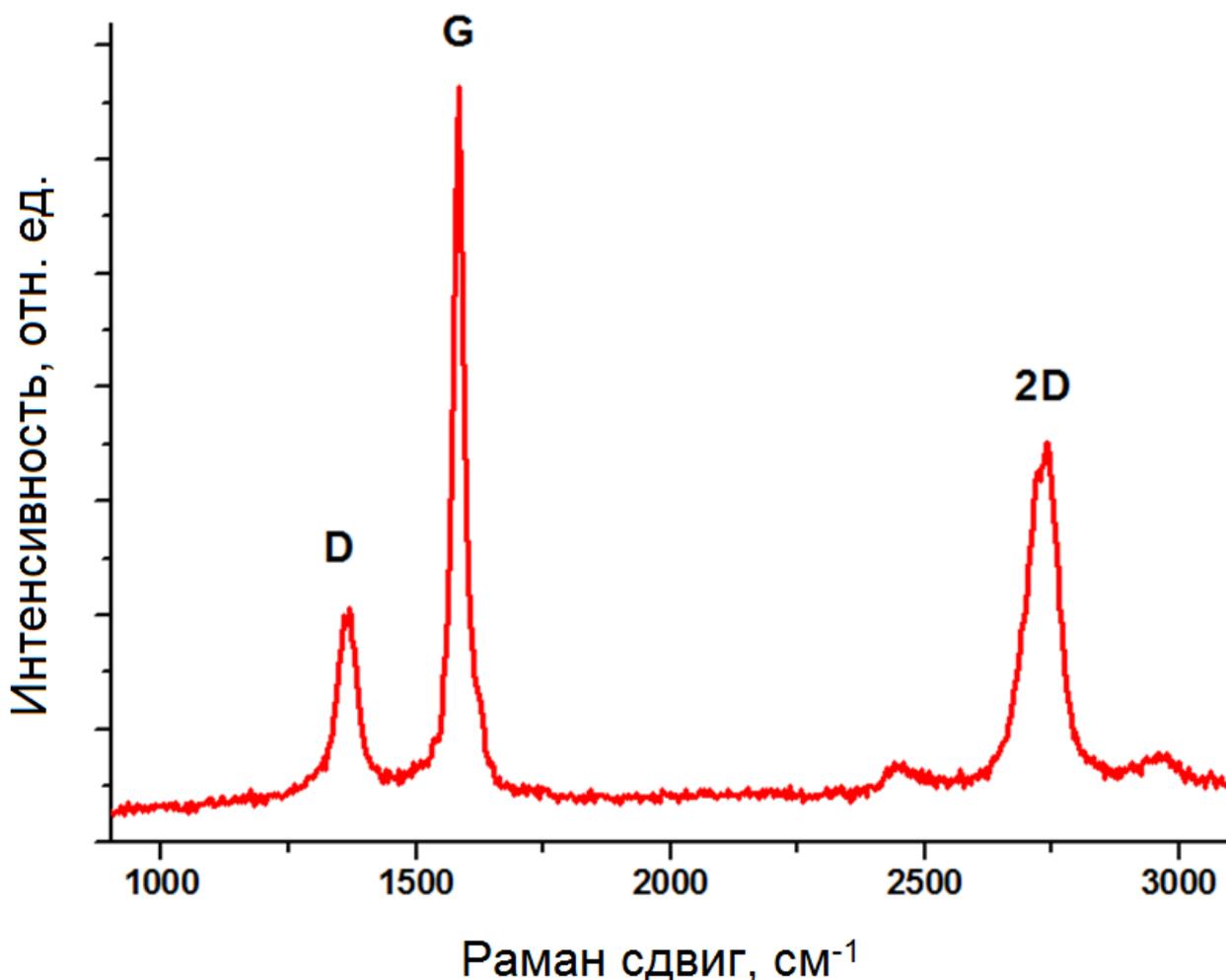
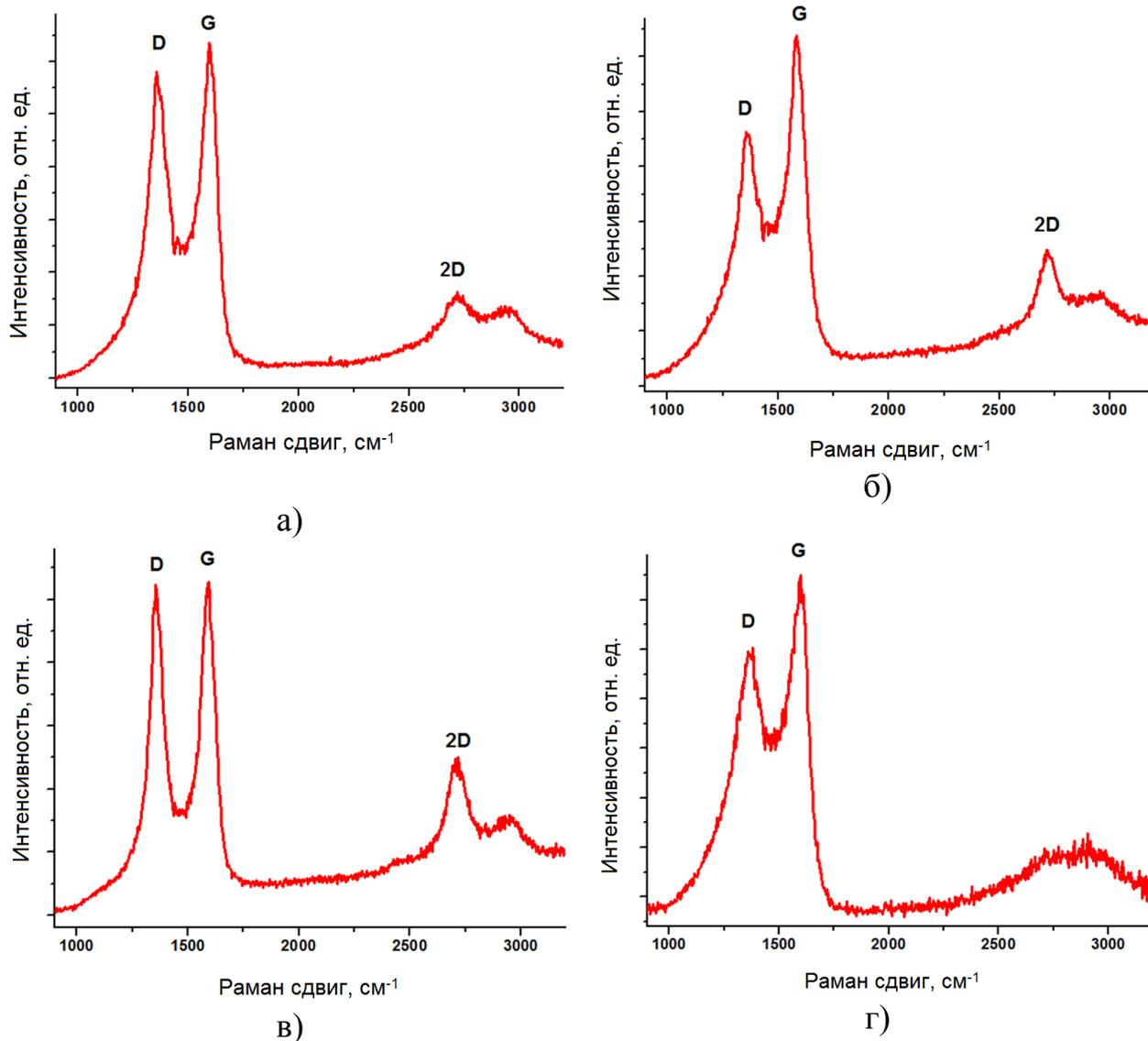


Рисунок 4.20 – Рамановский спектр исходного образца графита

По Рамановским спектрам выявлено, что поверхность образца №1 неоднородная. На рисунке 4.21а представлен Рамановский спектр дефектной области образца №1, который характеризуется увеличением интенсивности пика D, общим уширением пиков и смещением G пика в высокочастотную область со значением  $1595\text{ см}^{-1}$ , что говорит об определенной степени аморфности структуры [144, с. 43].



- а) Рамановский спектр образца №1
- б) Рамановский спектр образца №2
- в) Рамановский спектр образца №3
- г) Рамановский спектр образца №4

Рисунок 4.21 – Рамановский спектр образцов

На рисунке 4.21б представлен Рамановский спектр образца 2. По сравнению с исходным графитом, на образце 2 видно увеличение дефектного пика D и уширение пиков D и G. Наряду с дефектными областями есть исходные бездефектные области как на рисунке 4.20. На Рамановском спектре образца 3 на рисунке 4.21в также наблюдается увеличение интенсивности пика D отвечающего за неупорядоченность структуры. На рисунке 4.21г представлен Рамановский спектр образца 4. По сравнению с исходным графитом происходит существенная аморфизация структуры [144, с. 43].

Также по полученным спектрам были определены степень дефектности ( $I_G/I_D$ ) каждого образца. Из спектра исходного образца  $I_G/I_D$  составило 0,52. Это означает, что данный пиролитический графит имеет некоторые дефекты, но в основном упорядоченность сохраняется, поскольку G пик намного выше D пика. После обработки образцов импульсным плазменным потоком  $I_G/I_D$  увеличился до 0,94, то есть наблюдается рост числа дефектов. На рисунке 4.22 показан Рамановский спектр образца 5. Видно, что спектр сильно отличается от спектров образцов №1-4 тем, что интенсивность D пика лежит выше G пика ( $I_G/I_D=1,03$ ) и наблюдается увеличение 2D пика, которое соответствует появлению некоторой упорядоченности в слоях [144, с. 43].

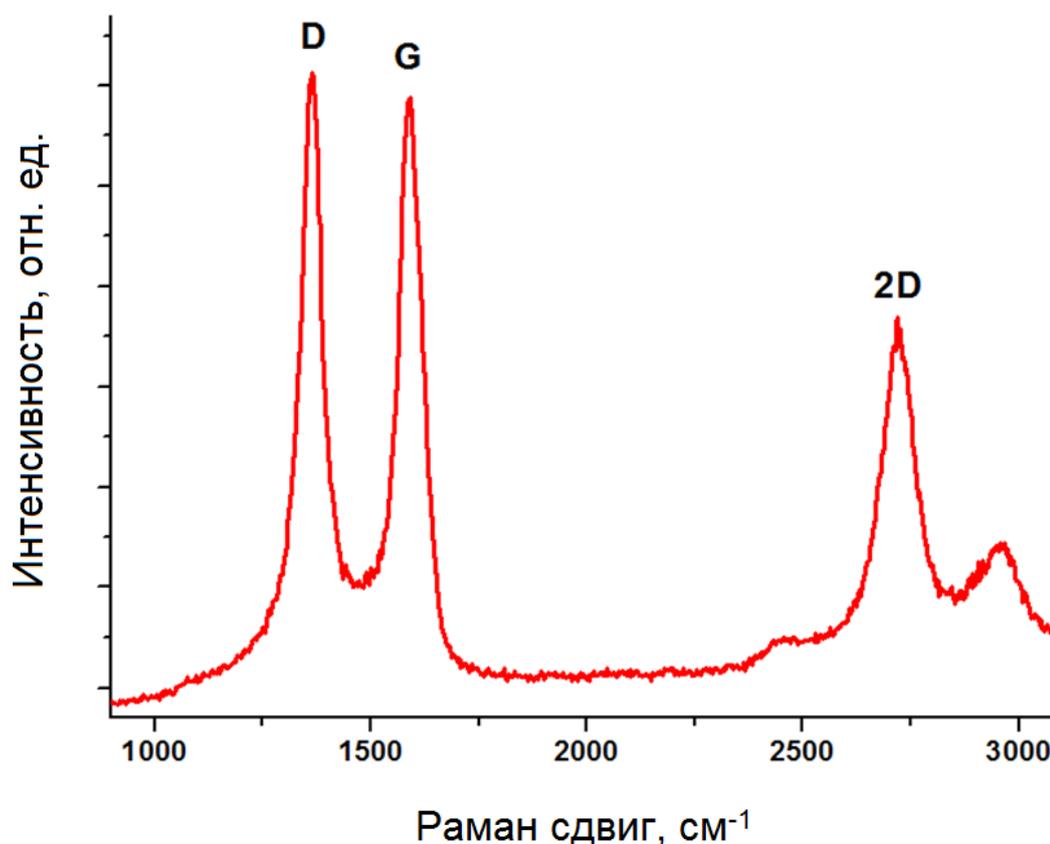


Рисунок 4.22 – Рамановский спектр образца №5

Также были исследованы частицы графита, выбитые в результате эрозии поверхности исследуемого образца графита. На рисунке 4.23 представлен Рамановский спектр этих частиц. По спектру комбинационного рассеяния света можно заметить, что происходит аморфизация структуры, что доказывается уширением дефектного пика D и пика G [144, с. 44].

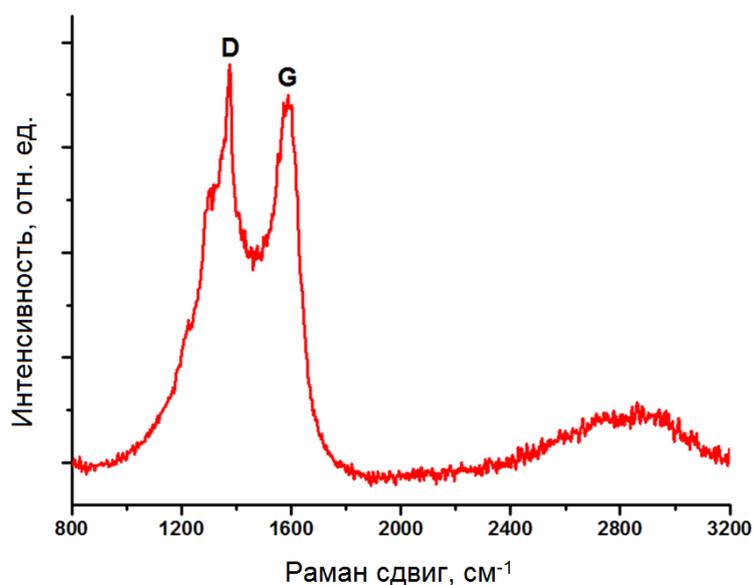
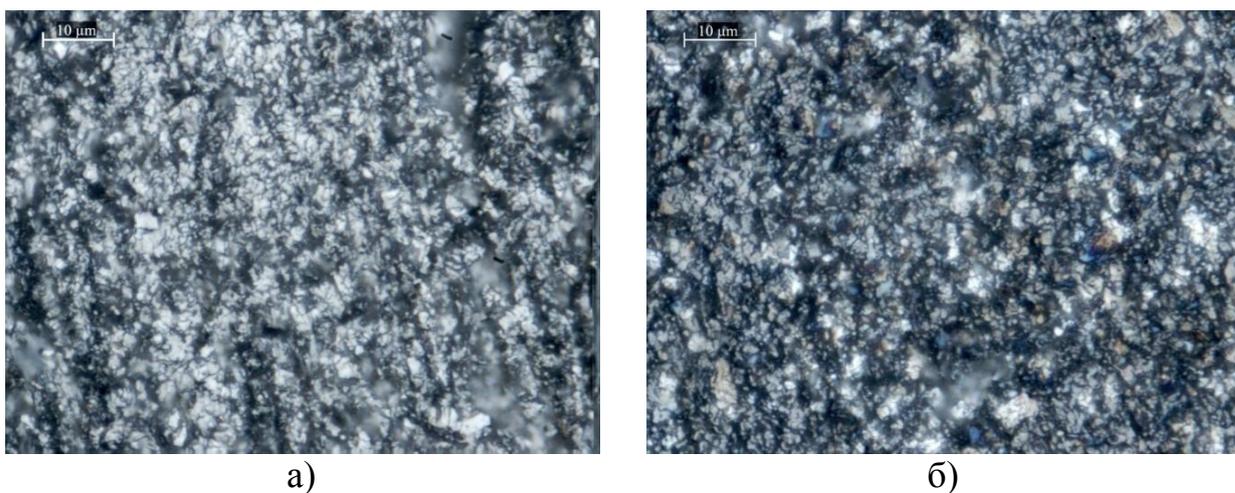


Рисунок 4.23 – Рамановский спектр частиц графита

Также поверхности образцов были анализированы с помощью оптического микроскопа DFC 490. Поверхность исходного материала при 15 кратном увеличении показана на рисунке 4.24а.



а) исходный вид графитовой пластины  
б) образец №5

Рисунок 4.24 – Фотография поверхности, сделанная с помощью оптического микроскопа

На рисунке 4.24 белые пятна означают присутствие графитовых частиц, и так же видно, что эти частицы имеют шероховатую поверхность. После взаимодействия с импульсной плазмой поверхность меняется, как видно из рисунка 4.24б (образец №5, который находился в центре). Можно сказать, что импульсный плазменный поток способствует появлению сглаженной фрактальной структуры [144, с. 45].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе представлены результаты исследования по синтезу наноматериалов углерода и их свойств, в частности наночастиц в плазме сложного состава.

Получены следующие основные результаты:

1) Экспериментально был определен размер войда в ансамбле из наночастиц углерода, появление которого характерно при синтезе наночастиц углерода в ВЧ газовом разряде смеси инертного (аргон) и реактивного (метан) газов. Наночастицы углерода были синтезированы двумя способами: методом катодного распыления и газофазного осаждения. Также была модернизирована экспериментальная установка ВЧ разряда, где через LC фильтр к ВЧ электроду был подведен отрицательный полюс источника постоянного тока для получения дополнительного электростатического поля в плазменном объеме. Результаты экспериментов показали, что увеличение отрицательного электростатического поля в ВЧ разряде приводит к уменьшению диаметра войда, образованного в плазменно-пылевой структуре из синтезированных наночастиц углерода и смещению частиц в сторону верхнего электрода. На основе полученных результатов был запатентован способ управления пространственными характеристиками пылевой и буферной плазмы высокочастотного разряда [161].

2) На базе Института физики твердого тела и оптики (г. Будапешт, Венгрия) в ходе выполнения плановых работ по программе PhD была разработана система по определению размеров наночастиц углерода в плазме ВЧ разряда смеси газов аргон-ацетилен на основе метода динамического рассеяния света. Результаты экспериментальных работ показали, что с ростом размеров наночастиц в наблюдаемом объеме время декорреляции (распада) автокорреляционной функции флуктуации интенсивности свечения рассеянного света увеличивается. Полученные результаты были сравнены с результатами СЭМ анализа.

3) На базе Киотского института технологии (г. Киото, Япония) в ходе выполнения плановых работ по программе PhD были поставлены эксперименты по исследованию свойств ВЧ газового разряда в модулированном режиме, который широко используется для создания поверхностей с заданными свойствами (гидрофильные и гидрофобные). Для измерения температуры электронов и концентраций ионов плазменной среды на данной установке был использован двойной зонд. Зондовая диагностика показала, что при больших значениях частоты модуляции (60 кГц) аксиальное распределение температуры электронов в плазме приближается к нормальному значению ( $\sim 4$  эВ), когда как при малых значениях частоты (5 кГц) температура электронов снижается почти в 4 раза.

4) Были проведены экспериментальные работы по исследованию процесса взаимодействия импульсного плазменного потока с графитовой мишенью и получения глобулярных фрактальных частиц нано- и микро- размеров на

установке импульсного плазменного ускорителя. Результаты проведенных работ показали, что появлению частиц нано- и микро- размеров способствует эрозия поверхности мишени. Результаты СЭМ анализа полученных продуктов эрозии показали, что поверхности материалов являются фрактальными, что характерно для материалов продуктов эрозии в токамаках. Также были проведены экспериментальные работы по определению энергии импульсного потока с помощью электротеплового датчика. Результаты экспериментов показали, что плотность энергии, получаемая на данной установке, составляет  $\sim 98 \text{ Дж/см}^2$ , что является характерным значением для импульсных плазменных ускорителей.

**Поставленные в диссертации задачи** полностью решены, в частности, исследована зависимость геометрической формы плазменно-пылевого облака из наночастиц от параметров наложенного дополнительного постоянного поля в ВЧ разряд, разработана система определения размеров наночастиц на ранней стадий их образования в плазменной среде ВЧ разряда в смеси газов аргон-ацетилен на основе метода динамического рассеяния света, определены зависимости основных параметров плазмы высокочастотного газового разряда от типа ВЧ сигнала для последующего применения в создании гидрофобных и гидрофильных поверхностей, исследован процесс взаимодействия импульсного плазменного потока с графитовой мишенью с целью получения сильноразвитых поверхностей в импульсной пылевой плазме на установке импульсного плазменного ускорителя, проведен анализ поверхности продуктов эрозии кандидатного материала первой стенки ТЯЭР.

Полученные результаты в рамках выполнения диссертационной работы **могут быть применены** в различных областях науки и технологии. В частности, данные результаты представляют ценность для развития технологии в области синтеза наночастиц плазмохимическим методом в плазме сложного состава. Кроме того, способ определения размеров наночастиц на ранней стадии их синтеза с помощью динамического рассеянного света показал, что данная технология применима для решения конкретных задач, в частности для получения наночастиц с требуемыми характеристиками. Также результаты экспериментальных работ по исследованию свойств плазменных образований в модулированном ВЧ разряде могут быть применены для получения поверхностей с требуемыми гидрофильными и гидрофобными свойствами. Полученные результаты по исследованию процесса взаимодействия импульсного потока с графитовой мишенью и процесса появления продуктов эрозии нано- и микро- размеров представляют ценность для развития термоядерной энергетики, в частности для более полного физического понимания поведения образованных пылевых компонентов при срыве плазменного шнура в токамаках.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Mandal D., Bolander M.E., Mukhopadhyay D., Sarkar G., Mukherjee P. The use of microorganisms for the formation of metal nanoparticles and their application // *Applied microbiology and biotechnology*. –2006. – Vol.69. – P. 485–492.
- 2 Gardea-Torresdey J.L., Gomez E., Peralta-Videa J.R., Parsons G.J., Troiani H., Jose-Yacama M. Alfalfa sprouts: A natural source for the synthesis of silver nanoparticles // *Langmuir*. –2003. – Vol.19. – P. 1357–1361.
- 3 Merlino R.L. Experimental investigations of dusty plasmas // *The book abstracts of the International Conference on the Physics of Dusty Plasmas, Orlean*. – 2005. – 17 p.
- 4 Van de Wetering F.M.J.H., Nijdam S., Beckers J. Conclusive evidence of abrupt coagulation inside the void during cyclicnanoparticle formation in reactive plasma // *Applied Physics Letters*. – 2016. – Vol. 109. – 043105 p.
- 5 Ikeda K. Progress in the ITER Physics Basis // *Nuclear Fusion*. – 2007. – Vol. 47. – P. 217–221.
- 6 Budaev V.P., Martynenko Yu.V., Grashin S.A., Giniyatulin R.N., Arkhipov I.I., Karpov A.V., Savrukhin P.V., Shestakov E.A., Solomatin R.Yu., Begrambekov L.B., Belova N.E., Fedorovich S.D., Khimchenko L.N., Safronov V.M. Tungsten melting and erosion under plasma heat load in tokamak discharges with disruptions // *Nuclear Materials and Energy*. – 2017. – Vol.12. – P. 418–422
- 7 Wilson H.R., Cowley S.C., Kirk A., Snyder P.B. Magneto-hydrodynamic stability of the H-mode transport barrier as a model for edge localized modes: an overview // *Plasma Physics and Controlled Fusion*. – 2006. – Vol. 48. – P.71–84.
- 8 Flanagan J.C., Sertoli M., Bacharis M., Matthews G.F., de Vries P.C., Widdowson A., Coffey I.H., Arnoux G., Sieglin B., Brezinsek S. Characterising dust in JET with the new ITER-like wall // *Plasma Physics and Controlled Fusion*. – 2015. – Vol. 57. –P. 014037–014048.
- 9 Federici G., Skinner C.H., Brooks J.N., Coad J.P., Grisolia C., Haasz A.A., Hassanein A., Philipps V., Pitcher C.S., Roth J., Wampler W.R., Whyte D.G. Plasma-material interactions in current tokamaks and their implications for next step fusion reactors // *Nuclear Fusion*. – 2001. – Vol. 41. – P. 1967–2137.
- 10 Coad J.P., Andrew P., Erents S.K., Hole D.E., Likonen J., Mayer M., Pitts R., Rubel M., Strachan J.D., Vainonen-Ahlgren E., Widdowson A., JET-EFDA Contributors. Erosion and deposition in the JET MkII-SRP divertor // *Journal of Nuclear Materials*. – 2007. – Vol. 363–365. – P. 287–293.
- 11 Grisolia C., Hodille E., Chene J., Garcia-Argote S., Pieters G., El-Kharbachi A., Marchetti L., Martin F., Miserque F., Vrel D., Redolfi M., Malard V., Dinescu G., Acsente T., Gensdarmes F., Peillon S., Pegourié B., Rousseau B. Tritium absorption and desorption in ITER relevant materials: comparative study of tungsten dust and massive samples // *Journal of Nuclear Materials*. – 2015. – Vol. 463. – P. 885–888.

12 Crauz V.I., Martinenko Yu.V., Svechnikov N.Yu., Smirnov V.P., Stankevich V.G., Khimchenko L.N. Nanostructures in controlled thermonuclear fusion devices // *Uspekhi. Phys. Nauk.* – 2010. – Vol. 53. – P. 1015–1038.

13 Zhitlukhin A., Klimov N. Effects of ELMs on ITER divertor armour materials // *Journal of Nuclear Materials.* – 2007. – Vol. 363–365. – P.301–307.

14 Стефановский А. М., Дрёмин М.М., Какурин А.М., Кислов А.Я., Мальцев С.Г., Ноткин Г.Е., Павлов Ю.Д., Позняк В.И., Сушков А.В. Характеристики срывов разряда в токамаке Т-10 // *Физика плазмы.* – 2013. – Т. 39 – С. 491–510.

15 Кузнецов Н.Т. Основы нанотехнологии. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2017. – 397 с.

16 Binnig G., Rohrer H. Scanning tunneling microscopy. From birth to adolescence. Nobel lecture // *Physics.* – 1986. – P. 389–409.

17 Ruska E. The development of the electron microscope and of electron microscopy. Nobel lecture // *Physics.* – 1986. – P. 355–380.

18 Azlina H.N., Hasnidawani J.N., Norita H., Surip S.N. Synthesis of SiO<sub>2</sub> Nanostructures Using Sol-Gel Method // *Acta Physica Polonica A.* – 2016. – Vol. 129. – P.842–844.

19 Gomez V., Irusta S., Balas F., Santamaria J. Generation of TiO<sub>2</sub> Aerosols from Liquid Suspensions: Influence of Colloid Characteristics // *Aerosol Science and Technology.* – 2013. – Vol. 47. – P. 1383–1392.

20 Beat B., Pratsinis S.E. Design of Nanomaterial Synthesis by Aerosol Processes // *Annu. Rev. Chem. Biomol. Eng.* – 2012. – Vol. 3. – P.103–127.

21 Batryshev D.G., Abdullin Kh.A., Ramazanov T.S., Gabdullin M.T., Ismailov D.V., Togambaeva A.K., Chihray E.V. Synthesis of multiwalled carbon nanotubes and its composite by CVD method // *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.* – 2015. – Vol. 3. – P. 55–61.

22 Byrappa K., Ohara S., Adschiri T. Nanoparticles synthesis using supercritical fluid technology – towards biomedical applications // *Advanced Drug Delivery Reviews.* – 2008. – Vol. 60. – P. 299–327.

23 Василяк Л.М., Вальяно Г.Е., Добринский Э.К., Климовский И.И., Малашин С.И., Печеркин В.Я., Поляков Д.Н. Синтез углеродных наночастиц плазменно-дуговым методом // *Сборник тезисов юбилейной научной конференции, посвященная 50-летию создания Учреждения Российской академии наук Объединенного института высоких температур РАН, Москва.* – 2010. – 595–598 с.

24 Карпов И.В., Ушаков А.В., Федоров Л.Ю., Лепешев А.А. Метод получения нанодисперсных материалов в плазме импульсного дугового разряда низкого давления // *Журнал технической физики.* – 2014. – Т. 84 – С. 93-97.

25 Merlino R.L, D'angelo N. Electron and ion inertia effects on current driven collisional dust acoustic, dust ion acoustic and ion acoustic instabilities // *Phys. Plasmas.* – 2005. – Vol. 12. – 054504 p.

- 26 Thomas H., Morfill G.E., Demmel V., Goree J., Feuerbacher B., Möhlmann D. Plasma crystal: Coulomb crystallization in a dusty plasma // *Phys. Rev. Lett.* – 1994. – Vol.73. – P.652–655.
- 27 Фортон В.Е. Энциклопедия низкотемпературной плазмы. – М: Янус-К, 2006. – 8–26 с.
- 28 Melzer A., Trottenberg T., Piel A. Experimental-determination of the charge on dust particles forming Coulomb lattices // *Phys. Lett. A.* – 1994. – Vol. 191. – P.301–308.
- 29 Alexandrov A.L., Schweigert I.V., Peeters F.M. A non-Maxwellian kinetic approach for charging of dust particles in discharge plasmas // *New J. Phys.* – 2008. – Vol.10. – 093025 p.
- 30 Morfill G.E., Ivlev A.V. Complex plasmas: An interdisciplinary research field // *Reviews of modern physics.* – 2009. – Vol. 81. – P. 1353–1404.
- 31 Lieberman M.A., Lichtenberg A.J. Principles of Plasma Discharges and Materials Processing. – Wiley, 2005 – 649 p.
- 32 Makabe T., Petrović Z.Lj. Plasma Electronics: Applications in Microelectronic Device Fabrication. – London: Taylor and Francis, 2006 – 104 p.
- 33 Bonitz M., Henning C., Block D. Complex plasmas: a laboratory for strong correlations // *Reports on Progress in Physics.* – 2010. – Vol.73. – 066501 p.
- 34 Iwashita S., Schüngel E., Schulze J., Hartmann P., Donko Z., Uchida G., Koga K., Shiratani M., Czarnetzki U. Transport control of dust particles via the electrical asymmetry effect: experiment, simulation and modelling // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2013. – Vol. 46. – 245202 p.
- 35 Струнин В.И., Сартаков А.В., Худайбергенов Г.Ж. Моделирование аргон-гелий-силановой плазмы высокочастотного емкостного разряда // *Вестн. Ом. ун-та.* – 2015. – Т. 2 – С. 26–29.
- 36 Кудайбергенова Д.С. Наночастицы индия из импульсной плазмы в одноатомных спиртах // *Известия НАН РК серия химия и технология.* – 2014 – Т. 4 – С. 84–87.
- 37 Бузник В.М. Ультрадисперсные и наноразмерные порошки: создание, строение, производство и применение – Томск: НТЛ, 2009. – 192 с.
- 38 Almazan-Almazan M.C., Perez-Mendoza M., Domingo-Garcia M., Fernandez-Morales I., del Rey-Bueno F., Garcia-Rodriguez A., Lopez-Garzon F.J. The Role of the Porosity and Oxygen Groups on the Adsorption of n-Alkanes, Benzene, Trichloroethylene and 1,2-Dichloroethane on Active Carbons at Zero Surface Coverage // *Carbon.* – 2007. – Vol. 45. – P. 1777–1785.
- 39 Kyotani T. Control of Pore Structure in Carbon // *Carbon.* – 2000. – Vol. 38. – P. 269–286.
- 40 Laszlo K., Bota A., Nagy L.G. Comparative Adsorption Study on Carbons from Polymer Precursors // *Carbon.* – 2000. – Vol. 38 – P. 1965–1976.
- 41 Strano M.S., Zydney A.L., Barth H., Wooler G., Agarwal H., Foley H.C. Ultrafiltration Membrane Synthesis by Nanoscale Templating of Porous Carbon // *J. Membrane Sci.* – 2002. – Vol. 198. – P. 173–186.

- 42 Gomes H.T., Machado B.F., Ribeiro A., Moreira I., Rosario M., Silva A.M., Figueiredo J.L., Faria J.L. Catalytic Properties of Carbon Materials for Wet Oxidation of Aniline // *J. Hazard. Mater.* – 2008. – Vol. 159. – P. 420–426.
- 43 Zhang D.Y., Ma Z.F., Wang G., Chen J., Wallace G.C., Liu H.K. Preparation of Low Loading Pt/C Catalyst by Carbon Xerogel Method for Ethanol Electrooxidation // *Catal. Lett.* – 2008. – Vol. 122. – P. 111–114.
- 44 Samant P.V., Fernandes J.B., Rangel C.M., Figueiredo J.L. Carbon Xerogel Supported Pt and Pt-Ni Catalysts for Electro-Oxidation of Methanol in Basic Medium // *Catalysis Today.* – 2005. – Vol. 102-103. – P. 173–176.
- 45 Chung D.D.L. Electrical Applications of Carbon Materials // *J. Mater. Sci.* – 2004. – Vol. 39. – P. 2645–2661.
- 46 Zanto E.J., Al-Muhtaseb S.A., Ritter J.A. Sol-Gel-Derived Carbon Aerogels and Xerogels: Design of Experiments Approach to Material Synthesis // *Ind. End. Chem. Res.* – 2002. – Vol. 41. – P. 3151–3162.
- 47 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S., Daniyarov T.T. Structural and Transport Properties of Dust Formation in Plasma of Noble Gases Mixture in Radio Frequency Discharge // *Contrib. Plasma Phys.* – 2013. – Vol. 53. – P. 426–431.
- 48 Orazbayev S.A., Utegenov A.U., Zhunisbekov A.T., Slamyiya M., Dosbolayev M.K., Ramazanov T.S. Synthesis of carbon and copper nanoparticles in radio frequency plasma with additional electrostatic field // *Contrib. Plasma Phys.* – 2018. – Vol. 58. – P. 961–966.
- 49 Bystrzejewski M., Huczko A., Lange H., Cudzilo S., Kicinski W. Combustion synthesis route to carbon-encapsulated iron nanoparticles // *Diamond and Related Materials.* – 2007. – Vol. 16. – P. 225–228.
- 50 Крауз В.И., Мартыненко Ю.В., Свечников Н.Ю., Смирнов В.П., Станкевич В.Г., Химченко Л.Н. Наноструктуры в установках управляемого термоядерного синтеза // *Успехи физических наук.* – 2010. – Т. 180 – С. 1055–1080.
- 51 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Tazhen A.B., Ramazanov T.S. Investigation of dust formation in fusion reactors by pulsed plasma accelerator // *Laser and Particle Beams.* – 2017. – Vol. 35. – P. 741–749.
- 52 Arnas C., Pardanaud C., Martin C., Roubin P, De Temmerman G., Pégourié B., Hassouni K., Lombardi G., Bonnin X., Michau A. Comparison of Nanoparticles Collected in the MAST Tokamak with Those Produced in Laboratory Plasmas // *AIP Conf. Proc.* – 2011. – Vol. 1397. – P. 191–194.
- 53 Maier H., Kreiger K., Balden M., Roth J., the ASDEX Upgrade-Team. Erosion and deposition in the ASDEX Upgrade tungsten divertor experiment // *Journal of Nuclear Materials.* – 1999. – Vol. 266-269. – P. 1003–1008.
- 54 Mayer M., Behrisch R., Plamann K., Andrew P., Coad J.P., Peacock A.T. Wall erosion and material transport to the Mark I carbon divertor of JET // *Journal of Nuclear Materials.* – 1999. – Vol. 266-269. – P. 604–610.

55 Skinner C.H., Gentile C.A., Menon M.M., Barry R.E. Flaking of codeposited hydrogenated carbon layers on the TFTR limiter // Nuclear Fusion. – 1999. – Vol. 39. – P. 1081–1085.

56 Lott F., Kirk A., Counsell G.F., Dowling J., Taylor D., Eich T., Herrmann A. Thermographic power accounting in MAST // Journal of Nuclear Materials. – 2005. – Vol. 337–339. – P. 786–790.

57 Peacock A.T., Andrew P., Cetier P., Coad J.P., Federici G., Hurd F.H., Pick M.A., Wu C.H. Dust and flakes in the JET MkIIa divertor, analysis and results // Journal of Nuclear Materials. – 1999. – Vol. 266. – P. 423–428.

58 Bekris N., Coad J.P., Penzhorn R.-D., Knipe S., Doerr L., Rolli R., Nagele W. Characterization of flakes generated in JET after DD and DT plasma operations // Journal of Nuclear Materials. – 2005. – Vol. 337-339. – P. 659–663.

59 Carmack W.J., Anderl R.A., Pawelko R.J., Smolik G.R., Mc-Carthy K.A. Characterization and analysis of dusts produced in three experimental tokamaks: TFTR, DIII-D and Alcator C-Mod // Fusion Engineering and Design. – 2000. – Vol. 51-52. – P. 477–484.

60 Chappuis Ph., Tsitrone E., Mayne M., Armand X., Linke H., Bolt H., Petti D., Sharpe J.P. Dust characterization and analysis in Tore Supra // Journal of Nuclear Materials. – 2001. – Vol. 290-293. – P. 245–249.

61 Sharpe J.P., Rohde V., The ASDEX-Upgrade Experiment Team, Sagara A., Suzuki H., Komori A., Motojima O. The LHD Experiment Group. Characterization of dust collected from ASDEX-Upgrade and LHD // Journal of Nuclear Materials. – 2003. – Vol. 313-316. – P. 455–459.

62 Honda T., Okazaki T., Seki Y., Aoki I., Kunugi T. Comprehensive safety analysis code system for nuclear fusion reactors IV: preliminary estimation of dust production due to plasma disruptions // Fusion Technology. – 1996. – Vol.30. – P.95–103.

63 Wykes M., Counsell G., McGlinchey D., Wu C. H. Tokamak dust, characterisation and removal studies // Fusion Engineering and Design. – 2001. – Vol. 56. – P. 403–407.

64 Federici G., Skinner C.H., Brooks J.N., Coad J.P., Grisolia C., Haasz A.A., Hassanein A., Philipps V., Pitcher C.S., Roth J., Wampler W.R., Whyteet D.G. Plasma-material interactions in current tokamaks and their implications for next step fusion reactors // Nucl. Fusion. – 2001. – Vol. 41. – P. 1967–2137.

65 Andersson J., Jagn H., Eriksson J. Intra model of ITER-FEAT and accident analysis for GSSR // Fusion Engineering and Design. – 2001. – Vol. 58-89. – P. 1017–1020.

66 Cristescu I.R., Cristescu I., Doerr L., Glugla M., Murdoch D. Tritium inventories and tritium safety design principles for the fuel cycle of ITER // Nucl. Fusion. – Vol. 47. – P. 458–463.

67 Cavarroca M., Mikikian M., Perrier G., Boufendi L. Single-crystal silicon nanoparticles: An instability to check their synthesis // Appl. Phys. Lett. – 2006. – Vol. 89. – 013107 p.

68 Ghidini R., Groothuis J.M., Sorokin M., Kroesen G.M.W., Stoffels W.W. Electrical and optical characterization of particle formation in an argon–silane capacitively coupled radio-frequency discharge // *Plasma Sources Sci. Technol.* – 2004. – Vol. 13. – P.143–149.

69 Ostrikov K.N., Kumar S., Sugai H. Charging and trapping of macroparticles in near-electrode regions of fluorocarbon plasmas with negative ions // *Phys. Plasmas.* – 2001. – Vol. 8. – P. 3490–3497.

70 Lin Y., Overzet L.J. Negative and positive ions from CF<sub>4</sub> and CF<sub>4</sub>/O<sub>2</sub> rf discharges in etching Si // *Appl. Phys. Lett.* – 1993. – Vol. 62. – P. 675–677.

71 Vladimirov S.V., Ostrikov K. Dynamic self-organization phenomena in complex ionized gas systems: new paradigms and technological aspects // *Phys. Rep.* – 2004. – Vol. 393. – P. 175–380.

72 Kobayashi H., Bell A.T., Shen M. Plasma Polymerization of Saturated and Unsaturated Hydrocarbons // *Macromolecules.* – 1974. – vol. 7. – P. 277–283.

73 Yasuda H., Hsu T. Some aspects of plasma polymerization investigated by pulsed R.F. discharge // *J. Polym. Sci.: Polym. Chem. Ed.* – 1977. – Vol. 15. – P. 81–97.

74 Tibbitt J.M., Shen M., Bell A.T. Structural Characterization of Plasma-Polymerized Hydrocarbons // *J. Macromol. Sci.: Chem.* – 1976. – Vol. 10. – P. 1623–1648.

75 De Bleeker K., Bogaerts A., Goedheer W. Detailed modeling of hydrocarbon nanoparticle nucleation in acetylene discharges // *Phys. Rev. E.* – 2006. – Vol. 73. – 026405 p.

76 Benedikt J., Consoli A., Schulze M., von Keudell A. Time-Resolved Molecular Beam Mass Spectrometry of the Initial Stage of Particle Formation in an Ar/He/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> Plasma // *J. Phys. Chem.A.* – 2007. – Vol. 111. – P. 453–459.

77 Kawamura E., Lieberman M.A., Lichtenberg A.J., Hudson E.A. Capacitive discharges driven by combined dc/rf sources // *J. Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films.* – 2005. – Vol. 25. – P. 1456–1474.

78 Фортвов В.Е. Энциклопедия низкотемпературной плазмы. – М: Янус-К, 2006. – 38–47с.

79 Исследование свойств низкотемпературной комплексной плазмы в целях разработки метода манипуляции частицами микро и нано размеров (3097/ГФ4): отчет о НИР (промежуточный) / ДГП на ПХВ "Научно-Исследовательский Институт Экспериментальной и Теоретической Физики" РГП на ПХВ "КазНУ им. аль-Фараби": рук. Коданова С.К.; испол.: Бастыкова Н.Х. – Алматы, 2015. – 60 с. № ГР0115РК01043 – Инв № 0215РК01970.

80 Orazbayev S.A., Ussenov Y.A., Ramazanov T.S., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U. A calculation of the electron temperature of complex plasma of noble gases mixture in CCRF discharge // *Contrib. Plasma Phys.* – 2015. – Vol. 55. – P. 428–433.

81 Fridman A.A., Boufendi L., Hbid T., Potapkin B.V., Bouchoule A. Dusty plasma formation: Physics and critical phenomena Theoretical approach // *Journal of Applied Physics.* – 1996. – Vol. 79. – P. 1303–1314.

82 Ramazanov T.S., Dzhumagulova K.N., Jumabekov A.N., Dosbolayev M.K. Structural properties of dusty plasma in direct current and radio frequency gas discharges // *Physics of Plasmas*. – 2008. – Vol. 15. – 053704 p.

83 Shiratani M., Koga K., Uchida G., Seo H., Itagaki N., Iwashita S. Present and Future of Research on Plasma Processing of Nanomaterials // *Hyomen Kagaku*. – 2013. – Vol. 34. – P. 520–527.

84 Ramazanov T.S., Bastykova N.Kh., Ussenov Y.A., Kodanova S.K., Dzhumagulova K.N., Dosbolayev M.K. The behavior of dust particles near Langmuir probe // *Contrib. Plasma Phys.* – 2012. – Vol. 52. – P. 110–113.

85 Batryshev D.G., Ramazanov T.S., Dosbolayev M.K., Gabdullin M.T. A method of separation of polydisperse particles in the plasma of radio-frequency discharge // *Contrib. Plasma Phys.* – 2014. – Vol. 55. – P. 407–412.

86 Orazbayev S.A., Henault M., Ramazanov T.S., Boufendi L., Batryshev D.G., Gabdullin M.T. Influence of Gas Temperature on Nucleation and Growth of Dust Nanoparticles in RF Plasma // *IEEE Transactions on plasma science*. – 2019. – Vol. 99. – 2912805 p.

87 Fedoseev A.V., Sukhinin G.I., Abdirakhmanov A.R., Dosbolayev M.K., Ramazanov T.S. Voids in Dusty Plasma of a Stratified DC Glow Discharge in Noble Gases // *Contributions to Plasma Physics*. – 2016. – Vol. 56. – P.234–239.

88 Krishnan G., Kooi B.J., Palasantzas G., Pivak Ye., Dam B. Thermal stability of gas phase magnesium nanoparticles // *Journal of Applied Physics*. – 2010. – Vol. 107. –053504 p.

89 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. Structural Properties of Buffer and Complex Plasmas in RF Gas Discharge-Imposed Electrostatic Field // *IEEE Transactions on Plasma Science*. – 2016. – Vol. 44. – P.469–472.

90 Райзер Ю.П. Физика газового разряда. М.: «Наука», – 1987. –530–533с.

91 Досболаев М.Қ., Утегенов А.У., Рамазанов Т.С. Свойства комплексной плазмы смеси газов в разряде переменного и постоянного тока // *Вестник КазНУ. Серия физическая*. – 2014. – Т. 4 –16с.

92 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S., Tentekova R.K. Properties of dusty plasma in complex gases // *7-th International Conference on the Physics of Dusty Plasmas, New-Dehli –2014.*– 70 p.

93 Ussenov Y.A., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. The temperature of electrons of the buffer plasma in the mixture of noble gases in CCRF discharge // *The XXII Europhysics Conference on Atomic and Molecular Physics of Ionized Gases, Greifswald – 2016.* – 10 p.

94 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. Structural and transport properties of the complex plasmas in the combined gas discharge // *14-th Workshop on the Physics of Dusty Plasmas, Auburn – 2015.* – 64 p.

95 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. The structural and transport properties of dust formation in plasma of combined RF and DC discharge of gas mixture // *XXXII International conference on phenomena in ionized gases, Iasi – 2015.* – 3.14 p.

96 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S., Balabekova E.N. The influence of the ionic composition of the plasma on dust structures in the combined discharge of radiofrequency and electrostatic fields // 15th International conf. on the physics of non-ideal plasmas, Almaty – 2015. – 65 p.

97 Курманалиева Г.К., Утегенов А.У. Біріккен жоғары жиілікті және тұрақты тоқты разрядта тозанды плазманың құрылымдық қасиеттерін зерттеу // Сборник тезисов международной научной конференции «Фараби әлемі». – Алматы, 2015 – 377с.

98 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. Properties of buffer and dusty plasma in combined RF+DC discharge // 42nd European Physical Society (EPS) conference on plasma physics, Lisbon – 2015. – 1.302 p.

99 Utegenov A.U., Dosbolayev M.K., Kodanova S.K., Bastykova N.K., Ramazanov T.S. Dusty Plasma Manipulation in a Capacitive Radiofrequency Discharge // 8th International Conference on the Physics of Dusty Plasmas, Prague – 2017.– 113 p.

100 Майоров С.А., Коданова С.К., Рамазанов Т.С., Бастыкова Н.Х., Утегенов А.У. Плазменно-пылевые структуры в He-Ar высокочастотном разряде // Вестник КазНУ. Серия физическая. – 2014. – Т. 4 – 96с.

101 Досболаев М.К., Утегенов А.У., Рамазанов Т.С. Экспериментальные исследования свойств плазменно-пылевых образований в ВЧЕР // Вестник КазНУ. Серия физическая. – 2014. – Т. 4 – 63с.

102 Оразбаев С.А., Усенов Е.А., Досболаев М.К., Рамазанов Т.С., Утегенов А.У. Исследование температуры электронов комплексной плазмы в смесях инертных газов в ВЧЕР разряде оптическими и зондовыми методами // Известия НАН РК. Серия физико-математическая. – 2015. – Т.3. – 198с.

103 Утегенов А.У., Усенов Е.А., Досболаев М.К., Рамазанов Т.С. Зондовая диагностика плазмы высокочастотного разряда дополнительно возмущенной электростатическим полем // Журнал проблем эволюции открытых систем. – 2016. – Т.2. – 22с.

104 Ussenov Y.A., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. The temperature of electrons of complex plasma in the mixture of He/Ar in radio frequency discharge // Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics, Hyeres – 2015. – 30 p.

105 Ussenov Y.A., Ramazanov T.S., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U. Electric probe measurements of temperature of electrons of dusty plasma in mixture of noble gases in RF discharge // XXXII International conference on phenomena in ionized gases (ICPIG), Iasi – 2015. – 1.29 p.

106 Chu J.H., I L. Direct observation of Coulomb crystals and liquids in strongly coupled RF dusty plasmas // Physical Review Letters. – 1994. – Vol. 72. – P. 409.

107 Hayashi Y., Tachibana K. Observation of Coulomb-crystal formation from carbon particles grown in a methane plasma // Japanese Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol. 33. – P. 804–806.

- 108 Antonova T., Du C., Ivlev A.V., Annaratone B.M., Hou L.-J., Kompaneets, Thomas H., Morfill G.E. Microparticles deep in the plasma sheath: Coulomb "explosion" // *Phys. Plasmas*. – 2012. – Vol. 19. – 093709 p.
- 109 Fortov V.E. Liquid- and crystallike structures in strongly coupled dusty plasmas // *Physics of plasmas*. – 1999. – Vol. 6. – P. 1759–1770.
- 110 Melzer A., Schweigert V.A., Schweigert I.V., Homann A., Peters S., Piel A. Structure and stability of the plasma crystal // *Physical Review E*. – 1996. – Vol. 54. – P. 46–48.
- 111 Schweigert V.A., Schweigert I.V., Melzer A., Homann A., Piel A. Plasma crystal melting: A non-equilibrium phase transition // *Physical Review Letters*. – 1998. – Vol. 80. – P. 5345–5349.
- 112 Joyce G., Lampe M., Ganguli G. Instability-triggered phase transition to a dusty plasma condensate // *Physical Review Letters*. – 2002. – Vol. 88. – P. 095006.
- 113 Ganguli G., Joyce G., Lampe M. Phase transition in dusty plasmas. – Springer, 2005 – 273 p.
- 114 Lampe M., Joyce G., Ganguli G. Structure and dynamics of dust in streaming plasma: Dust molecules, strings, and crystals // *IEEE Transactions on Plasma Science*. – 2005. – Vol. 33. – P. 57–69.
- 115 Tsytovich V.N., Morfill G.E., Vladimirov S.V., Thomas H.M. Lectures Notes in Physics. – Berlin Springer Verlag. – 2008. – Vol. 731. – P. 103–128.
- 116 Thomas H.M., Morfill G.E. Melting dynamics of a plasma crystal // *Nature*. – 1996. – Vol. 379. – P. 806–809.
- 117 Bonitz M. Introduction to Complex Plasmas. – Springer Series on Atomic, Optical, and Plasma Physics, 2010 – 87p.
- 118 Berne B.J., Pecora R. Dynamic Light Scattering with Applications to Chemistry, Biology, and Physics. – Dover Publications, 1976 – 124 p.
- 119 Pecora R. Dynamic Light Scattering Applications of Photon Correlation Spectroscopy. – Plenum Press, 1985 – 45 p.
- 120 Johnson C.S., Gabriel D.A. Laser Light Scattering. – Dover Publications. 1981 – 188 p.
- 121 Anderson H.M. Dusty plasma studies in the gaseous electronics conference reference cell // *The Journal of Research of NIST*. – 1995. – Vol. 100. – P. 449–462.
- 122 Hurd A.J., Ho P. Velocity persistence of brownian particles generated in a glow discharge // *Physical Review Letters*. – 1989. – Vol. 62. – P. 30–34.
- 123 Khodataev Y.K., Khrapak S.A., Nefedov A.P., Petrov O.F. Dynamics of the ordered structure formation in a thermal dusty plasma // *Physical Review E*. – 1998. – Vol. 57. – P. 70–86.
- 124 Гусев Н.В., Ремпель А.А. Нанокристаллические материалы. – М: Физматлит, – 2001. – 206 с.
- 125 Крушенко Г.Г., Решетникова С.Н. Проблемы определения размеров наночастиц // *Вестник СибГУ*. – 2011. – Т. 2 – 167 с.
- 126 Borsali R., Pecora R. Soft Matter Characterisation. – Springer Science and Business Media, 2008. – 133 p.

127 Chu B. Laser Light Scattering Basic Principles and Practice. – Dover Publications, 1974. – 85 p.

128 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. Investigation of dusty plasma properties in various gas mixtures // Strongly coupled Coulomb systems SCCS, Santa Fe. –2014. – 136 p.

129 Ussenov Y.A., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S. Investigation of the electrons temperature in mixtures of noble gases // Strongly coupled Coulomb systems SCCS, Santa Fe. – 2014. – 144 p.

130 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S., Gabdullin M.T., Filatova I.I. Obtaining of particles and materials with nanostructured surfaces in the complex plasma // PPPT-8, Belarus. – 2015. – 308 p.

131 Kodanova S.K., Ramazanov T.S., Bastykova N.Kh., Maiorov S.A., Utegenov A.U., Dosbolayev M.K. The Influence of Gas Mixture on Plasma-Dust Structures in RF Discharge // XXXII International conference on phenomena in ionized gases (ICPIG), Iasi. – 2015. – 3.15 p.

132 Filatova I.I., Chubrik N.I., Lyuskevich V.A., Savastenko N.A., Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Ramazanov T.S., Gabdullin M.T. Plasma-assisted functionalization of ZnO nanoparticles and production of nanocrystalline ZnO structures // 15th International conf. on the physics of non-ideal plasmas (PNP), Almaty. – 2015. – 67 p.

133 Aschinger A., Winter J. The application of dynamic light scattering to complex plasmas // New Journal of Physics. – 2012. – Vol. 14. – 093035 p.

134 Голубев И.Ф. Вязкость газов и газовых смесей (справочник). М.: ГИФМЛ. – 1959 – 375 с.

135 Kim S.H., Kim J.H., Kang B.K., Uhm H.S. Superhydrophobic  $CF_x$  Coating via In-Line Atmospheric RF Plasma of He- $CF_4$ - $H_2$  // Langmuir. – 2005. – Vol. 21. – P. 12213-12217.

136 Patent Application EP0985741A1. Modulated plasma glow discharge treatments for making super hydrophobic substrates Riccardo D'A., Rotalba L., Pietro F., Italo C., Gianfranco P.; published 16.03.2000.

137 Hubert J., Mertens J., Dufour T., Vandencastele N., Reniers F., Viville P., Lazzaroni R., Raes M., Terryn H. Synthesis and texturization processes of (super)-hydrophobic fluorinated surfaces by atmospheric plasma // Journal of Materials Research. – 2005. – Vol. 30. – P.3177–3191.

138 Yang S.H., Liu C.H., Hsu W.T., Chen H. Preparation of super-hydrophobic films using pulsed hexafluorobenzene plasma // Surface and Coatings technology. – 2009. – Vol. 203. – P. 1379–1383.

139 Du C-R., Sutterlin K.R., Jiang K., Rath C., Ivlev A.V., Khrapak S., Schwabe M., Thomas H.M., Fortov V.E., Lipaev A.M., Molotkov V.I., Petrov O.F., Malentschenko Y., Yurtschichin F., Lonchakov Y., Morfill G.E. Experimental investigation on lane formation in complex plasmas under microgravity conditions // New Journal of Physics. – 2012. – Vol. 14. – P. 073058–073075.

140 Kodanova S.K., Utegenov A.U., Bastykova N.Kh., Lin J., Takahashi K., Dosbolayev M.K., Ramazanov T.S. The effect of pulsed RF discharge on complex

plasma parameters // International conference on Physics of Nonideal Plasmas, Saint-Malo – 2018. – 106 p.

141 Lin J., Utegenov A., Hashimoto K., Togashi R., Takahashi K. Transport control of dust particles by rf power modulation in duty plasma // Book of Abstracts of the conference JSAP, Osaka – 2017. – 061 p.

142 Maierov S.A., Kodanova S.K., Dosbolayev M.K., Ramazanov T.S., Golyatina R.I., Bastykova N.Kh., Utegenov A.U. The role of gas composition in plasma-dust structures in RF discharge // Physics of plasmas. – 2015. – Vol. 22. – 033705 p.

143 Ramazanov T.S., Bastykova N.Kh., Utegenov A.U., Gabdulin A.Zh., Kodanova S.K., Dosbolayev M.K., Donko Z., Hartmann P., Moldabekov Zh.A. Structural and dynamic properties of strongly coupled dusty plasma of RF discharges // International Conference on Strongly Coupled Coulomb Systems, Kiel. – 2017. – 73 p.

144 Влияние процессов пылеобразования и свойств пристеночной плазмы с пылинками на режимы работы термоядерных энергетических реакторов (3112/ГФ4): отчет о НИР (промежуточный) / ДГП на ПХВ "Научно-Исследовательский Институт Экспериментальной и Теоретической Физики" РГП на ПХВ "КазНУ им. аль-Фараби": рук. Рамазанов Т.С.; испол.: Досболаев М.К. – Алматы, 2015. – 70 с. № ГР 0115РК01035 – Инв № 0215РК01970.

145 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Tazhen A.B., Ramazanov T.S. Investigation of dust formation in fusion reactors by pulsed plasma accelerator // Laser and Particle Beams. – 2017. – Vol. 35. – P. 741-749.

146 Досболаев М.К., Утегенов А.У., Тажен А.Б., Рамазанов Т.С., Габдуллин М.Т. Динамические свойства импульсного плазменного потока и пылеобразование в ИПУ // Известия НАН РК. Серия физико-математическая. – 2016. – Т. 6 – С. 48–55.

147 Тажен А.Б., Утегенов А.У., Досболаев М.К., Рамазанов Т.С., Кайканов М.И., Тихонов А.В. Исследование параметров импульсной плазмы с помощью цилиндра фарадея // Журнал проблем эволюции открытых систем. – 2016. – вып.18. – Т.2 – С. 40–44.

148 Коваленко Д.В., Климов Н.С., Житлухин А.М., Музыченко А.Д., Подковыров В.Л., Сафронов В.М., Ярошевская А.Д. Получение потоков аргоновой плазмы и преобразование их энергии в излучение на установке КСПУ-Т для моделирования радиационных нагрузок, характерных для ослабленного срыва итер // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2014. – Т. 4 – С. 39–48.

149 Singheiser L., Hirai T., Linke J., Pintsuk G., Rodig M. Plasma-facing materials for thermo-nuclear fusion devices // Trans. Indian Inst. Metals. – 2009. – Vol. 62. – P. 123–128.

150 Крауз В.И., Мартыненко Ю.В., Свечников Н.Ю., Смирнов В.П., Станкевич В.Г., Химченко Л.Н. Наноструктуры в установках управляемого термоядерного синтеза // УФН. – 2010. – Т.180 – С. 1055–1080.

151 Кузнецов Н.Т. Основы нанотехнологии. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2017 – 320 с.

152 Utegenov A.U., Tazhen A.B., Dosbolayev M.K., Ramazanov T.S. Experimental investigation of the interaction of plasma flow with the wall of fusion reactor // 21st International Symposium on Heavy Ion Fusion, Astana. – 2016 – 53 p.

153 Утегенов А.У., Тажен А.Б., Досболаев М.К., Рамазанов Т.С. Экспериментальное исследование свойств плазменного потока и взаимодействия его с материалами термоядерного реактора // Сборник тезисов 9-ой международной научной конференции «Современные достижения физики и фундаментальное физическое образование», Алматы. – 2016 – 107 с.

154 Тажен А.Б., Утегенов А.У., Досболаев М.К., Рамазанов Т.С. Исследование пучка ионов в импульсно-плазменном ускорителе с помощью цилиндра Фарадея // Сборник тезисов 9-ой международной научной конференции «Современные достижения физики и фундаментальное физическое образование», Алматы. – 2016 – 105 с.

155 Dosbolayev M.K., Utegenov A.U., Tazhen A.B., Ramazanov T.S. Study of processes of dust formation in TNER on model set of pulsed plasma accelerator // Book of abstracts of the 24th International conference on the phenomena in ionized gases, Estoril. – 2017. – 214 p.

156 Ferrero J.R., Nakamoto K., Brown C.W. Introductory Raman Spectroscopy. Second Edition, Elsevier. – 2003. – 315 p.

157 Reich S., Thomsen C., Maultzsch J. Carbon nanotubes: Basic concepts and physical properties. – WILEY-VCH Verlag, 2004. – 215 p.

158 Memon N.K., Tse S.D., Al-Sharab J.F., Yamaguchi H., Goncalves A.M.B., Kear B.H., Jaluria Y., Andrei E.Y., Chhowalla M. Flame Synthesis of Graphene Films in Open Environments // Carbon. – 2011. – Vol. 49. – P. 5064–5070.

159 Байтингер Е.М., Ковалев И.Н., Векессер Н.А., Рябков Ю.И., Викторов В.В. Статистический анализ дефектной структуры многослойных углеродных нанотрубок методом рамановской спектроскопии // Вестник КазНУ. Серия химическая. – 2013. – Т.1 – С. 96–102.

160 Prihodko N.G., Lesbayev B.T., Auelkhanzy M., Nazhipkyzy M., Mansurov Z.A. // Chemical Physics of Nanomaterials. – 2014. – Vol. 9. – P. 68–73.

161 Пат. 33514 РК. Способ управления пространственными характеристиками пылевой и буферной плазмы высокочастотного разряда Утегенов А.У., Коданова С.К., Рамазанов Т.С., Досболаева М.К., Бастыкова Н.Х.; опубл. 14.07.2017.