

УДК 66.0.533..9

М.К. Боромбаев, А.Ж. Тынаев, А. Токтошев, У.К. Сатыбалдиев.

УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ БАРЬЕРНОГО РАЗРЯДА В СМЕСИ ФРЕОНА С КИСЛОРОДОМ.

Разработана и изготовлена установка, состоящая из высоковольтного источника питания, плазмохимического реактора и дозатора газа травителя. Испытана установка и было осуществлено плазмохимическое воздействие на пластины монокристаллического кремния в барьерном разряде атмосферного давления. Реализован барьерный разряд в смеси фреона с кислородом, при высоком напряжении источника питания переменного тока 35кВ, частотой 50Гц. Визуально определены напряжения зажигания барьерного разряда в воздухе, кислороде и смеси фреона (75%) с кислородом.

1. Введение.

В данной работе для воздействия на пластины монокристаллического кремния предлагается новый плазменный способ, основанный на применении барьерного разряда (БР) атмосферного давления. БР реализуется при подаче высокого переменного напряжения на электроды, покрытые тонким слоем диэлектрика (барьер) [1]. Барьерный разряд состоит из множества близко расположенных, кратковременных, мелких и слабых искр. Плазма БР равномерно покрывает большие поверхности, площадь разряда растёт с увеличением его мощности при сохранении постоянной удельной мощности.

В свою очередь, удельная мощность пропорциональна величине питающего напряжения, она зависит также от толщины и диэлектрической проницаемости барьера, межэлектродного зазора и слабо зависит от состава газа [1].

Температура электронов в БР составляет десятки тысяч градусов, что обеспечивает высокую степень диссоциации молекул. Тогда как температура газа близка к комнатной. БР - самый простой и доступный способ получения неравновесной плазмы атмосферного давления. Для получения барьерного разряда применяются простые и надежные источники питания, что является еще одной его положительной характеристикой.

Воздействия на пластины Si осуществляется при атмосферном давлении химически активными радикалами, образующимися при диссоциации молекул хлор / фтор содержащих газов на поверхности воздействия пластины [2].

Для исследования БР в смеси фреона с кислородом требуется высокое напряжение в 30-35 кВ промышленной частотой в 50 Гц.

БР в смеси кислород фреон может представлять интерес для травления пластины Si. БР в смеси фреона с кислородом малоисследован. Есть информация о коронном разряде в смеси фреона с воздухом [3].

В [3] показано, что с увеличением содержания фреона в смеси с воздухом происходит непрерывное уменьшение токов при любых напряжениях. Свечение короны в смесях фреона с воздухом постепенно переходит от свечения тлеющего разряда, видимого в воздухе с обычной темной и светящейся областью, к общему диффузному свечению, характерному для высокого содержания фреона [3].

В [3] приведен вид положительной короны при содержания фреона в воздухе 0%, 1%, 6%, 10%, 20%, 40%, 60%, 80%, 100%, стримеры максимальной длины наблюдались при 1% фреона.

В [1] измерено напряжение зажигания U_3 , барьерного разряда различных газов при $P=1$ атм и межэлектродном пространстве $d=0,5$ мм: для воздуха 17 кВ, O_2 -15,5 кВ, SF_6 -43,5 кВ, CF_3Cl -25 кВ. Величины электронного сродства свободного $Cl(3,8эВ)$ и $F(3,5-4,7эВ)$, являющихся продуктами диссоциации фреона, намного превышает величину электронного сродства $O_2(0,07-0,1эВ)$ и $O(2,2 эВ)$. Существование O в воздухе в течение заметного времени считается маловероятным [3].

Работа плазмохимического реактора при высоких напряжениях (до 35кВ) предъявляет особые требования к установке:

- надежность изоляции токопроводящих проводов, измерительных приборов, автоматов, трансформаторов и плазменного реактора;
- наличие защиты от перегрузки по току и напряжению;

- автоматическое выключение установки при пробоях, перегрузке по току и напряжению и при случайном открытии дверцы установки;
- надежность заземления и безопасность при работе.

Основным достоинством блока питания установки, как показало испытание, является то что она отвечает всем выше перечисленным требованиям.

В данной работе изучали воздействие плазмой пластины Si в смеси фреона с кислородом в течении 10 часов. По визуальному наблюдению видно изменение поверхности, т.е. видно травление. Эти исследования будут отражены в другой статье.

2. Экспериментальная установка.

Установка (рис.1) состоит из следующих основных узлов. Плазмохимический реактор с БР атмосферного давления, в котором расположена обрабатываемая пластина кремния. Источник высоковольтного электрического питания. Баллоны с реакционными газами фреон- кислород. Барботер с едкой щелочью для утилизации отходящих газов.

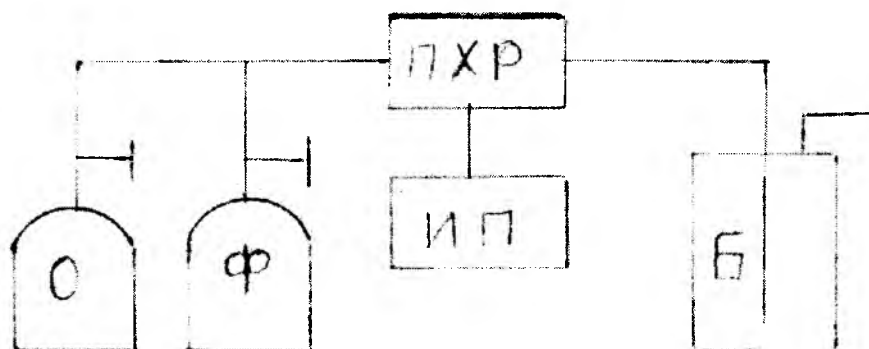


Рис.1. Блок-схема экспериментальной установки.

ПХР – плазмохимический реактор

ИП – источник электрического питания

Ф и О – баллоны со сжатым газом (фреон и кислород).

Б – барботер.

2.1. Плазмохимический реактор.

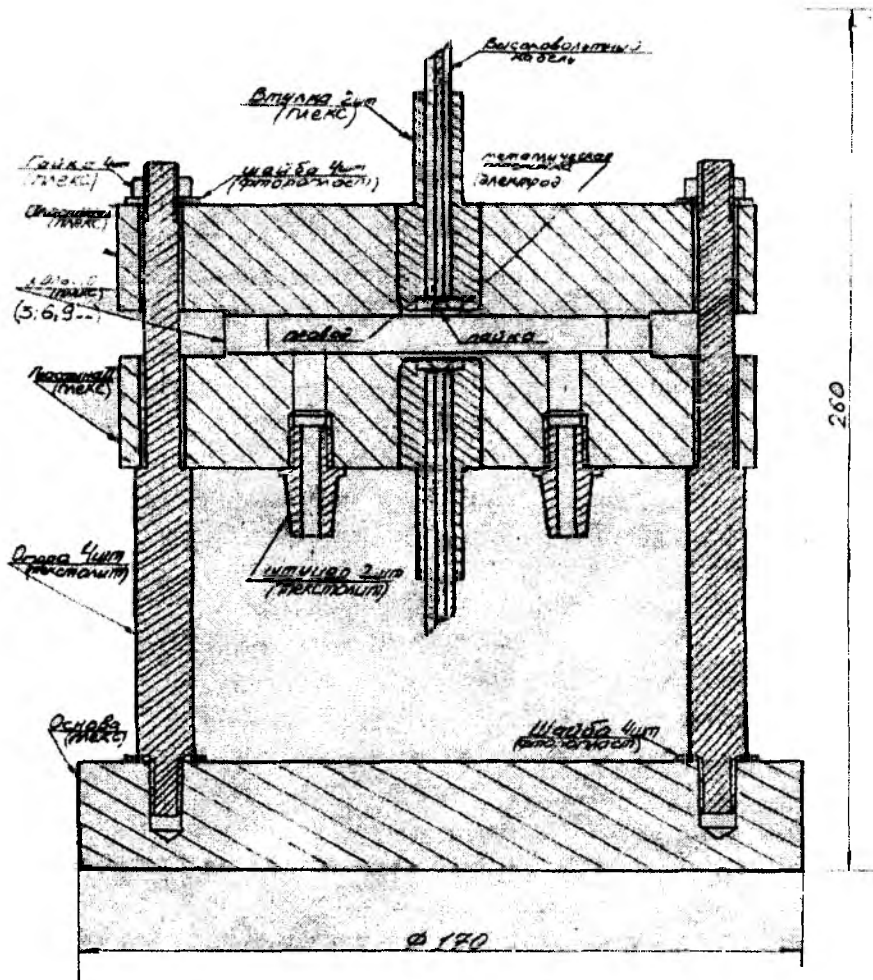
Вначале был сконструирован и изготовлен первый вариант плазмохимического реактора. БР зажигается при подаче высоковольтного напряжения частотой 50 Гц на электроды, прикрытые диэлектрической пленкой из фторопласта. Визуальные наблюдения за разрядом осуществляются через прозрачную приставку.

Расстояние между электродами может варьироваться сменой приставок имеющих толщину 3,6 и 10 мм. Толщина диэлектрического барьера может меняться путем набора различного количества фторопластовых пленок, толщиной 50 мкм каждая.

При испытании первого варианта реактора выяснилось следующее. Для реализации БР в смеси фреона с кислородом необходимо высокое напряжение (более 15 кВ). При таком высоком напряжении наряду с основным БР между верхним электродом и пластинкой кремния, возникают паразитные разряды в газовых прослойках между слоями фторопластовой пленки, а также по внешним поверхностям камеры от токоведущих болтов к металлическим стягивающим болтам. Эти утечки достигали 80% от общего тока.

Указанные недостатки были устранены во втором варианте плазмохимического реактора (рис.2). Паразитные разряды на внутренних поверхностях реактора были устранены заменой диэлектрического барьера из набора фторопластовых пленок на

Рис.2.



барьер из тонких слоев (1,5 мм) органического стекла, выполненных в едином теле основания и крышки реактора. Газовые прослойки теперь отсутствуют. Паразитные разряды по внешним поверхностям реактора были устранены путем тщательной изоляции металлических токоподводов и заменой металлических стягивающих болтов на диэлектрические (текстолиты). Для электроизоляции токоподводов высоковольтные кабели размещены в проходном изоляторе, газовые зазоры залиты клеем на смеси оргстекла с дихлорэтаном.

Реактор прошел успешные испытания при напряжении до 30 кВ. Паразитная утечка тока не обнаружена.

2.2. Схема электрического питания плазменного реактора.

Схема электрического питания предназначено для питания плазменного реактора высоковольтным напряжением от 1 кВ до 35 кВ. С частотой 50 гц и с максимальным допустимым током до 30 мА.

Схема электрического питания плазменного реактора (рис.3) состоит из низковольтного автотрансформатора напряжения ТР1 типа РН, высоковольтного трансформатора ТР2 типа НОМ-5. 100\3500, системы пуска и защиты от перегрузки по току и по напряжению и системы токов и напряжений низковольтных и высоковольтных цепей.

Напряжение сети 220В подается к точкам 1 и 2. При подаче напряжения 220В к точкам 1 и 2 контакты магнитного пускателя В₁, В₂, В₃ находятся в разомкнутом состоянии и напряжение сети не подается на обмотку трансформатора ТР 1 типа РН. Между точками 1 и 2 последовательно соединены нормально замкнутые контакты (КТ) реле тока РТ-40\6 (КН) реле напряжения ЭН 528\320, кнопки стопа (КС) и пуска (КП), обмотка (В) пускателя ПМЕ-2, кнопка блокировки двери (КД). К кнопки пуска параллельно соединен контакт блокировки В₂, установленный в пускателе. При нажатии кнопки пуска (КП) электрический ток проходит через обмотку пускателя (В) в следующей последовательности:

1-КТ-КН-КС-КП-В-КД-2. обмотка пускателя (В) получает питание и срабатывает пускатель в целом. Нормально открытые контакты В₁, В₂ и В₃ замыкаются и первичная часть обмотки автотрансформатора получает напряжение 220В. При отпускании кнопки пуска (КП) подача напряжения 220В в первичную обмотку автотрансформатора не прекращается, так как в этом случае электрический ток течет через цепь защиты и управления в последовательности:

1-КТ-КН-КС-В (контакт)-В (обмотка)-КД (контакт двери)-2, то есть контакт (В), параллельно включенный кнопке (КП) блокирующий кнопку (КП).

Параллельно вторичной части обмотки автотрансформатора РН включены вольтметр V₁ типа Ц-4200, обмотка реле напряжения РН и через амперметр А₁ и обмотки реле тока РТ-40\6 первичная обмотка высоковольтного трансформатора НОМ-35. С помощью вольтметра типа Ц-4200 измеряются регулируемое напряжение вторичной обмотки автотрансформатора от 0 до 150 В, а с помощью амперметра А₁ типа Э-421 ток первичной обмотки высоковольтного повышающего трансформатора НОМ-35. Система защиты и блокировки состоит из реле тока типа РТ-40/6 с нормально замкнутым

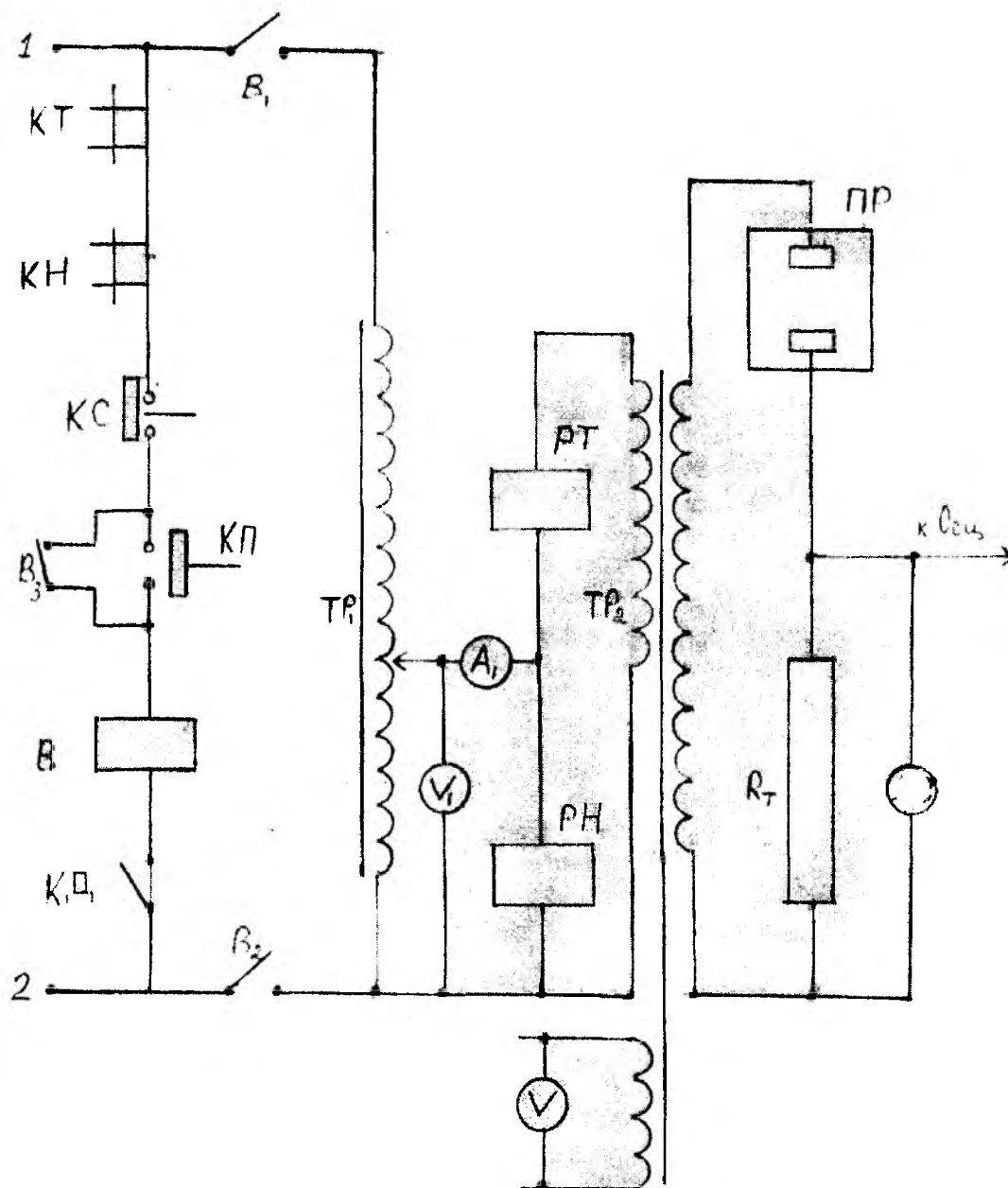


Рис3. Схема электрического питания.

КТ- нормально замкнутый контакт 100/350 реле тока РТ-40/6,
 КН- нормально замкнутый контакт напряжения ЭН 528/320
 КС- кнопка стопа, КП- кнопка пуска, В,В, В – нормально открытые контакты
 пускателя, В- обмотка пускателя,
 V- вольтметр, А- амперметр, КД- кнопка двери,
 ТР1- автотрансформатор РН, РТ- обмотка реле тока,
 РН- обмотка реле напряжения, ТР- трансформатор НОМ- 35. 100/35000,
 ПР- плазменный реактор.

контактом (КТ) и обмоткой электромагнита (РТ), реле напряжения ЭН-528/320 с нормально замкнутым контактом (КН) и обмоткой электромагнита (ЭН) и кнопки блокировки (КД), которая блокирует подачу напряжения в систему при открытии двери корпуса электрического питания плазменного реактора.

Порог срабатывания реле тока регулируется от 1 А до 15 А. Для озонатора порог срабатывания установлен на ток в 7 А, так как максимальный допустимый ток первичной обмотки высоковольтного трансформатора не должен быть свыше 7 А.

Порог срабатывания реле напряжения регулируется от 57 до 320 В. В схеме порог срабатывания реле напряжения установлен в пределе 100 В, так как максимально допустимое напряжение первичной обмотки высоковольтного трансформатора не должно превышать 100 В.

Обмотка реле тока включена последовательно с первичной обмоткой высоковольтного трансформатора. При токе свыше 7 А реле тока срабатывает и размыкается его контакт (КТ), последовательно включенный в цепь обмотки пускателя и в результате разрывается цепь питания катушки пускателя. Своими нормально открытыми контактами В₁, В₂ разрывает первичную цепь автотрансформатора РН и подача напряжения в систему прекращается.

Обмотка реле напряжения (РН) включена параллельно первичной обмотке высоковольтного трансформатора ТР-2. При напряжении, превышающего 100 В, срабатывает реле напряжения и размыкает его контакт (КН), последовательно включенный в цепь обмотки пускателя и в результате разрывается цепь питания катушки пускателя. Своими нормально открытыми контактами В₁ и В₂ разрывает первичную обмотку автотрансформатора (РТ 1), и подача напряжения в систему прекращается.

Высоковольтная цепь электрического питания реактора состоит из вторичной обмотки трансформатора, плазменного реактора (ПР), делителя напряжения R_T и измерительных приборов.

При изменении напряжения в первичной обмотке высоковольтного трансформатора ТР2 в пределах от 0 до 100 В с помощью автотрансформатора ТР1 выходное напряжение высоковольтного трансформатора изменяется от 1 кВ до 35 кВ.

Для измерения величины и характеристики тока в плазменном реакторе, последовательно реактору включен резистор R_T с сопротивлением 4,7 кОм. Милливольтметр, параллельно включенный этому резистору, градуирован на величину тока, проходящего через реактор. Влияние величины сопротивления R_T на величину тока реактора незначительное, так как сопротивление реактора составляет порядка $10^8 \div 10^{10}$ Ом. Величина тока реактора измеряется микровольтметром (μV) типа М 265.12, по величине падения напряжения на резисторе R_T. С этого же резистора с помощью осциллографа С1-83 снимается форма и величина тока.

Величина выходного напряжения определяется измерением напряжения на измерительной обмотке трансформатора НОМ-35.

Автотрансформатор типа РН, высоковольтный трансформатор НОМ-35 реле тока и напряжения, плазменный реактор, делители и пускатель, помещенные в металлический корпус. Измерительные приборы установлены на передней панели корпуса. Также ручки управления выведены на переднюю панель корпуса. Осциллограф установлен на подставке, закрепленной на боковой стороне корпуса.

Металлический корпус электрического питания и корпус высоковольтного трансформатора и корпуса всех приборов заземлены.

2.3. Дозировка газов

Осуществляется следующим образом. Камера плазмохимического реактора освобождается от воздуха продувкой кислорода. Объем пропускаемого через камеру кислорода в 20 раз больше объема камеры. Это гарантирует количество остаточного воздуха в камере не более 5% от количества кислорода. Затем в камеру напускается фреон. Количество подаваемого фреона определяется подсчетом пузырей газа, прошедших через барботер. Объем пузыря, найден и равен 0,25 мл. В режиме полного смешения фреона с кислородом в камере объемная концентрация фреона равна 50%, если через камеру продуть объем фреона равный объему камеры. При продувке через камеру фреона в 20 раз больше объема камеры, объемная концентрация фреона будет 95%. В таблице 1 указаны объемы продуваемого через камеру фреона для получения соответствующей концентрации фреона в кислороде.

Таблица 1.

Фреон, % об	25	50	75	95
Продуваемый объем фреона	$\left(\frac{1}{3}\right)^*$	1*	3*	20*

2.4. Поглотитель отходящих газов.

Отходящие газы содержащие фреон (CF_2Cl_2), а также образующие из него под действием молекулы и радикалы (Cl , F , Cl_2 , F_2), барботируются через раствор едкой щелочи (KOH). При этом происходит полная утилизация фтор/хлор содержащих газов, превращающихся в соли KF, KCl. Барботер используется также для дозирования газов в реактор.

3. Предварительные результаты. Испытания установок.

Установка испытана при $U_{эф}$ напряжениях от 2 до 30 кВ в газах: воздухе, кислороде и смеси фреона в кислороде. Межэлектродное пространство $d=3,0$ мм, $P=1$ атм. Визуально определены $U_{зак}$ барьерного разряда. Напряжение зажигания разряда и как обычно, близкое к нему напряжение горения U_r для воздуха визуально можно оценить величины $U_3=6,6$ кВ. Для чистого кислорода получено $U_3=5,8$ кВ. По данным [1] напряжение зажигания (и горения) БР в кислороде при таком же межэлектродном промежутке $U_3=6,4$ кВ.

В настоящее время $U_{зак}$ БР в смеси фреона в кислороде отсутствуют, имеются данные для чистого фреона CCl_2F_2 при коронном разряде, $U_3=12-13$ кВ, при $P=1$ атм [3].

Напряжение зажигания БР в 75% смеси фреона с кислородом визуально можно оценить величины $U_3 \approx 17,5$ кВ существенно выше чем чистом кислороде. Значительно большая электрическая прочность фреона обусловлена высоким сродством компонентов фреона (F, Cl) к электрону. Электроны плазмы захватываются и этими газами, что препятствует развитию разряда. Поэтому для зажигания и поддержания разряда требуется большие напряжения.

Ток в цепи барьерного промежутка возрастает пропорционально питающему напряжению. До напряжения зажигания БР нет, ток через промежуток идет за счет

ЕСТЕСТВЕННЫЕ НАУКИ. МАТЕМАТИКА. ФИЗИКА

только тока смещения как через конденсатор. При зажигания разряда через промежуток протекает активной ток в виде импульсов.

Выводы:

1. Разработана и изготовлена экспериментальная установка, включающая плазмохимический реактор с барьерным разрядом, высоковольтный источник питания до 30 кВ контрольно-измерительные приборы., дозатор газа, поглотитель отходящих газов.
2. Реализован барьерный разряд в смеси фреона с кислородом. Визуально определены напряжения зажигания барьерного разряда воздуха $U_3=6,6$ кВ, чистого кислорода $U_3=5,8$ кВ и смеси фреона, (75%) с кислородом $U_3 \approx 17,5$ кВ
3. Испытана установка и было осуществлено плазмохимическое воздействие на пластину монокристаллического кремния в барьерном разряде атмосферного давления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Самойлович В.Г., Гибалов В.И., Козлов К.В. Физическая химия барьерного разряда. -М.: Изд, МГУ, 1989-176 с.
2. Плазмохимическое травление кремния. Отчет НИР, ИГУ. 2000г.-28 с. Научный руководитель проф. В. С.Энгельшт.
3. Дж.Мик , Дж. Крэгс. Электрический пробой в газах. -М: Изд. ИЛ, 1960г-605с.