**Система регистрации и анализа параметров микроволнового разряда, инициируемого гиротронным излучением, для плазмохимических исследований**

**1. Введение**

**2. Экспериментальный стенд и схема эксперимента**

**3. Аппаратная часть диагностической системы экспериментального стенда**

**3.1. Балансные СВЧ измерения ~~(ПО -функциональное назначение ?????)~~**

**3.2. Видео измерения** **~~(ПО -функциональное назначение ?????)~~**

**2.3. Спектроскопия ~~(ПО -функциональное назначение ?????)~~**

1. **Экспериментальные результаты**
2. **Заключение**

**1. Введение**

Микроволновые технологии являются перспективным методом создания, модификации и обработки материалов [1]. Микроволновые разряды для целей материаловедения и разработки перспективных технологий создаются (инициируются) различными микроволновыми источниками, в том числе и гиротронами. Энергия излучения гиротрона сравнима с энергией излучения лазеров, которые используются в синтезе частиц со сложной структурой (например, нитрид-боровых нанотрубок [2]). Использование мощного излучения гиротрона в качестве инициатора микроволнового разряда при синтезе новых веществ является одной из перспективных прикладных задач материаловедения, так как гиротроны обладают целым рядом характеристик, важных для микроволновых технологий [4, 6, 7]:

* широким интервалом длин волн излучения (от сантиметра до суб-миллиметра);
* большими мощностями излучения в миллиметровом диапазоне длин волн (например, до 1 МВт для длины волны 1,7 мм);
* возможностью работы в импульсном, периодическом и непрерывном режимах (с длительностью импульса от сотен наносекунд);
* большим удельным поверхностным энерговкладом в единицу времени (0,01÷0,1 МВт/см2);
* равномерным вложением энергии, как на поверхность, так и в объём материалов;
* возможностью инициировать возбуждение колебательных и вращательных состояний сложных молекул, что является существенным для плазмохимических реакций.

Ранее нами был предложен новый подход к синтезу веществ в сильнонеравновесных условиях развития во времени всех фаз микроволнового разряда, инициированного гиротроном в смесях порошков металла и диэлектрика: от пробоя до перехода к плазмохимическим процессам [1]. Для этого были проведены эксперименты с подводом СВЧ излучения гиротрона на нижнюю поверхность смеси порошков, насыпанной в пластину в реакторе, верхняя поверхность смеси оставалась открытой. С верхней границы порошок-газ в эксперименте оказался возможен режим свободного разлета исходных веществ, а также плазмы и продуктов реакций в объем реактора, с дальнейшим участием веществ в циклических химических реакциях и закалки вторичных продуктов. В таких условиях взвесь пылевых частиц является важным компонентом (очагами кристаллизации) для синтеза композитов микро- и нано- размеров [2,3]. Было продемонстрировано, что для синтеза новых веществ необходимо развитие неравновесных экзотермических плазмохимических процессов в реакторе после выключения гиротрона.

Для проведения таких материаловедческих исследований нами был разработан стенд, состоящих гиротрона с плазмохимическим реактором ГР-1 и диагностической системой. Система включала микроволновые, видео и оптические диагностики, которые позволяли регистрировать и анализировать параметры микроволнового разряда, инициируемого излучением гиротрона, и процессы экзотермического синтеза веществ, развивающихся после окончания импульса гиротрона.

Проведение такого рода исследований накладывает достаточно жесткие ограничения на системы сбора и анализа данных. Это связанно, прежде всего, с большими объемами и различными типами сигналов, которые необходимо регистрировать и обрабатывать. Типовая экспериментальная сессия состоит из нескольких наборов образцов смесей различных порошков, с которыми проводятся исследования. На каждый из образцов, закладываемых в плазмохимический реактор, воздействуют серией СВЧ импульсов различной мощности (до 400кВт) и длительности (до 10 мс). В реакторе реализован режим разряда с фазой развития химических и плазмохимических реакций на несколько порядков превышающей длительность импульса гиротрона и достигающий десятков секунд. Необходимо проводить различные измерения и в этой длительной фазе. Для проведения корректных измерений, нами была разработана специализированная диагностическая система, включающая аппаратную и программную части. К аппаратной части диагностической системы относятся высокоскоростная и низкоскоростная IP-видеокамеры, СВЧ детекторы и блок высокоскоростных аналого-цифровых преобразователей, группа оптических спектрометров. К программной части системы относятся модули взаимодействия с аппаратурой, программные модули обработки данных, электронный журнал.

**2. Экспериментальный стенд и схема эксперимента**

Экспериментальный стенд для материаловедческих исследований включает гиротрон, плазмохимический реактор ГР-1 и систему диагностик. Эксперименты проводятся с использованием одного гиротрона (рабочая частота 75 ГГц, длительность до 15 мс, мощность до 600 кВт), который является частью комплекса электронно-циклотронного нагрева плазмы МИГ-3 стелларатора Л2-М. Подробное описание комплекса МИГ-3 приведено в [[[1]](#endnote-1)]. Экспериментальный стенд расположен между двумя зеркалами квазиоптического тракта МИГ-3, схема его расположения приведена в работе [[[2]](#endnote-2)].

Элементы комплекса представлены на рис.1 (мне кажется, что схему повторять не нужно).

Плазмохимический реактор ГР-1 представляет собой герметичную камеру со сквозным отверстием, закрытым толстыми кварцевыми пластинами. Конструкция реактора включает в себя два штуцера для откачки воздуха и впрыска необходимого газа (азот, воздух и т.д.). При необходимости с помощью форвакуумного насоса можно создать неглубокий вакуум ~0.1 атмосферы. На рисунке 1 приведен общий вид реактора ГР-1 [[[3]](#endnote-3)]. На нижнюю прозрачную для СВЧ кварцевую пластинку устанавливаются сменные кварцевые цилиндры разной длины (рис.2). Патрубки на боковых стенках и верхней крышке позволяют проводить оптические и видео наблюдения за протеканием процессов внутри реактора.

|  |  |
| --- | --- |
| Сборка реактора |  |

Рис.1. Общий вид плазмохимического реактора ГР-1.

Внутри реактора на согласованной кварцевой пластине послойно собирается порошковая смесь. На рисунке 2 приведена схема эксперимента. В качестве первого слоя, контактирующего с кварцевой пластинкой, вмонтированной в тефлоновое кольцо, используется порошок диэлектрика с низким коэффициентом поглощения микроволнового излучения. Слой диэлектрика толщиной 0,2…0,3 мм предотвращает пробой в контакте кварцевой пластины с зернами металла и как следствие – вплавление их в кварцевую пластину составляет, Вторым слоем наносится смесь порошков металла и диэлектрика с необходимой концентрацией: B–W, B–Mo, Mo–BN, Ti–B и др. СВЧ пробой происходит в смеси второго слоя. Первичные экзотермические химические реакции инициируются внутри этого слоя в плазменно-газовой среде между пылинками порошков. Температура порошка, измеренная по континууму оптического спектра (спектрометр принимает излучение с нижней поверхности порошка) достигала 4000 K, что превышает температуры плавления бора (2400 K) и молибдена (2900 K), и близко к температурам их кипения 4000 K и 5100 K, соответственно. Исходные порошки разлетаются с верхней поверхности в объем реактора. Экзотермические реакции инициируются в плазменно-газовой среде на поверхности порошка и при свободном газодинамическом разлете в объем реактора испаренных веществах. На рисунке 2 приведены видео и спектрометрические диагностики, которыми проводятся измерения как в течение импульса гиротрона, так и после его выключения. Которые …. На всех стадиях микроволнового разряда в течение длительности импульса гиротрона происходит поглощение микроволнового излучения, как при СВЧ пробое, так и в образовавшейся плазме внутри порошка и над ним. Поэтому в диагностическую систему включена внешняя по отношению к реактору СВЧ диагностика, позволяющая осуществлять диагностик плазмохимического реактора.

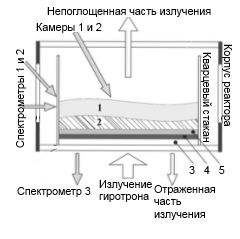
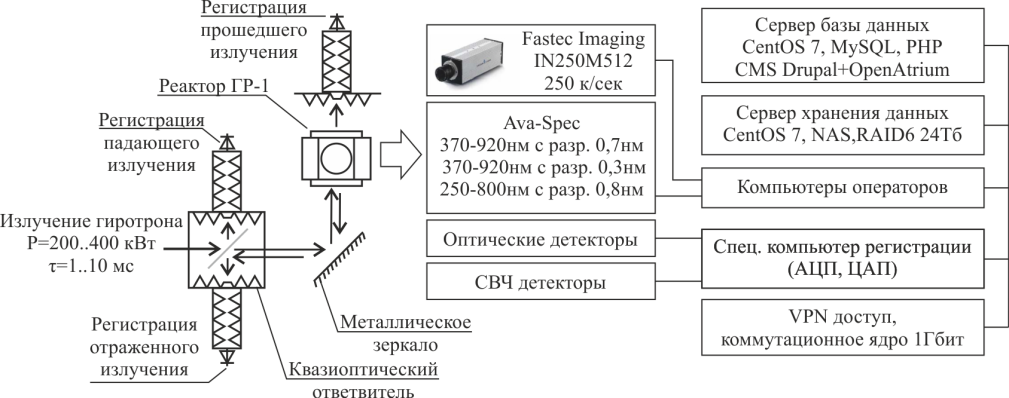


Рис.2. Схема реактора с видео и спектрометрическими диагностиками

1. газовый слой, 2- плазменный слой, 3-кварцевая пластина, 4- слой диэлектрического порошка, 5- порошковая смесь металл-диэлектрик

**2.1. Аппаратная часть диагностической системы экспериментального стенда**

Аппаратной части диагностической системы стенда состоит из СВЧ детекторов, высокоскоростной и низкоскоростной IP-видеокамер, группы оптических спектрометров. По различным методикам это оборудование позволяет осуществлять балансные СВЧ измерения, наблюдать за развитием процессов в реакторе, определять состав газо-плазменных смесей и температуры поверхности порошков, газа и плазмы.



**2.1. Балансные СВЧ измерения**

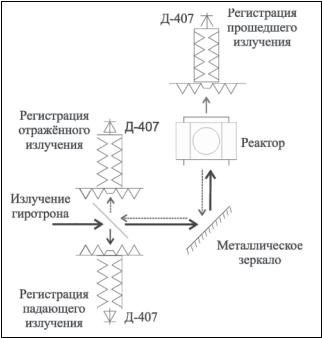


Рис.3. Балансная схема СВЧ измерений.

Для определения коэффициента полезного действия, а также возможности применения комплексной микроволновой плазменной технологии синтеза необходимо произвести оценку поглощенной в порошке мощности гиротрона. В микроволновых разрядах такую оценку производят по методике балансных СВЧ измерений. На рисунке 3 представлена структурная схема балансных СВЧ измерений, используемая для измерения поглощенной в порошке микроволновой мощности. Для проведения балансных измерений в представленных экспериментах необходимо регистрировать три основных параметра: мощность гиротрона, падающую на образец, Рпр, прошедшую через образец мощность, мощность, отраженную от образца Ротр. Необходимо также учитывать рассеяние падающего СВЧ пучка на стенках реактора и элементах квазиоптического тракта Ррас. Между гиротроном и реактором в квазиоптический тракт для проведения таких измерений был поставлен квазиоптический ответвитель [[[4]](#endnote-4)], в котором была реализована схема разделения микроволнового пучка гиротрона.

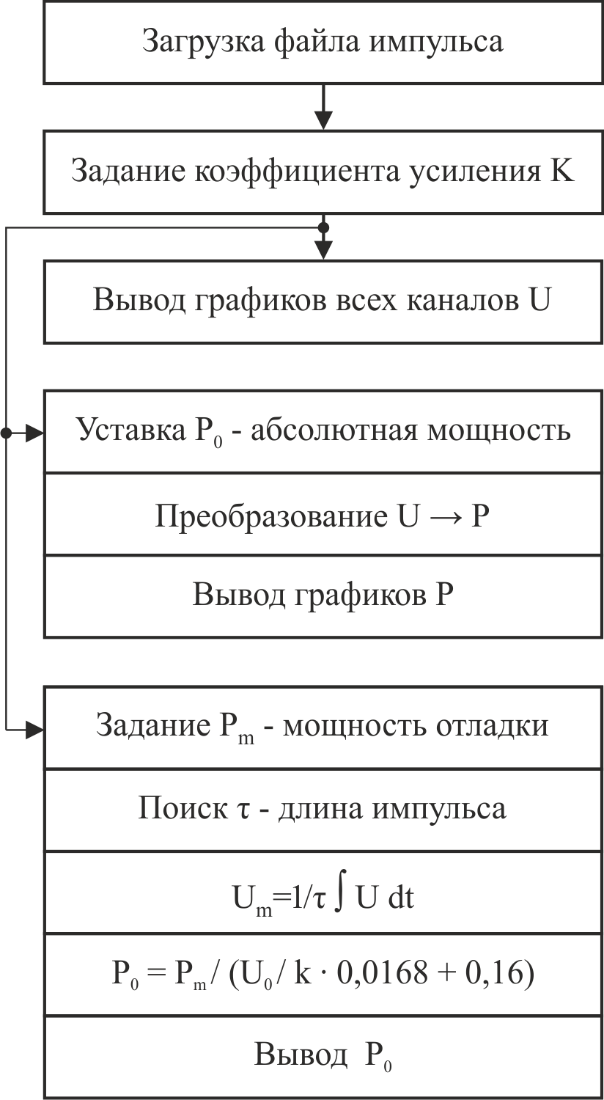
Квазиоптический ответвитель представляет собой корпус, изготовленный из оргстекла, внутри которого на капроновых нитях закреплена слабопоглощающая слюдяная пластинка с известным коэффициентом отражения. Нижняя и верхняя стенки корпуса покрыты конусами из поглощающей резины. Так же сверху и снизу закреплены цилиндрические тубусы из оргстекла, стенки которых так же покрыты поглощающими конусами, а на конце установлен стандартный детектор Д-407, защищенный диафрагмой из фольги с отверстием ≤0,2 мм. В процессе измерений реализуется следующая схема: часть падающей мощности гиротрона сразу направляется в регистрирующую систему при помощи слюдяной пластинки, дальше падающий пучок отражается металлическим зеркалом и направляется в плазмохимический реактор с образцом, пройдя через который попадает в систему регистрации прошедшего излучения. Часть мощности отражается от реактора с образцом и через то же металлическое зеркало направляется в квазиоптический ответвитель, где слюдяная пластинка направляет отраженную мощность в систему регистрации отраженного излучения.

В результате мы получаем данные с трех детекторов, преобразовав которые становится возможным расчет поглощенной образцом мощности:

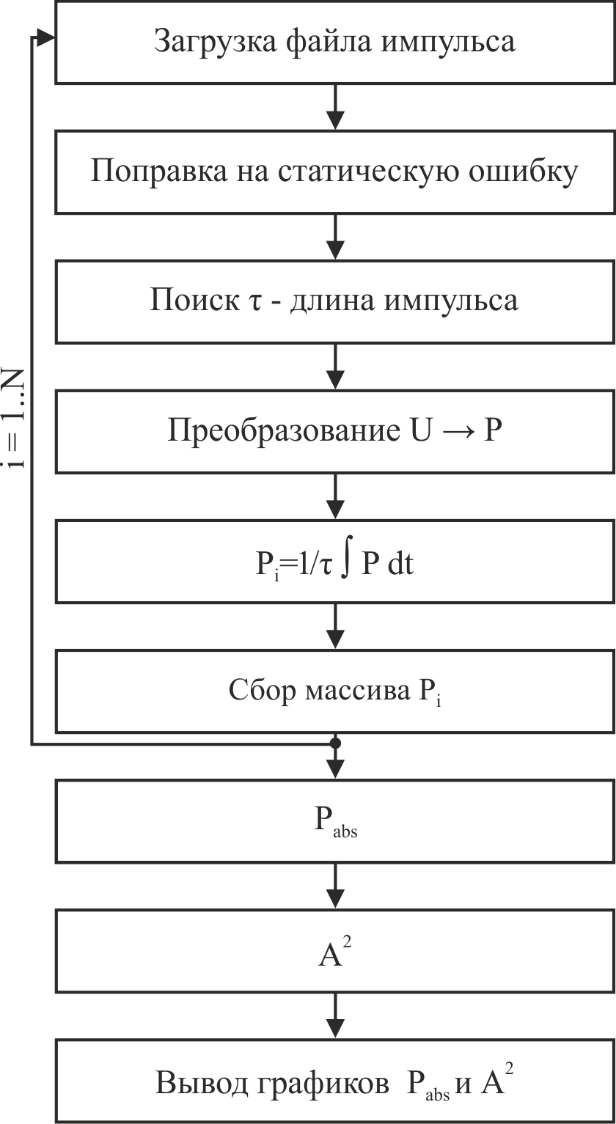
*P=PПР -PПРОШ-PОТР-PРАС*

Подробно методика балансных СВЧ измерений описана в [[[5]](#endnote-5)].

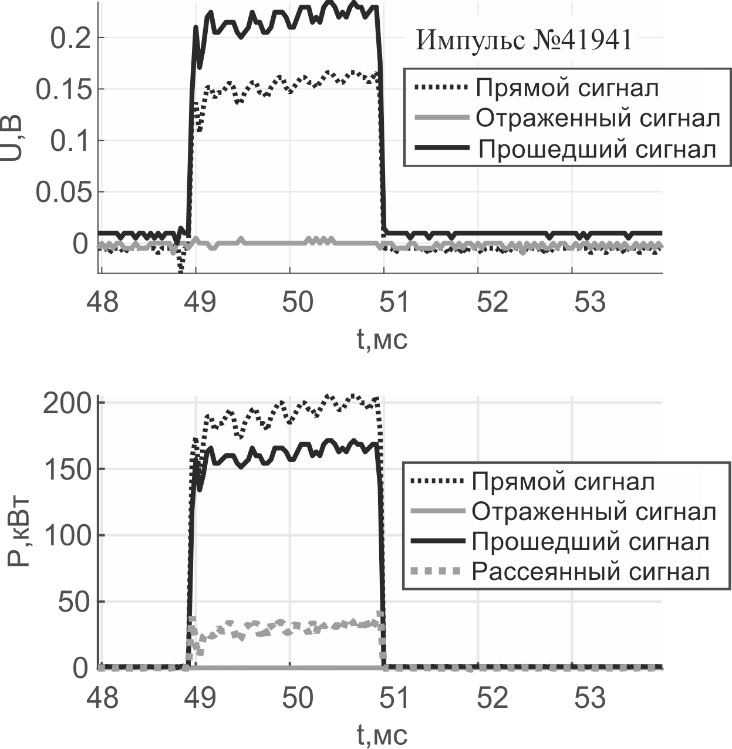
**АЛГОРИТМ и ПРИМЕР обработки**



*Рисунок 3 Алгоритм программного модуля отладки.*



*Рисунок 4 Алгоритм программного модуля обработки серии данных.*



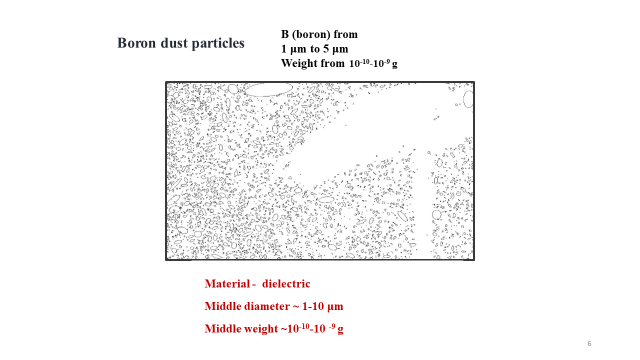
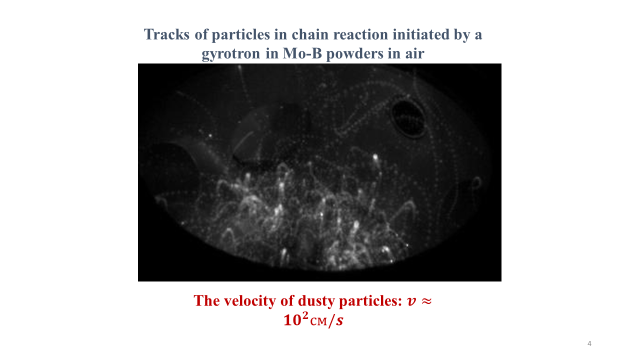
*Рисунок 6 Анализ уровня рассеяния СВЧ.*

**2.2. Видеонаблюдение**

Визуальное наблюдение за реактором во время экспериментов, а так же видеозаписи необходимые для определения треков частиц и подтверждения наличия или отсутствия определенных процессов (например самоподдерживающихся реакций) обеспечиваются высокоскоростной (250 к/сек) камерой fastec imaging IN250M512 и низкоскоростной ip-камерой Activecam AC-D1020. Обе камеры направлены под углом в объем реактора, что позволяет вести наблюдение порошковой смесь и пространства над ней. Все полученные записи сохраняются для последующего анализа и обработки.

**АЛГОРИТМ и ПРИМЕР обработки**



**Пример**

**2.3. Спектроскопия**

Сбор спектрометрических данных обеспечивают 3 спектрометра Ava-Spec фирмы «AVANTES» настроенных на оптический диапазон.

Датчики спектрометров направлены на реактор с трех направлений (рис.2):

- нижняя поверхность порошка

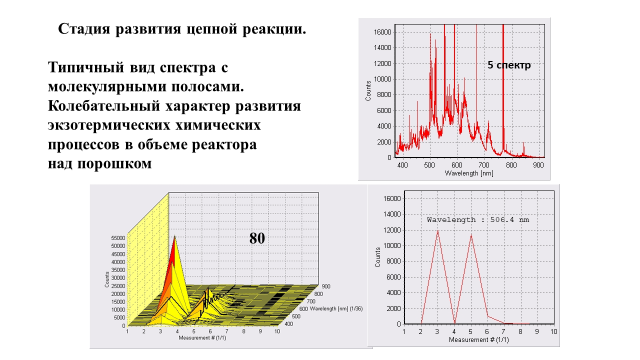
- верхняя поверхность порошка (через газово-плазменный слой)

- в плоскости порошка над их смесью через газово-плазменный слой.

С их помощью производятся интегральные измерения спектров, анализируется эволюция спектров во времени, из разных пространственных областей в реакторе определяются атомный и ионный состав продуктов реакций, а также идентифицируются молекулярные спектры.

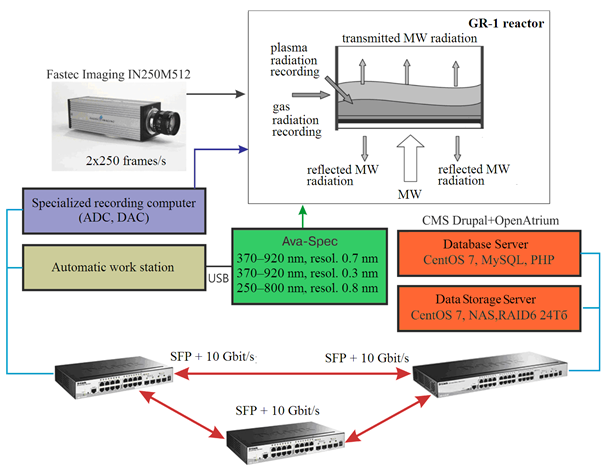
По полученным оптическим спектрограммам производится оценка температуры верхней и нижней поверхностей смесей порошков, плазменного слоя вблизи порошка, температуры газа внутри реактора [[[6]](#endnote-6)]. Температура поверхности порошка определяется по сплошному континууму спектра [[[7]](#endnote-7)]. Температура плазменного слоя определяется по относительной интенсивности атомных линий [[[8]](#endnote-8)]. Некоторые молекулярные спектры двухатомных молекул (например, TiO [[[9]](#endnote-9)] и AlO []) позволяют определить температуру газа.

**АЛГОРИТМ и ПРИМЕР обработки**

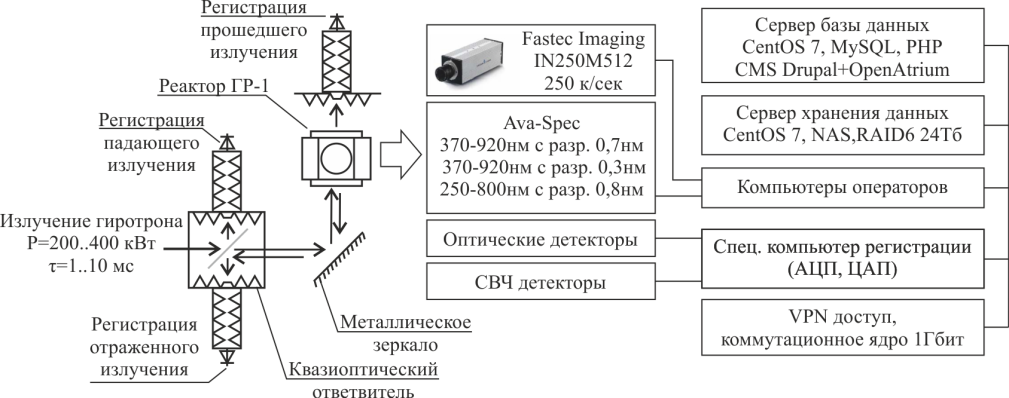
****

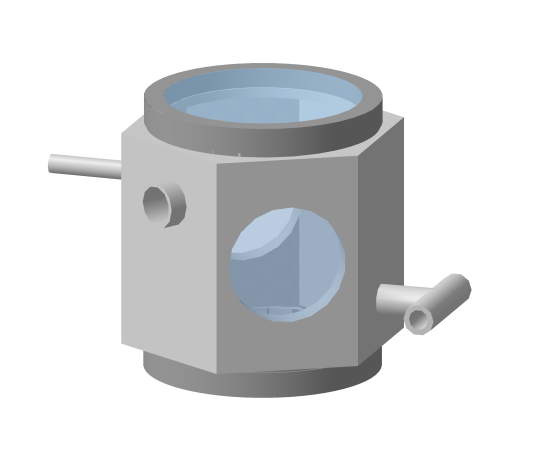
**4. Экспериментальные данные, конкретные примеры по группам экспериментов.**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Тип эксперимента | Условия эксперимента | Энергетические параметры | Диагностические методы | Описание |
| Модификация поверхностей | Напыление на кварцевые и Мo пластины в смесях порошков Mo+B  (ZZZZ)  (ZZZ)  Модификация поверхностей нержавеющей стали в смесях порошков Mo+B (BN)(Z) | 350 кВт, 2…10 мс.  350 кВт, 2мс | Балансные СВЧ измерения (ссылка на описание выше)  Оптические измерения спектров газопылевой смеси в реакторе и определение температуры (avaspec 370-920 нм и разрншением 0.7 и 0.3 нм, avaspec 250-800 нм, и разр-ем 0.8 нм )  Визуализация движения треков частиц в реакторе (быстрая камера – fastec imaging IN250M512)  + внешний анализ | - Получили напыление микрочастиц бора на кварцевые пластины и микрокристаллы Mo на Mo-пластинах  - Изменение поверхности нержавеющей стали с появлений микротрещин и подъем Ni на поверхность из объема пластины. |
| Изучение пылевых частиц | Генерация пылевой плазмы из реакционных смесей Ti+B, Mo+B, Mo+BN, Al2O3+Al с наличием катализаторов (H2BO3, карборан и т.д.) и без них  Mo / B  Ti / B  Mo / B / C2B10H12  Ti / B / C2B10H12  Mo / B / H3BO3  Ti / B / H3BO3  Mo / B / NaBH4  Ti / B / NaBH4  Al2O3+ AlN + 1% Mg  Al2O3+ AlN + 5% Mg  (ZZ) | 250-400 кВт, 2…12 мс.  350 кВт, 4мс  250 кВт, 4 мс  250 кВт, 4 мс  300 кВт, 2мс  280 кВт, 5 мс  380 кВт, 4мс  350 кВт, 5мс  350 кВт, 5мс  400 кВт, 8мс  350 кВт, 8мс | Балансные СВЧ измерения (ссылка на описание выше)  Оптические измерения спектров газопылевой смеси в реакторе и определение температуры (avaspec 370-920 нм и разр-ем 0.7 и 0.3 нм, avaspec 250-800 нм, и разр-ем 0.8 нм )  Визуализация движения треков частиц в реакторе и регистрация медленно протекающих процессов (быстрая камера – fastec imaging IN250M512 + медленная Activecam AC-D1020)  + внешний анализ | Определение (оценка) массы, заряда и скоростей ансамбля полевых частиц.  Обнаружение факта необходимости пылевых частиц как центров кристаллизации вторичных синтезируемых веществ в плазмохимическом реакторе |
| Синтез алонов | Синтез алонов в реакциях  Al/Al2O3  Al/AlN  Al/Al2O3/AlN  Al/Al(NO3)3\*9H20  Al/Al2O3/melamine  Al/Al2O3/melamine+C2B10H12 | 280-340 кВт,4-6мс  150 кВт, 4мс  200-250 кВт, 4-6мс  200 кВт, 4мс  280-340 кВт, 4-6мс  280-340 кВт, 4-6мс | Балансные СВЧ измерения (ссылка на описание выше)  Оптические измерения спектров газопылевой смеси в реакторе и определение температуры (avaspec 370-920 нм и разр-ем 0.7 и 0.3 нм, avaspec 250-800 нм, и разр-ем 0.8 нм )  Визуализация движения треков частиц в реакторе и регистрация медленно протекающих процессов (быстрая камера – fastec imaging IN250M512 + медленная камера) | Получены микро и нано частицы алонов… |



Hardware and software complex for plasma chemical research in GR-1 reactor.





Библиографический список

Z [Галаджева О.В., Образцова Е.А., Степахин В.Д., Скворцова Н.Н., “Модификация поверхности нержавеющей стали в разряде, инициированном гиротроном в смеси порошков молибдена и бора”, Современные средства диагностики плазмы и их применение  
москва, 14-16 ноября 2016 г., тезисы доклада на конференции, стр. 32-37]

ZZ [N S Akhmadullina, N N Skvortsova, E A Obraztsova, V D Stepakhin, E M Konchekov, Yu F Kargin, and O N Shishilov, Synthesis of oxide and nitride ceramics in high-power gyrotron discharge, III international Conference on Laser and Plasma Researches and Technologies]

Соколов Инженерная физика

ZZZ [Письма в ЖЭТФ]

International Workshop 2017 "Strong Microwaves and Terahertz Waves: Sources and Applications"

2016

ZZZZ [Н. Н. Скворцова, В. Д. Степахин, Д. В. Малахов, А. А. Сорокин, Г. М. Батанов, В. Д. Борзосеков,М. Ю. Глявин, Л. В. Колик , Е. М. Кончеков, А. А. Летунов,А. Е. Петров 1, И. Г. Рябикина, К. А. Сарксян, А. С. Соколов, В. А. Смирнов, Н. К. Харчев, “Создание рельефа на молибденовых пластинах в разрядах, инициируемых излучением гиротрона в порошках металл—диэлектрик”, Известия вузов. Радиотехника 2015г. №9, стр. 779-788 ]

1. G. M. Batanov, V. I. Belousov, Yu. F. Bondar et al. A New MIG-3 Gyrotron Complex for Creation and Heating of Plasma in the L-2M Stellarator and the First Experimental Results. Plasma Physics Reports, 2013, Vol. 39, No. 13, pp. 1088–1095. [↑](#endnote-ref-1)
2. German M. Batanov, Valentin D. Borzosekov, et al. Microwave method for synthesis of micro- and nanostructures with controllable composition during gyrotron discharge // Journal of Nanophotonics. • Vol. 10(1). 2016. 012520-1. [↑](#endnote-ref-2)
3. Реактор 2013 [↑](#endnote-ref-3)
4. Патент по квазиоптическому разделителю. [↑](#endnote-ref-4)
5. Инженерная физика Укрюков 2017 [↑](#endnote-ref-5)
6. Инженерная физика 2013 [↑](#endnote-ref-6)
7. Батанов Г.М., Бережецкая Н.К., Копьев В.А., Коссый И.А., Магунов А.Н. Эволюция темпера-туры в смеси титан-бор при инициировании реакции самораспространяющегося высокотемпе-ратурного синтеза импульсным микроволновым разрядом // Химическая Физика. 2013. Т. 32. № 4. С. 52…59. [↑](#endnote-ref-7)
8. *Методы исследования плазмы* / Под ред. Лохте-Хольтгревена. М.: Мир, 1971. С. 142. [↑](#endnote-ref-8)
9. J. Hermann, F. Perrone, and C. Dutouquet, “Investigation of silicon oxide emission spectra

   observed in a pulsed discharge and a laser-induced plasma,” J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.

   34(153), 953–4075 (2001). [↑](#endnote-ref-9)