Министерство науки и высшего образования РФ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина) Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева Российское вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского Институт проблем машиноведения РАН Euro-Asian Cooperation of National Metrology Institutions (Евро-Азиатская кооперация национальных метрологических институтов – КООМЕТ) ООО «НПО «Группа Компаний Машиностроения и Приборостроения» НПО «Измеритель» ООО «Современное вакуумное оборудование» ООО «Владимирский центр механической обработки» ООО «Ист Вакуум» ООО «ЕМС»

> 25–27 июня 2024 Санкт-Петербург, Россия

June 25–27, 2024 St. Petersburg, Russia 31st All-Russian Conference with International Participation «VACUUM TECHNIQUE AND TECHNOLOGY – 2024»



Труды 31-й Всероссийской научно-технической

конференции с международным участием

«ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА

И ТЕХНОЛОГИИ – 2024»

25–27 июня 2024 г. Санкт-Петербург Вакуумная техника и технологии – 2024. Труды 31-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 25–27 июня 2024 г. / под ред. Д. К. Кострина, С. А. Марцынюкова и В. А. Симона. – СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2024. – 417 с.

ISBN 978-5-7629-3367-4

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 31-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов, применению вакуумных технологий в промышленности и научных исследованиях и, в частности, в атомной промышленности, металлургии и добывающих отраслях.

Организационный комитет

Потрахов Н. Н., д. т. н., проф., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург – председатель Кострин Д. К., д. т. н., доц., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург Марцынюков С. А., к. т. н., доц., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург Гук К. К., к. т. н., доц., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург Симон В. А., к. т. н., асс., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург Холопова Е. Д., к. т. н., асс., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург

Программный комитет

Шелудько В. Н., д. т. н., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург – председатель Розанов Л. Н., д. т. н., проф. СПбПУ Петра Великого, Россия, Санкт-Петербург – почетный председатель Тетерук Р. А., к. т. н., ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Россия, Санкт-Петербург – сопредседатель Шаповалов В. И., д. т. н., проф., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, Санкт-Петербург – сопредседатель Беграмбеков Л. Б., д. ф.-м. н. проф., НИЯУ «МИФИ», Россия, Москва Бецофен С. Я., д. т. н., проф., МАИ, Россия, Москва Бурмистров А. В., д. т. н., проф., КНИТУ, Россия, Казань Воробьёв М. С., д. т. н., с. н. с., ИСЭ СО РАН, Россия, Томск Желонкин Я. О., к. т. н., ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Россия, Казань Зарвин А. Е., к. ф.-м. н., доц., НГУ, Россия, Новосибирск Капустин Е. Н., к. т. н., АО «Вакууммаш», Россия, Казань Коваль Н. Н., д. т. н., проф., ИСЭ СО РАН, Россия, Томск Колесник Л. Л., к. т. н., доц., ООО «Электровакуумные технологии», Россия, Москва Кузнецов В. Г., д. т. н., ФГБУН ИПМаш РАН, Россия, Санкт-Петербург Лозован А. А., д. т. н., проф., МАИ, Россия, Москва Нестеров С. Б., д. т. н., проф., Российское вакуумное общество, Россия, Москва Одиноков В. В., д. т. н., проф., ОАО НИИТМ, Россия, Москва Панфилов Ю. В., д. т. н., проф., МГТУ им. Н. Э. Баумана, Россия, Москва Полянский В. А., д. т. н., проф., ФГБУН ИПМаш РАН, Россия, Санкт-Петербург Пронин А. Н., ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Россия, Санкт-Петербург Сушенцов Н. И., к. т. н., доц., ПГТУ «ВОЛГАТЕХ», Россия, Йошкар-Ола

Чернышенко А. А., к. т. н., ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева", Россия, Санкт-Петербург

Ответственность за достоверность сведений и сохранение государственной или корпоративной тайны несут авторы публикаций

XFRST**VAK**

О КОМПАНИИ

ERSTEVAK - это результат многолетнего опыта в сфере комплексных поставок вакуумного, термического, полупроводникового и аналитического оборудования для предприятий малой, средней и крупной промышленности, наукоемких производств, исследовательских институтов и лабораторий.

Мы имеем три производственные площадки: в Москве, Балашихе и Шатуре (Московская область). На московском складе у нас постоянно в наличии 45 тысяч единиц товара, что позволяет оперативно снабжать клиентов и способствует оптимальной логистики.

ЦЕЛЕВЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ



Промышленное

оборудование

Испытательное оборудование





Дополнительная информация

Проектирование

• имитаторы космического пространства

- вакуумные печи
- вакуумные камеры

 установки диффузионной сварки • напылительные установки

Производство

 вакуумные установки по техническому заданию Заказчика • автоматизированные системы управления компрессорные станции

установки термообработки

НАШИ КЛИЕНТЫ





Мы можем изготовить и сертифицировать оборудование под любой технический процесс.

Мы также создаем уникальные проекты по техническому заданию, в том числе на замену ушедшим европейским брендам. Среди собственного серийного оборудования у нас есть течеискатели, откачные посты, воздуходувки Рутс, печи Сириус и так далее. После покупки оборудования, мы оказываем полную гарантийную и сервисную поддержку клиентов.

Разработка изделий, производства, испытания и состав технической документации соответствуют требования ГОСТ, что подтверждено повторным продлением действия сертификата добровольной сертификации в 2023 году.

ПРОЕКТЫ



КОНТАКТЫ

ООО «ЭРСТВАК»

ИНН/КПП: 7717740996/771801001107023 Россия, г. Москва, ул. Электрозаводская д.23, стр. 8, оф. 104

> +7 (499) 703-06-36 info@erstvak.com www.erstvak.com

Поставки

- вакуумные насосы
- вакуумные датчики • вакуумная и газовая арматура
- гелиевые течеискатели компрессорное оборудование
- климатические камеры
- лабораторное оборудование
- термическое оборудование

Гелиевый течеискатель ТИ1-50

Универсальный мобильный автоматизированный электронный прибор с полным набором функций современного течеискателя.



Особенности течеискателя ТИ1-50

- Большой цветной дисплей с комфортным для восприятия отображением информации о состоянии течеискателя, а также о ходе процесса вакуумных испытаний в текстовой и графических формах
- Максимальное время отображения графика испытаний 8 часов
- Верхнее расположение входного фланца
- Возможность архивирования и просмотра результатов испытаний, как в самом течеискателе, так и с переносом на внешний ПК
- Возможность сохранения в памяти прибора до 4000 результатов испытаний
- Высокая надежность течеискателя за счет непрерывного тестирования состояния вакуумной системы
- Автоматическая подстройка и калибровка по встроенной, а также внешней
- контрольной течи
- Широкий диапазон регистрируемых потоков натекания
- Следящая и динамическая компенсация фона
- Интерфейсы управления RS232C, RS485
- Управление с помощью двухпозиционного энкодера
- Квазисенсорная панель с управляющей мнемосхемой

Технические характеристики

Максимальная чувствительность:

- по гелию по входу 5x10-13 м3xПa/c
- по гелию со щупом 1x10-10 м3xПа/с
- Время отклика по входу 1 с Время отклика со щупом 10 м 5±1 с Производительность:
- форвакуумный насосом 1,5 м3/час - ТМН 50 л/с
- Время выхода на рабочий режим (первично/повторно) 5/1 мин Напряжение питания 220±22 В

00

- -Потребляемая мощность 500 Вт
- Габаритные размеры 484х470х392 мм Масса 38 кг
- Дополнительные опции:

транспортировочная тележка, щупы-пробозаборники, дистанционный пульт управления, набор для обдува гелием, вакуумная камера, насосы другой производительности.

Разработчиками ООО НПО «Измеритель» совместно с сотрудниками ВНИИМ им. Д.И. Менделеева были учтены и исправлены пожелания Заказчиков для улучшения технических характеристик серийно выпускаемых приборов. Коллективная работа группы специалистов по течеисканию привела к доработке отдельных узлов и положительно повлияла на работу прибора в целом.

Прибор полностью сохранил технические и габаритные параметры и привычный интерфейс своего прототипа, изготавливаемого ранее ОАО «Завод Измеритель».

Изменения коснулись элементной базы: переработана плата питания анализатора (повышена надежность и стабильность работы), переработан электрометрический усилитель (увеличена чувствительность и стабильность работы), доработаны детали вакуумной системы.

Сервисное обслуживание

НПО «Измеритель» совместно с ООО «АС-Техникс» осуществляют монтажные, пуско- наладочные работы, а также сервисное обслуживание приборов ТИ1-14, ТИ1-22М, ТИ1-22 ГЕЛМАСС, ТИ1-22, ТИ 1-30, ТИ1-50, выпущенных ранее АО «Завод Измеритель».

Более 10 лет ООО «АС-Техникс» является официальным сертифицированным партнером АО "Завод "Измеритель" в вопросах сервиса и гарантийного обслуживания всех видов течеискателей.

Установка контроля герметичности МИКРО-4



Предназначена для контроля герметичности и разбраковки элементов с замкнутой оболочкой в полупроводниковой, электротехнической и других отраслях промышленности. Устройство работает совместно с течеискателем завода «Измеритель» ТИ1-50.

Принцип работы

Контролю герметичности изделий с замкнутой оболочкой предшествует этап подготовки изделий к контролю. Подготовка заключается в помещении изделий в камеру опрессовки и выдержке их под избыточным давлением гелия. Гелий накапливается, проникая через дефекты в корпусе изделия. Подготовленные к контролю изделия извлекаются из камеры опрессовки и перемещаются в установку контроля. Гелий, вытекающий из дефектов корпуса, регистрируется течеискателем и по уровню сигнала оценивается значение утечки (т.е. значение негерметичности изделия).

Установка контроля герметичности МИКРО-4 имеет четыре встроенных камеры - стакана, в которые последовательно загружаются испытуемые изделия для проведения испытаний на герметичность.

По завершении испытания для стакана переместившегося в позицию перед оператором включается индикатор статуса изделия - «БРАК» или «ГОДЕН».

Технические характеристики:

Максимальная производительность шт/час Внутренние размеры стакана * высота Чувствительность к потоку гелия с возможностью быстрого выбора Загрузка, выгрузка и разбраковка изделий Питание установки Потребляемая мощность Габаритные размеры Масса установки

300 при загрузке 1 изделия в стакан 55 мм; диаметр-80мм; количество стаканов - 4 5.10-10 мЗ.Па/с.

1 чел. (рабочее положение – сидя)

Наличие трех предустановленных программируемых порогов отбраковки изделий

Количество обслуживающего персонала

* Размер может быть изменен по согласованию с заказчиком

Производство, поставка, сервисное обслуживание:

ручная

сеть 220В, 50 Гц.

690 * 890 * 1010 мм.

не более 2 кВт

не более 150 кг

000 «НПО «Измеритель» 195271.г. Санкт-Петербург, Кондратьевский пр. 72 +7 (812) 635-13-43 http://spbizmerit.ru/ mark@spbizmerit.ru

000 «АС-Техникс» 105094, г. Москва, Золотая улица дом 11 +7 (495) 989-23-21 https://as-technics.ru/ as@as-technics.ru





Содержание

18-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VacuumTechExpo. Итоги и перспективы	12
С. Б. Нестеров	
Поставка из дружественных стран как практическое решение некоторых текущих проблем дефицита вакуумных компонентов	15
А. В. Махин, Д. С. Притула	
Секция «Физические явления в вакууме и газовом разряде»	
Аппаратура и результаты измерений поступательной температуры в струях	19
разреженных газов	1)
А. Е. Зарвин, Е. Д. Деринг, В. В. Каляда, К. А. Дубровин	
Метод измерений скоростного отношения в струях разреженных газов	24
А. Е. Зарвин, Е. Д. Деринг, Р. Г. Шарафутдинов	
Перспективные области применения электрического разряда с жидким неметаллическим электродом	29
3. Г. Люллин, В. А. Симон, Д. К. Кострин, С. А. Марцынюков	
Изготовление лазерных мишеней для исследования гидродинамической неустойчивости Рэлея-Тейлора	33
Н. А. Пхайко, Е. М. Писарев, Л. Е. Гусс, А. В. Савельев, А. Г. Казаков, В. А. Голунов, Ю. Л. Лыжина	
Энергетические характеристики корпускулярной эмиссии из ионных источников пеннинговского типа	41
А. Г. Садилкин	
Особенности генерации кластированных пучков, ионизированных в сопле и струе В. Э. Художитков, А. Е. Зарвин, В. В. Каляда	45
Формирование протонированного аргона в сверхзвуковом кластированном потоке смеси Ar – H ₂ при ионизации электронами	50
В. Э. Художитков, А. Е. Зарвин, В. В. Каляда	
Основы моделирования реактивного распыления	55
В. И. Шаповалов	
Прямое статистическое и событийное молекулярно-динамическое моделирование течения смеси газов в турбомолекулярном насосе	61
А. Н. Якунчиков, В. В. Косьянчук, А. А. Валишина	
Секция «Вакуумные системы, устройства и технологическое оборудование»	
Моделирование распределения давления в вакуумной камере стенда ПЕРСТ при различном расположении средств высоковакуумной откачки	65
А. С. Анциферова, Н. П. Бобырь	
Результаты испытания отдельных элементов криогенной системы стенда ПЕРСТ <i>Н. П. Бобырь, А. С. Анциферова, Е. Н. Егорова, А. А. Тимашков</i>	71
Повышение стабильности парообразования в испарителе диффузионного насоса <i>А. Е. Брестер, В. И. Жуков, А. Н. Павленко</i>	75
Орбитронный тлеющий разряд с дополнительной инжекцией электронов в ускорителе на основе несамостоятельного ВТР	79
С. Ю. Дорошкевич, М. С. Воробьев, А. А. Гришков, Н. Н. Коваль, М. С. Торба, Р. А. Картавцов	

Камеры с газоплазменной мишенью как источник импульсного и непрерывного нейтронного излучения	83
А. К. Дулатов, Ю. В. Михайлов, И. А. Прокуратов, Б. Д. Лемешко, Д. А. Андреев, А. В. Голиков, Т. А. Григорьев, И. В. Ильичев	
Применение контролируемой газовой среды при низком давлении для кварцевых резонаторов-термостатов	88
С. В. Ермоленко, С. С. Коломоец	
Вакуумные испытания внутрикамерных компонентов ИТЭР на примере прототипа панели первой стенки	93
Д. А. Киселев, А. Н. Маханьков, С. Н. Мазаев, В. А. Васильев, Н. В. Монтак, А. А. Герваш, Д. А. Глазунов, С. В. Бобров, А. Б. Путрик	
Перспективное вакуумное пучково-плазменное оборудование для реализации процессов модификации поверхности металлических материалов	98
Н. Н. Коваль	
Исследование применимости турбомолекулярных насосов для разделения газовых смесей	102
В. В. Косьянчук	
К вопросу о хладопроизводительности азотного экрана в термовакуумной камере <i>А. Ю. Кочетков, П. Г. Смирнов, А. А. Филатов</i>	105
Технологии для достижения сверхвысокого вакуума от ООО «Оптикон»	111
К. А. Куныгин, П. Г. Нечаев	
Экспериментальное исследование откачных характеристик винтового вакуумного насоса	118
А. А. Ласкин, Е. Н. Капустин, А. А. Райков, А. В. Бурмистров	
Создание высокого вакуума и его поддержание во всех вакуумных узлах на примере циклотронного ускорителя	123
3. Г. Люллин, И. В. Лазарев, И. В. Гольтяев, Д. К. Кострин, Р. С. Смирнов	
Исследовательский стенд для калибровки давления в МЛУ	127
Н. В. Мамедов, А. Ю. Пресняков, А. В. Губарев, А. А. Узволок	127
Новый миниатюрный ускоритель изотопов водорода с торцевым магнитом в источнике ионов	136
Н. С. Носиков. С. В. Сыромуков	
Вакуумная установка для получения ионно-плазменных покрытий трибологического назначения	141
К. Н. Политыко, А. И. Воропаев, Д. С. Мантуров	
Регулирование давления в вакуумной камере с помощью электронного регулятора РЛЭ-22.	145
С. В. Сажнев В. И. Князев	
Экранированные металлокерамические католы большого размера	148
С. Ю. Соковнин. М. Е. Балезин	140
Применение мультикасповой магнитной системы для повышения эффективности	153
источника быстрых нейтральных частиц	155
С. А. Трифонов, К. С. Воробьев, Д. К. Кострин, С. А. Марцынюков	

А. В. Щербаков, А. Ю. Соколов, П. И. Коновалов, И. А. Ефимов, В. В. Муханов, А. С. Долотов, Р. И. Нуртошнов, Д. С. Богданец Влияние предварительной обработки плазмой на процесс обезгаживания ЭВП 162 Влияние предварительной обработки плазмой на процесс обезгаживания ЭВП 162 И. Н. Шцитов Секция «Герметичность вакуумных систем и теченскание, вакуумные измерения» Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического 168 преобразователя СК-ТС6 А. С. Агеев, Д. А. Воронов Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств 173 Ауне Лин Хтлай, Мьо Чжо Хлаине, Вей Мо.Лин, Л. Л. Колесник 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 серхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 184 на герметичность В. В. В. Язовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Обаснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 серхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 184 на герметичность В. В. В. В. В. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Обаснование выбора конструкций крупнот поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах М. Вакуума типа Пирани в атмосферсте парами в	Установка для финишной сборки электронно-оптических преобразователей с двусторонним электронно-стимулированным обезгаживанием микроканальной пластины	157
Влияние предварительной обработки плазмой на процесс обезгаживания ЭВП 162 Н. Н. Щитов Н. Н. Щитов Секция «Герметичность вакуумных систем и теченскание, вакуумные измерения» Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического 168 преобразователя СК-ТСС А. С. Агеев, Д. А. Воронов Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств 173 Аунг. Лин Хтай, Мьо Чжо Хлашк, Beй Мо Лин, Л. Л. Колесник 174 Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных рязъёмных соединений и методика их испытаний 183 на герметичность В. В. Вязовецков, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 192 при криотенных талеризурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повьсить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакууных 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. М. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Н. Романцов Совершенствование н	А. В. Щербаков, А. Ю. Соколов, П. И. Коновалов, И. А. Ефимов, В. В. Муханов, А. С. Долотов, Р. И. Нуртдинов, Д. С. Богданец	
Секция «Герметичность вакуумных систем и теченскание, вакуумные измерения» 168 Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического преобразователя СК-ТС6 168 Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств Дунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлашиг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник 173 Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств Дунг, Л. Колесник 173 Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств Дунг, Л. И. Колесник 179 С. А. Вашин, В. В. Душк, А. А. Шапоренков 179 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных разьёмных соединений и методика их испытаний 183 иа герметичность В. В. Вазовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко 192 при криогенных таля измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных семпературах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуум тозволит повысить точность определения 202 Собенности работы датчика вакуумири потокомерной 204	Влияние предварительной обработки плазмой на процесс обезгаживания ЭВП <i>Н. Н. Щитов</i>	162
Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического 168 преобразователя СК-ТСб А. С. Агеев, Л. А. Воронов Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств 173 Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлашиг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник 173 Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Собоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 183 на герметичность В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерения потоков лётких газов в вакуум позволит повысить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возмокности высоковакуумных 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возмокности высоковакуумных 202 Собенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 Собенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 204 К. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галь 204 Масс-с	Секция «Герметичность вакуумных систем и течеискание, вакуумные измерения»	
А. С. Агеев, Д. А. Воронов Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств 173 Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлаинг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник 179 Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 спертявысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 183 а герметичность В. В. Влзовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко 192 Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 Сособенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 204 Масс-спектрометрической и лау поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов Сособенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 204 Масс-спектрометрической лалонной для поверки и калибровки гелиевых теч	Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического преобразователя CK-TC6	168
Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств 173 Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлаинг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник 173 Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 183 на герметичность В. В. Вазовецкова, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский 187 Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко 192 Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах 10. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 Сособенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 204 Собершенствование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической лациненко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов 204 К. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галь 204 Разработка и иследование установки вакуум	А. С. Агеев, Д. А. Воронов	
Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлашнг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ 179 С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний 187 в. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский 187 Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Теттерук, А. А. Чернышенко 192 Смкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчик авкуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 К. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галл 204 Масс-спектрометрической эталонной для поверки и калиборовки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов 214 в процес	Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств	173
 Методика определения герметичности отпанных ЭВП СВЧ С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний на герметичность В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Совоенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических совоенности	Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлаинг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник	
С. А. Вашин, Б. В. Душик, А. А. Шапоренков С. А. Вашин, Б. В. Душик, А. А. Шапоренков 183 сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний на герметичность В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 <i>Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко</i> Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды при криогенных температурах <i>Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол</i> Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений <i>А. М. Полянский, А. А. Чернышенко</i> Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия <i>Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль</i> Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе Корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе Корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ПСО при помощи источника иново с замкнутым дрейфом электронов <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыленние токихи пленок на малогабаритные детали для создания 231	Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ	179
 Сооснование выоора конструкции крупногаоаритных прогреваемых (183) сверхвысоковакуумных разьёмных соединений и методика их испытаний на герметичность <i>В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский</i> Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений <i>Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко</i> Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды при криогенных температурах <i>Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол</i> Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений <i>А. М. Полянский, А. А. Чернышенко</i> Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 <i>Е. В. Рутвьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галь</i> Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов</i> Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных измерений <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытивых Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических Секция «Вакуумные технологии при осаждении	С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков	100
В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко 192 Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 197 измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 в В. Р. Утьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галь 204 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов 214 в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящи	Оооснование выоора конструкции крупногаоаритных прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний на герметичность	183
Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений 187 P. Э. Кувандыков, P. А. Тетерук, А. А. Чернышенко 192 Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах 192 Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 197 измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко 202 Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 К. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль 203 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов 214 В процессе термовакуумный обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров 214 Сособенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Особенности методов корректирования	В. В. Вязовецков, А. Е. Вязовецкова, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский	
 Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия Сособенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия Р. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных Совершений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 	Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений	187
Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды 192 при криогенных температурах Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 197 измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 <i>Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль</i> 204 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей 209 <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> 209 измерений <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> 214 В поросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов 214 в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> 226 измерений <i>А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создан	Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко	
<i>Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол</i> Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений <i>А. М. Полянский, А. А. Чернышенко</i> Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия <i>Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль</i> Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов</i> Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа <i>Д. К. Черченко, Д. А. Комаров</i> Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды при криогенных температурах	192
Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 197 их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных 202 измерений А. М. Полянский, А. А. Чернышенко Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 E. B. Рутьков, E. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, H. P. Галль 204 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов 209 Измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов 214 В процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров 214 В процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов 226 Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол	
А. М. Полянский, А. А. Чернышенко 202 Сособенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 E. B. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль 204 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей 204 А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов 209 Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов 214 в процессе термовакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Иокрытий на основе ПТО при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов 226 Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений	197
Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия 202 E. B. Рутьков, E. Ю. Афанасьева, O. A. Беляева, H. P. Галль 204 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей 204 A. A. Чернышенко, P. Э. Кувандыков, H. H. Романцов 209 Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, P. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов 214 В процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа 214 214 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	А. М. Полянский, А. А. Чернышенко	
 Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 	Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия	202
 Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной 204 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов</i> Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений <i>А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов</i> К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа <i>Д. К. Черченко, Д. А. Комаров</i> Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 	Е. В. Рутьков, Е. Ю. Афанасьева, О. А. Беляева, Н. Р. Галль	
 масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Чонно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания	Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной	204
А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей	
 Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных 209 измерений А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 	А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Н. Н. Романцов	
А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных измерений	209
 К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов 214 в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231 	А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов	
Д. К. Черченко, Д. А. Комаров Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа	214
Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий» Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Д. К. Черченко, Д. А. Комаров	
 Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических 226 покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов <i>А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i> Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231 	Секция «Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий»	
Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания 231	Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов <i>А.Ю. Буднев, О.Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов</i>	226
251	Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания	231
вакуумно-плотных и механически прочных узлов электровакуумных приборов	вакуумно-плотных и механически прочных узлов электровакуумных приборов	201
Е. В. Горшкова, Н. И. Бабкова, А. С. Тюрина, Д. А. Бессонов, А. С. Емельянов, Д. Н. Золотых, В. И. Шестеркин	Е. В. Горшкова, Н. И. Бабкова, А. С. Тюрина, Д. А. Бессонов, А. С. Емельянов, Д. Н. Золотых, В. И. Шестеркин	

Структурные и деформационные свойства нано-SiC на Si(001) синтезированного методом замещения атомов	235
А. С. Гращенко, С. А. Кукушкин	
Получение гибридных интегральных схем на поверхности керамики и алмаза методами	238
$B M \Gamma V D U H B \Gamma K C V U K U H C A A дарчи H M C Васютин$	
Изготовление многослойных лазерных мишеней углерод-медь-углерод методом	243
магнетронного распыления $\Pi E \Gamma vcc R H \Gamma onuog A R Cageльeg E M Писапед O R Титода$	
Л. Е. Гусс, Б. П. Горнов, А. Б. Сивеловев, Е. М. Писирев, О. Б. Гитови Низкотемпературиов химинеское осаждение покрытий на основе метастабили них фаа	247
вольфрама из газовых сред при пониженных давлениях	247
<i>Б. Б. Душик, А. А. Шипоренков, Е. А. 1 уоин, С. А. Бишин</i>	051
на фотокаталитическую активность тонких пленок диоксида титана	251
А. Д. Дьячков, Д. Е. Шашин, А. Л. Романов	
Получение градиентных фотонно-кристаллических пленок методом вакуумной фильтрации	257
Е. Н. Егорова, Е. В. Панфилова	
Вакуумное напыление многослойных тонкопленочных резистивных структур с температурной самокомпенсацией для сверхпрецизионных чип-резисторов	261
В. Д. Зуев, А. А. Рыжов, С. А. Гурин, А. Э. Шепелева, М. Д. Новичков, П. А. Гурин	
Магнетрон с двухслойной мишенью для осаждения пленок бинарного сплава Ta _x Ti _{1-x} <i>Н. М. Иванов, В. И. Шаповалов, Д. С. Шарковский</i>	269
Особенности реализации контролируемого процесса получения полупрозрачных тонких пленок алюминия методом электронно-лучевого испарения	273
А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Ю. Буднев, В. А. Смольянинов	
Магнетронное нанесение антиотражающего покрытия нитрида алюминия на экраны электронно-оптических преобразователей	278
Р. А. Каракулов, А. А. Акопян, Р. И. Нуртдинов, А. Ю. Соколов, П. И. Коновалов, Е. Н. Фёдоров, А. Р. Ибрагимов	
Изучение влияния мощности магнетронного разряда на скорость осаждения титановых покрытий из неохлаждаемой мишени	283
Г. В. Качалин, К. С. Медведев, В. А. Касьяненко, А. Ф. Медников, А. Б. Тхабисимов	
Программное обеспечение для синтеза поляризационных светоделителей	287
Е. Н. Котликов, Н. П. Лавровская, Ю. А. Новикова, Г. В. Терещенко	
Масс-спектрометрические исследования состава газовой фазы в процессе роста SiC на Si методом согласованного замещения атомов	291
А. Г. Кузьмин, Ю. А. Титов, О. И. Коньков, М. Г. Воробьев, С. В. Разумов, С. А. Кукушкин	
Наномасштабный монокристаллический карбид кремния на кремнии и его уникальные свойства	295
С. А. Кукушкин, А. В. Осипов	
Разработка методики контроля толщины ультратонких плёнок методом спектроскопии	298
поверхностного плазмонного резонанса в процессе вакуумного напыления	
С. А. Лобастов, А. В. Анисимов, И. Ш. Хасанов	

Получение порошков троинои системы ZrO ₂ - CaO - Al ₂ O ₃ методом индукционного переплава в «холодном» тигле	302
А. Л. Митрофанов, А. А. Лозован, С. Я. Бецофен	
Анализ свойств алмазоподобных углеродных покрытий, полученных методом импульсного магнетронного распыления	305
Мьо Ти Ха, Лю Хаоцэ, Ли Чунцун, Л. Л. Колесник	
Анализ методов нанесения тонких пленок в вакууме по критерию максимума скорости осаждения	310
Ю. В. Панфилов, Ван Ифань	
Синтез оксида титана вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом Н. А. Прокопенко, Н. Н. Коваль, М. С. Воробьёв, Е. А. Петрикова, Ю. Ф. Иванов, В. В. Шугуров	315
Картины каналирования электронов на перовскитовых сферолитах в тонких пленках ЦТС	318
В. П. Пронин, М. В. Старицын, И. П. Пронин, И. И. Хинич	
Разработка прецизионного метода монохроматического контроля толщины наносимых оптических покрытий	320
Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, Д. Г. Денисов, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев, Д. Н. Петрачков, А. И. Опарин, В. А. Смольянинов	
Разработка математической модели неравномерности пленки при получении	325
многослойной структуры методом магнетронного распыления	
А. Л. Романов, Н. И. Сушенцов, Д. Е. Шашин, А. Д. Дьячков	
Исследование влияния нанесенных металлических пленок на контрастность изображений, полученных методом РЭМ	330
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский	
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий	335
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель, С. Н. Кочетов	335
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель, С. Н. Кочетов Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами	335 341
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель, С. Н. Кочетов Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде	335 341
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель, С. Н. Кочетов Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев, И. Н. Левкин	335341346
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i>	335341346349
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i>	 335 341 346 349 353
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i> Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия	 335 341 346 349 353 357
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i> Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия <i>А. В. Фомин, Е. А. Бекетова, С. А. Крюков, С. Х. Нажметов, А. Н. Строкачук</i>	 335 341 346 349 353 357
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i> Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия <i>А. В. Фомин, Е. А. Бекетова, С. А. Крюков, С. Х. Нажметов, А. Н. Строкачук</i> Моделирование неравномерности магнетронного напыления пленок при взаимном перемешении полложки и магнетоона	 335 341 346 349 353 357 360
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i> Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия <i>А. В. Фомин, Е. А. Бекетова, С. А. Крюков, С. Х. Нажметов, А. Н. Строкачук</i> Моделирование неравномерности магнетронного напыления пленок при взаимном перемещении подложки и магнетрона	 335 341 346 349 353 357 360
Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий <i>Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель,</i> <i>С. Н. Кочетов</i> Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами <i>С. В. Сидорова, А. Д. Купцов, И. Е. Пименов, А. А. Фельде</i> Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов <i>В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев,</i> <i>И. Н. Левкин</i> Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро <i>С. Ю. Соковнин, М. Е. Балезин, В. Г. Ильвес</i> Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях <i>В. А. Тупик, В. И. Марголин, Д. К. Кострин, Б. В. Фармаковский, И. С. Шолина</i> Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия <i>А. В. Фомин, Е. А. Бекетова, С. А. Крюков, С. Х. Нажетов, А. Н. Строкачук</i> Моделирование неравномерности магнетронного напыления пленок при взаимном перемещении подложки и магнетрона <i>В. И. Черкунов</i>	 335 341 346 349 353 357 360 366

Исследование влияния элементного состава покрытий системы Al-Si-N	371
на их механические и оптические свойства	
У Шаша, С. П. Бычков	
Линеаризованная модель осаждения ПХКП на внутренние поверхности ТВЭЛ	376
в присутствии плазмы	
Н. Н. Щитов	
Секция «Вакуумные технологии в космической и атомной отраслях, мелицине.	
металлургии и машиностроении, добывающих отраслях, ядерной энергетике»	
Особенности фазового перехода расплав – пар теплуридов сурьмы и свиниа в вакууме	386
в условиях листиплящионной перелода расплав – пар теллуридов сурьмы и свяща в вакууме	580
B Н Володин С А Требухов К А Линник А В Ниценко Ф Х Тулеутай	
Исспелование возлействия пунка электронов с энергией 10 каВ на перезарялине	300
углеродные фольги	390
И В Гольтяев Ю С Барышников С В Григоренко О Л Вересов И В Лазарев	
И. А. Родионов, З. Г. Люллин. Л. К. Кострин	
Повышение чувствительности массивных фотокатолов за счет регистрации истинного	392
фотоэмиссионного тока	572
П. И. Коновалов, Д. Г. Акопян, Р. И. Нуртдинов	
Технология финишной сборки хронографических электронно-оптических	397
преобразователей с применением метода переноса	571
П. И. Коновалов, А. В. Сахаровский, А. Ю. Соколов, Р. И. Нуртдинов, М. П. Викулин,	
А. С. Долотов, И. Г. Прянишников, А. В. Шевчик	
Вакуумные технологии обработки поверхности металлов катодными пятнами	402
вакуумно-дугового разряда	
В. Г. Кузнецов	
Вакуумные технологии при измерениях состава вещества	408
В. А. Полянский, А. М. Полянский, Ю. А. Яковлев	
Оптимизация параметров аддитивного получения образцов из стали 316L методом	411
экструзионной печати	
Е. Е. Рюмин, М. Г. Криницын	
Рафинирование некондиционного селена методом вакуумной дистилляции	414
С. А. Требухов, Б. К. Кенжалиев, В. Н. Володин, Е. А. Оспанов, А. А. Шахалов,	
А. А. Требухов	

18-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VacuumTechExpo. Итоги и перспективы

С. Б. Нестеров

Российское научно-технические вакуумное общество им. академика С. А. Векшинского, адрес: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 12, стр. 2

Аннотация. Приведена информация о итогах работы 18-й международной выставки вакуумного и криогенного оборудования VacuumTechExpo, описана целевая аудитория выставки, приведено описание тематики деловой программы, рассмотрены направления и перспективы развития вакуумной и криогенной техники.

Ключевые слова: российское вакуумное общество; выставка вакуумного и криогенного оборудования; вакуумная техника; криогенная техника; нанотехнология; инновации; подготовка кадров; ЦВК «Экспоцентр»; Международная выставочная компания.

С 9 по 11 апреля 2024 года в ЦВК «Экспоцентр» прошла 18-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VacuumTechExpo, являющаяся площадкой, которая дает возможность обсуждать ключевые проблемы инженерного дела в России 21 века (рис. 1). Наиболее насущными, на наш взгляд, являются две проблемы. Это трансфер технологий в реальный сектор экономики и дефицит инженерных кадров.



Рис. 1. Открытие выставки

Лидеры рынка вакуумного и криогенного оборудования представили лучшие функциональные разработки и решения: вакуумные насосы, вакуумные электронные приборы, вакуумную арматуру, криогенное оборудование, оборудование для нанесения функциональных покрытий и течеискания.

Рост экспозиции VacuumTechExpo 2024 составил 35т % в сравнении с выставкой прошлого года. Всего в выставке приняли участие 53 компании из России, Китая и Республики Беларусь, а посетили VacuumTechExpo более 1 500 специалистов, из которых 57 % пришли на выставку впервые. География посетителей охватывает ведущие промышленные регионы страны, а также включает представителей компаний из Беларуси, Китая, Мьянмы, Вьетнама и Чили.

Целевую аудиторию выставки составили руководители и специалисты, отвечающие за закупки вакуумного и криогенного оборудования, технологий и материалов – представители научно-исследовательских институтов, предприятий специализированной торговли, предприятий машиностроения, приборостроения, авиа- и ракетостроения. 55 % посетителей – руководители и заместители руководителей компаний, начальники отделов.

В рамках деловой программы прошла Международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология», в которой приняли участие свыше 200 слушателей, с докладами выступили более 50 экспертов отрасли.

Партнером конференции выступило Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика С. А. Векшинского. Конференция была посвящена технологиям получения вакуума и новейшим достижениям в физике вакуума, в том числе методам обработки поверхностей, созданию перспективных материалов и покрытий с использованием нанотехнологий и биотехнологий, методам контроля герметичности вакуумных систем, а также применению вакуумных и криогенных технологий в научных исследованиях и в высокотехнологичных отраслях промышленности. В качестве спикеров на мероприятии выступили представители профессиональных ассоциаций, государственных структур, научно-исследовательских институтов, высших и средних специальных учебных заведений, а также производителей вакуумного и криогенного оборудования.

11 апреля 2024 г. в новом технологическом корпусе МГТУ им. Н. Э. Баумана состоялась конференция "Перспективы развития вакуумной техники в России". Эта конференция явилась заключительным мероприятием деловой программы выставки вакуумного и криогенного оборудования "VacuumTechExpo 2024". Организатор конференции - МГТУ им. Н. Э. Баумана, соорганизатор - Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С. А. Векшинского. С приветственным словом к участникам конференции обратился ректор МГТУ им. Н. Э. Баумана Гордин М.В. Во время работы конференции были рассмотрены актуальные вопросы развития российской вакуумной техники. Президент РНТВО им. академика С. А. Векшинского Нестеров С.Б. поздравил участников конференции с днем космонавтики, успешным запуском ракетыносителя "Ангара -А5" и успешным завершением международной выставки "VacuumTechExpo 2024". В мероприятии приняли участие около 100 человек. 25 молодых ученых, сделавших доклады во время деловой программы, были награждены дипломами.

В рамках выставки традиционно прошел 14-й конкурс «Лучший инновационный продукт-2024», по результатам которого были определены 18 призеров, чьи инновационные решения были признаны наиболее перспективными и значимыми для развития производства вакуумного и криогенного оборудования (рис. 2).



Рис. 2. Победители конкурса на лучший инновационный продукт

В 2025-м году выставка VacuumTechExpo пройдет 15–17 апреля в ЦВК «Экспоцентр», в павильоне 5, в залах 1, 2, 3.

Надеемся, что деловые связи, которые Вам удалось установить на VacuumTechExpo 2024, принесут участникам выставки новые контракты и заказы.

Благодарности

Выражаем благодарность Международной выставочной компании за предоставленные материалы об итогах выставки.

Литература

[1] Нестеров С Б 2024 Тезисы XVIII международной научно-технической конф. Вакуумная техника, материалы и технология (Москва) 106

Поставка из дружественных стран как практическое решение некоторых текущих проблем дефицита вакуумных компонентов

А. В. Махин, Д. С. Притула

ООО «Ист Вакуум», Санкт-Петербург, Россия

E-mail: engineering@eastvacuum.ru

Аннотация. Рассмотрены проблемы дефицита компонентов вакуумных систем на российском рынке в современных условиях и пути их разрешения. Рассмотрены преимущества и недостатки восполнения дефицита компонентов поставками из дружественных стран. Приводятся примеры решения указанных проблем, реализуемые компанией «Ист Вакуум». Представлена информации о линейке вакуумметров, разрабатываемой компанией.

Ключевые слова: вакуумное оборудование; компоненты вакуумных систем; ситуация на рынке; вакуумметры

В настоящее время ситуация на рынке вакуумной техники в России характеризуется дефицитом вакуумных компонентов: насосов, вакуумметров, запорной арматуры, фитингов и других. Это обусловлено, с одной стороны, «уходом» с российского рынка крупных мировых производителей вследствие санкций, наложенных на промышленное оборудование, а с другой — увеличившимся спросом на оборудование от возрождающейся российской промышленности. В этих условиях перед вакуумных технологических систем. Российские компании, опираясь на отечественный научный и инженерный потенциал, эффективно осваивают производство современных насосов, датчиков, клапанов и других компонентов вакуумных систем [1–3], однако, потребность в них существенно превосходит существующие производственные возможности промышленности.

Практическим решением задач устранения дефицита вакуумных компонентов, обеспечения возможности разработки и своевременного выпуска вакуумного технологического оборудования, а также поддержания работоспособности установок, находящихся в эксплуатации, становится продукция дружественных стран, в частности, Китайской народной республики.

Компании из КНР производят весь спектр вакуумных компонентов. Предлагаемый ими ассортимент перекрывает возникший вследствие ухода «западных» производителей недостаток комплектующих изделий как по модельному ряду, так и потенциальному объему поставок.

В качестве примера, в таблице 1 представлены пластинчато-роторные насосы модельного ряда DUO компании Pfeiffer и аналогичные насосы модельного ряда TRP, выпускаемые в КНР, а также их основные технические характеристики. Как видно из таблицы, насосы модельного ряда TRP могут использоваться в качестве эффективной замены насосов Pfeiffer как в эксплуатируемом оборудовании, так и при разработке новых технологических систем. Учитывая, что данный модельный ряд по своим параметрам близок также к насосам серии HBP, разработчики вакуумных систем легко могут предусмотреть их замену на отечественные насосы в дальнейшем.

Аналогичные соответствия можно привести практически для всех видов насосов, вакуумных датчиков, клапанов, затворов и других компонентов вакуумных систем. Специалисты компании «Ист Вакуум» осуществляют квалифицированный подбор вакуумных компонентов по параметрам с учетом наиболее существенных для заказчика показателей. Для самостоятельного расчета системы и определения необходимых характеристик оборудования компания «Ист Вакуум» на коммерческой основе предоставляет доступ к программе «Вактран». Доступ экономически целесообразно использовать для разовых расчетов вакуумных систем, а также в целях обучения.

Модель		Pfeiffer	DUO6 DUO11 DUO35 DUO65 DUO125				DUO255			
		TRP	TRP6	TRP12	TRP24	TRP36	TRP60	TRP90	TRP324	
Быстрота дей	іствия	Pfeiffer	5	9		32	62	115	250	
(501Ц), М3/Ч		TRP	5,4	10,8	21,6	32,4	64,8	90	270	
Предельное	Газовый	Pfeiffer	0	0,3 0,2 0,3						
остаточное давление	оалласт выкл.	TRP	0,4							
(полное), Па	Газовый балласт вкл.	Pfeiffer	3 4							
		вкл.	TRP				4			
Аналог модельного ряда НВР			НВР- 4,5Д, 2НВР- 5Д	-	2HBP- 5ДМ1	-	2НВР- 60Д	2НВР- 90Д	2НВР- 250Д	

Табл. 1. Сравнение насосов модельных рядов Pfeiffer Duo и TRP

Распространенное представление о низком качестве импортируемого из Китая оборудования не подтверждается практикой. По статистике компании «Ист Вакуум», значительная часть отказов поставленного оборудования связана с некорректной его эксплуатацией, в остальных случаях преобладающая причина заключается в специфике выбора марки насоса, при котором основным критерием становиться цена. В компании «Ист Вакуум» ведется мониторинг надежности поставляемого оборудования, определяются марки с минимально частотой или отсутствием отказов, которые могут быть рекомендованы для продолжительной эксплуатации в производственных условиях. Изделия этих марок могут стоить немного дороже, чем продукция других поставщиков, но преимущества высокой надежности и хороших эксплуатационных характеристик перекрывают незначительные дополнительные издержки. И в любом случае, стоимость изделий из КНР остается существенно ниже, чем у аналогичной продукции «западных» компаний.

К проблемам, возникающим при поставках продукции из КНР, можно отнести длительные сроки поставки, ограниченные, преимущественно, особенностями логистики, а также отсутствие необходимой технологической базы по ремонту и обслуживанию сложных изделий. Решением этих вопросов может стать создание логистических центров и центров по ремонту и обслуживанию оборудования китайских компаний, включая поддержание запасов необходимых изделий и запчастей, организацию ремонтных мастерских, а также подготовку соответствующих специалистов. Такой центр в настоящее время создается в компании «Ист Вакуум».

Комплектование установок вакуумметрическим оборудованием связано с дополнительными трудностями. Производители из недружественных стран, чьи изделия ранее получили одобрение типа средства измерений в России, за последние 3-4 года выпустили новые линейки измерительного оборудования, но не запрашивают утверждение типов средств измерений (СИ) в РФ, а изделия утвержденных типов СИ снимаются с производства. При этом стандарты и регламенты различных отраслей требуют использования должным образом утвержденных и поверенных устройств. Поставки измерительного оборудования по параллельному импорту становятся нецелесообразными, а его нехватка усиливается.

Недостаток можно восполнить измерительным оборудованием из дружественных стран, обладающим современной функциональностью и хорошими метрологическими характеристиками. Однако, в силу особенностей используемой рыночной стратегии и законодательства РФ, производители не готовы вносить приборы в Реестр СИ от своего имени, а импортеры, инвестирующие в метрологическую аттестацию, не получают должной защиты своих инвестиций.

В качестве компромиссного решения вакуумметры из КНР целесообразно использовать в качестве индикаторных и управляющих устройств, не требующих утверждения типа, в сложных установках, где обыкновенно устанавливается несколько вакуумметров или вакуумных датчиков, тогда как для измерений применять утвержденные приборы [2,3]. Это поможет сократить дефицит приборов, снизить затраты производителей установок и сроки их производства. Для уверенности эксплуатанта метрологические лаборатории могли бы проводить «калибровку» вакуумметров на основе методик испытаний аналогичных приборов, получивших утверждение типа, с выдачей протокола, подтверждающего соответствие прибора заявленным в технической документации метрологическим характеристикам.

Предлагаемые выше решения нацелены на сокращение сроков разработки и производства отечественного вакуумного оборудования, снижение издержек изготовителей и поддержание работоспособности эксплуатируемых установок в краткосрочном и, возможно, среднесрочном периоде. Решения апробированы в совместной работе группы компаний «Ист Вакуум» (поставщик компонентов вакуумных систем из дружественных стран), и «ОптиВак Инжиниринг» (изготовитель вакуумного оборудования) и показали свою эффективность. Однако, полноценное решение проблем рынка вакуумного оборудования возможно лишь при условии развития собственного производства основных его видов.

Компанией «Ист Вакуум» разработан вакуумметр УВИВ-23 (рис. 1), предназначенный для работы с датчиками сопротивления (Пирани). Вакуумметр оснащен сенсорным экраном, обеспечивающим отображение информации и управление прибором, обладает простым интуитивно понятным интерфейсом и поставляется в одно- и четырехканальном исполнении. Диапазон измерений от $1,0 \times 10^{-1}$ до $3,0 \times 10^{3}$ Па, дополнительный диапазон от $3,0 \times 10^{3}$ до 1 х 10^{5} Па, относительная погрешность в диапазоне $1,0 \times 10^{0}$... $3,0 \times 10^{3}$ Па — не более 30 %. Компания «Ист Вакуум» готовит включение вакуумметра УВИВ в государственный реестр средств измерений. На завершающей стадии разработки находятся также мембранно-емкостные и ионизационные вакуумметры.



Рис. 1. Вакуумметр УВИВ-23

Литература

- [1] *Каталог вакуумного оборудования АО «Вакууммаш»*. https://vacma.ru/company/reklamnyematerialy/
- [2] Веб-сайт компании «Лаборатория вакуумных технологий». Раздел «Вакуумметры». https://vaclab.ru/measurement/vacuum_gauges/
- [3] Веб-сайт компании «Мерадат». Разделы «Вакуумметры»: https://meradat.ru/r-izmeritelivakuuma.html и «Датчики измерения вакуума»: https://meradat.ru/r-datchiki-izmereniyavakuuma.html

Физические явления в вакууме и газовом разряде

Аппаратура и результаты измерений поступательной температуры в струях разреженных газов

А. Е. Зарвин^{1,2}, Е. Д. Деринг^{1,2}, В. В. Каляда¹, К. А. Дубровин^{1,2}

¹ Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: zarvin@phys.nsu.ru

Аннотация. Рассмотрены результаты определения энергетических параметров в сверхзвуковых струях, истекающих в сильно разреженное пространство (вакуум) – «перпендикулярного» скоростного отношения и «перпендикулярной» поступательной температуры. В первом докладе были представлены необходимые математические выкладки, обосновывающие возможность измерения перпендикулярного скоростного отношения из измерений поперечных профилей плотности (или интенсивности) молекулярного пучка. Проиллюстрирована возможность корректного вычисления перпендикулярного скоростного отношения (соответственно, числа Маха). В данном докладе приведены описание экспериментального оборудования, использованного для проведения исследований, методика измерений поперечных профилей интенсивности молекулярного пучка, а также результаты измерений скоростного отношения и температуры в различных условиях истечения. Обсуждаются условия и причины отличия регистрируемых газодинамических параметров от теоретических значений. Рассмотрена возможность использования метода для измерений скоростных отношений в более сложном классе течений – в условиях кластерообразования.

Ключевые слова: скоростное отношение; поступательная температура; молекулярный пучок; профили интенсивности

Ранее было показано, что при ряде допущений, значительная часть которых легко выполняется в реальном эксперименте, измерения поперечных профилей плотности молекулярного пучка позволяют определять перпендикулярное скоростное отношение, а при известной скорости потока – поступательную температуру. Было приведено теоретическое обоснование метода, а также его возможности и ограничения в сравнении с иными известными методами измерений энергетических параметров в сверхзвуковых струях разреженных газов. В данной работе мы приводим описание измерительной аппаратуры, обсуждаем причины отличий от теоретических оценок. Чрезвычайно важным является вопрос применимости данного метода для определения параметров конденсирующихся потоков.

Эксперименты выполнены на экспериментальном газодинамическом стенде ЛЭМПУС-2 отдела прикладной физики Новосибирского государственного университета [1]. В докладе приводится достаточно подробное описание экспериментального стенда и измерительной системы. Исходя из соображений, обусловленных переходом в дальнейшем к измерениям в кластированном потоке, а также учитывая необходимое для вычисления температуры предположение известного значения предельной скорости потока, авторы предпочли использовать для измерений датчик интенсивности вместо датчика плотности. Детектор молекулярного пучка установлен в послескиммерной секции молекулярно-пучковой системы на однокомпонентном координатном устройстве, обеспечивающем перемещение детектора поперёк оси молекулярного пучка в пределах 150 мм с точностью позиционирования 0.1 мм. В качестве детектора в работе использован вакуумный датчик давления 356 Micro-Ion Plus, информация от которого через адаптер записывается на ПК. Для измерения интенсивности молекулярного пучка вход датчика оснащён диафрагмой с отверстием диаметром 2 мм. Измерения интенсивности производились путем последовательной локализации положения датчика (входного отверстия ионизационной лампы) на задаваемых расстояниях относительно оси молекулярного пучка. Одновременно производилась фиксация и запись давления фонового газа в послескиммерной секции с помощью второго такого же датчика, расположенного на патрубке послескиммерной секции вдали от оси молекулярного пучка. Разница между показаниями датчиков на выбранной линии тока в молекулярного пучка в фоновом пространстве соответствовали значению интенсивности молекулярного пучка в относительных единицах при условии постоянства скорости направленного движения в молекулярном пучке (в гиперзвуковых течениях соответствует предельной скорости потока). Такая схема измерений позволила определять интенсивность в поперечном сечении молекулярного пучка не только при фиксированном расстоянии сопло – скиммер, но и при варьировании этого расстояния. В результате можно регистрировать зависимость интенсивности итенсивности и потока в молекулярном пучке в молекулярном пучке при изменении условий в струе газа.

Пример зарегистрированных поперечных профилей интенсивности молекулярного пучка, $I = f(y_b)$, на нескольких расстояниях между соплом и скиммером (x = 25, 40, 60 и 80 мм) приведен на рис. 1, *а*. Предельный диапазон перемещения датчика поперек оси молекулярного пучка составляет 150 мм, поэтому регистрировались полные зависимости от максимальных до фоновых значений только в одном направлении от оси и частично – в другом. Данные получены при истечении азота из звукового сопла с диаметром $d_* = 0.505$ мм, фиксированных значениях температуры ($T_0 = 300$ K) и давления ($P_0 = 30$ кПа) торможения, а также давления в окружающем пространстве ($P_{\infty} = 0.53$ Ра). Величины интенсивности приведены в относительных единицах, соответствующих показаниям датчика, с учетом вычитания значения фона. Сопоставимые значения интенсивности полезного и фонового сигналов увеличивают погрешность измерений, однако, как видно из приведенных графиков, разброс данных вследствие случайных шумов не влияет существенно на регистрируемые значения.

Интенсивности, нормированные к единице в максимуме, необходимые для вычисления скоростного относится, приведены на рис. 1, б.



Рис. 1. Поперечные профили интенсивности молекулярного пучка: a - c вычитанием фона, от расстояния в мм, y_b ; δ – при нормировке на максимум и пересчёте на углы отклонения от оси пучка, в угловых градусах, Θ (половинный профиль)

Как было показано в предыдущем докладе, вычисление перпендикулярного скоростного отношения может быть произведено по формуле:

$$S_{\perp}^{2} = \frac{1}{\operatorname{tg}^{2} \Theta_{a}} \cdot \ln \frac{1}{\tilde{I}_{b}(\Theta_{a})} \tag{1}$$

где Θ_a – угол между осевой линией молекулярного пучка и прямой, соединяющей точку детектирования с центром входного сечения скиммера, а $\tilde{I}_b(\Theta_a) = I(\Theta_a)/I_{max}$ – интенчивность в точке детектирования, нормированная на интенсивность на оси молекулярного пучка.

Поскольку тангенс угла менее 1 градуса близок к нулю, то выражение (1) при углах менее 1 градуса дает очень высокую погрешность при измерениях, а $\ln \frac{1}{I/I_{max}(\Theta_a)}$ на оси пучка равен 0, то рекомендуемый диапазон измерений составляет $2^{\circ} < \Theta_a < 7^{\circ}$. Результаты вычисления S_⊥ из поперечных профилей интенсивности молекулярного пучка, приведенных на рис. 1, представлены на рис. 2. Здесь же для сравнения даны изэнтропические значения скоростного отношения, S_{isent} .

Вычисляемое по формуле (1) скоростное отношение должно было бы иметь одно и то же значение при использовании отношения интенсивностей на любом значении угла Θ_a . В действительности следует допустить возможность, что в молекулярном пучке за входным срезом скиммера движение частиц может быть подвержено влиянию не учитываемых процессов воздействия стенок внутреннего конуса скиммера, а также, хотя и незначительного, но вполне допустимого влияния остаточного (фонового) газа, проникающего в послескиммерную секцию молекулярно-пучковой системы. Поэтому в случае зависимости вычисляемого скоростного отношения от угла целесообразно за наиболее достоверное значение принимать значение при минимальном угле Θ_a . В данных результатах, как видно из рис. 3, наклон зависимости возрастал по мере удаления области измерений от сопла, т.е. с ростом вероятности проникновения фонового газа.



Рис. 2. Вычисленные значения скоростного отношения: Re_{*} = 2320, Re_L = 10



Проведём сравнение полученных результатов с теоретическими данными. Эксперименты при истечении азота через звуковое сопло выбраны для гарантированного исключения кластерообразования в сверхзвуковом потоке. Для этой же цели данная серия измерений проведена при сравнительно невысоком давлении торможения. К сожалению, при этом, несмотря на минимизацию давления фонового газа, число Рейнольдса по размеру струи составило всего $Re_L = 10$, т.е. истечение осуществлялось практически в режиме рассеяния, с размытым диском Маха и эффективным проникновением в струю фонового газа [2]. Согласно оценке [3], размер струи в этом режиме должен составить около 70 мм.

Действительно, как показали прямые измерения зависимости интенсивности на оси молекулярного пучка от расстояния между соплом и скиммером, выполненные в той же серии измерений (рис. 4), размытый диск Маха локализуется в диапазоне от 60 до 80 мм. Поэтому не удивительно, что измерения скоростного отношения на расстоянии 80 мм показали заниженные значения по сравнению с теорией, причем с большой погрешностью. Интересно, что, тем не менее, некоторое количество быстрых частиц проникает через размытый диск Маха, вследствие чего измеренное значение *S*⊥ оказалось неожиданно высоким.

При приближении к соплу интенсивность молекулярного пучка падает вследствие скиммерного взаимодействия [4]. Поэтому на расстоянии 25 мм измеренное значение скоростного отношения оказывается в области влияния скиммерного взаимодействия, на 10 % ниже изэнтропического расчета, 13 по сравнению с 14.4.

Наиболее корректные измерения были выполнены на расстояниях 40 и 60 мм, когда скиммерное взаимодействие полностью ослабело, а влияние размытого диска Маха ещё не проявилось. В этих режимах вычисленные по результатам измерения значения скоростного отношения с небольшой погрешностью совпали с изэнтропическми данными: 17.8 по сравнению с 17.4 на 40 мм и 21.0 по сравнению с 20.5 на 60 мм, соответственно. Аналогичные результаты были получены в сверхзвуковых струях аргона в режимах, когда отсутствовало кластерообразование.

Определение поступательной температуры возможно в предположении, что направленная скорость потока в исследуемых режимах достигла предельной для данной температуры торможения, а масса частиц и показатель адиабаты определены выбранным сортом газа. Пример зависимости T/T_0 от x/d_* при истечении азота приведен на рис. 4. Измерений на разных расстояниях в данной работе выполнено немного, поскольку задачей являлась проверка корректности метода и получение иллюстративного материала. В области скиммерного взаимодействия, также как и вблизи диска Маха поперечные профили плотности имеют малую амплитуду, вследствие чего большой разброс вычисляемых величин. Кроме того, вблизи замыкающего скачка в сверхзвуковой струе существенное влияние может оказывать проникающий фоновый газ.



Рис. 4. Поступательная температура при вариации расстояния сопло-скиммер

Особый интерес представляет возможность использования метода для измерений скоростного отношения и поступательной температуры в кластированных потоках. Однако эта задача требует более детального изучения. Как показывают выполненные оценки и измерения, скоростное отношение (перпендикулярное) при определенных ограничениях даёт хорошее совпадение с изэнтропическим расчетом в условиях, когда можно пренебречь скиммерным взаимодействием и влиянием проникновения фонового газа. Поэтому получаемые в эксперименте величины *S* могут также оказаться вполне достоверными. Однако следует учитывать, что скоростное отношение ($S = W / (2kT/m)^{0.5}$) является функцией трёх величин: направленной скорости потока, *W*, поступательной температуры, *T*, и массы частиц, *m*.

Из обсуждений, приведенных выше, следует, что в качестве направленной скорости потока в условиях удаления от сопла на расстояние, достаточное для минимизации скиммерного взаимодействия, можно принимать предельную скорость потока, определяемую температурой торможения и теплоёмкостью используемого газа. Очевидно, что при изучении струй чистых газов и даже газовых смесей известного состава, а также незначительных искажениях, вносимых проникающим через скиммер в молекулярный пучок фоновым газом, допущение использования предельной скорости в качестве направленной скорости потока кажется вполне оправданным. Однако в потоке с конденсацией вопрос о равенстве направленных скоростей мономеров и кластеров остаётся открытым и дискуссионным. Ещё более сложен вопрос о возможности равенства поступательных температур мономеров, димеров, тримеров и т.д., а также больших кластеров разных размеров [5].

Поэтому вопрос о возможности определения из поперечных профилей плотности в молекулярном пучке, сформированном из сверхзвукового потока с кластерами, в предположении постоянства в поперечном направлении направленной скорости потока, поступательной температуры при некотором средневзвешенном значении масс кластеров и мономеров, или среднего размера кластеров в предположении известной поступательной температуры, одинаковой для мономеров и кластеров, не является в настоящее время обоснованным.

Таким образом, в данном докладе приведены описание экспериментального оборудования, использованного для проведения исследований, методика измерений поперечных профилей интенсивности молекулярного пучка, а также результаты измерений скоростного отношения и температуры в различных условиях истечения. Обсуждаются условия и причины отличия регистрируемых газодинамических параметров от теоретических значений. Рассмотрена возможность использования метода для измерений скоростных отношений в более сложном классе течений – в условиях кластерообразования.

Благодарности

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ (грант № 22-19-00750).

Литература

- [1] Zarvin A E, Kalyada V V, et al 2017 IEEE Transact. Pl. Sci. 45 819–27
- [2] Кисляков Н И, Ребров А К, Шарафутдинов Р Г 1973 ПМТФ 1 121-7
- [3] Ashkenas H Z, Sherman F S 1966 Rarefied Gas Dynamics (N.Y., Academic Press) 2 84-105
- [4] Зарвин А Е, Шарафутдинов Р Г 1979 ПМТФ 6 107–15
- [5] Muntz E P 1968 Phys. Fluids 11 64–76
- [6] Макаров Г Н 2008 УФН 178 337-76

Метод измерений скоростного отношения в струях разреженных газов

А. Е. Зарвин^{1,2}, Е. Д. Деринг^{1,2}, Р. Г. Шарафутдинов³

¹Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия ³ Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: zarvin@phys.nsu.ru

Аннотация. Рассмотрен круг задач, требующих регистрации энергетических параметров газовых потоков и известные экспериментальные методы их реализации. Изложен метод определения энергетических параметров в сверхзвуковых струях, истекающих в сильно разреженное пространство (вакуум) – «перпендикулярного» скоростного отношения и «перпендикулярной» поступательной температуры. Представлены необходимые математические выкладки, обосновывающие возможность измерения перпендикулярного скоростного отношения из измерений поперечных профилей плотности (или интенсивности) молекулярного пучка. При достижении в потоке пре-дельной скорости и известной массе частиц из скоростного отношения однозначно определяется поступательная температура. Обсуждены и обоснованы приближения, упрощающие итоговую формулу. Приведен пример зарегистрированного числа Маха в сверхзвуковой струе азота. Результат сопоставлен с изэнтропическим расчетом.

Ключевые слова: скоростное отношение; поступательная температура; молекулярный пучок; профили интенсивности

При изучении процессов истечения струй из двигателей ракетных систем в верхних слоях атмосферы, околоземном космическом пространстве и открытом космосе на лабораторных экспериментальных стендах было установлено, что моделирование сверхзвуковых струй позволяет, помимо технологических вопросов, исследовать газодинамические и физико-химические аспекты истечения газов и газовых смесей, изучать энергообмен и релаксационные процессы между отдельными степенями свободы молекул, условия отклонения от Максвелловской функции распределения скоростей частиц, больцмановского заселения колебательных и вращательных уровней, процессы конденсации в разреженных газах, инициацию плазмохимических реакций в струях газовых смесей. Однако изучение физических процессов в разреженной газовой среде потребовало развития техники получения и поддержания вакуума, экспериментальных методик и средств диагностики. Если в условиях плотностей, соответствующих атмосферному давлению или на один – два порядка ниже известно много диагностических методов регистрации процессов, протекающих в газовых потоках, от теневых до современных лазерных, то в более разреженной среде наиболее известными являются электронно-пучковая спектроскопия и молекулярно-пучковая масс-спектрометрия.

Наиболее сложной задачей является определение энергетических параметров потоков, учитывая возможность различия в сверхзвуковой струе, расширяющейся от высокого давления в газовом источнике (форкамере сопла) в сильно разреженное окружающее пространство (вакуум), между колебательными, вращательными и даже поступательными степенями свободы молекул, а в слабоионизованной плазме – и отсутствием равновесия по электронным состояниям. В этих условиях в потоках молекулярного азота детально разработана электронно-пучковая спектроскопия, основанная на возбуждении с помощью высоковольтного, хорошо сфокусированного электронного луча высоких энергетических уровней с последующей регистрацией электронно – колебательно – вращательных переходов частиц на устойчивые нижние энергетические уровни [1]. Однако значительные проблемы в спектроскопии при попытках распространения метода на другие молекулярные системы ограничила ареал применения метода смесями с достаточной для достоверных измерений примесью в смеси того же молекулярного азота. Причем в предположении равновесия между всеми компонентами смеси.

Измерение поступательной температуры. Из-за технических проблем не получил распространения метод селектирования частиц по скоростям с помощью быстро вращающихся дисков с рассчитанным угловым сдвигом между щелями этих дисков [2]. Определение поступательной температуры по допплеровскому уширению спектральных линий, опробованное в потоках гелия [3], также оказалось практически невозможным распространить на другие одноатомные газы с более сложными спектрами, а тем более - на молекулярные газы. Хорошо зарекомендовал себя времяпролетный метод измерения функции распределения скоростей молекул на оси молекулярного пучка, скиммированного из сверхзвуковой струи [4]. Применение методов статистической регуляризации, основанной на быстром преобразовании Фурье, позволило учитывать аппаратные уширения регистрируемых сигналов даже в условиях сильной шумовой помехи, решая некорректную обратную задачу, и определять первый нормированный (направленная скорость потока) и второй центральный (параллельная поступательная температура) моменты регистрируемой функции распределения скоростей практически для любых газов и даже газовых смесей [5]. Следует констатировать, что метод также не нашёл широкого применения на практике, возможно, из-за достаточно сложной суперпозиции технических, газодинамических и математических вопросов, стоящих перед экспериментаторами. Можно предположить, что главными причинами являлось отсутствие в продаже готовой «стандартной» аппаратуры для подобных измерений, к чему за последнее время привык современный исследователь, а также развитие пакетов прикладных программ, частично замещающих реальный эксперимент. Однако при нахождении необходимого финансирования авторы надеются вернуть в практику данный метод, особенно в условиях большого объёма задач, обусловленных расширяющимся применением сверхзвуковых струй и молекулярных пучков для получения кластеров разного размера и состава.

В представляемой работе мы задались целью довести до практического применения ещё один метод измерения энергетических параметров в молекулярном пучке, сформированном из сверхзвуковой струи. О возможности определения поступательной температуры из поперечных профилей плотности (или интенсивности) молекулярного пучка впервые, насколько это нам известно, сообщили в начале 70-х годов прошлого века практически одновременно LeRoy и Govers [6], а также Torello [7] и Bossel [8]. Однако ни в одной из этих работ, также не получивших в дальнейшем применения или распространения, метод не был описан в деталях и обоснован на практике. Ещё одна попытка использования этого метода, также не получившая распространения, была предпринята в конце 70-х годов в Институте теплофизики АН СССР [9]. В настояшей работе представлена теоретическая модель. позволяюшая вычисление перпендикулярного скоростного отношения из измерений поперечных профилей плотности (или интенсивности) молекулярного пучка, приведена иллюстрация полученного результата.

Рассмотрим процесс формирования молекулярного пучка из газового потока, следуя схеме, приведенной на рис. 1, при следующих предположениях: 1) истечение газа из сопла сферическое; 2) поток на входе в скиммер является сверхзвуковым; 3) скиммерное взаимодействие пренебрежимо мало, т. е. число Кнудсена, вычисленное по диаметру входного сечения скиммера, $Kn_S >> 1$; 4) поток не возмущен частицами окружающего фонового газа; 5) входное сечение скиммера является поверхностью последних столкновений, т.е. за входным сечением скиммера частицы молекулярного пучка не испытывают столкновений ни между собой, ни с частицами фонового газа в секциях молекулярно-пучковой системы.

На рис. 1 скиммер радиусом r_s расположен на расстоянии x от точечного источника. Передняя кромка скиммера видна из этого источника под углом α_s к оси потока. Плоскость детекти-

рования находится на расстоянии L вниз по потоку от входного среза скиммера. Произвольная линия тока I составляет угол α относительно оси потока. Частицы из произвольной точки кольца толщиной dr плоскости входного сечения скиммера, двигаясь со скоростью v, попадают на плоскость детектирования под углом Θ к выбранной линии тока I и под углом β к оси молекулярного пучка. Таким образом, детектор регистрирует сигнал:

$$n_b(\mathbb{Z}) = \iint dQ d\Omega,$$

где dQ – поток частиц через поверхность телесного угла $d\Omega$, который может быть записан в виде:

$$dQ = n\cos^2\left(\frac{\pi\alpha}{2\varepsilon}\right)F(v,\Theta)dv$$

где $n \cos^2\left(\frac{\pi \alpha}{2\epsilon}\right)$ – плотность потока в плоскости входного сечения скиммера [10]; *F* – функция распределения частиц по скоростям в молекулярном пучке.



Рис. 1. Схема процесса формирования молекулярного пучка

В общем случае функция распределения скоростей в газовом потоке отличается от функции, регистрируемой в молекулярном пучке, поскольку на детектор молекулярного пучка могут попасть только молекулы из телесного угла, определяемого геометрией системы. Распределение скоростей молекул предполагается максвелловским. Как показывают наш опыт и литературные данные, отклонениями от максвелловского распределения можно пренебречь в большинстве исследуемых процессов в сверхзвуковых газовых струях. В сферических координатах, функция F может быть записана в виде:

$$F(v,\mathbb{Z}) = \left(\frac{m}{2\pi kT_{\perp}}\right) \sqrt{\frac{m}{2\pi kT_{\parallel}}} v^2 e^{-\frac{m(v\sin\mathbb{Z})^2}{2kT_{\perp}}} e^{-\frac{m(v\cos\mathbb{Z}-W)^2}{2kT_{\parallel}}},$$

где v, согласно рис. 1 – абсолютная величина скорости; W – направленная скорость потока. Телесный угол $d\Omega$ может быть записан в виде:

$$d\Omega = \frac{r dr \cdot \cos\beta}{L^2/\cos^3\beta} d\varphi = \frac{x^2 \sin\alpha \cos^3\beta}{L^2 \cos^3\alpha} d\alpha d\varphi,$$

где ф – полярный угол. В итоге регистрируемую плотность можно записать в виде:

$$n_b(\mathbb{D}) = \frac{x^2}{L^2} n \int_0^{2\pi} \int_0^{\alpha_s} \frac{\sin\alpha \cos^3\beta \cos^2(\frac{\pi\alpha}{2\varepsilon})}{\cos^3\alpha} \int_0^{\infty} \left(\frac{m}{2\pi kT_\perp}\right) \sqrt{\frac{m}{2\pi kT_\perp}} v^2 e^{-\frac{m(v\sin\mathbb{D})^2}{2kT_\perp}} e^{-\frac{m(v\cos\mathbb{D}-W)^2}{2kT_\parallel}} dv d\alpha d\varphi.$$

Для решения данного выражения относительно перпендикулярного скоростного отношения S₊ необходимо рассмотреть ряд предположений.

А. Малый радиус скиммера по сравнению с расстояниями между соплом и скиммером и между скиммером и плоскостью детектирования, т. е. $(r_s^2/x^2) << 4\pi$ и $(r_s^2/L^2) << 4\pi$. С учетом традиционной геометрии скиммера, размещения в послескиммерной секции регистрирующей аппаратуры, второе условие выполняется безоговорочно. Для нарушения первого условия необходимо в измерениях приблизиться скиммером к соплу на малое расстояние, соизмеримое с радиусом скиммера. Однако при исследованиях сверхзвуковых струй при приближении к

соплу перед скиммером возникает облако отраженных частиц потока, вплоть до ударной волны, препятствующее проведению измерений в молекулярных пучках (скиммерное взаимодействие). Поэтому и первое условие выполняется апостериори. Таким образом, условие малости угла α (соs $\alpha \approx 1$, sin $\alpha \approx \alpha$, cos²($\pi \alpha/2\epsilon$) ≈ 1) и приблизительное равенство углов $\beta \approx \Theta \approx \Theta_a$ (здесь Θ_a – угол между осевой линией молекулярного пучка и прямой, соединяющей точку детектирования с центром входного отверстия скиммера) выполняется практически всегда.

Б. Гиперзвуковое приближение, S > 3. При истечении в вакуум или сильно разреженное пространство даже при истечении из звукового сопла малые числа Маха, M < 4, (соответственно, и скоростного отношения), воспроизводятся только на расстояниях менее 2–3 диаметров критического сечения сопла для большинства используемых в экспериментальных исследованиях газов. Поэтому, учитывая вышеуказанный эффект скиммерного взаимодействия, данное условие также выполняется.

В. S₁ и S_{II} являются величинами одного порядка. В условиях, когда входное сечение скиммера является областью последних столкновений частиц в струе, т. е. когда на используемых в экспериментах расстояниях сопло - скиммер, эффект замораживания поступательной температуры отсутствует, выполняется условие S₁ = S_{II} = S. Как показывает опыт, для большого числа исследований газодинамических процессов в сверхзвуковых потоках, в том числе и в условиях кластерообразования, влиянием процесса замораживания поступательной температуры можно пренебречь. Поэтому практически в любых измерениях выполняется условие сравнительно небольших отличий в S₁ и S_{II}

 Γ . Малость угла Θ_a . Как известно, уже при числах Маха M > 5 угол теплового разлета частиц в поперечном направлении не превышает 10°.

При выполнении приведенных допущений выражение для плотности $n_b(\Theta)$ легко преобразуется к виду:

$$S_{\perp}^{2} = \frac{1}{\operatorname{tg}^{2} \theta_{a}} \cdot \ln \frac{1}{\tilde{n}_{b}(\theta_{a})},\tag{1}$$

где $\tilde{n}_b(\Theta_a)$ – плотность в точке детектирования, нормированная на плотность на оси молекулярного пучка.

Следует отметить, что тангенс угла менее 1° близок к нулю, поэтому выражение (1) при углах менее 1° дает очень высокую погрешность при измерениях. К тому же $\ln \frac{1}{\tilde{n}_b(\Theta_a)}$ на оси пучка равен 0, Поэтому рекомендуемый диапазон измерений составляет 2° < Θ_a < 7°.

Исходя из обоснованных приближений, вычисляемое по формуле (1) скоростное отношение должно было бы иметь одно и то же значение при использовании отношения плотностей на любом значении угла Θ_a . В действительности следует допустить возможность, что в молекулярном пучке за входным срезом скиммера, движение частиц вне оси молекулярного пучка может быть подвержено влиянию не учитываемых моделью процессов воздействия стенок внутреннего конуса скиммера, а также, хотя и незначительного, но вполне допустимого влияния остаточного (фонового) газа, проникающего в послескиммерную секцию молекулярнопучковой системы. Поэтому в случае зависимости вычисляемого скоростного отношения от угла целесообразно за наиболее достоверное значение принимать значение при минимально допустимом угле Θ_a .

На рис. 1 приведены результаты определения числа Маха (как известно, $M = S \cdot \sqrt{2}/\gamma$, где γ – показатель адиабаты, для азота $\gamma = 1.4$) в поперечном сечении молекулярного пучка, сформированного из сверхзвуковой струи азота, истекающей из звукового сопла $d_* = 0.505$ мм (экспериментальные точки) в сравнении с изэнтропическим расчетом M_{is} для данного режима истечения (число Рейнольдса по параметрам торможения и сечению сопла $Re_* = 2320$, число Рейнольдса по размерам струи $Re_L = 10$. Можно констатировать хорошее совпадение между теоретическим и экспериментальным значениями на расстоянии 40 мм. Незначительное отличие от изэнтропического значения числа Маха на ближайшем к соплу расстоянии (25 мм), по-видимому, связано со скиммерным взаимодействием.



Рис. 2. Расчет числа Маха из поперечного профиля интенсивности молекулярного пучка. $P_0 = 30 \text{ к}\Pi a, P_\infty = 0.53 \Pi a,$ средний размер кластеров $\langle N \rangle = 1$. Теоретическое значение числа

Маха $M_{is} = 17.2$ на расстоянии 25 мм и 20.8 на x = 40 мм. Скиммер $d_s = 0.49$ мм

В представленном материале мы подробно остановились на обосновании интереса к измерениям энергетических параметров в сверхзвуковых струях и использованию в данной работе метода определения скоростного отношения и поступательной температуры из поперечных профилей плотности (или интенсивности) молекулярного пучка. Также достаточно подробно изложено теоретическое обоснование возможности измерений S_{\perp} из поперечных профилей, регистрируемых в молекулярном пучке. Обсуждены также условия, при которых такие измерения достоверны. Приведен пример вычисленных значений числа Маха по результатам измерений в сравнении с изэнтропическими значениями.

Благодарности

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ (грант № 22-19-00750).

Литература

- [1] Gochberg A 1997 Prog. Aerosp. Sci. 33 431–80
- [2] Miers R E, York R W, Pickett P T, Taylor W L 1988 Rev. Sci. Instrum. 59 1303-6
- [3] Muntz E P 1968 Phys. Fluids 11 64–76
- [4] Hagena O F, Varma A K 1968 Rev. Sci. Instrum. 39 47–52
- [5] Voskoboinikov Yu E, Zarvin A E et al. 1976 J. Appl. Mech. Tech. Phys. 17 625–32
- [6] Le Roy R L, Govers T R 1970 Canad. J. Chem. 48 1743–7
- [7] Torello F 1971 AIAA J. 9 1843–8
- [8] Bossel U 1971 AIAA J. 9 2060–2
- [9] Зарвин А Е, Шарафутдинов Р Г 1976 *Динамика разреженных газов* (Новосибирск, Институт теплофизики СО АН СССР) 38
- [10] Ashkenas H Z, Sherman F S 1966 Proceedings of the 4th RGD Symposium 2 84–105

Перспективные области применения электрического разряда с жидким неметаллическим электродом

З. Г. Люллин, В. А. Симон, Д. К. Кострин, С. А. Марцынюков

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия

E-mail: zahar.lyullin@gmail.com

Аннотация. В работе рассмотрены наиболее интересные технические применения электрического разряда с жидким неметаллическим электродом, которые не ограничиваются широко известными техническими областями, такими как нанесение покрытий и получение особой структуры материалов. Рассмотрено применение электрического разряда с жидким электродом для спектрохимического анализа, нашедшее в последние годы применение для создания портативных приборов для экологического мониторинга водных ресурсов. Показана перспективность исследований в достаточно новой области, связанной с разработкой эффективных источников оптического излучения, построенных на основе электрического разряда в парах воды.

Ключевые слова: электрический разряд; жидкий электрод; источник излучения

Тлеющий электрический разряд при атмосферном давлении с электролитическим катодом (в англоязычной литературе зачастую используется сокращение ELCAD), впервые исследованный в 1992 г., представляет собой источник оптического излучения, который может применяться в качестве инструмента для оценки содержания токсичных тяжелых металлов (таких как Zn, Cd, Cu, Ni, Cr, Pb и др.) в воде и сточных водах в задачах охраны окружающей среды [1], [2].

Можно отметить, что существующие лабораторные приборы (ICP-AES, AAS) не могут быть использованы для решения данной задачи, поскольку они требуют ручного управления и могут работать только с предварительно подготовленными образцами. В случае использования атмосферного тлеющего разряда с жидким электродом разбавленный водный раствор, содержащий тяжелые металлы, является катодом, а расположенный над ним на высоте 3–5 мм металлический стержень является анодом. Атомные линии металлов, растворенных в исследуемой жидкости, появляются в спектре излучения разряда (рис. 1). Таким образом, концентрация металлов в образце жидкости может быть определена в течение достаточно короткого промежутка времени, не превышающего 100 с [3], [4].



Рис. 1. Спектр излучения разряда в парах водопроводной воды

Явление электролиза с металлическим катодом и тлеющим плазменным анодом, так называемый электролиз тлеющим разрядом, является известным методом в электрохимии, впервые описанным Губкиным в 1887 г. [5]. В этих экспериментах изучались только окислительные процессы в растворе, генерируемые бомбардирующими ионами, поступающими из разряда, в то время как спектр излучения разряда не исследовался с аналитической точки зрения. Основные характеристики такого типа разряда были позднее исследованы Хиклингом [6].

Учитывая перспективы дальнейшего применения электрического разряда с жидким электродом, различными лабораториями были созданы различные устройства для практического применения [7], [8]. Основными задачами исследования были миниатюризация и упрощение конструкции узла детектора (рис. 2) для капиллярных методов анализа [1].



Puc. 2. Разрядные системы: a - c электролизом тлеющим разрядом; $\delta - c$ электролитическим разрядом на катоде; b - c канальным разрядом

Необходимо отметить, что на данный момент нет полной физико-математической модели, описывающей все стадии такого разряда, учитывающей все наиболее важные параметры. Любое моделирование нуждается в начальных условиях и одна из работ Косенкова [9] посвящена задачи определению начальных условий, которые обеспечивают однозначность математического моделирования электрического разряда в воде. Работа сфокусирована на развитии математического моделирования разряда без использования предварительных экспериментальных данных, в ней проводится сравнение математической модели с полученными ранее экспериментальными данными и демонстрируется их хорошая корреляция. Автором опубликован ряд работ, развивающих его модель разряда [10]–[12].

На сегодняшний день разрядные источники излучения используются широко и захватывают такие области применения как медицина, биология, научные исследования, сельское хозяйство и животноводство [13]. Стоит выделить из всех источников излучения те, в основе которого лежит тлеющий разряд в смеси паров ртути и инертных газов. Данные источники обладают высокой эффективностью перевода затрачиваемой электрической энергии в ультрафиолетовое излучение, достигающей 70 %. Расплатой за такие показатели эффективности является использование ртути, которая при разрушении оболочки попадает во внешнюю среду и представляет опасность для человека. Поэтому одной из причин исследовать и развивать направление разряда в парах воды является потребность в надежном и безопасном источнике ультрафиолетового излучения (рис. 3).

Исследования проводятся как в случае, когда внутри лампы находятся исключительно водяной пар, так и в более сложных составах [14]. В относительно простом случае, излучатель работает только на парах воды, которые служат средой для протекания тлеющего разряда постоянного тока. Была выявлена зависимость преимущественных линий излучения лампы (в диапазоне от 140–190 до 286–315 нм) от давления паров воды внутри разрядного объема (от 50 Па до 2.5 кПа). Зарегистрированные полосы излучения продуктов распада молекул воды коррелируют с положением кантов полос молекулы гидроксила. Помимо этого, зависимость яркости излучения всех характеристических полос излучения лампы практически линейным образом зависят от тока разряда. По мере роста тока наблюдается рост яркости полос излучения, что указывает на преобладание в исследуемой среде прямых процессов электронного возбуждения. Важным итогом работы [14] стало то, что был определен диапазон давлений водяных паров в лампе (50–150 Па), при котором основными в спектрах излучения становятся широкие молекулярные полосы, наиболее интересные для разработки экологически чистых излучателей в области 140–190 нм.



Рис. 3. Фотографии разряда в системе с каналом в жидкости: *а* – нормальный режим работы; *б* – перегрев, приводящий к интенсивному кипению

Помимо исследований разряда в парах воды, есть работы, посвященные исследованию тлеющего разряда в смеси паров воды с легкоионизируемыми добавками для создания источников оптического излучения. Было отмечено использование разрядов низкого давления, которые поддерживались с использованием как смесей паров металлов (Hg, Cd, Zn, Ba, Mo, K, Na, Cs, Rb, Tl и др.) с инертными газами, так и с чистыми инертными газами. Разряд в смеси паров воды с инертными газами может быть эффективным источником ультрафиолетового излучения, а разряд в смеси паров воды с аргоном может достигать светоотдачи примерно в 45 лм/Вт, что приблизительно равно половине светоотдачи ртутных ламп. Также было рассмотрено использование основы из паров воды и аргона, с дальнейшим добавлением легкого (относительно аргона) инертного газа, для увеличения эффективности генерации излучения.

Помимо ультрафиолетовых ламп, в основе которых лежит процесс горения тлеющего разряда, существуют лампы барьерного разряда на молекулах ОН [15]. Барьерный разряд – это разряд, в котором ограничено протекание тока одним или несколькими слоями диэлектрика и характерные размеры электродов значительно больше межэлектродного промежутка. Данный разряд интересен в том числе потому, что он обладает большой параметрической гибкостью, позволяющей варьировать напряжения в диапазоне от сотен вольт до киловольт, изменять давление рабочей смеси на несколько порядков, и подбирать толщины разрядного промежутка от 1 до 10 мм. Одним из преимуществ ламп барьерного разряда является долгий срок службы, из-за того, что контакту электрода лампы и рабочей среды мешает диэлектрик. Получено, что при низких давлениях паров воды (меньше 0.5 Торр) и среднем давлении аргона (180 Торр) разряд становится близким по параметрам к тлеющему.

В данной работе проведен обзор некоторых вопросов реализации и внедрения устройств на основе электрического разряда с жидким неметаллическим электродом. Можно отметить, что

основными направлениями технического применения являются использование электрического разряда с жидким электродом для спектрохимического анализа, применение разряда для нанесения покрытий, а также использование электрического разряда в парах воды в качестве источника оптического излучения.

Литература

- [1] Mezei P, Cserfalvi T 2007 Applied spectroscopy reviews 42 6 573–604
- [2] Кострин Д К, Рамазанов А Н, Потрахов Н Н и др. 2015 Технологии техносферной безопасности 6 222–9
- [3] Cserfalvi T, Mezei P, Apai P 1993 Journal of Physics D: Applied Physics 26 12 2184-8
- [4] Ramazanov A N, Kostrin D K, Lisenkov A A 2017 Journal of Physics: Conference Series 929 012062
- [5] Gubkin J 1887 Annalen der Physik und Chemie 268 9 114–5
- [6] Davies R A, Hickling A 1952 Journal of the Chemical Society 3595–3602
- [7] Рамазанов А Н, Кострин Д К, Гончаров В Д и др. 2016 Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ» 10 3– 7
- [8] Ramazanov A N, Kostrin D K, Simon V A 2018 IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 387 012064
- [9] Косенков В М 2020 Электронная обработка материалов 56 2 21-7
- [10] Косенков В М 2011 Журнал технической физики 81 10 133-9
- [11] Косенков В М, Бычков В М 2017 Письма в Журнал технической физики 43 16 102–10
- [12] Косенков В М, Бычков В М 2015 Электронная обработка материалов 51 2 66–72
- [13] Рохлин Г Н 1991 Разрядные источники света (Москва, Энергоатомиздат) 720
- [14] Шуаибов А К, Шимон Л Л, Дащенко А И и др. 2001 Письма в Журнал технической физики **27** 15 46–50
- [15] Соснин Э А, Ерофеев М В, Авдеев С М и др. 2006 Квантовая электроника 36 10 981-3

Изготовление лазерных мишеней для исследования гидродинамической неустойчивости Рэлея-Тейлора

Н. А. Пхайко, Е. М. Писарев, Л. Е. Гусс, А. В. Савельев, А. Г. Казаков, В. А. Голунов, Ю. Л. Лыжина

Госкорпорация «Росатом», ФГУП Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики им. академика Е. И. Забабахина, 456770, ул. Васильева, д. 13, г. Снежинск, Челябинская область, Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. В лазерных экспериментах по исследованию развития гидродинамической неустойчивостей Рэлея-Тейлора используются многослойные мишени, в которых граница раздела плотного слоя (узел нагрузки) и малоплотной области (узел разгрузки) имеет заранее нанесенные одномерные возмущения, представляющие собой синусоидальную волну с периодом 130 мкм и амплитудой от 16 до 37 мкм. В работе представлен способ изготовления таких узлов нагрузки из фотополимерной смолы Anycubik Grey методом реплики. Для предотвращения повреждения легкоплавкого узла нагрузки, отработан режим нанесения на него молибденового поглотителя методом магнетронного напыления, поверх которого, методом резистивного испарения наносился полиэтиленовый аблятор толщиной 1÷8 мкм. На всех этапах изготовления лазерной мишени проводился контроль шероховатости ее рабочих поверхностей, которая не превышала Ra < 100 нм.

Ключевые слова: неустойчивость Рэлея-Тейлора; фотополимер; реплика; шероховатость; напыление молибдена; напыление полиэтилена

Введение

В лазерных экспериментах по исследованию развития гидродинамической неустойчивостей Рэлея-Тейлора используются многослойные мишени, в которых граница раздела плотного слоя (узел нагрузки) и малоплотной области (узел разгрузки) имеет заранее нанесенные одномерные возмущения. Ударная волна формируется во время почти мгновенного ($\tau \sim 5$ нс) испарения лазерным импульсом (ЛИ) аблятора, представляющим собой тонкую (1...10 мкм) пленку полиэтилена, нанесенную на узел нагрузки. Для предотвращения преждевременного разогрева материала узла нагрузки излучением лазерной плазмы, между ним и аблятором наносится поглотитель, представляющий собой молибденовую или золотую пленку толщиной ~ 1мкм. Конструкция такой лазерной мишени представлена на рис. 1, она аналогична используемой в работе [1]. Необходимо отметить, что для проведения качественного эксперимента, шероховатость всех рабочих поверхностей мишени не должна превышать Ra < 100 нм, Rq < 100 нм [2]. Для проведения экспериментов, на наносекундной лазерной установке РФЯЦ-ВНИИТФ, разработаны четыре типа мишеней без узла разгрузки. Их основные характеристики представлены в табл. 1.

Для закрепления мишени внутри исследовательской камеры лазерной установки, разработан мишенный узел. Его конструкция представлена на рис. 2. Основой данной конструкции является держатель (1), изготовленный методом 3D печати на фотополимерном принтере Formlabs Form3 из фотополимерной смолы Rigid 4000. Для проведения оперативной замены мишенного узла во время экспериментов, низ держателя выполнен в виде быстросъемного соединения, позволяюще-го без люфта устанавливать его на юстировочном приспособление лазерной установки.

Оправка (2) выполнена из коррозионностойкой стали 12X18H10T и предназначена для закрепления на ней тонкой (20...300 мкм) лазерной мишени. Такая конструкция позволяет проводить технологические операции по нанесению различных покрытий на лазерную мишень, а также выравнивать ее положение относительно вертикальной оси держателя при монтаже.



Рис. 1. Конструкция лазерной мишени (*a*) и ее увеличенный вид с торца (δ) (размеры указаны в микрометрах): 1 – аблятор (полиэтилен); 2 – узел нагрузки (ρ = 1,2...1,5 г/см³); 3 – узел разгрузки (ρ = 0,1...0,01 г/см³); 4 – поглотитель (Ta, Au)

Гаол . I. Хара	ктеристики п	пазерных м	мишенеи

Тип мишени	Ι	II	III	IV						
Профиль искусственных неод- нородностей	плоский	плоский	синусоидальный	синусоидальный						
Период неоднородностей (L), мкм	-	-	130	130						
Амплитуда неоднородностей (A), мкм	-	-	16	16						
Общая толщина узла нагрузки (H), мкм	70	137	70	70						
Толщина аблятора, мкм	1	8	1	8						



Рис. 2. Конструкция мишенного узла: 1 – держатель; 2 – оправка; 3 – лазерная мишень

Порядок изготовления лазерной мишени

Изготовление лазерной мишени для исследования гидродинамической неустойчивости Рэлея-Тейлора можно разбить на несколько этапов:

- 1. Изготовление узла нагрузки лазерной мишени;
- 2. Наклеивание узла нагрузки на оправку мишенного узла;
- 3. Нанесение на лицевую (со стороны освещения лазерным импульсом) сторону мишени поглотителя (Мо, Аи толщиной 1 мкм);
- 4. Нанесение на поглотитель аблятора из полиэтилена, толщиной 1 или 8 мкм, в зависимости от условий облучения мишени;
- 5. Сборка мишенного узла.

Изготовление узла нагрузки с плоским профилем поверхности

Для изготовления узла нагрузки с плоским профилем (тип мишени I, II), использовалась матрица, ее конструкция представленная на рис. 3. В качестве основания матрицы (4) использовалась полированная стеклянная пластинка толщиной 5 мм. Толщина готового узла нагрузки задавалась с помощью прокладок (2), размещенных на поверхности основания. Затем, на поверхность основания капалась фотополимерная смола Anycubik Grey (3) с таким условием, чтобы высота капли значительно превышала общую толщину прокладок (2). Тогда после прижатия полированным стеклом (1), фотополимер растекался по всей площади матрицы. После чего производились его отверждение с помощью засветки ультрафиолетовым излучением (λ = 405 нм) в течение 5 минут. Полученная заготовка узла нагрузки легко отделялась от матрицы. Затем она нарезалась на прецизионной алмазной пиле STX-201 на квадраты со стороной 2 мм. Ширина пропила данного инструмента равняется 0,3 мм, а точность позиционирования образца относительно режущей проволоки составляет не более 0,1 мм. В связи с малой механической прочностью заготовки, перед началом обработки, ее зажимали между пластмассовых обкладок толщиной 3 мм, при этом, резка заготовки проводилась совместно с обкладками.



Рис. 3. Схема изготовления плоского узла нагрузки: 1 – стекло; 2 – прокладки (Al фольга); 3 – фотополимер; 4 – стеклянное основание

Такая технология позволила изготовить узлы нагрузки лазерных мишеней с толщинами 137±1 мкм и 70±1 мкм. Измерение проводилось в торец, на двухкоординатном измерительном приборе ДИП-1.

Исследования шероховатости рабочей поверхности узлов нагрузки, а также рабочей поверхности стекла матрицы проводили, согласно ГОСТ 2789-73, на бесконтактнном оптическом профилометре FRT MicroSpy. Измеряемая длина пути составляла 0,25 мм. Результаты измерений представлены в табл. 2. Погрешность измерений определялась как среднеквадратичное отклонение по пяти измерениям.

Табл.	2.	Рез	ультаты	исследования	ше	ероховатости	пове	рхности	плоского	узла	нагр) V	зки
			J · · · ·		-					J		· ./	-

	Rz, мкм	Ra, мкм	Rq, мкм
Стекло	0,160±0,015	0,030±0,005	0,035±0,005
Плоский узел			
нагрузки	0,165±0,010	0,035±0,005	0,045±0,015

Из таблицы видно, что шероховатость поверхности готовой реплики хорошо повторяет поверхность матрицы. Это связано с тем, что фотополимер хорошо смачивает поверхность стекла, затекая в микронеровности поверхности.

Изготовление узла нагрузки с синусоидальным профилем поверхности

Для формирования лазерных мишеней имеющий синусоидальный профиль поверхности (тип мишени III, IV) использовалась матрица, схема которой представлена на рис. 4. Предварительно, на фторопластовое основание (5) приклеивалась матрица (3). Затем, для установки максимальной толщины мишени, на края матрицы, наклеивались прокладки (2) выполненные из алюминиевой фольги толщиной 11 мкм.



Рис. 4. Схема изготовления узла нагрузки: 1 – стекло; 2 – прокладки (Al фольга); 3 – матрица; 4 – фотополимер; 5 – фторопластовое основание; 6 – двухсторонний скотч; 7 – клеевое соединение

В готовую матрицу, капалась капля фотополимера Anycubik Grey (4) с таким условием, чтобы ее высота значительно превышала углубление в матрице (3) и высоту прокладок (2). Тогда после прижатия стеклом (1), фотополимер растекался по всей площади матрицы, заполняя ее неровности. Остальные операции были аналогичны, как и при изготовлении узла нагрузки лазерной мишени с плоским профилем. На рис. 5 представлено изображение готового узла нагрузки снятого в торец на двухкоординатном измерительном приборе ДИП-1. Диаметр видимой области данного прибора составляет 1,225 мм по объекту. Высота измеренного профиля узла нагрузки составила 16,0±1,4 мкм, его период 129±4 мкм, а общая толщина равнялась 70±4 мкм.





Изменяя размеры матрицы, количество прокладок, можно изготавливать узлы нагрузки лазерных мишеней имеющих различный период возмущений (L), амплитуду (A) и общую толщину (H). На рис. 6 представлены различные варианты изготовления узла нагрузки.


L = 130 MKM	L = 250 MKM	L = 130 MKM
А = 21 мкм	A = 37 MKM	A = 16 MKM
H = 150 MKm	H = 110 MKm	H = 21 MKM

Рис. 6. Варианты изготовления узла нагрузки с профилем поверхности близким к синусоидальному

Измерение шероховатости поверхности готовой мишени и матрицы производилось на профилометре FRT MicroSpy по ГОСТ 2789-79. Результаты измерений сведены в табл. 3.

Табл.	3.	Резуль	таты	исследо	вания	шерох	оватост	ги пон	верхно	ости	узла	нагр	узки
				с проф	илиро	ванной	поверх	кност	ью				

Исследуемая поверхность	Rz, мкм	Ra, мкм	Rq, мкм
Рабочая поверхность матрицы	$0,750\pm0,025$	$0,224{\pm}0,005$	0,296±0,005
Лицевая сторона мишени (плоская)	$0,165\pm0,010$	$0,035\pm0,005$	0,045±0,015
Оборотная сторона мишени (профилированная)	0,255±0,025	0,075±0,010	0,90±0,015

Из таблицы видно, что шероховатость поверхности готовой реплики отличается от шероховатости поверхности матрицы и не превышает Ra < 100 нм, Rq < 100 нм.

Наклеивание узла нагрузки на оправку мишенного узла

Наклеивание узла нагрузки на оправку мишенного узла проводилось на ровной (шлифованной) металлической плите. Сначала на плиту укладывается узел нагрузки, профилированной поверхностью (при ее наличие) направленой вниз. Затем, на оправку мишенного узла наносили цианакрилатный клей и плотно прижимали к узлу нагрузки. В таком состоянии вся сборка выдерживалась не менее 30 минут. Затем с помощью профилометра MicroSpy Profile проводили исследование отклонения рабочей поверхности узла нагрузки от плоскостности. В дальнейшую работу допускались изделия с отклонением менее 3 мкм.

Изготовление поглотителя

Нанесение поглотителя из молибдена на узлы нагрузуки проводили одновременно для всех четырех типов мишеней в установке магнетронного напыления. Предварительные эксперименты показали, что при напряжении питания магнетрона U \approx 330 В и токе I \approx 0.5 А скорость напыления молибденового слоя на подложку составляет 0,3 нм/с. Соответственно, для набора толщины в 1 мкм требуется проводить напыление в течении одного часа. Так как при длительном напылении узел нагрузки начинает разогреваться, а фотополимерная смола очень чувствительна к температуре ($t_{плавления} \approx 60$ °C), процесс напыления молибдено разбивался на несколько циклов. Параметры одного цикла напыления молибденового слоя представлены в табл. 4. Для набора необходимой толщины покрытия было проведено 68 циклов напыления.

но, контроль толщины покрытия определялся по стеклянному свидетелю, расположенному в непосредственной близости от узла нагрузки. Толщина покрытия составляла 0,960±0,015 мкм.

Р, мбар	P _{Ar} , мбар	I, A	U, B	Точистки, сек	Т _{напыления} , сек	Т _{остывания} , сек
$6,2.10^{-5}$	$3,6.10^{-3}$	0,45	334	600	30	1500

Табл. 4. Параметры магнетронного напыления

После напыления молибденового поглотителя, проводили исследование отклонения рабочей поверхности узла нагрузки от плоскостности по методу представленному выше. В дальнейшую работу допускались изделия с отклонением менее 5 мкм. Также проводили контроль шероховатости поверхности узла нагрузки и стеклянного свидетеля до напыления молибденового фильтра и после. Результаты измерений представлены в табл. 5.

Табл. 5. Результаты исследования шероховатости поверхности Мо рентгеновского фильтра

Исследуемая поверхность	Rz, мкм	Ra, мкм	Rq, мкм
Стеклянный свидетель до напыления Мо	0,159±0,015	0,028±0,05	0,036±0,005
Стеклянный свидетель после напыления Мо	0,196±0,010	0,041±0,05	0,050±0,005
Лицевая сторона мишени (плоская) до напы- ления Мо	0,165±0,010	0,035±0,005	0,045±0,015
Лицевая сторона мишени (плоская) после напыления Мо	0,212±0,020	0,052±0,010	0,060±0,05

Как видно из таблицы, максимальная шероховатость (Rz) поверхности как стеклянных так и полимерных образцов выросла на ~ 20 %, после нанесения молибденового слоя. Это говорит о том, что рост шероховатости поверхности не связан с материалом подложки, а зависит от строения пленки, а именно, началом роста кристаллитов. При этом необходимо отметить, что средняя (Ra) и среднеквадратичная (Rq) шероховатости поверхности мишени остались в пределах допуска [2].

Изготовление полиэтиленового аблятора

Нанесение аблятора из полиэтилена проводилось на установке резистивного распыления УВН-2М. Схема напыления представлена на рис. 7. В качестве испарителя использовалась молибденовая лодочка, верхняя сторона которой была закрыта сеткой из коррозионностойкой стали с размером ячейки 0,4 мм. Для уменьшения теплового потока от лодочки и соответственно уменьшения нагрева образца, на расстоянии h1 = 20 мм был установлен тепловой экран из алюминиевой фольги толщиной 0.1 мм. Диаметр отверстия для выхода пара в экране равнялся 20 мм. Подложки располагались от лодочки на расстоянии h1+ h2 = 120 мм. В качестве навески, в испаритель загружалось гранулы полиэтилена низкого давления общей массой 0,445 грамма. Плавно подавая напряжение на лодочку, ее разогревали до ~ 300 °C. Начальный момент распыления полиэтилена контролировали по увеличению давления внутри установки с 5·10⁻⁵ до 5·10⁻³ торр. При этом, за 20 минутный цикл напыления толщина слоя полиэтилена на образце составляла ~ 1 мкм. Также, толщина нанесенного слоя осуществлялась по стеклянному свидетелю, расположенному в непосредственной близости от образцов. Для мишеней I и III типа требовалось провести по одному циклу напыления, для мишеней цикл напыления повторяли 8 раз. Толщина нанесенных слоев аблятора для мишеней I и III типа составляла 0,97±0,01 мкм, а для II и IV типа равнялась 8,11±0,01 мкм.

После напыления полиэтиленового аблятора, проводили исследование отклонения рабочей поверхности узла нагрузки от плоскостности по методу представленному выше. Данные изме-

рения показали, что технологическая операция по нанесению аблятора не повлияла на плос-костность поверхности узла нагрузки.



Рис. 7. Схема нанесения полиэтиленового аблятора: 1 – токовводы; 2 – испаритель; 3 – тепловой экран; 4 – подложкодержать с образцами; 5 – свидетель; 6 – держатель

Шероховатость поверхности аблятора измеряли непосредственно на готовых мишенях, по методу представленному выше. Результаты измерений сведены в табл. 6.

Tudiu di Tesymbratisi neenedobalisi mepenebateetii nebepinioetii admite	Табл	1. 6 .	. Результа	ты исследования	шероховатости	поверхности	аблятора
---	------	---------------	------------	-----------------	---------------	-------------	----------

Исследуемая поверх- ность	Толщина абля- тора, мкм	Rz, мкм	Ra, мкм	Rq, мкм
Аблятор мишеней I и III типа	0,97±0,01	0,153±0,015	0,018±0,05	0,030±0,005
Аблятор мишеней II и IV типа	8,11±0,01	0,320±0,020	$0,050\pm0,005$	$0,060\pm0,005$

Из таблицы видно, что за счет нанесения аблятора толщиной 1 мкм, происходит сглаживание шероховатости поверхности созданной во время нанесения рентгеновского фильтра. Но с увеличением толщины аблятора до 8 мкм, наблюдается рост шероховатости поверхности мишени, которая осталась в пределах допуска и не превышает Ra < 100 нм, Rq < 100 нм. [2].

Сборка мишенного узла

Оправку с готовой лазерной мишенью устанавливали на держатель мишенного узла и выравнивали относительно его оси, используя двухкоординатный измерительный прибор ДИП-1. После чего ее фиксировали с помощью цианакрилатного клея. Внешний вид готового мишенного узла представлен на рис. 8.



Рис. 8. Внешний вид готового мишенного узла

Заключение

В работе представлен способ изготовления четырех типов лазерных мишеней для исследования гидродинамических неустойчивостей Рэлея-Тейлора. Данные мишени являются многослойными конструкциями, состоящими из узла нагрузки, рентгеновского фильтра и аблятора. Средняя и среднеквадратичная шероховатость рабочих поверхностей слоев в такой мишени не должны превышать 100 нм.

Для изготовления первого и второго типа мишеней использовался плоский узел нагрузки, изготавливаемый из фотополимерной смолы Anycubik Grey, в матрице состоящей из двух стеклянных поверхностей. Узел нагрузки мишеней третьего и четвертого типа, имели на одной из поверхностей профиль близкий к синусоидальному.

Молибденовый поглотитель изготавливался методом магнетронного напыления на узел нагрузки. Режим напыления выбирался таким образом, что бы при толщине нанесенного слоя равном ~1 мкм, не происходило значительного искажения рабочей поверхности узла нагрузки за счет ее перегрева. Этого удалось достичь за счет использования циклического режима работы.

Полиэтиленовый аблятор наносился методом резистивного напыления на поверхность рентгеновского фильтра. В работе показано, что за счет нанесения аблятора толщиной 1 мкм, происходит сглаживание шероховатости поверхности созданной во время нанесения рентгеновского фильтра. Но с увеличением толщины аблятора до 8 мкм, наблюдается и рост шероховатости поверхности мишени, которая осталась в пределах допуска и не превышает Ra < 100 нм, Rq < 100 нм.

- [1] Rigon G, Casner A, Albertazzi B et al. 2019 Phys. Review E 100 021201
- [2] Глазырин С И, Захаров П П, Городничев К Е и др. 2021 Сб. материалов XV Международной конф. Забабахинские научные чтения (Снежинск) 87

Энергетические характеристики корпускулярной эмиссии из ионных источников пеннинговского типа

А. Г. Садилкин

Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н. Л. Духова, Москва, Россия

E-mail: sadilkin@inbox.ru

Аннотация. В работе представлены результаты по использованию метода определения функций распределения по направленным скоростям и энергиям потоков ионов, эмитированных из ионных источников (ИИ) пеннинговского типа [1], [2], используемых в составе малогабаритных линейных ускорителей (МЛУ), генерирующих нейтронные поля [3], [4]. Подход основан на известном методе задерживающего потенциала [5] и адаптирован под использование в МЛУ [6]. Приведена зависимость степени моноэнергетичности пучка ионов от геометрических параметров ИИ.

Ключевые слова: пеннинговские ионные источники; энергетические спектры ионов; малогабаритные ускорители ионов

Введение

Компьютерные программы моделирования являются важными инструментами при исследовании различного класса приборов. Эти программы используются для расчетов электро- и магнитостатических полей, пространственного заряда для различных сортов заряженных частиц, а также позволяют восстанавливать траектории движения частиц. Применение программ позволяет разработчику приборов, варьируя начальными данными, анализировать и находить оптимальные условия его функционирования. Кроме того, программный инструмент моделирования позволяет исключить расходы, связанные с созданием дорогих прототипов.

Очевидно, что определение достоверных начальных условий для последующего моделирования траекторий движения заряженных частиц в конкретной геометрии прибора является важной задачей для получения корректных результатов по фокусировке. В случае расчета ионно-оптической системы (ИОС) МЛУ требуется знать начальные энергии ионов (изотопов водорода), вылетающих из газоразрядного ИИ. Для решения этой задачи непосредственно в МЛУ может быть использован метод задерживающего поля, с помощью которого можно получить энергетические спектры ионов изотопов водорода, экстрагируемых из ИИ.

Значительный разброс энергий ионов может стать причиной заметной хроматической аберрации в ИОС МЛУ. Это может привезти к тому, что профиль ионного пучка на поверхности мишени не будет оптимален для требований конкретного режима работы МЛУ. Также может возникнуть режим работы прибора, при котором ускоренный ионный пучок будет взаимодействовать с конструкционными элементами, что в конечном счёте может привести к преждевременному выходу его из строя.

Автором применен метод задерживающего потенциала для получения информации о характеристиках корпускулярной эмиссии из ИИ, входящего в состав МЛУ.

Результаты исследований

Суть метода задерживающего потенциала заключается в следующем: с помощью электродов ионно-оптической системы (ИОС) создано однородное тормозящее электрическое поле, в котором движутся ионы. При запирающем потенциале U > 0 зондирующего электрода (в данном случае система «ускоряющий электрод + мишень» выполняет функцию цилиндра Фарадея),

другой электрод при этом заземлен, величина тока I на ЦФ определяется только теми ионами, энергия W которых превышает значение eU (поскольку плазмообразующим элементом в ИИ МЛУ являются изотопы водорода, ионы предполагаются однозарядными).

На рисунке 1 представлен пример экспериментальных зондовых ВАХ пеннинговского ИИ, расположенного в МЛУ, при различном анодном напряжении.



Рис. 1. Пример экспериментальных ВАХ ИИ в составе МЛУ

Анализ рис. 1 позволяет выделить несколько характерных областей: верхняя пологая часть, нижняя пологая часть и находящаяся между ними крутая часть ВАХ. Полученная ВАХ системы в потоке частиц из ИИ имеет S-образную форму, напоминающую ВАХ одиночного зонда Ленгмюра, помещенного в плазму. Но главной отличительной особенностью полученных данных является то, что ток ионного насыщения в несколько раз превышает ток электронного насыщения в несколько раз превышает ток электронного насыщения (нижняя и верхняя пологая часть ВАХ соответственно). Как правило, ситуация противоположная: ток электронного насыщения существенно (на порядки) может превосходить ток ионного насыщения. Это определяется достаточно высокими тепловыми скоростями движения электронов по отношению к ионам в неподвижной относительно зонда плазме (в силу значительного различия масс). Экспериментально полученную зависимость (S-образную кривую) можно попытаться объяснить предположением, что скорость движется плазмы из ИИ в направлении зондирующего электрода превышает тепловую скорость электронов. Поэтому в данном случае речь действительно идет о регистрации плазменных потоков - отчетливо регистрируются как электронная, так и ионная ветви, и радиус дебаевского экранирования (расчетный) значительно меньше характерных размеров самого прибора.

Дифференцирование экспериментально полученной зависимости тока по напряжению ВАХ зондирующего электрода позволяет определить функции распределения частиц по скоростям f(V) и по энергиям F(W):

$$f(v) = \frac{m}{e^2 Sn} \cdot \frac{dI}{dU}$$
(1)

$$F(W) = f(v)\frac{dv}{dW} = \frac{f(v)}{mv}$$
(2)

На рис. 2 представлены функции распределения заряженных частиц по осевым компонентам скоростей и энергий из ИИ, полученные на основе экспериментально зарегистрированных ВАХ зондирующих электродов МЛУ.

Данные рис. 2 показывают, что при изменении анодного потенциала есть возможности управления «полушириной» энергетического спектра эмитируемых из ИИ частиц.

Также приведены зависимости значений энергетических спектров ионных пучков из различных пеннинговских ИИ с указанием их геометрических параметров.



Рис. 2. Функции распределения ионов по скоростям (слева) и энергиям (справа) из ИИ МЛУ, полученные методом «задерживающего потенциала»

Табл. 1. Данные по средним энергиям и скоростям ионов из ИИ с различными геометрическими геометрические параметрами

Тип	Площадь катодов	Площадь анода	Отношение площадей ζ	U _a , кВ	<v>,.10⁵</v>	$\Delta V, \cdot 10^5$	$\langle W \rangle$,	ΔW,
ии	SK+aK,	Sa, cm^2	(Sa/Sk+ak),	u)	M/C	M/C	кэВ	кэВ
	UNI		0111. СД.					
ИИ 1	13,2	3,4	0,26	2,0	1,90	2,20	0,69	0,46
ИИ 2	13,2	6,8	0,51	2,0	1,98	1,86	0,66	0,36
ИИЗ	13,2	10,2	0,77	2,0	2,12	1,28	0,60	0,29
ИИ 4	40,2	64,0	1,59	2,0	3,77	0,49	1,82	0,26

Обозначения табл. 1: Ua – напряжение на аноде (постоянное); $\langle V \rangle$ - средняя скорость ионов; ΔV – величина разброса скоростей ионов; $\langle W \rangle$ - средняя энергия ионов; ΔW – величина разброса энергий ионов.

Степень моноэнергетичности ионного пучка, определенная как отношение средней энергии ионов к разбросу их энергий (при U_a = 2 кВ), составляет:

- для ИИ1: $\langle W \rangle / \Delta W = 1,5;$
- для ИИ2: $\langle W \rangle / \Delta W = 1,8;$
- для ИИЗ: ⟨W⟩ / ∆W = 2,1;
- для ИИ4: $\langle W \rangle / \Delta W = 7,0.$

На рис. З приведена зависимость степени моноэнергетичности пучка ионов от геометрического параметра ζ , который равен отношению площадей анода и катодов. В общем случае, исследуемые ИИ имеют дисковые катод и антикатод и тонкий цилиндрический анод, характерные размеры исследуемых ИИ: диаметр (20 ÷ 30), длина (20 ÷ 70) мм.

Степень моноэнергетичности ионного пучка выше для ИИ 4. По-видимому, малый энергетический разброс у ИИ 4 связан с применением в его конструкции более длинного анода по сравнению с ИИ 1 – ИИ 3. Энергетический разброс в ионных спектрах можно объяснить колебательными процессами в разряде, а именно, колебаниями потенциала плазмы непосредственно вблизи оси разряда.

Заключение

Применение ионного источника с малым энергетическим разбросом (большой степенью моноэнергетичности пучка) приводит к уменьшению хроматических аберраций ионной оптической системы, т.е. к меньшему взаимодействию ускоренного ионного пучка с конструкционными элементами МЛУ. Уменьшение полуширины энергетического спектра частиц при увеличении анодного напряжения (высоковольтный режим) позволит добиться острой фокусировки пятна этого пучка на поверхности мишени. В свою очередь, если существуют требования к равномерному облучению мишени, то целесообразнее использовать невысокие анодные напряжения ИИ (сильноточный режим).



Рис. 3. График зависимости степени моноэнергетичности пучка ионов, экстрагируемого из различных ИИ пеннинговского типа от геометрического параметра ξ

- [1] Браун Я 1998 Физика и технология источников ионов (Москва, Мир)
- [2] Габович М Д 1972 Физика и техника плазменных источников ионов (Москва, Атомиздат)
- [3] Кирьянов Г И 1990 Генераторы быстрых нейтронов (Москва, Энергоатомиздат)
- [4] Юрков Д И, Боголюбов Е П, Рыжков В И и др. 2013 Перспективные направления разработки нейтронных генераторов нового поколения Сб. докл. междунар. науч.-тех. конф. Портативные генераторы нейтронов и технологии на их основе (Москва, ВНИИА) 2013 179–90
- [5] Козлов О В 1969 Электрический зонд в плазме (Москва, Атомиздат)
- [6] Садилкин А Γ, Долгов А Н, Марков В Г и др. 2014 Диагностический комплекс для исследования параметров корпускулярных потоков из ионного источника газонаполненной нейтронной трубки Сб. докл. конф. Физика низкотемпературной плазмы том 1 270–4

Особенности генерации кластированных пучков, ионизированных в сопле и струе

В. Э. Художитков, А. Е. Зарвин, В. В. Каляда

Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

E-mail: v.khudozhitkov@g.nsu.ru

Аннотация. Рассмотрены особенности формирования кластированных потоков, ионизированных высоковольтным электронным пучком в сверхзвуковой недорасширенной струе (метод ВВЭП) и электрическим разрядом в диффузорной части сопла (метод ИРС). Показано, что в результате ионизации газового потока методом ВВЭП фотофиксация люминесценции возбужденных частиц позволяет определять форму истекающей струи. В свою очередь, при ионизации методом ИРС наблюдается очень яркое свечение, что свидетельствует о гораздо большем числе генерируемых ионов, чем при ионизации методом ВВЭП. Продемонстрирована деструкция кластеров в результате ионизации газового потока. Обнаружен эффект превышения интенсивности димеров над интенсивностью мономеров в масс-спектрах азота, полученных методами ИРС и ВВЭП.

Ключевые слова: кластер; молекулярный пучок; ионизация; электронный пучок; электрический разряд; масс-спектрометрия; визуализация струи

1. Введение

Как известно газовые кластеры – это комплексы конечного числа частиц, связанных между собой силами межмолекулярного взаимодействия. Такие кластеры имеют широкое практическое применение, например, при полировке и модификации поверхностей, напылении тонких пленок и разработке новых частиц и материалов [1–5]. Основными методами формирования кластеров являются нейтральные и ионизированные молекулярные пучки, выделенные из сверхзвуковых потоков при истечении в вакуум или сильно разреженное пространство. Данные методы основаны на том, что при расширении газа его температура и плотность заметно падают вниз по потоку, что создает условия для конденсации частиц. Сгенерированые кластеры далее растут вследствие процессов коагуляции и коалесценции. Однако из-за падения плотности в струе при расширении в вакуум их рост ограничен. Поэтому в зависимости от выбранного газа, геометрических характеристик сопла и газодинамических параметров истекающего газа имеется возможность формирования молекулярных пучков с заданным средним размером кластеров. Популярность и широкое применение данной формы обусловлены удобствами генерации кластерных пучков [6, 7] и транспортировки кластеров в область применения. Отметим, что данным методом возможно получение ионизованных пучков при воздействии на поток электронным разрядом [6, 8].

На установке ЛЭМПУС-2 отдела прикладной физики Новосибирского государственного университета [9] обеспечена возможность ионизации газового потока в сверхзвуковом сопле с помощью непрерывного разряда (метод ИРС) [10] и в газовой струе постоянным высоковольтным электронным пучком (метод ВВЭП) [11]. Целью данной работы является поиск оптимальных условий формирования ионизированных кластированных молекулярных пучков путем сравнения результатов, получаемых обоими методами ионизации газовых потоков, и анализ полученных данных.

2. Особенности генерации кластированных пучков

2.1. Визуализация струи

Одним из достоинств сравниваемых методов является возможность визуализации истекающих струй. В результате электронно-стимулированной активации частицы струи излучают свет в видимом диапазоне, что позволяет осуществлять фото- и видео-фиксацию истекающие струи.

При использовании метода ВВЭП хорошо сфокусированный электронный луч пересекает область сверхзвуковой струи на удалении от сопла, когда плотность потока упала на несколько

порядков [12]. В этих условиях, с учётом скорости движения газа и времени возбуждения основных уровней энергии (короткоживущих) в используемых газах, основное свечение сконцентрировано в области первичного электронного луча, как видно на изображении сверхзвуковой струи аргона на рис. 1. Свечение в области первичного электронного луча наблюдается не только в сверхзвуковой струе, но выше и ниже её, в фоновом газе, плотность в котором может быть даже выше, чем в струе на удалении от газового источника. Более яркой области соответствует более высокая плотность излучающих частиц. Однако наличие долгоживущих переходов, особенно в условиях возбуждения кластеров в потоке, позволяет наблюдать свечение далеко вниз по потоку. В определенных режимах истечения, аналогичных приведенному на рис. 1, удалось не только визуализировать форму и размеры первичной веретенообразной сверхзвуковой струи, но и впервые обнаружить внешний поток, так называемый кластерный след [13]. Данный след наблюдается далеко за пределами первичной струи и обусловлен проникновением кластеров большого размера через размытую структуру висячих скачков уплотнения [14].



Рис. 1. Истечение кластированной сверхзвуковой струи при возбуждении высоковольтным электронным пучком. Аргон. $P_0 = 300 \text{ кПа}$; $P_h = 2,5 \text{ Па. Сверхзвуковое сопло: } d_* = 0,17 \text{ мм}$, $d_a = 4,45 \text{ мм}$, L = 14,0 мм. Средний размер кластеров по [15] составляет $<N> \sim 450$. Метод ВВЭП

Как видно на рис. 2, при использовании метода ИРС наблюдается иная структура течения. Область ионизации газа менее локализована и находится как внутри сопла, так и за выходом из него, в области высоких плотностей. Наблюдается очень яркое свечение ионизованного истекающего газа практически во всей области первичной струи. В отличие от рис. 1, здесь не наблюдается кластерного следа вниз по течению за первичной структурой струи. Естественно предположить, что при использовании метода ИРС в струе генерируется значительно большее число ионизованных и возбужденных частиц газа, чем при использовании метода ВВЭП. Процесс ионизации задерживает кластеробразование в области высокой плотности в струе и снижает средний размер формируемых вниз по потоку кластеров. Поэтому кластерный след не обнаруживается.



Рис. 2. Истечение кластированной сверхзвуковой струи при возбуждении электрическим разрядом в диффузорной части сопла. Аргон. $P_0 = 300 \text{ к}\Pi a$; $P_h = 2,4 \Pi a$. Сверхзвуковое сопло: $d_* = 0,17 \text{ мм}$, $d_a = 4,45 \text{ мм}$, L = 14,0 мм. Средний размер кластеров по [15] составляет <N> ~ 450. Метод ИРС

Следует отметить особо, что в ходе экспериментов по ионизации газового потока методом ИРС было установлено, что при включении разряда сопло нагревалось со скоростью ~1° К/с. В результате происходил нагрев деталей разрядника, постепенное разрушение диэлектрика, изолирующего ионизатор от кольцевого магнита, постепенное ослабление магнитных свойств кольцевого магнита, а также повышалась температура истекающего газа. Поэтому при используемой конфигурации сопла с ионизатором, в отсутствие конструкционно сложной и технически трудно реализуемой системы принудительного охлаждения сопла, время измерений ограничивалось так, чтобы изменение среднего размера кластеров в потоке при нагреве газа было минимальным. В результате проведенных оценок, в предположении максимального нагрева газа, соответствующего измеряемой температуре сопла, при использовании модели Хагены [15] в

расчетах среднего размера кластеров, реальное время измерения масс-спектра в ходе дальнейших экспериментов было ограничено в пределах 8–10 с.

2.2. Развал кластеров в потоке

Известно, что значительная доля методик генерации ионов основана на возбуждении нейтральных частиц электронами, причем энергия электронов варьируется в диапазоне от нескольких эВ до десятков кэВ. В потоке с конденсацией кластеры имеют энергию связи, составляющую доли эВ, поэтому ионизация таких потоков сопровождается частичной деструкцией кластеров. При использовании метода ВВЭП ионизация осуществляется на значительном расстоянии от газового источника, в области низкой плотности, когда образование новых кластеров практически прекратилось.

В свою очередь, при использовании метода ИРС, ионизация осуществляется при наиболее высоких плотностях в потоке, т.е. в области формирования зародышей конденсации. При интенсивном энергообмене в этой области и нагреве газа кластеробразование задерживается, а условия, благоприятные для конденсации в потоке, сдвигаются в область более низких плотностей, что, очевидно, уменьшает итоговый средний размер формируемых кластеров.

Пример сравнения масс-спектров аргона, полученных методами ИРС и ВВЭП, при истечении аргона из одного и того же сверхзвукового сопла в условиях одинаковых давлений торможения и окружающего фонового газа приведен на рис. 3. В работе использован квадрупольный масс-спектрометр с диапазоном масс от 1 до 1000 а.е.м. Для транспорта заряженных частиц, образованных в сверхзвуковой струе в результате ионизации тем или иным методом, на детектор масс-спектрометра, установленного в молекулярно-пучковой системе за традиционными скиммером и коллиматором, использована специально отработанная система, описанная в [10, 11]. Как можно видеть, при среднем размере кластеров $<N> \sim 15$ согласно [15], регистрируемые методом ИРС масс-спектры имеют максимум на мономерном пике, уменьшение интенсивности димеров и тримеров и почти не меняющиеся интенсивности пиков с дальнейшим ростом масс. В то же время в масс-спектре, полученном методом ВВЭП, наблюдаются только мономеры и димеры, тогда как пики кластеров бо́льших масс тонут в шумах. С одной стороны, данная картина демонстрирует наличие деструкции кластеров в кластерном потоке при использовании обоих методов ионизации. Однако принципиальное различие в распределении размеров кластеров (и их осколков) по размерам между двумя сравниваемыми методами позволяет сделать и другие предположения.

На рис. 3 дополнительно нанесены данные, полученные при тех же газодинамических параметрах традиционным методом молекулярно-пучковой масс-спектрометрии (ЭПМС), при ионизации газового потока в детекторе масс-спектрометра электронами с энергией 70 эВ. Этот масс-спектр наиболее близок к традиционному для масс-спектрометрии распределению размеров кластеров: максимальный пик мономеров и быстро убывающие пики малых кластеров. Как и свойственно измерениям с электронной ионизацией, кластеры оцененного по [15] среднего размера зарегистрировать не удается. Хорошо известно [16, 17], что кластеры небольших размеров распадаются преимущественно на мономеры и димеры, а большие кластеры (свыше 100 частиц) – на крупные осколки, не доступные для динамического диапазона масс-спектрометра среднего класса. Практически полное отсутствие кластеров более димеров в методе ВВЭП может быть объяснено дополнительными процессами и прежде всего – недостаточной чувствительностью регистрирующей системы при малой эффективности ионизации этим методом.

Однако наиболее интересен результат, полученный методом ИРС. Заметное количество кластеров примерно одинаковой интенсивности во всем измеренном диапазоне масс, начиная с тримеров, не может быть отождествлено только с особенностями деструкции кластеров или транспорта ионов на детектор масс-спектрометра. Обилие возбужденных и, по-видимому, заряженных частиц внутри веретенообразной структуры первичной сверхзвуковой струи в области расширяющегося газового потока (рис. 2) может быть связано с процессами электронно- и ионно-стимулированной конденсации, на возможность которых указывалось в ряде работ [18, 19].



Рис. 3. Сравнение нормированных на суммарный сигнал масс-спектров кластированного потока аргона, зарегистрированных методами ВВЭП, ИРС и ЭПМС. Давление торможения 50 кПа. Средний размер кластеров по [15] <N> \sim 15. Сверхзвуковое сопло d_{*} = 0.18 мм, d_a = 2.55 мм, L = 8 мм. N – размер кластерного иона (m/e = 40·N)

2.3. Особенность масс-спектра азота

При использовании методов ИРС и ВВЭП были проведены измерения массового состава потоков молекулярного азота высокой степени очистки. Была выявлена особенность в соотношении пиков мономеров и димеров азота, меняющемся по мере роста давления торможения и, соответственно, среднего размера кластеров в потоке. Данная особенность наглядно проиллюстрирована на рис. 4, где приведен график зависимостей отношения интенсивностей мономеров и димеров азота I_{28}/I_{56} от среднего размера кластеров, рассчитанного по [15]. С ростом среднего размера кластеров в потоке отношение I_{28}/I_{56} для обоих методов ионизации падает и при некотором значении среднего размера кластеров оказывается меньше единицы, что указывает на существенное изменение механизмов ионизации в зависимости от размера кластеров. Наблюдаемый эффект может быть связан с активным участием атомарных ионов диссоциировавших молекул азота (диссоциативная ионизация), образующихся в результате ионизации газового потока.



Рис. 4. Сравнение графиков зависимостей I_{28}/I_{56} от среднего размера кластеров $\langle N \rangle$, зарегистрированных в режимах ИРС и ВВЭП

3. Заключение

Показано, что визуализация сверхзвуковой кластированной струи методом ВВЭП позволяет наблюдать форму истекающей струи и кластерный след вниз за первичной структурой струи. В свою очередь, при использовании метода ИРС, ввиду большого числа генерируемых ионов и задержки кластеробразования в области высокой плотности струи, в потоке разреженной плазмы формируется значительное число кластеров среднего размера. В то же время при визуализации такой струи не регистрируется кластерный след. Наглядно показаны различия в деструкции кластеров в потоке газа в результате ионизации методами ВВЭП, ИРС и ЭПМС. В массспектре, сформированном из сверхзвуковой струи азота, зафиксирован эффект превышения интенсивности пика димеров над интенсивностью пика мономеров. Предложено объяснение данного эффекта. Приведенные результаты иллюстрируют сложность и особенности измерений в кластированных сверхзвуковых струях при ионизации газового потока в сопле и струе.

Благодарности

Исследование выполнено на оборудовании Центра коллективного пользования «Прикладная физика» Новосибирского государственного университета при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-11-00080).

- [1] Yamada I 2016 Materials Processing by Cluster Ion Beams: History, Technology, and Application (Boca Raton: CRC Press) 260
- [2] Popok V, Barke I, Campbell E, Meiwes-Broer K 2011 Surf. Scien. Rep. 66(10) 347–77
- [3] Иешкин А, Толстогузов А, Коробейщиков Н и др. 2022 УФН 192(7) 722–53
- [4] Milani P, Barborini E, Piseri P et al 1999 Eur. Phys. J. D. 9(1) 63-8
- [5] Rietmeijer F 2006 Natural Fullerenes and Related Structures of Elemental Carbon (Dordrecht: Springer) 295
- [6] Смирнов Б 2003 *УФН* **173**(6) 609–48
- [7] Karpenko A, Baturin V 2012 J. of Nano- and Elec. Phys. 4(4) 1-15
- [8] Елецкий А, Смирнов Б 1989 УФН **159**(1) 45-81
- [9] Zarvin A, Kalyada V, Madirbaev V et al 2017 IEEE Transact. Plasma Sci. 45(5) 819–27
- [10] Khudozhitkov V, Zarvin A, Kalyada V 2023 E3S Web of Conferences 459 01007
- [11] Художитков В Э, Зарвин А Е, Каляда В В 2024 Физ.-Хим. Кин. в Газ. Дин. 25(1) 1089
- [12] Жохов В А, Хомутский А А 1970 "Атлас сверхзвуковых течений свободно расширяющегося идеального газа..." (М. Издательский отдел ЦАГИ) 222
- [13] Zarvin A, Yaskin A, Kalyada V, Ezdin B 2015 Tech. Phys. Let. 41(11) 1103-6
- [14] Дубровин К А, Зарвин А Е, Ребров А К 2023 ПМТФ 64(5) 70-83
- [15] Hagena O 1992 Rev. Sci. Instr. 63(4) 2374–9
- [16] Bonhommeau., Halberstadt N, Viel A 2006 J. Chem. Phys. 124(18) 184314 1-9
- [17] Schütte S, Buck U 2002 Internat. J. of Mass Spectr. **220**(2) 183–192
- [18] Аборнев Е М, Жуковская И П, Нерушев О А и др. 1998 *ПЖТФ* **24**(1) 21–5
- [19] Kubotera H, Sakai S, Sekitsuka T, et al 2009 Appl. Surf. Sci. 256 1046-9

Формирование протонированного аргона в сверхзвуковом кластированном потоке смеси Ar – H₂ при ионизации электронами

В. Э. Художитков, А. Е. Зарвин, В. В. Каляда

Отдел прикладной физики, Новосибирский государственный университет, 630090, Россия, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

E-mail: v.khudozhitkov@g.nsu.ru

Аннотация. В настоящей работе рассмотрено влияние кластеров в сверхзвуковом потоке смеси аргон – водород на протонирование аргона. Использовано два варианта активации кластированного потока: ионизация молекулярного пучка непосредственно в массспектрометре (метод ЭПМС), а также ионизация частиц в сверхзвуковой струе высоковольтным электронным пучком с дальнейшим транспортом ионов на детектор массспектрометра (метод ВВЭП). Исследовано формирования ионов соединений аргонводород в зависимости от давления торможения и среднего размера кластеров. Определен диапазон газодинамических параметров, в котором наблюдается наиболее эффективное формирование таких соединений. Рассмотрены предположения о механизме формирования ионов вида $(Ar_nH_m)^+$ в кластированном потоке.

Ключевые слова: сверхзвуковые струи; кластеры; протонирование; ионизация; электронный пучок; масс-спектрометрия

1. Введение

Известно, что инертные газы, в том числе аргон, обладают крайне низкой химической активностью ввиду полностью заполненной внешней электронной оболочки. Тем не менее, на сегодняшний день обнаружены некоторые соединения с его участием. Например, соединение фторгидрида аргона HArF [1], стабильное при температурах ниже 27 К. Фторид аргона - временный комплекс, распадающийся на Ar и F с излучением на длине волны 193 нм, на основе которого были созданы эксимерные лазеры, имеющие ряд практических применений [2-4]. Молекулярный ион ArH⁺ (аргоний), обнаруженный в ходе спектральных измерений в космосе [5-6]. Также были обнаружены ионы ArH⁺, ArOH⁺, ArH₂O⁺, Ar₂(H₂O)⁺, Ar₂(H₂O)H⁺, Ar₂H⁺ в результате масс-спектрометрии состава кластированных молекулярных пучков смесей аргона с парами воды [7]. К сожалению, на сегодняшний день известно сравнительно немного экспериментальных и теоретических работ по формированию и свойствам ионов ArH⁺ [8-10]. Целью данной работы является получение соединений вида аргон-водород (Ar_nH_m)⁺ (где n, m – целые числа) в результате ионизации сверхзвукового газового потока смеси аргона с водородом в условиях кластеризации.

2. Экспериментальные результаты и обсуждения

Все экспериментальные результаты, представленные в данной работе, получены на установке ЛЭМПУС-2 [11]. Эксперименты в традиционной схеме масс-спектрометрии (режиме ЭПМС) проведены для давлений торможения 100, 200 и 300 кПа. Расстояние сопло-скиммер X=30 мм выбиралось с целью минимизации влияния скиммерного взаимодействия на кластированный поток.

График полученных масс-спектров, нормированных на суммарную интенсивность зарегистрированн ых сигналов, представлен на рис. 1. При увеличении P_0 наблюдается рост относительной интенсивности пиков мономеров Ar^+ и Ar^{++} , а также падение сигналов димеров (Ar_2^+) и тримеров (Ar_3^+) аргона. Рост интенсивности мономеров Ar^+ и Ar^{++} аргона обусловлен увеличением плотности потока с ростом давления торможения, однако не прямо пропорционален ему вследствие изменения условий конденсации. Падение интенсивности пиков димеров и тримеров аргона объясняется, по-видимому, ростом среднего размера кластеров в потоке [12]. Отметим, что амплитуда водородного пика падает с ростом давления торможения, причем при $P_0 = 100$ кПа суммарное соотношение пиков водорода и аргона в масс-спектре примерно соответствует исходной смеси. Отсутствие пропорциональной зависимости роста интенсивности мономеров аргона и падения интенсивности водорода в приведенных режимах, по-видимому, является следствием интенсификации процесса кластерообразования с ростом P_0 и сопутствующим рядом газодинамических процессов при формировании молекулярного пучка [13-16].



Рис. 1. Масс-спектры сверхзвукового потока газовой смеси 90% Ar+10% H₂, нормированные на суммарную интенсивность регистрируемых сигналов. Давление торможения P₀: 100 кПа (синий), 200 кПа (зелёный) и 300 кПа (красный). Сверхзвуковое сопло 0,17-8,2-2,4 мм. Метод измерений – ЭПМС

Приведенные на рис. 1 пики масс m/e = 41-43, 81-83 и 121-123 можно соотнести с соответствующими ионами соединений вида (Ar_nH_m)⁺ (n=1-3; m=1-3). Интенсивность рассматриваемых пиков падает с ростом P₀. Отметим, что соотношение между протонированными массовыми пиками в представленном на Puc. 1 виде не удается систематизировать. Также подчеркнём, что амплитуды рассматриваемых ионов вида (Ar_nH_m)⁺ на ~1-3 порядка меньше, чем интенсивности соответствующих кластеров Ar_n⁺, т.е. близки к амплитудам фонового масс-спектра. Данный результат, вероятно, связан с сильной деструкцией кластеров при ионизации в масс-спектрометре, что уменьшает вероятность формирования ионов вида (Ar_nH_m)⁺. Исходя из рис. 1 можно сделать вывод, что ионизация кластеров методом ЭПМС не является оптимальным вариантом для получения и исследования процессов формирования ионов (Ar_nH_m)⁺.

Поэтому изучение формирования ионов вида $(Ar_nH_m)^+$ в сверхзвуковом кластированном потоке было продолжено с помощью молекулярно-пучковой масс-спектрометрии при ионизации газовой струи высоковольтным электронным пучком (метод ВВЭП) [17]. Исследования были выполнены в более широком диапазоне давлений торможения, в том числе при малых P₀, в диапазоне значений P₀ от 20 до 200 кПа. Расстояние сопло-скиммер в данной серии измерений, также составило 30 мм, при этом расстояние между хорошо сфокусированным электронным пучком и скиммером также было фиксировано и составило 10 мм.

Масс-спектры смеси аргон-водород, зарегистрированные методом ВВЭП, приведены на рис. 2. За исключением особенностей при давлении 20 кПа, обусловленных иной газодинамикой струи и низким уровнем сигналов, интенсивность пиков соединений $(Ar_nH_m)^+$ при увеличении давления торможения падает. Аналогичным образом изменяется зависимость от давления пиков мономеров и димеров аргона. Отметим, что при некоторых давлениях торможения интенсивность пика m/e=41 имеет тот же порядок величины, что и интенсивность пика мономеров аргона.

Поскольку очевидное влияние на изменения наблюдаемой зависимости оказывает процесс конденсации, представляет интерес определить зависимость интенсивности пиков ионов вида $(Ar_nH_m)^+$ от среднего размера кластеров в газовом потоке. Поэтому была выполнена оценка среднего размера кластеров в проведенных измерениях с использованием эмпирической модели Хагены [18]. Результаты оценок приведены в табл. 1.



Рис. 2. Масс-спектры газового потока смеси 90% Ar+10% H₂ в зависимости от давления торможения. Давление торможения P₀: 20 кПа (голубой), 80 кПа (зелёный), 140 (жёлтый) и 200 кПа (красный). Сверхзвуковое сопло 0,17-8,2-2,4 мм. Метод измерений – ВВЭП

Табл. 1. Параметр Хагены и средний размер кластеров, рассчитанные согласно эмпирической модели Хагены [18], в потоке аргона, истекающего из сверхзвукового сопла 0,17-8,2-2,4 мм для различных давлений торможения P₀

Р₀, кПа	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
Γ*	258	517	775	1034	1292	1550	1809	2067	2325	2584
<n>, мол./кл.</n>	-	13	25	41	60	79	133	182	240	307

Исходя из данных, представленных в табл. 1, на рис. 3 построены зависимости амплитуд пиков масс m/e = 40 – 43 (Рис. 3a), 80 – 83 (Рис. 3б) и 120 – 122 (рис. 3в) от среднего размера кластеров. На представленных рисунках видно, что все массовые пики достигают максимального значения при среднем размере кластеров $\langle N \rangle \sim 60$ (при $P_0=100$ кПа). При этом интенсивность пика ArH⁺ с ростом давления торможения (при $\langle N \rangle \ge 25$) достигает, а затем устойчиво превышает интенсивность пика иона Ar⁺. Данный эффект хотя и является новым, но не столь неожиданным, поскольку авторы наблюдали подобные соотношения в протонированных кластерах метана [19]. Однако для димеров и тримеров такой тенденции в данном диапазоне давлений не наблюдается. Отметим также, что погрешность измерений пиков в диапазоне относительных интенсивностей 1 - 10 превышает 100%, поэтому измерения сигналов при таких амплитудах не могут считаться достоверными.

Эффект наличия максимума интенсивности вероятно связан с ролью кластеров сравнительно небольшого размера в процессах энергообмена при возбуждении и ионизации электронами частиц сверхзвукового потока, что отмечалась и ранее [20]. По-видимому, при малых значениях числа $\langle N \rangle$ в наблюдаемом процессе важную роль играет рост интенсивности всех частиц, в том числе кластерных, при повышении плотности в потоке: этот процесс является определяющим на начальной стадии роста размеров кластеров. Однако при достижении кластерами определенного размера (в нашем случае – порядка 60 частиц в кластере), деструкция кластеров на крупные осколки приводит к потере регистрируемых амплитуд мономеров и малых кластеров.

Подобный эффект наблюдался ранее при масс-спектрометрии конденсирующихся потоков [21-22]. Настоящие измерения представляют интерес потому, что ионизация частиц потока происходит не в молекулярном пучке, где различие в скоростном отношении мономеров, малых и больших кластеров, прямо пропорциональное корню квадратному из массы частиц, существенно влияет на состав частиц, достигающих входной апертуры детектора (массспектрометра) [17]. С известной осторожностью можно предположить, что транспорт ионизованных в струе частиц с помощью электрических полей скиммера и коллиматора не подвержен подобной селекции и отражает реальную деструкцию кластеров при электронном ударе. В



дальнейшем, при продолжении работ по проекту, мы нацелены на более тщательное изучение инвазивности процесса транспорта ионов на детектор масс-спектрометра.

Рис. 3. Интенсивность ионов: (a) m/e = $40 - Ar^+$, m/e = $41 - (ArH)^+$, m/e = $42 - (ArH_2)^+$, m/e = $43 - (ArH_3)^+$; (б) m/e = $80 - Ar_2^+$, m/e = $81 - (Ar_2H)^+$, m/e = $82 - (ArH)_2^+$, m/e = $83 - (Ar_2H_3)^+$, m/e = $120 - Ar_3^+$, m/e = $121 - (Ar_3H)^+$, m/e = $122 - (Ar_3H_2)^+$, m/e = $123 - (ArH)_3^+$ в зависимости от среднего размера кластеров <N>. Сверхзвуковое сопло 0,17-8,2-2,4 мм. Метод измерений – ВВЭП

Следует отметить, что наличие максимума амплитуд частиц вида $(Ar_nH_m)^+$ при одном и том же среднем размере кластеров, а также одинаковый характер изменения зависимостей этих ионов от среднего размера кластеров свидетельствует о наличии смешанных кластеров уже на начальной стадии конденсации, несмотря на очень слабую способность молекулярного водорода к кластерообразованию. Таким образом, формирование ионов $(Ar_nH_m)^+$ является как результатом электрон-стимулированного развала смешанных кластеров аргон-водород, так и результатом присоединения к осколкам кластеров разного размера на участке между электронным пучком и скиммером ионов молекулярного, а также атомарного водорода, формируемого путём диссоциативной ионизации под воздействием электронного пучка.

3. Заключение

Таким образом, в данной работе было исследовано влияние давления торможения и среднего размера кластеров в газовом потоке на процесс формирования ионов соединений аргонводород. Определены параметры, при которых наблюдается наиболее эффективное формирование ионов таких соединений в рассматриваемом диапазоне газодинамических параметров. Рассмотрены предположения о механизме формирования ионов вида (Ar_nH_m)+ (где n, m = 1, 2, 3) в кластированном потоке. Для изучения процесса протонирования аргона в конденсируемом сверхзвуковом потоке смеси 90% Ar+10% H₂ рассмотрено два варианта ионизации и диагностики кластированного потока: метод ЭПМС – традиционная молекулярно-пучковая массспектрометрия с ионизацией в масс-спектрометре, а также метод BBЭП – молекулярнопучковоая диагнстика с ионизацией газовой струи высоковольтным электронным пучком и дальнейшим транспортом ионов на детектор масс-спектрометра с отключенным собственным ионизатором. Обеспечена также возможность сравнения масс-спектров, получаемых в двух вариантах ионизации потока, оценки условий, в которых целесообразно использовать тот или иной метод.

Экспериментально определено, что метод ВВЭП более эффективен для формирования и диагностики ионов соединений протонированного аргона. Были определены параметры по давлению и среднему размеру кластеров аргона, рассчитанному согласно эмпирической модели Хагены, при которых наблюдается наиболее эффективное формирование ионов соединений аргон-водород в рассматриваемом в данной работе диапазоне.

Наблюдаемые в экспериментах процессы, без сомнения, представляют несомненный интерес как с точки зрения надежного инструмента для получения необходимых количеств протонированных частиц для последующего изучения их свойств, так и с точки зрения вопросов электрон-стимулированной конденсации, а также деструкции кластеров при взаимодействии с электронами высокой энергии. В то же время высказанные в данной работе объяснения полученных экспериментальных данных и предположения являются сугубо эмпирическими, не подкреплены в данный промежуток времени теоретическими моделями или численными оценками и не претендуют на строгость интерпретации. Тем не менее, полученные экспериментальные результаты показывают, что ионизация газового потока методом ВВЭП обеспечивает надлежащие условия для формирования ионов соединений аргон-водород.

Благодарности

Исследование выполнено на оборудовании Центра коллективного пользования «Прикладная физика» Новосибирского государственного университета при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (грант FSUS-2020-0039).

- [1] Khriachtchev L, Pettersson M, Runeberg N et al. 2000 Nature 406 874-6
- [2] Jain K, Wilson C, Lin B 1982 IEEE Elect. Dev. Lett. 3(3) 53–5
- [3] Polasko K, Ehrlich D, Tsao J et al. 1984 IEEE Elect. Dev. Lett. 5 (1) 24–6
- [4] Linsker R, Srinivasan R, Wynne J et l. 1984 Lasers Surg. Med. 4 (2) 201-6
- [5] Brault J, Davis S 1982 Physica Scripta 25 (2) 268–71
- [6] Barlow M 2013 Astronews (UCL Department of Physics & Astronomy) https://astronews.ru/ cgi-bin/mng.cgi?page=news&news=5115
- [7] Hodorkovskii M, Artamonova T, Murashov S et al. 2009 Tech. Phys. Phys. 54 (1) 1-6
- [8] Mitchell J, Novotny O, LeGarrec J et al. 2005 J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. 38 L175
- [9] Dagdigian P 2018 Mon. Not. R. Astron. Soc. 477 (1) 802-7
- [10] Stolyarov A, Child M 2005 Phys. Chem. Chem. Phys. 7 (11) 2259-65
- [11] Zarvin A, Kalyada V, Madirbaev V et al 2017 IEEE Transact. Plasma Sci. 45(5) 819–27
- [12] Schütte S, Buck U 2002 Internat. J. Mass Spec. 220(2) 183–92
- [13] Braun J, Day P, Toennies J et al. 1997 Rev. Scien. Instr. 68(8) 3001-9
- [14] Ieshkin A, Danilov A, Chernysh V et al. 2019 J. Visual. 22 (4) 741-50
- [15] Зарвин А, Шарафутдинов Р 1979 ПМТФ **20** (6) 107–15
- [16] Even U 2014 Adv. Chem. 2014 1–11
- [17] Художитков В, Каляда В, Зарвин А 2024 ЖТФ 94 (6) 968-80
- [18] Hagena O 1992 Rev. Sci. Instr. 63 (4) 2374–9
- [19] Chinenov S, Zarvin A, Khudozhitkov V et al. 2018 J. Phys. Conf. Ser. 1105 012113
- [20] Зарвин А, Мадирбаев В, Дубровин К и др. 2022 ФХКГД 23 (3) 1–20
- [21] Golomb D, Good R, Bailey A et al. 1972 J. Chem. Phys. 57 (9) 3844–52
- [22] Зарвин А, Коробейщиков Н, Мадирбаев В и др. 2000 ПЖТФ 26 (22) 21–5

Основы моделирования реактивного распыления

В. И. Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В данной работе изложены основы моделировании различных физикохимических процессов применительно к реактивному распылению. Выделены основные явления на поверхностях и в газовой среде системы распыления, которые используют при составлении моделей реактивного распыления. Дана схема вывода системы уравнений, описывающих модель в аналитической форме. Приведен пример моделирования на основе неизотермической поверхностной химической реакции, который показал возможность изучать экспериментально неизмеримые зависимости, характеризующие процесс реактивного распыления.

Ключевые слова: реактивное распыление; модель; хемосорбция, имплантация, поверхностная химическая реакция, испарение, термоэлектронная эмиссия, адекватность модели

Для изготовления пленок нитридов, оксидов, карбидов и др. часто применяют методы реактивного распыления [1], которые основаны на распылении металлической мишени M в смеси аргона и реактивного газа X_2 (азота, кислорода и др.). Результатом этого процесса является пленка соединения $M_m X_n$, сформированная на подложке (*m u n* –стехиометрические коэффициенты). В экспериментах по реактивному распылению, начиная с 1953 года [2], было обнаружено нелинейное влияние входного потока реактивного газа на его парциальное давление. В дальнейшем, начиная с работы [3], были предприняты многочисленные попытки вникнуть в природу этих связей [4]. Это привело к созданию ряда моделей реактивного распыления, под которыми обычно понимают его представление с помощью другого схожего (или тождественного) процесса, построенного на ряде упрощающих допущений [5]–[7].

Разработка моделей выполнялась с целью исследования реального процесса в аналитической или численной форме. Сразу отметим, что существуют две группы принципиально отличающихся моделей. В одной из них допускается изотермичность процесса, т.е. равенство температур всех поверхностей и газа внутри вакуумной камеры [5], [6]. Вторая группа построена на предположении о неизотермичности реактивного распыления [7]–[9].

При моделировании авторы формировали физическую модель процесса распыления и далее составляли систему уравнений, описывающих принятую модель. Обычно в нее входили алгебраические уравнения, численное решение которых позволяло установить связи между переменными процесса. В качестве независимых переменных обычно принимали ток разряда I и входной поток реактивного газа Q_0 . Основной изучаемой зависимой переменной считали парциальное давление этого газа p_{X_2} или скорость осаждения пленки. Эти величины можно было измерить. В то же время математическое описание физической модели позволяло определить влияние I и Q_0 на неизмеримые переменные, характерные для реактивного распыления.

Общим для всех известных к настоящему времени моделей является допущение о формировании соединения $M_m X_n$ на поверхности мишени. Его поток, распыленный ионами аргона, осаждается на подложке. У разных авторов отличаются только допущения о процессах, происходящих на поверхности мишени.

Общеизвестно, что решение о качестве принятой модели принимают, используя выбранный критерий. Пусть, например, в эксперименте при выявлении влияния независимой переменной *x* переменную *y* выполнено *N* измерений:

$$y_i = f(x_i), i = 1, ..., N$$
 (1)

В (1) через *f* обозначена связь между переменными, которая неизвестна. Пусть далее выполнено моделирование изучаемого процесса и установлена функциональная связь между переменными в виде $y^* = f^*(x)$. Это дает возможность вычислить прогнозируемые значения зависимой переменной y_i^* в точках x_i , i = 1, 2, N:

$$y_i^* = f^*(x_i), i = 1, ..., N.$$
 (2)

Учитывая (1) и (2) проверку качества модели, что обычно называют проверкой адекватности, можно выполнить с помощь критерия:

$$\delta^{2} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \left(y_{i}^{*} - y_{i} \right)^{2}.$$
 (3)

Далее обратим внимание на основные этапы моделирования. Они очевидны:

- разработка физико-химической модели изучаемого процесса, содержащей допущения о физических и химических явлениях, составляющих процесс. К первым отнесем эмиссионные процессы, изменение агрегатного состояния, формы или размеров тел, ко вторым – превращение одних веществ в другие;
- разработка математического описания физико-химической модели в форме системы уравнений с использованием общепринятых законов, соотношений и формул (закон действующих масс, уравнение Ричардсона-Дэшмана и др.);
- численное или аналитическое исследование модели путем решения системы уравнений;
- проверка адекватности модели. Для этого можно использовать величину (3), учитывая, что при выполнении проверки необходимо учесть случайную ошибку эксперимента. Простейшей является визуальная оценка адекватности;
- при неадекватности модели ее усложняют, вводя дополнительные явления.

Уточним эти этапы применительно к процессу реактивного распыления. Процессом будем считать последовательность физических и химических явлений, происходящих на всех поверхностях внутри вакуумной камеры. Среди них выделим поверхности мишени, подложки и стенки камеры. Выполним анализ возможных явлений, протекающих на этих поверхностях.

Мишень. Общепринято, что кинетику процесса на поверхности мишени задает конкуренция осаждения пленки M_mX_n и ее распыление ионами Ar^+ со скоростями $(d\theta_t/dt)_{ch}$ и $(d\theta_t/dt)_{sput}$, соответственно [4]:

$$\frac{d\theta_{\rm t}}{dt} = \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm ch} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm sput},\tag{4}$$

где θ_t – доля поверхности мишени, покрытая пленкой $M_m X_n$.

Многочисленные эксперименты показали, что мишень может работать в двух стационарных режимах [7]. При $(d\theta_t/dt)_{ch} \square (d\theta_t/dt)_{sput}$ на поверхности мишени отсутствует пленка $M_m X_n$ ($\theta_t = 0$). Это металлическим режим. Реактивный режим возникает при $(d\theta_t/dt)_{ch} \square (d\theta_t/dt)_{sput}$,

когда вся поверхность мишени покрывается пленкой $M_m X_n$ ($\theta_t = 1$). Процесс формирования пленки $M_m X_n$ включает несколько явлений. Во всех моделях предполагают, что этот процесс начинается с физической адсорбции молекул X_2 [5]–[9]. В изотермических моделях плотность потока молекул X_2 из газовой среды на любую поверхность задают формулой Герца-Кнудсена [5]. Допущение о неизотермичности процесса приводит к изотерме Ленгмюра [7]. Сорбированные молекулы изменяют химический состав поверхности мишени. Возникновение на ней пленки $M_m X_n$ разные авторы представляют с помощью различных явлений:

 хемосорбция. Это самая простая модель роста пленки. Ее авторы допустили, что каждая адсорбированная молекула X₂ диссоциирует и с вероятностью α ≤ 1.0 переходит в состояние хемосорбции [5], [10]–[14]; прямая имплантация. Более сложной является модель, в которой допускается, формирование пленки М_mX_n в поверхностных слоях мишени за счет прямой имплантации в нее газовых частиц [6], [15], [16]. Уравнение (4) в этом случае принимает вид

$$\frac{d\theta_{\rm t}}{dt} = \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm impl} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm sput},\tag{5}$$

где $(d\theta_t/dt)_{impl}$ – скорость роста пленки $M_m X_n$ за счет ионной имплантации.

имплантация атомов X при разрушении молекул M_mX_n на поверхности мишени прямым ударом иона Ar⁺ (knock-on effect) [17]–[19]. Если допустить, что пленка на поверхности мишени возникает вследствие участия всех упомянутых выше явлений, то (11) необходимо дополнить:

$$\frac{d\theta_{\rm t}}{dt} = \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm ch} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm impl} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm kn} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm sput},\tag{6}$$

где $(d\theta_t/dt)_{kn}$ – скорость роста пленки соединения $M_m X_n$ за счет knock-on effect;

 диффузия. Адсорбированный слой молекул X₂ на поверхности мишени является диффузионным источником. Газовые частицы, проникающие за счет диффузии в приповерхностные слои мишени, участвуют в формировании пленки M_mX_n. Учитывая конструкцию уравнений (4)–(6), при необходимости учесть диффузию в них необходимо добавить слагаемое (dθ_t/dt)_{dif}. Это явление при моделировании реактивного распыления до настоящего времени не применяли. Оно может оказаться значимым при высокой температуре мишени.

Модели формирования пленки на поверхности мишени, указанные выше, используют исключительно для изотермических условий. Для неизотермических условий нами предложен иной процесс.

поверхностная химическая реакция [7], [20]. В этой модели допускаются неизотермические условия, при которых только температуры газовой среды стенки камеры одинаковы.
 В этом случае (4) принимает вид

$$\frac{d\theta_{\rm t}}{dt} = \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm chem} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm sput}.$$
(7)

Формирование пленки $M_m X_n$ на мишени в этом случае (первое слагаемое в (7)) происходит за счет физико-химического процесса, включающего поверхностную химическую реакцию, протекающую в соответствие с законом действующих масс с константой скорости реакции по Аррениусу [4].

Примеры применения рассмотренных явлений более подробно описаны в [4]. Но при моделировании процесса на мишени необходимо учесть и другие возможные явления, инициированные ионной бомбардировкой мишени. В первую очередь к ним относятся те, которые инициирует нагревание мишени [21], [22]. Ими являются термоэлектронная эмиссия и испарение. Плотность тока термоэлектронной эмиссии задает закон Ричардсона-Дэшмана. Дополнительная миссия электронов изменяет вольтамперную характеристику разряда магнетрона. Испарение мишени аналитически описывают уравнением Герца-Кнудсена, выражающим плотность потока испаренных с поверхности мишени частиц. Этот потока следует учесть в уравнении (7):

$$\frac{d\theta_{\rm t}}{dt} = \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm chem} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm sput} + \left(\frac{d\theta_{\rm t}}{dt}\right)_{\rm ev}.$$
(8)

В (8) последнее слагаемое $(d\theta_t/dt)_{ev}$ описывает дополнительное удаление поверхностного слоя мишени за счет испарения.

Все, что изложено для мишени, предоставляет широкие возможности при моделировании реактивного распыления. После выбора возможной физической модели процесса на мишени ее описывают аналитически в форме стационарного уравнения. Например, при выборе изотермических условий, явлений физической адсорбции и хемосорбции уравнение стационарного состояния мишени получают из (4):

$$\left(\frac{d\theta_{t}}{dt}\right) = \left(\frac{d\theta_{t}}{dt}\right)_{ch} + \left(\frac{d\theta_{t}}{dt}\right)_{sp} = \frac{2}{N_{ph}}\alpha J \left(1 - \theta_{t}\right) - \left(\frac{j}{e}\right) S_{c} \theta_{t} = 0, \qquad (9)$$

где $N_{\rm ph}$ – концентрация центров физической адсорбции на поверхности мишени; α – коэффициент прилипания; J – плотность потока X_2 из газовой среды на поверхность мишени; j – плотность тока разряда; $e = 1.6 \ 10^{-19}$ Кл – заряд электрона; $S_{\rm c}$ – коэффициент распыления соединения $M_m X_n$.

Кроме мишени система распыления объединяет подложку, на которой осаждают пленку, и стенку вакуумной камеры. Процессы на них тоже следует учесть в физической модели и описать аналитически.

Подложка (стенка камеры). Процессы на этих поверхностях идентичны. Их аналитическое описание будет отличаться только значениями площади поверхности и температуры в неизотермических условиях. При описании явлений, происходящих на этих поверхностях, будем использовать индекс i = s или w (substrate or wall). На них, как и на мишени, должна формироваться пленка $M_m X_n$. Но, поскольку они не подвержены бомбардировке заряженными частицами, часть механизмов формирования пленки $M_m X_n$, рассмотренных для мишени, невозможны. Однако для них более существенны иные явления, связанные с потоками частиц, распыленных с поверхности мишени. Пусть в произвольный момент времени поверхность мишени является источником потока атомов M с плотностью J_{tM} и молекул $M_m X_n$ с плотностью J_{tC} , которые осаждаются на поверхность подложки и стенки.

Процессы, протекающие на них, выразим с помощью уравнения

$$\frac{d\theta_i}{dt} = \left(\frac{d\theta_i}{dt}\right)_{\rm ch} + \left(\frac{d\theta_i}{dt}\right)_{\rm spC} + \left(\frac{d\theta_i}{dt}\right)_{\rm spM}, \ i = s, w,$$
(10)

где θ_i – доля *i*-й поверхности, покрытой пленкой $M_m X_n$. Кинетическое уравнение (10), как и в (4)–(8) содержит компоненты, описывающие формирование и удаление пленки $M_m X_n$. Слагаемое ($d\theta_i/dt$)_{ch} задает увеличение θ_i , за счет взаимодействия молекул реактивного газа с частью, поверхности, покрытой металлом; ($d\theta_i/dt$)_{spC} описывает увеличение θ_i за счет потока молекул $M_m X_n$, распыленных с поверхности мишени и падающих на часть поверхности, покрытой металлом; ($d\theta_i/dt$)_{spM} описывает уменьшение θ_i за счет потока атомов M, распыленных с поверхности мишени и падающих на часть поверхности, покрытой пленкой $M_m X_n$. Формированию пленки, которое описывает первое слагаемое в (10) предшествует физическая адсорбция.

Уравнение (10) является исходным для вывода уравнения стационарного состояния i-й (i = s, w) поверхности. Задача не является сложной [4].

Потоки газа. Каждая i-я (i = t s, w) поверхность в вакуумной камере потребляет реактивный газ. Например, при моделировании с помощью поверхностной химической реакции его поток на i-ю поверхность вычисляют в виде

$$Q_{i} = \frac{n}{2} k(T_{i}) \theta_{0i}^{n/2m} (1 - \theta_{i}) A_{i}, i = t, s, w,$$
(11)

где $k(T_i)$ – константа скорости реакции по Аррениусу; T_i – температура поверхности; θ_{0i} – доля поверхности, покрытая адсорбированными молекулами X_2 , которую задают изотермой Ленгмюра; A_i – площадь поверхности.

Аналитическое описание модели реактивного распыления содержит уже шесть алгебраических уравнений. Три из них описывают стационарные состояния поверхностей в вакуумной камере типа (9) и три – газовые потоки (11). Дополним их уравнениями:

• откачки камеры вакуумным насосом со скоростью S_p

$$Q_{\rm p} = pS_{\rm p} \tag{12}$$

• и газового баланса

$$Q_0 = Q_t + Q_s + Q_w + Q_p.$$
(13)

$$Q_0 = Q_t + Q_s + Q_w + Q_p \tag{13}$$

Окончательно система, описывающая простейшую физическую модель реактивного распыления холодной мишени, включает восемь уравнений. Задачу решают численно, получая основную зависимость парциального давления реактивного газа от двух независимых переменных $p = f(Q_0, j)$. Практически ее вычисляют в виде одномерных зависимостей типа $p = f(Q_0)$ при j = const или p = f(j) при $Q_0 = \text{const}$. Обсуждаемая система уравнений дает возможность изучить поведение и других зависимых переменных. Особую ценность для исследования процесса реактивного распыления имеют неизмеримые переменные. К ним, например, относятся доли поверхности мишени, занятой соединением $\theta_t = f(Q_0, j)$, или потока реактивного газа на *i*-ю поверхность $Q_i = f(Q_0, j)$ (*i* = t, s, w) и т. д.

В заключение приведем пример моделирования. Используем для этого данные из [4], для реактивного распыления танталовой мишени в среде Ar + O₂. Модель процесса в этой задаче была построена на поверхностной химической реакции:



На рис. 1 показана зависимость потока кислорода на мишень от его входного потока и площади стенки камеры. Обратим внимание на то, что при оксидном режиме работы мишени (верхняя область графиков на рис. 1) площадь стенки не влияет на поток кислорода на мишень.

Рис. 2 иллюстрирует влияние входного потока кислорода и быстроты откачки вакуумной камеры S_p на его парциальное давление. Из рис. 2 видно, что в металлическом режиме (нижняя область) величина S_p не влияет на процесс. При переходе в оксидный режим это влияние становится значимым (верхняя область рис. 2) так, что точка обратного перехода мишени в металлический режим при увеличении S_p смещается в область бо́льших значений Q_0 .

В заключение отметим, что данная работа является кратким резюме обзора 2023 года об истории и развитии моделировании процесса реактивного распыления [4]. Принятие фундаментальных принципов моделирования физико-химических процессов для задач реактивного распыления позволяет сделать процедуру моделирования универсальной, непротиворечивой и достоверной. Их применение для моделирования процессов реактивного распыления полезно, поскольку может помочь особенно начинающим авторам в составлении моделей. Работа адресована главным образом тем, кто отважился на попытку разобраться в особенностях моделей реактивного распыления, предложенных разными авторами.

- [1] Martin N, Cote J-M, Gavoille J et al. 2023 Coatings 13 1932
- [2] Holland L, Siddall G 1953 Vacuum 3 375–91
- [3] Heller J 1973 Thin Solid Films 17 163–76
- [4] Shapovalov V I 2023 Materials 16 3258
- [5] Berg S, Blom H, Larsson T et al. 1987 J. Vac. Sci. Technol. 5 202–7

- [6] Depla D, De Gryse R 2004 Surf. Coat. Technol. 183 184–9
- [7] Barybin A A, Shapovalov V I 2007 J. Appl. Phys. 101 054905
- [8] Shapovalov V I 2023 J. Appl. Phys. 133 085301
- [9] Shapovalov V I 2019 Technol. Phys. 64 926–32
- [10] Evdokimov K, Konishchev M, Sun Z et al. 2022 Mater. Sci. Forum 1065 215–29
- [11] Nyberg T, Berg S, Helmersson U et al. 2005 Appl. Phys. Lett. 86 164106
- [12] Kubart T, Trinh D H, Liljeholm L 2008 J. Vac. Sci. Technol. A Vac. Surf. Films 26 565-70
- [13] Severin D, Kappertz O, Nyberg T et al. 2009 J. Appl. Phys. 105 093302
- [14] Rosén D, Katardjiev I, Berg S 2005 Res. Sect. B Beam Inter. Mater. Atoms. 228 193-7
- [15] Depla D, Dedoncker R, Strijckmans K 2021 Thin Solid Films 732 138721
- [16] Van Bever J, Strijckmans K, Depla D J. 2022 Phys. D Appl. Phys. 55 355302
- [17] Berg S, Särhammar E, Nyberg T 2014 Thin Solid Films 565 186–92
- [18] Depla D, Dedoncker R, Strijckmans K 2021 Thin Solid Films 732 138721
- [19] Van Bever J, Strijckmans K, Depla D 2022 J. Phys. D Appl. Phys. 55 355302
- [20] Barybin A A, Zavyalov A V, Shapovalov V I 2012 Glass Phys. Chem. 38 396-401
- [21] Shapovalov V I, Bondarenko A, Baykov P B, Karzin V V 2016 Phys. Lett. A 380 882-5
- [22] Babinova R V, Smirnov V V, Shapovalov V I 2017 J. Phys.: Confer. Ser. 872 012035

Прямое статистическое и событийное молекулярнодинамическое моделирование течения смеси газов в турбомолекулярном насосе

А. Н. Якунчиков^{1,2}, В. В. Косьянчук², А. А. Валишина^{1,2}

¹ Механико-математический ф-т МГУ им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия ² НИИ механики МГУ им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия

E-mail: art-ya@mail.ru

Аннотация. В работе развит подход событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD) применительно к одной из наиболее востребованных задач вакуумной техники – моделирования течения смеси газов в тракте турбомолекулярного насоса (TMH). Эта задача представляет серьезный вызов существующим теоретическим методам динамики разреженного газа, а именно: 1) широкий диапазон числа Кнудсена в расчетной области; 2) необходимость учета вращательных степеней свободы в молекулах газа и 3) подвижные границы расчетной области (лопатки ротора). Известно, что эффективность TMH сильно зависит от молекулярных масс откачиваемых газов. Поэтому моделировалось течение именно смеси газов, что позволило изучить эффект разделения смеси при откачке. Геометрия насоса (размер, период и наклон лопаток ротора и статора, количество ступеней) и скорости ротора варьировались, получены зависимости целевых характеристик от этих параметров.

Ключевые слова: турбомолекулярный насос; разреженный газ; движущиеся границы; газоразделение

Введение

Турбомолекулярные насосы получили практическое применение относительно давно [1] и активно используется для создания высокого и сверхвысокого вакуума. Известно [2], что эффективность насоса сильно зависит от молекулярной массы рабочего газа. Поэтому важно моделировать течения реальных смесей газов. В данной работе с использованием методов прямого статистического и событийного молекулярно-динамического моделирования исследовано течение разреженного газа через систему быстро вращающихся и неподвижных лопаток в широком диапазоне чисел Кнудсена в плоской постановке, а также проведено несколько проверочных расчетов в трехмерной постановке.

Постановка задачи

Изучалось течение двух вариантов смесей (неон-аргоновой и воздушной) через систему подвижных (ротор) и неподвижных (статор) лопаток, схема, которой представлена на рис. 1. Оба вида лопаток моделируются пластинами конечной толщины, которые выставлены к горизонтали под углом α_i (наклон зависит от номера ступени). Ширина роторных и статорных колец обозначены через R_i и S_i соответственно. Зазор между рядами лопаток ротора и статора обозначен равен g. Эти геометрические параметры и количество ступеней варьировались. Сверху и снизу ставились периодические граничные условия. Размер расчетной области по вертикали выбирался равным периоду лопаток ротора и статора. Исследовалось, какого перепада давления можно добиться, варьируя геометрические параметры лопаток, число Кнудсена на левом сечении устройства, количество ступеней и скорость ротора.

Чтобы проверить, насколько полученные результаты чувствительны к тому, что рассматривалась упрощенная плоская постановка, задача была решена и в трехмерной постановке. В этом случае в перечисленным выше геометрическим параметрам добавляются диаметры цилиндров ротора и статора, а также величина зазора между лопатками ротора и цилиндрической поверхностью статора (и наоборот, лопатками статора и цилиндрической поверхностью ротора).

Температура всех твердых поверхностей предполагалась постоянной. Рассеяние молекул газа на поверхностях деталей описывалось ядром рассеяния Максвелла с полной аккомодацией энергии и импульса.



Рис. 1. Схема постановки задачи

Методы моделирования

Поставленная задача представляет серьезный вызов существующим теоретическим методам динамики разреженного газа, а именно: 1) широкий диапазон числа Кнудсена в расчетной области и 2) подвижные границы расчетной области (а в трехмерной постановке – даже ускоренное движение границы). В настоящем исследовании применялись сразу два подхода: прямое статистическое моделирование Монте-Карло (DSMC) [3] и событийное молекулярнодинамическое моделирование (EDMD) [4] для проверки корректности результатов DSMC-расчетов.

Метод EDMD представляет собой компромисс между DSMC и классическим молекулярнодинамическим моделированием (MD) и по уровню детализации модели, и по вычислительной нагрузке. Событийный метод является полностью детерминированной и бессеточной (и по пространству, и по времени) реализацией выбранной модели столкновений молекул без стохастического выбора пары для столкновения (как в DSMC) или упрощения интеграла столкновений (как в методах с модельным интегралом столкновений). Таким образом, нет необходимости проводить большие серии тестовых расчетов с различными сетками, шагами по времени, моделями выбора пары для столкновения, алгоритмами измельчения пространственных сеток, чтобы выбрать корректный набор технических параметров для конкретной постановки задачи. Платой за это преимущество является заметно более высокая вычислительная нагрузка метода EDMD по сравнению с методом DSMC. При этом EDMD существенно превосходит MD по скорости расчета, что позволяет использовать EDMD для решения задач динамики разреженного газа.

Особенностью реализации метода DSMC для данной задачи является подвижность твердых границ. Метод DSMC сеточный, но физические границы не учитывались при построении сетки, а вводились дополнительным условием при моделировании движения молекул. Точки столкновения молекул и лопаток ротора и статора рассчитывались аналитически. При расчете учитывалось уменьшение объема ячейки сетки в случае, если часть ячейки заметалась движущейся границей.

Результаты и выводы

Было проведено моделирование течения смеси газов тракте турбомолекулярного насоса двумя методами – прямого статистического и событийного молекулярно-динамического моделирования. Показано, что турбомолекулярный насос может быть использован для разделения газовых смесей. Разделение наблюдается в противопоточной конфигурации, когда насос работает против основного потока, вызванного перепадом давлений. Оптимальные параметры для эффективного разделения отличаются от оптимальных параметров эффективной откачки.

Исследовано влияние геометрических параметров лопаток и количества ступеней на предельное отношение давлений. Правое сечение глушилось непроницаемой стенкой, на левом сечении задавались постоянные давление и температура. Получено, что для снижения предельного давления следует выбирать для первых ступеней (плотная область) большие углы наклона (примерно 60°). По мере увеличения номера ступени (в направлении вакуумной камеры) угол следует уменьшать до значения примерно 45 градусов. Показано, что выбор оптимального угла ступени зависит от скорости лопаток ротора. Также получено, что при таком выборе углов лопаток увеличение количества ступеней выше 4 уже не приводит к уменьшению предельного давления.

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования сверхвысокопроизводительными вычислительными ресурсами МГУ имени М.В. Ломоносова, вычислительных ресурсов МСЦ РАН и инфраструктуры Центра коллективного пользования «Высокопроизводительные вычисления и большие данные» (ЦКП «Информатика») ФИЦ ИУ РАН. Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта № 23-71-10057.

- [1] Becker W 1966 Vacuum 16 11 625–32
- [2] Sharipov F 2010 Journal of Vacuum Science & Technology A 28 6 1312–5
- [3] Берд Г 1981 Молекулярная газовая динамика (Москва: Мир) 319
- [4] Yakunchikov A, Kosyanchuk V 2018 Computers and Fluids 170 121–7

Вакуумные системы, устройства и технологическое оборудование

Моделирование распределения давления в вакуумной камере стенда ПЕРСТ при различном расположении средств высоковакуумной откачки

А. С. Анциферова, Н. П. Бобырь

НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

E-mail: Anciferova AS@nrcki.ru

Аннотация. В данной работе представлены полученные в программе COMSOL Multiphysics результаты расчета распределения давления на оси вакуумной камеры стендаимитатора космоса ПЕРСТ, в случаях трех различных расположений средств высоковакуумной откачки. Была проведена верификация применяемой математической модели на примере существующего стенда ПН-3.

Ключевые слова: вакуумная камера; моделирование газовых потоков; верификация

Введение

В целях создания в РФ экспериментальной базы для разработки безэлектродных плазменных ракетных двигателей (БПРД) высокой мощности, в НИЦ «Курчатовский институт» создается стенд-имитатор космического пространства ПЕРСТ (рис. 1).



Рис. 1. Общий вид стенда ПЕРСТ

Стенд представляет собой цилиндрическую вакуумную камеру (ВК) из двух частей – двигательного отсека (длиной L = 5,1 м, диаметром D = 5 м) объемом чуть более 80 м³, в котором устанавливается макет БПРД, и рабочего отсека (L = 15,1 м, D = 5 м) объемом ~ 310 м³, в котором происходит измерение параметров плазменного пучка двигателя.

На рабочем отсеке стенда ПЕРСТ предусмотрено 25 фланцев с условным проходным диаметром (ДУ) 1000 мм для установки средств высоковакуумной откачки. Так как на первом этапе эксплуатации установки предполагается использование 7 криогенных насосов H&I HPG3-90U с ДУ 900 мм совместно с тепловыми экранами, необходимо определить оптимальную схему их расположения, для достижения наименьшего давления в зоне измерения параметров плазмы двигателя (первые 4 м рабочего отсека).

Тип режима течения

В зависимости от давления газа и размеров ВК, разделяют различные режимы течения, в которых происходит различное взаимодействие молекул друг с другом и со стенками. Режимы те-

чения характеризуются числом Кнудсена, которое представляет собой отношение длины свободного пробега молекулы к размеру ВК [1]. Определить его можно по формуле (1):

$$Kn = \frac{k \cdot T}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot \sigma^2 \cdot p \cdot D} \tag{1}$$

где $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана, T – температура газа, К, σ – эффективный диаметр молекулы газа, м, p – давление, Па, D – диаметр ВК, м.

По числу Кнудсена разделяют следующие режимы течения: течение вязкой среды (Kn < 0,01) и разреженного газа (Kn > 0,01). Последний в зависимости от давления также разделяют на течение со скольжением (0,01 < Kn < 0,1), переходную область (0,1 < Kn < 10), и свободномолекулярное течение (Kn > 10) [2].

Стенд ПЕРСТ предназначен для исследования параметров БПРД при различных режимах подачи рабочего тела –стационарном и импульсном режиме с различной скважностью, с расходами от 0,01 г/с до 0,1 г/с. Для проведения расчетов было выбрано 2 режима стационарной подачи рабочего газа – аргона с расходами 0,1 г/с и 0,01 г/с.

Для испытательного стенда ПЕРСТ была спроектирована безмасляная система откачки, высоковакуумная часть которой состоит из 7 криогенных насосов Cryo H&I HPG3-90U с производительностью по аргону 42 м³/с и 8 турбомолекулярных насосов (TMH) CXF-320/3001 с производительностью 3,2 м³/с [3]. Ввиду того, что перед криогенными насосами будут установлены неизвестной проводимости тепловые ловушки сложной геометрии, предназначенные для снижения теплового потока в насос, эффективная скорость откачки одним крионасосом при данном расчете была принята равной $S_{0 \text{ крио}} = 25 \text{ м}^3/\text{с}$. ТМН при расчете не учитывались, так как было сделано допущение, что, ввиду относительно малой производительности насосов, на форму распределения давления по объёму ВК они не оказывают существенного влияния.

Значения динамического вакуума, соответствующие двум расходам рабочего тела, и рассчитанные по формуле (1) числа Кнудсена представлены в табл. 1.

Массовый поток в ВК, г/с	Кол-во крионасосов	Динамическое давление, Па	Число Кнудсена	Режим течения
0,01	7	3,6.10-3	0,42	Переходная область
0,1	7	3,6.10-2	0,042	Течение со скольжением

Табл. 1. Результаты аналитического расчета

Таким образом, двум крайним режимам подачи рабочего тела в двигатель соответствуют режимы течения разреженного газа, а именно «течение со скольжением» и «переходный режим».

В ходе выбора средства проведения расчетов были проанализированы наиболее распространенные программные пакеты, позволяющие моделировать потоки газов: Ansys Fluent, Ansys CFX и COMSOL Multiphysics. В COMSOL Multiphysics имеется возможность выбора математической модели «течение со скольжением», «переходная область» или «свободномолекулярное течение», также в нем оказалось удобное использование граничного условия «вакуумный насос» без необходимости применения пользовательских функций, как в программе Ansys.

Границы переходов режимов течения примерны, поэтому многие специалисты [4]–[6] рекомендуют при выборе математической модели верифицировать расчет на задаче с известным решением. Было решено проводить моделирование работы стенда ПЕРСТ в программе COMSOL Multiphysics (Free Molecular Flow), предварительно проверив корректность расчета, сравнив результаты с экспериментальными данными, полученными на действующем вакуумном стенде.

Верификация, применяемой для расчета, математической модели

Верификация выбранной для расчета модели Free Molecular Flow программы COMSOL Multiphysics проводилась на установке, функционирующей в НИЦ «Курчатовский институт», для исследования параметров прототипов БПРД небольшой мощности. Вакуумная часть установки ПН-3 представляет собой цилиндрическую вакуумную камеру (L = 4 м, D = 1,2 м) (рис. 2) и систему вакуумной откачки, высоковакуумная часть которой состоит из криогенного насоса Cryo H&I с ДУ 900 мм, а также турбомолекулярного насоса TMH-10000. Газ в вакуумный объем натекает через сопло диаметром 60 мм.



Рис. 2. Схема вакуумного стенда ПН-3

На расстоянии 250 мм по оси ВК от крионасоса для защиты его от потоков высокоэнергетичных частиц расположен медный диск диаметром 750 мм. Измерение давления в ВК производится одним термопарным преобразователем манометрическим ПМТ-2, работающим в диапазоне $0,13...6,66 \cdot 10^2$ Па, и одним преобразователем ионизационного типа ПМИ-2, для измерения давления в диапазоне $0,13 \cdot 10^{-4}...0,13$ Па. Фланец, на котором установлены вакуумметры, располагается на расстоянии 1 м от среза сопла двигателя.

В ходе эксперимента в предварительно откаченную до давления $p = 10^{-5}$ Па камеру расходомером подавался поток аргона (температура: T = 293 K) со значениями 64...2066 sccm. Откачка в области высокого вакуума производилась только криогенным насосом. По экспериментальным данным был построен график зависимости давления, от массового потока аргона, поступающего в ВК (рис. 3).





По формуле (1) были определены границы переходов режимов течения (табл. 2). В программе COMSOL Multiphysics была построена геометрия внутреннего объема испытательного стенда ПН-3 (рис. 4).

Разреженная среда						
Свободномолекулярный	Переуолний режим	Течение со скольже-	среда			
режим	переходный режим	нием				
$p < 6,3 \cdot 10^{-4}$ Па	$6,3 \cdot 10^{-4} \Pi a$	6,3·10 ⁻² Па< <i>p</i> < 0,63 Па	<i>p</i> > 0,63 Па			
	2					

Табл. 2. Границы режимов течения в стенде ПН-3



Рис. 4. Расчетная модель стенда ПН-3

Граничными условиями расчета являлись производительность криогенного насоса, равная, согласно паспорту устройства, $S_{\text{насоса}} = 28 \text{ м}^3$ /с. На входной фланец задавалось различное значение массового потока. Был проведен расчет для трех массовых потоков, давления при которых (согласно экспериментальным данным) режим течения соответствует «переходному режиму», и трех массовых потоков, давления при которых соответствуют «течению со скольжением».

Для сравнения с экспериментальными данными, значения давления, полученные, согласно расчету, на расстоянии L = 1000 мм от начала камеры представлены в табл. 3.

<i>ṁ</i> , мг/с	<i>Кп</i> (согласно эксперименталь-	$p_{ m Числ. pacчет}$, Па	$p_{ m эксперимент.}, \Pi a$	Δp, %
	пому давлению)	Переходный режи	ИМ	
5,1	0,42	2,0.10-2	1,5.10-2	33
10	0,24	3,9.10-2	2,6.10-2	50
15	0,12	$6,1\cdot 10^{-2}$	$5,2\cdot 10^{-2}$	17
]	Гечение со скольже	нием	
32	0,063	0,13	0,10	30
40	0,052	0,16	0,12	33
51	0,042	0,20	0,15	33

Табл. 3. Сравнительная таблица результатов верификации

Различия экспериментально полученных значений давления, соответствующих переходной области, и значений, полученных в результате численного моделирования с использованием математической модели свободномолекулярного течения, составляет до 50 %. Различия значений давления, полученных в эксперименте и соответствующих течению со скольжением, и значений давления, полученных в результате расчета с применением математических уравнений для свободномолекулярного режима течения газа, составляют до 33 %.

По результатам верификации было принято решение о возможности применения математической модели молекулярного течения для численного моделирования работы стенда ПЕРСТ с погрешностью до 50 %.

Моделирование вакуумной откачки стенда ПЕРСТ

Было проведено моделирование вакуумной откачки рабочего отсека стенда ПЕРСТ при натекании в него массового потока рабочего газа $\dot{m} = 0,01$ г/с через круглый фланец диаметром 800 мм, обозначающий сопло двигателя. Все фланцы насосов расположены радиально на поверхности цилиндрической ВК. Ввиду более сложной геометрии расчетная САD-модель была построена в программе SolidWorks. Расчет проводился для трех схем расположения 7 криогенных насосов: в конце ВК (рис. 5 (а)), в начале ВК (рис. 5 (б)), равномерно по длине ВК (рис. 5 (в)).





Puc. 5. Варианты расположения средств высоковакуумной откачки:
 (а) в конце вакуумной камеры;
 (б) в начале вакуумной камеры;
 (в) равномерно по длине вакуумной камеры

Граничные условия расчета аналогичны условиям верификационного расчета – массовый поток на входной фланец и производительность вакуумных насосов ($S_{0 \text{ крио}} = 25 \text{ m}^3$ /с) как выходной поток. Результаты расчета представлены на рис. 6.



Рис. 6. Результаты расчета распределения давления на оси вакуумной камеры стенда ПЕРСТ при массовом потоке 0,01 г/с

По результатам видно, что при различных схемах расположения вакуумных насосов разница давлений незначительна.

Для сравнения с результатами аналитического расчета, проведенного ранее, для каждой схемы расположения крионасосов было определено среднее значение давления в ВК (табл. 4).

Табл. 4. Сравнение результатов аналитического расчета и численного моделирования вакуумной откачки стенда ПЕРСТ

Расположение насосов	В начале ВК	В конце ВК	Равномерно
<i>ṁ</i> , г/с	0,01	0,01	0,01
Kn	0,42	0,42	0,42
$p_{ m Aналитич.\ pacч.},$ Па	3,6·10 ⁻³	3,6·10 ⁻³	3,6.10-3
$p_{ m Числ. pасч. \ Среднее}, \Pi a$	5,9·10 ⁻³	5,9·10 ⁻³	5,8·10 ⁻³
Δ <i>p</i> , %	~ 66	~ 66	~ 66

По результатам видно, что при различных схемах расположения вакуумных насосов среднее давление в ВК остается практически неизменным и составляет $5.9 \cdot 10^{-3}$ Па. Аналогичные расчеты были проведены для массового расхода рабочего тела 0,1 г/с. По их результатам влияние расположения насосов на функцию распределения давления по оси ВК составляет не более 10 %, а среднее давление в ВК составило ~ $5.8 \cdot 10^{-2}$ Па во всех трех рассматриваемых случаях.

Выводы

В программе COMSOL Multiphysics проведен расчет вакуумной откачки при трех схемах расположения средств высоковакуумной откачки, по результатам которого были получены распределения давления по оси вакуумной камеры при натекании в нее потока нейтрального газа аргона. Применяемая математическая модель была верифицирована путем сравнения результатов расчета с экспериментальными данными на действующем вакуумном стенде. С погрешностью до 50 % установлено, что различие давлений при выбранных расположениях крионасосов незначительно. Также было проведено сравнение результатов расчета давления методом численного моделирования и аналитически, различия между которыми составили 66 %. Это говорит о возможности применения аналитического расчета только в качестве оценочных.

- [1] Розанов Л Н 2007 Вакуумная техника (Москва, Высшая школа)
- [2] Ларионов В М и др. 2019 Основы тепломассообмена и гидродинамики (Казань, Изд-во Казан. ун-та)
- [3] Бобырь Н П и др. 2023 Вакуумная техника и технологии 421-5
- [4] Шарфарец Б П и др. 2016 Научное приборостроение 3 57–63
- [5] Печатников Ю М 2004 Прикладная физика 2 19–25
- [6] Казаков Б П и др. 2021 Горный информационно-аналитический бюллетень 6 5–33

Результаты испытания отдельных элементов криогенной системы стенда ПЕРСТ

Н. П. Бобырь¹, А. С. Анциферова^{1,2}, Е. Н. Егорова^{1,2}, А. А. Тимашков³

¹ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, РФ
 ² МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, РФ
 ³ ООО ЭРСТВАК, Москва, РФ

E-mail: Bobyr NP@nrcki.ru

Аннотация. В данной работе приведены результаты испытания криогенных насосов адаптированных под откачку аргона являющихся частью системы вакуумной откачки стенда-имитатора космоса ПЕРСТ. Испытания проводились для нескольких возможных газовых нагрузок на систему вакуумной откачки установки. Полученные данные подтверждают заявленные характеристики и могут быть использованы в расчетах вакуумной системы стенда ПЕРСТ.

Ключевые слова: вакуумная камера; криогенный насос; аргон

1. Введение

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» в рамках Федерального проекта «Разработка технологий управляемого термоядерного синтеза и инновационных плазменных технологий» создается высоковакуумный стенд ПЕРСТ. Целью создания установки является формирование современной научно-исследовательской и испытательной базы для отработки и исследования прототипов нового в России типа электрического ракетного двигателя (ЭРД) – безэлектродного плазменного ракетного двигателя (БПРД). Данный тип ЭРД отличается потенциально высокими мощностью и расходом рабочего газа. Для проведения научных исследований физических процессов при истечении плазмы из магнитного сопла и корректного измерения параметров плазмы на выходе из сопла двигателя, необходимо, чтобы длина свободного пробега ионов была достаточно большой, чтобы на расстоянии, где располагается диагностическое оборудование, не учитывать процессы рекомбинации на остаточном газе. Это обстоятельство накладывает ограничения на возможное давление в вакуумной камере в процессе проведения исследований/испытаний.

В общем виде стенд ПЕРСТ представляет собой имитатор космоса, т.е. вакуумную камеру (ВК) с системами откачки, терморегулирования, измерительной и диагностической аппаратурой, а также другими вспомогательными системами.

Ключевым оборудованием системы вакуумной откачки обеспечивающим работу стенда в условиях напуска рабочего тела являются криогенные насосы HPG3-90U (Сгуо H&I, Республика Корея) с ДУ 940 мм. Поскольку основным рабочим телом в разрабатываемых макетах БПРД является аргон, то корректное определение скорости откачки и сорбционной емкости криогенных насосов для этого газа являются важной частью создания всего стенда.

2. Основные параметры стенда ПЕРСТ

В общем виде испытательный стенд представляет из себя цилиндрическую вакуумную камеру, разделенную на 2 герметичных отсека – двигательный отсек, в котором устанавливается макет БПРД, и основной водоохлаждаемый отсек, в который истекает плазменная струя. В нем же располагается измерительное оборудование. Оба отсека герметично уплотняются и откачиваются до высокого вакуума (рис. 1). Внутренний диаметр ВК составляет 5 м. Длина двигатель-

ного отсека составляет около 5 м, объём ~ 80 м³. Второй отсек – основной, имеет длину около 15 м, объем его составляет ~ 310 м³.

Стенд ПЕРСТ предназначен для исследования параметров БПРД при различных режимах подачи рабочего тела –стационарном и импульсном режиме с различной скважностью, с расходами в диапазоне от 0,01 г/с до 0,1 г/с. Для проведения расчетов и испытаний, как правило, выбирается режим стационарной подачи рабочего газа – аргона с расходом 0,1 г/с в предположении максимальной комплектации системы вакуумной откачки. При проведении аналитических расчетов и оценок применяются классические подходы широко описанные в литературе [1–3].

Для стенда ПЕРСТ была спроектирована безмасляная система откачки, высоковакуумная часть которой состоит из криогенных насосов Cryo H&I HPG3-90U с производительностью по аргону 42 м³/с количеством до 25 штук и 8 турбомолекулярных насосов (TMH) CXF-320/3001 с производительностью 3,2 м³/с [4].



Рис. 1. Принципиальная схема испытательного стенда ПЕРСТ

На основном отсеке стенда ПЕРСТ предусмотрено 25 фланцев с условным проходным диаметром (ДУ) 1000 мм для установки криогенных насосов. К каждому фланцу крепится тепловая ловушка ДУ 1000 защищающая насос от потоков плазмы, рассчитанная на тепловой поток до 1,5 кВт. К тепловой ловушке крепится высоковакуумный затвор ДУ 1000. Для унификации и удобства крепления фланец криогенного насоса выполнен увеличенного диаметра по стандарту ISO 1000. Однако проходной диаметр корпуса криогенного насоса ДУ 940. Компоновка двух вариантов исполнения криогенного узла представлена на рис. 2.

Предполагается постепенное наращивание мощности криогенной откачки стенда. Так как на первом этапе эксплуатации установки предполагается использование 7 криогенных насосов, на втором 15, на третьем 25.

3. Криогенный насос Cryo H&I HPG3-90U

Специально для стенда ПЕРСТ компанией Сгуо H&I была существенно модернизирована серийно производимая модель криогенного насоса HPG3-90S с целью увеличения скорости откачки аргона. Сравнительные характеристики двух версий насоса представлены в табл. 1. В результате модернизации скорость откачки аргона выросла в 1,5 раза.


Рис. 2. Компоновка расположения криогенных насосов стенда ПЕРСТ

Название модели	ДУ, мм	Сорбцион- ная емкость (Аргон), ст. л	Максималь- ный поток (Аргон), Торр*л/с	Номинальная скорость откачки, м ³ /с				
				Азот	Водород	Водяной пар	Аргон	
HPG3-90S	900	10 000	31	34	60	90	28	
HPG3-90U	940	28 000	55	48	85	95	42	

Табл. 1. Параметры криогенных насосов

4. Результаты испытания криогенного насоса

Лабораторные испытания криогенного насоса проходили на специализированном высоковакуумном стенде по утвержденной методике. Стенд представляем собой ВК диаметром 900 мм, оборудованную системой газонапуска, системой контроля состава газовой среды (массспектрометр), 2мя датчиками давления различного типа (ионизационный и баратрон). Остаточное давление в камере при полностью захоложенном криогенном насосе до начала газонапуска составляло 2*10⁻⁹ Торр, температура 10,5 К. Испытания проводились для 4х значений потока аргона в ВК (135-338-1000-3360 sccm) в течение 3х часов. При максимальном потоке проводилось измерение сорбционной емкости насоса. Данные приведены в табл. 2.

Поток Ar (sccm)	Поток Ar (Торр *л/с)	Давление ионизационный (Торр)	Скорость откачки (л/с)	Давление баратрон (Торр)	Скорость откачки (л/с)	Темпера- тура (К)
135	1,7	3,8E-5	45 292	4,0E-5	42 750	11
338	4,3	9,0E-5	47 439	1,1E-4	38 921	11,4
1000	12,6	2,3E-4	55 047	2,7E-4	46 914	11,9
3360	42,5	6,5E-4	65 981	7,7E-4	55 273	17,5

Табл. 2. Результаты испытаний криогенного насоса

Стоит отметить, что основным режимом работы стенда ПЕРСТ предполагается работа при средней газовой нагрузке на каждый крионасос 135 sccm и давлении в ВК менее 10⁻⁴ Торр, таким образом данные для этого режима являются наиболее интересными. Однако, при испытаниях в этом диапазоне давлений наблюдалась нестабильность показаний баратрона, разброс значений составлял около 20% при расходе 135 sccm и уменьшался при повышении давления (в таблице 2 приведены средние значения). Показания ионизационного вакууметра были стабильны во всем диапазоне измерений.

В ходе измерения сорбционной емкости при потоке аргона 3360 sccm за 3ч 20м количество аргона составило 670 ст. л. при стабильном давлении в камере и температуре криогенного насоса, которая не достигла критической температуры в 20 К. Исходя из представленных данных производителем была произведена оценка максимально возможного потока аргона 55 Торр *л/с, и сорбционная емкость не менее 28 000 ст. л.

5. Выводы

Проведены лабораторные испытания специальной версии криогенного насоса для системы вакуумной откачки стенда ПЕРСТ предназначенного для исследования плазменных процессов в магнитном сопле БПРД. Показана стабильная работа устройства в широком диапазоне потоков аргона. Скорость откачки в основном диапазоне эксплуатации составляет не менее 42 000 л/с. Полученные данные позволяют проводить предварительные расчеты вакуумной откачки всего стенда в целом. Для более корректных расчетов необходимы данные по измерению скорости откачки всего криогенного узла в сборе: криогенный насос, вакуумный затвор, тепловая ловушка. Ожидается что скорость откачки такого узла будет около 25 000 л/с.

Полученные данные о сорбционной емкости позволяют провести оценку длительности проведения испытаний на стенде ПЕРСТ, а также разработать программу попеременной регенераци криогенных насосов.

Литература

- [1] Розанов Л Н 2007 Вакуумная техника (Москва, Высшая школа)
- [2] Пипко А И, Плисковский В Я, Пенчко Е А 1979 Конструирование и расчет вакуумных систем (М., Энергия)
- [3] Ларионов В М и др. 2019 Основы тепломассообмена и гидродинамики (Казань, Изд-во Казан. ун-та,)
- [4] Бобырь Н П и др. 2023 Вакуумная техника и технологии 421-5

Повышение стабильности парообразования в испарителе диффузионного насоса

А. Е. Брестер^{1,2}, В. И. Жуков^{1,2}, А. Н. Павленко¹

¹ Институт теплофизики им. С. С. Кутателадзе СО РАН, 1, пр. Лаврентьева, Новосибирск, Россия 630090

² Новосибирский государственный технический университет, 20, пр. К. Маркса, Новосибирск, Россия 630073

E-mail: brester94@gmail.com

Аннотация. В работе рассмотрены конструкций паромасляных насосов и процесс теплообмена, протекающий в испарителе. Представлены экспериментальные данные по влиянию высоты горизонтального слоя жидкости на коэффициент теплоотдачи при испарении/кипении в условиях пониженного давления. Также представлены данные влияния высоты горизонтального слоя жидкости на амплитуду пульсаций давления. Показано, что применение тонкой пленки рабочей жидкости позволяет получить более стабильный процесс парообразования и интенсифицирует теплообмен между поверхностью нагрева и рабочей жидкостью. По результатам проделанной работы была запатентована конструкция диффузионного насоса, позволяющая уменьшить обратный поток паров рабочей жидкости и увеличить надежность работы насоса.

Ключевые слова: тонкий слой жидкости; теплообмен; кипение; испарение; вакуумный пароструйный насос; диффузионный насос

Введение

Экономичность, предельное остаточное давление и стабильность работы паромасляного насоса в значительной степени определяются процессами теплообмена в его испарителе (кипятильнике). Процессы теплообмена в кипятильнике паромасляного насоса протекают при давлениях P = (0,1-2) торр.

В кипятильниках паромасляных насосов используются слои рабочей жидкости высотой примерно 15 мм [1]–[5]. В качестве рабочей жидкости применяют различные сорта вакуумных минеральных масел и кремнийорганические жидкости. Несмотря на ряд недостатков наибольшее распространение получили вакуумные минеральные масла, поскольку имеют низкую сто-имость. К недостаткам минеральных масел следует отнести термическое разложение при нагреве и окисление в воздушной среде. Также вакуумные минеральные масла являются мно-гокомпонентными жидкостями, теплофизические свойства их изменяются от партии к партии и не имеют определенного значения критического давления. Данный факт затрудняет обобщение и сравнение экспериментальных данных по теплообмену, полученных для различных партий вакуумного масла и других жидкостей, применяющихся в диффузионных насосах.

Известно, что при работе паромасляных насосов в их кипятильниках происходит взрывное кипение рабочей жидкости [6]–[9]. Взрывное кипение вызывает значительные пульсации давления, что приводит к увеличению давления в момент взрывного вскипания более чем в 2 раза [6]–[9]. В результате парообразование принимает нестабильный характер, что негативно сказывается на рабочих характеристиках паромасляных насосов, таких как предельное остаточное давление и обратный поток паров рабочей жидкости. Для решения данной проблемы в [6] предложен новый тип испарителя (N-boiler), где внешний кольцевой нагреватель размещается выше уровня жидкости. Данное расположение нагревателя позволяет избавиться от взрывного кипения и снизить разницу температур между жидкостью и паром, за счет кругового движения жидкости. Перемешивание жидкости приводит к равномерному распределению температуры

жидкости и обновлению межфазной поверхности (уменьшая барьерный эффект для испарения жидкости).

В ряде конструкций [10]–[13] используется испарение/кипение тонкой пленки рабочей жидкости для интенсификации процесса теплообмена. На рис. 1 представлена эволюция конструкций диффузионных насосов с использованием тонкой пленкой рабочей жидкости в испарителе. В первом варианте (рис. 1, a, δ) тонкая пленка формируются на плоской пластине, расположенной на определённом расстоянии от места стекания жидкости. Недостатком указанного пароструйного насоса является непостоянство толщины пленки рабочей жидкости из-за отсутствия переливных устройств, регулирующих высоту этой пленки на диске формирования пленки. В процессе работы насоса могут образовываться очень тонкие пленки рабочей жидкости, для которых характерно образование сухих пятен на поверхности нагрева, что приводит снижению критических тепловых потоков, ограничивая диапазон работы насоса по тепловым потокам. При критическом тепловом потоке поверхность нагрева перестает смачиваться рабочей жидкостью, что сказывается на надежности работы насоса. В следующей конструкции диффузионного насоса (рис. 1, ϵ) для решения проблемы формирования пленки рабочей жидкости определенной толщины в центре выполнена выемка.



Рис. 1. Схема пароструйного насоса: *а*, *б* – [11]; *в* – [12]

Таким образом, соответствующая организация процесса теплообмена в кипятильнике диффузионных насосов [10] может существенно изменять их характеристики. Влияние высоты слоя жидкости на процесс теплообмена установлено косвенным путем через улучшение характеристик диффузионных насосов. Имеется значительное количество рабочих жидкостей, используемых в диффузионных насосах, для эффективного применения этих жидкостей необходимо знать оптимальную высоту пленки. Высота пленки должна быть выражена через теплофизические характеристики жидкости, тогда становится возможным получить универсальные данные по применению пленок. В качестве модельной жидкости для вакуумных масел предпочтительней использовать однокомпонентную жидкость с известными теплофизическими свойствами, которая схожа по своей природе и свойствам с вакуумными маслами при условиях теплообмена в кипятильнике насоса.

Целью данной работы является определение оптимальной высоты слоя рабочей жидкости при испарении/кипении в физической модели испарителя диффузионного насоса с использованием однокомпонентной органической жидкости (н-додекана).

Экспериментальная часть

Эксперименты проводились на экспериментальной теплообменной вакуумной установке, рабочая камера которой представляет собой термосифон, подробное описание которой приведено в работе [8]. Рабочая камера выполнена в виде цилиндрического сосуда из нержавеющей стали с толщиной стенок 1 мм. Внутренний диаметр камеры составляет 120 мм, высота 300 мм. В качестве рабочей жидкости использовался н-додекан, он является одним из основных компонентов вакуумного масла ВМ-1 и имеет схожие с ним теплофизические свойства.





В ходе экспериментов получали стационарные режимы теплообмена, при которых регистрировались температуры по толщине обогреваемой стенки, давление в рабочей камере. Давление варьировалось в широком диапазоне значений от 33 Па до 20 кПа. Эксперименты проводились при высотах слоя жидкости $h(h/l_{\sigma})$ от 1,4 мм (0,79) до 40 мм (22,47). Безразмерная высота (h/l_{σ}) , определена при давлении 133 Па (при этом давлении температура насыщенных паров н-додекана равна 52,07°С, а капиллярная постоянная $l_{\sigma} = 1,78$ мм, где $l_{\sigma} = (\sigma/g(\rho_L - \rho_V))^{1/2}$ – капиллярная постоянная).

На рис. 2 приведена зависимость коэффициента теплоотдачи от высоты слоя жидкости при постоянном тепловом потоке для давления 0,5 торр (67 Па). Показано, что использование пленки рабочей жидкости толщиной ~ $2l_{\sigma}$, по сравнению с более толстыми и более тонкими пленками жидкости, приводит к увеличению коэффициента теплоотдачи в процессе испарения/кипения рабочей жидкости. При этом пленки данной толщины имеют большие критические тепловые потоки по сравнению с более тонкими толщинами пленок и соизмеримы с критическими тепловыми потоками при кипении жидкости в большом объеме как показано в работе [14].



Рис. 3. Изменение амплитуды пульсаций давления от высоты слоя жидкости, полученные при испарении/кипении н-додекана при тепловом потоке $3,5 \cdot 10^4$ Вт/м²: 1 – при рабочем давлении в камере 67 Па; 2 – 133 Па

На рис. 3 представлена зависимость амплитуды пульсаций давления от высоты слоя жидкости. Видно, что при высоте слоя жидкости менее $2l_{\sigma}$ включительно, амплитуда пульсаций давления практически не меняется и не превышает 20 Па. При высоте слоя более $2l_{\sigma}$ амплитуда пульсаций давления значительно увеличивается с увеличением высоты слоя до $h/l_{\sigma} = 11,24$, далее остается практически постоянной и составляет порядка 90 Па.



Таким образом, использование в конструкции пароструйного насоса (рис. 4) кольцевого буртика (10) высотой $2l_{\sigma}$ позволит получить толщину пленки рабочей жидкости оптимальной высоты, что позволит увеличить коэффициент теплоотдачи и получить более стабильное парообразование. В результате чего увеличивается надежность работы диффузионного насоса и уменьшается обратный поток паров рабочей жидкости.

Заключение

Получено, что использование пленки рабочей жидкости высотой $2l_{\sigma}$ при испарении/кипении в условиях пониженного давления увеличивает коэффициент теплоотдачи и снижает амплитуду пульсаций давления по сравнению с более толстыми слоями жидкости.

По результатам работы была предложена конструкция диффузионного насоса, техническим результатом которой является увеличение надежности работы диффузионного насоса и уменьшение обратного потока паров рабочей жидкости.

Благодарности

Исследования выполнены в рамках государственного задания ИТ СО РАН (№ 121031800216-1).

Литература

- [1] Патент SU 1052733 A1 от 07.11.1983, F04F 9/02 (2000.01)
- [2] Патент SU 1330353 A1 от 15.08.1987, F04F 9/02(2006.01)
- [3] Патент SU 595543 A1 от 28.02.1978, F04F 9/02(2006.01)
- [4] Патент SU1813933A1 от 07.05.1993, F04F 9/00(2006.01)
- [5] Патент RU 2773028 C1 от 30.05.2022, F04F 9/00 (2006.01)
- [6] Okamoto H, Murakami Y 1967 Vacuum. Pergamon 17 79–85
- [7] Сорокин М М, Чечеткин А В 1966 Химическое и нефтегазовое машиностроение 11 20-4
- [8] Brester A E, Shvetsov D A, Zhukov V I et al. 2023 J. Engin. Thermophys. 32 415–54
- [9] Brester A E, Shvetsov D A, Zhukov V I et al. 2021 J. Phys.: Conf. Ser. 2119 012080
- [10] Zhukov V I, Kulikov V P 1990 Chem. Petrol. Eng. 26 226-8
- [11] Патент SU 1373908 A1 от 15.02.1988, МПК F04F 9/02 (2006.01)
- [12] Патент FR 2666384 A1 от 06.03.1992, F04F 9/00 (2006.01)
- [13] Патент SU 1777422 A1 от 15.07.1994, F04F 9/00(2006.01)
- [14] Жуков В И, Павленко А Н, Нагайцева Ю В и др. 2015 *Теплофизика высоких температур* 53 727–34
- [15] Патент RU 2786535 C1 от 21.12.2022 МПК F04F 9/02 (2006.01)

Орбитронный тлеющий разряд с дополнительной инжекцией электронов в ускорителе на основе несамостоятельного ВТР

С. Ю. Дорошкевич, М. С. Воробьев, А. А. Гришков, Н. Н. Коваль, М. С. Торба, Р. А. Картавцов

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

E-mail: doroshkevich@opee.hcei.tsc.ru

Аннотация. Представлены результаты экспериментов по использованию дополнительной инжекции электронов для генерации орбитронного тлеющего разряда с полым катодом площадью $\approx 20000 \text{ см}^2$, являющегося вспомогательным в ускорителе электронов на основе несамостоятельного высоковольтного тлеющего разряда. В роли дополнительного источника электронов использовался термокатод прямого накала из вольфрамовой проволоки диаметром 0,35 мм и длиной 2 см. По проведенным оценкам термокатод обеспечивал ток эмиссии сравнимый по величине с током орбитронного разряда. Дополнительная инжекция электронов позволила снизить напряжение горения орбитронного разряда в гелии на величину до 300 В, при амплитуде тока разряда до 400 мА, что может быть использовано для достижения оптимального значения прикатодного падения потенциала орбитронного разряда, определяющего ионно-электронную оптическую систему ускорителя и влияющего на эффективность генерации и вывода электронного пучка в атмосферу.

Ключевые слова: орбитронный разряд; разряд с полым катодом; дополнительная инжекция электронов; термокатод; ускоритель электронов

Введение

Ускорители электронов с энергией до нескольких сотен кэВ позволяют выводить электронный пучок в атмосферу через тонкую металлическую фольгу и используются для решения многих технологических задач: модификация полимеров [1], [2], инициирование плазмохимических процессов [3], стерилизация медицинской продукции [4], накачка газовых лазеров [5], [6], радиационная обработка посевного материала [7], [8] и др. В данном классе ускорителей для генерации электронного пучка используются разные типы эмиссии (термоэлектронная, взрывная, эмиссия из плазмы), в том числе и ионно-электронная. Ускорители на основе ионноэлектронной эмиссии, также известные как ускорители на основе высоковольтного тлеющего разряда (ВТР) [9]–[11] обладают рядом преимуществ: относительная простота конструкции, высокий срок службы высоковольтного катода, возможность управления током пучка без изменения ускоряющего напряжения, умеренные требования к насосной группе и др. Для реализации несамостоятельного режима ВТР используется вспомогательный разряд, играющий роль плазменного эмиттера ионов, которые ускорившись в области горения ВТР бомбардируют поверхность высоковольтного катода и выбивают вторичные электроны. Вторичные электроны ускоряются в электрическом поле ускоряющего зазора, проходят плазму вспомогательного разряда и выводятся в атмосферу через тонкую металлическую фольгу. Несмотря на ряд перечисленных достоинств, ускорители с несамостоятельным ВТР имеют узкий диапазон режимов работы для стабильной и эффективной генерации электронного пучка, что обуславливается формируемой ионно-электронной оптической системой и электрической прочностью ускоряющего промежутка. Расширение рабочего диапазона параметров генерации электронного пучка в таком типе ускорителей, а также оптимизация режимов горения вспомогательного разряда являются актуальными задачами, требующими проведения дополнительных исследований.

Методы и материалы

На рис. 1 представлена схема конструкции используемого ускорителя электронов, более подробное описание которого можно найти в работе [12].



Рис. 1. Схема конструкции ускорителя электронов с несамостоятельным ВТР: 1 – выводное фольговое окно; 2 – область вспомогательного разряда, 3 – проволочный анод; 4 – анодная решетка; 5 – область ВТР; 6 – высоковольтный катод; 7 – вакуумная камера; 8 – термокатод

Для генерации плазменного эмиттера ионов в ускорителях электронов на основе несамостоятельного BTP часто используют самостоятельный тлеющий разряд с полым катодом и тонкопроволочным анодом, называемый в литературе «орбитронным разрядом» [10] или «wire discharge» [13]. Многочисленные осцилляции электронов вокруг анода малого диаметра в таком разряде позволяют создавать плазму в достаточно больших объемах (до ~0,1 м³) с концентрацией 10^8-10^9 см⁻³.

В исследуемом ускорителе (рис. 1) орбитронный разряд устойчиво функционирует при давлении гелия p = 1-5 Па и токе разряда $I_d = 50-500$ мА [12]. Узкий диапазон давлений гелия определяется снизу требованием устойчивого горения орбитронного разряда, а сверху – переходом ВТР в самостоятельную форму. При этом, напряжение горения такого орбитронного разряда составляет сотни вольт ($U_d = 500-700$ В), а прикатодное падение потенциала составляет 200–250 В. Проведенное численное моделирование для исследуемого ускорителя показало, что для наименьших потерь генерируемого электронного пучка на анодной решетке и на ребрах решетки выводного фольгового окна требуется обеспечить прикатодное падение потенциала около 50–100 В [14]. В этом случае энергия ионов, поступающих из эмиссионной плазмы в ускоряющий промежуток, является оптимальной для существующей ионно-электронного оптической системы, и позволяет реализовывать максимальный коэффициент вывода электронного пучка.

При сохранении рабочего давления гелия p = 1-5 Па снизить прикатодное падение потенциала в тлеющем разряде можно с помощью дополнительной инжекции электронов [15]. В данном случае источником дополнительных электронов являлся термокатод прямого накала из вольфрамовой проволоки диаметром 0,35 мм и длиной 2 см. Термокатод включался относительно полого катода и обеспечивал ток эмиссии сравнимый по порядку величины с током вспомогательного разряда ускорителя.

Экспериментальные результаты

Для оценки тока эмиссии с термокатода на расстоянии 2,3 см от него был установлен коллектор размером 3,5×11,5 см. При остаточном давлении $1 \cdot 10^{-2}$ Па на коллектор подавалось напряжение смещения U_c (сетевое напряжение после двухполупериодного выпрямителя амплитудой ≈150 В), и с помощью автоматизированной системы измерялся ток I_c на данном коллекторе. С повышением тока накала термокатода I_t с 10,5 до 12 А наблюдался резкий рост тока эмиссии на коллекторе. Система измеряла 1000 точек зависимости $I_c(U_c)$ за 20 мс. Полученная «гистерезисная» зависимость может быть результатом возникновения объемного отрицательного заряда возле термокатода, который по-разному реагирует на повышение и снижение напряжения смещения.

При давлении гелия p = 3 Па, постоянном токе разряда $I_d = 70$ мА и повышении тока накала I_t термокатода наблюдается снижение напряжения горения орбитронного разряда U_d с 575 до 275 В. Напряжение накала U_t линейно увеличивается с 1,8 до 3,5 В. Резкий рост напряжения орбитронного разряда при токе накала менее $I_t = 10,5$ А может быть связан с недостаточной напряженностью электрического поля между термокатодом и плазмой необходимой для эмиссии электронов с термокатода и их инжекции в плазму.



Рис. 2. Зависимости тока эмиссии с термокатода I_c от величины напряжения смещения U_c и тока накала I_t – (а) и напряжения горения разряда U_d , напряжения накала \underline{U}_t от тока накала I_t – (б)

Ранее было получено, что запуск орбитронного разряда в импульсно-периодическом режиме с частотой следования импульсов десятки килогерц имеет несколько достоинств перед режимом постоянного тока в ускорителях на основе несамостоятельного ВТР [12].



Рис. 3. Осциллограммы тока разряда – (а) и вольт-амперная характеристика орбитронного разряда при разном коэффициенте заполнения импульса *D* – (б), где *1* – без инжекции; *2* – с дополнительной инжекцией

При стабилизации среднего значения тока разряда и управлении его амплитудой с помощью изменения коэффициента заполнения импульсов *D* (рис. 3а) возможно повысить эффективность вывода пучка в атмосферу за счет снижения фонового тока в ускоряющем промежутке. Кроме этого, импульсно-периодический режим способствует снижению неоднородности распределения концентрации плазмы орбитронного разряда и электронного пучка [16], а также уменьше-

нию количества катодных пятен на стенках полого катода, которые приводят к локальному увеличению концентрации плазмы и всплеску тока в ускоряющем промежутке, чаще всего заканчивающемуся электрическим пробоем ускоряющего зазора [17]. В нашем случае влияние термокатода на напряжение орбитронного разряда определялось для импульснопериодического режима при D = 0,2 и D = 0,4 и режима постоянного тока при D = 1 при одинаковых значениях среднего тока разряда I_{dcp} .

Напряжение горения разряда с термокатодом уменьшалось во всех исследуемых режимах на величину до 300 В (рис. 3б). При большой амплитуде тока $I_{dmax} \approx 400$ мА ($I_{dcp} = 80$ мА и D = 0,2) разница напряжения составляет около 200 В, что может быть связано с уменьшением вклада дополнительной инжекции электронов в общий ток разряда. Как отмечалось выше для снижения потерь генерируемого электронного пучка в исследуемом ускорителе требуется прикатодное падение потенциала 50–100 В, поэтому в дальнейшем планируется провести зондовые измерения, чтобы оценить величину прикатодного падения при дополнительной инжекции электронов. Ожидается, что включенный термокатод в основном уменьшает только прикатодное падение, а прианодное остается на том же уровне.

Заключение

Проведенные исследования показали, что дополнительная инжекция электронов с помощью термокатода позволяет снизить напряжение горения орбитронного разряда на гелии на величину до 300 В, что может быть использовано для достижения оптимального прикатодного падения потенциала вспомогательного разряда, влияющего на ионно-электронную оптическую систему в ускоряющем промежутке. Снижение напряжения горения наблюдалось как в режиме постоянного тока, так и в импульсно-периодическом с частотой следования импульса 10 кГц и амплитудой тока до 400 мА.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 23-29-00998).

Литература

- [1] Воробьёв М С, Денисов В В, Коваль Н Н и др. 2015 ХВЭ 49 3 169–72
- [2] Абдуллин Э Н и Чмух В Н 1979 ХВЭ 13 2 181–82
- [3] Kuznetsov D L, Uvarin V V and Filatov I E 2021 J. Phys. D: Appl. Phys. 54 43 435203
- [4] Ростов В В, Алексеенко П И, Выходцев П В и др. 2012 Сибирский медицинский журнал 27 1 141–46
- [5] Аброян М А, Косогоров С Л и Шведюк В Я 2003 Атомная энергия 94 4 304-09
- [6] Коваль Н Н, Крейндель Ю Е, Месяц Г А и др. 1986 **12** 1 37–42
- [7] Röder E, Röder O, Adler C 2017 Reference Module in Food Science (Elsevier) 1–10
- [8] Дорошкевич С Ю, Артёмов К П, Терещенко Н Н и др. 2021 ХВЭ 55 4 326–32
- [9] Новиков А А 1983 Источники электронов высоковольтного тлеющего разряда с анодной плазмой (М.: Энергоатомиздат) 96
- [10] Косогоров С Л, Успенский Н А, Шведюк В Я и др. 2020 Изв. ВУЗов. Физика 63 10 41-7
- [11] Баранов Г А, Гурашвили В А, Джигайло И Д и др. 2020 ПТЭ 2 102-08
- [12] Дорошкевич С Ю, Воробьёв М С, Торба М С и др. 2023 ПТЭ 3 53-60
- [13] Gueroult R, Elias P Q, Packan D et al. 2010 J. Phys. D: Appl. Phys. 43 36 365204
- [14] Grishkov A A, Vorobyov M S, Doroshkevich S Yu et al. 2022 Proc. of 8th Inter. Cong. on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2022, Tomsk) 118–27
- [15] Метель А С, Григорьев С Н, Мельник Ю А и др. 2011 Физика Плазмы 37 7 674-83
- [16] Дорошкевич С Ю, Воробьёв М С, Гришков А А и др. 2023 Труды VII межд. Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника» 92–6
- [17] Torba M S, Doroshkevich S Yu, Levanisov V A et al. 2021 J. Phys.: Conf. Ser., 15th Inter. Conf. on "Gas Discharge Plasmas and Their Applications" (GDP 2021) 012122

Камеры с газоплазменной мишенью как источник импульсного и непрерывного нейтронного излучения

А. К. Дулатов, Ю. В. Михайлов, И. А. Прокуратов, Б. Д. Лемешко, Д. А. Андреев, А. В. Голиков, Т. А. Григорьев, И. В. Ильичев

ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», Москва, Россия

E-mail: akdulatov@vniia.ru

Аннотация. В работе приведено описание электровакуумных приборов – камер с газопламенной мишенью, работающих на основе явлений плазменного фокуса и инерциального электростатического удержания плазмы. Камеры с газоплазменной мишенью разработки ФГУП «ВНИИА» имеют отпаянную конструкцию. Преимуществом таких устройств является повышенный ресурс работы за счёт отсутствия твердотельной мишени, которая относительно быстро деградирует вследствие тепловых и механических нагрузок.

Ключевые слова: газоплазменная мишень; плазменный фокус; инерциальное электростатическое удержание плазмы; отпаянная газоразрядная камера

Введение

Управляемые источники быстрых нейтронов (генераторы нейтронного излучения) являются безопасными высокотехнологичными электроустановками, реализующие возможность управления процессом генерации нейтронного излучения за счет управления процессами протекания реакций ядерного синтеза. Физический принцип генерации нейтронов в таких устройствах основан в основном на реакциях $D + D \rightarrow n + 3He + 3,266 M_{\Im}B$ и $D + T \rightarrow n + 4He + 17,590 M_{\Im}B$, которые обеспечивают получение нейтронов с энергиями около 2,5 и 14 МэВ соответственно. Основным узлом подобных устройств является устройство (электровакуумный прибор), в котором происходят реакции синтеза. Следуя пучково-мишенному механизму генерации нейтронов эти устройства можно разделить по агрегатному состоянию используемой в них нейтронобразующей мишени. Вакуумные и газонаполненные нейтронные трубки (НТ) имеют в своем составе насыщенную изотопами водорода твердотельную мишень. Камеры с газоплазменной мишенью работают на основе явления плазменного фокуса (ПФ) и инерциального электростатического удержания плазмы (ИЭУП), где в качестве нейтронобразующей мишени выступает газ, заполняющий камеру, как нейтральный, так и ионизованный в определенной области пространства. ФГУП «ВНИИА» в полном объеме владеет тремя основными технологиями портативных источников нейтронов в виде отпаянных электровакуумных приборов: вакуумные и газонаполненные НТ, камеры ПФ (рис. 1).

При изготовлении отпаянных электровакуумных приборов разработки ФГУП «ВНИИА» обеспечиваются особые условия по чистоте [1]. Все детали изделий проходят процедуру химической очистки поверхностей от различных загрязнений, обусловленных технологическим процессом, и обезгаживающий вакуумный отжиг для улучшения вакуумных свойств. В собранном виде изделия проверяются на герметичность и не имеют течей вплоть до уровня 10^{-11} Вт (Па·м³/с).

На основе этих источников нейтронов создаются генераторы нейтронов самого различного назначения. Спектр применения нейтронных генераторов чрезвычайно широк от анализа элементного состава различных веществ (каротаж нефтегазовых и урановых скважин, обнаружение и идентификация отравляющих и взрывчатых веществ, контроль технологических процессов промышленных производств, сертификация продукции и др.) до прямого воздействия на

ядерные материалы и некоторые виды клеток живых организмов. Помимо приведенных источников нейтронов в виде НТ и камер ПФ ведется разработка источников нейтронов на базе явления ИЭУП для реализации непрерывных и частотно-импульсных режимов генерации нейтронного излучения с высоким ресурсом работы.



Рис. 1. Нейтронные трубки и камеры плазменного фокуса отпаянной конструкции

В представленной работе рассмотрены камеры ПФ и камеры ИЭУП с точки зрения особенностей их эксплуатации.

Камеры плазменного фокуса

Камеры ПФ являются газонаполненными плазменными приборами, разработанными для генерации импульсного нейтронного и рентгеновского излучений в виде одиночных импульсов длительностью порядка нескольких десятков наносекунд. Они представляет собой герметичный двухэлектродный прибор, внутренний объем которого в процессе работы заполнен рабочим газом (дейтерием (D₂) или дейтерий-тритиевой (DT) смесью для генерации нейтронов с энергиями 2,5 и 14 МэВ соответственно). Электроды камеры разделены керамическим изолятором на основе корунда и соединены с емкостным накопителем энергии, обеспечивающим протекание разрядного тока через камеру ПФ. При замыкании коммутатора происходит пробой вдоль поверхности изолятора и формируется токоплазменная оболочка (THO), которая затем отрывается от изолятора и движется вдоль поверхности электродов за счёт давления со стороны пондеромоторных сил и сжимается на оси в пинчевое образование. Пинч является импульссным источником нейтронов от 10^4 до 10^{13} нейтр./имп. [2] в зависимости от амплитуды разрядного тока и состава рабочего газа.

В связи с необходимостью обеспечения полной радиационной безопасности (при работе с DT-смесью), возможности регулировки давления рабочего газа в процессе работы и обеспечения высоких показателей ресурса работы в конструкцию штатных камер ПФ входит генератор газа (ГГ) [3] на основе пористого титана. ГГ используется для хранения рабочего газа в связанном виде в кристаллической решетке титана на время пока камера ПФ находится в нерабочем состоянии. Перед работой ГГ нагревается за счет протекания тока накала через специальный нагреватель, и во внутренний объем камеры ПФ выделяется рабочий газ в необходимом количестве. Использование ГГ позволяет получать камеры ПФ с высоким ресурсом работы (до нескольких тысяч срабатываний) и позволяет регулировать давление рабочего газа уровнем тока накала ГГ, что позволяет регулировать рабочий режимы камер ПФ и соответственно уровень выхода нейтронов. Кривая сохраняемости камеры ПФ, полученная за 13 лет хранения камеры ПФ и периодической проверки ее генерируемого ей нейтронного выхода, показанная на рис. 2, иллюстрирует одно из преимуществ применения ГГ в камере ПФ. Спустя 13 лет хранения камеры, она сохранила работоспособность, не смотря на существенное влияние процесса распада трития.

В целом использование ГГ позволяет изготавливать герметичные камеры П Φ с ресурсом работы в сотни и тысячи срабатываний с сохранением уровня выхода нейтронов и без перезаполнения камер рабочим газом, а также сохраняемость работоспособности камер П Φ в течение более чем 10 лет.



Рис. 2. Ресурсная кривая камеры ПФ с генератором газа

Во ФГУП «ВНИИА» разработана широкая линейка импульсных нейтронных генераторов (ИНГ) на основе камер ПФ с диапазоном выходов от 10^5 до 10^{12} нейтр./имп. гражданского и оборонного назначения. ИНГ применяются для научных исследований (в области мощной импульсной электрофизики и электротехники, физике плазмы, вакуумной технике, регистрации быстропротекающих процессов, материаловедения, физике ионизирующих излучений, газодинамики и др.). Также создан научно-исследовательский комплекс на базе камер ПФ для генерации и изучения рентгеновского излучения, кумулятивных плазменных струй и нейтронов с энергией 2,5 и 14 МэВ [4].

Камеры инерциального электростатического удержания плазмы

Высокий интерес к применению источников непрерывного и частотно-импульсного нейтронного излучения с большим ресурсом работы со стороны представителей горнодобывающей, угольной промышленностей, а также цементной и металлургической отраслей открывают новые перспективы использования генераторов нейтронов с газоплазменными нейтронобразующими мишенями. Отсутствие деградации мишени и высокие показатели ресурса работы [5] дают конкурентное преимущество генераторам нейтронов на базе явления ИЭУП. Подобные устройства представляют собой двух или более электродные газоразрядные камеры, заполняемые также D_2 или DT-смесью, в процессе горения разряда в которых ионы рабочего газа ускоряются к центру сферического или цилиндрического сетчатого катода и совершают колебательные движения через его внутренний объем за счет специальной конфигурации электрического поля. Колеблющиеся ионы, пролетая сквозь сетчатый катод, имеют энергию, достаточную для эффективного протекания реакций ядерного синтеза при их взаимодействии с атомами рабочего газа и ионами горящего в камере ИЭУП газового разряда. На первый план в работе таких устройств выходят прозрачность сетчатого катода, способ наработки ионов, давление рабочего газа, ускоряющее напряжение и ток разряда [6].

Ввиду наличия всех необходимых технологий разработки и создания высоковольтных газоразрядных приборов, а также большой базы наработок и опыта создания газоразрядных источников нейтронного излучения ФГУП «ВНИИА» ведет разработку камер с газоплазменной нейтронобразующей мишенью на базе явления ИЭУП в рамках исследований, направленных на улучшение рабочих характеристик нейтронных генераторов непрерывного и частотноимпульсного нейтронного потока. В ходе разработки создан лабораторный стенд для исследования импульсных режимов работы систем ИЭУП и отпаянная камера ИЭУП для реализации непрерывного режима генерации нейтронного излучения (рис. 3). Лабораторный стенд построен на базе разборной вакуумной камеры 1 и генератора высоковольтных импульсов 2 на базе повышающего импульсного трансформатора. Работа стенда происходит при постоянной прокачке D_2 через непрерывно откачиваемый объем камеры ИЭУП с помощью системы откачки 5, контроль давления обеспечивается манометром 4. 3 – кабель питания стенда. В ходе работы стенда при давлении D2 в диапазоне (0,4–1,2) $\cdot 10^{-1}$ торр, длительностях импульсов (0,1–0,6) мкс, амплитуде импульсов напряжения от 50 до 100 кВ и токовых импульсов от 15 до 60 A и частоте следования импульсов до 320 Гц получены потоки ней тронов до $5 \cdot 10^6$ нейтр./с с энергией 2,5 МэВ при вкладываемой в разряд мощности не более 600 Вт [7].



Рис. 3. Лабораторный стенд (*a*) импульсного ИЭУП и отпаянная камера ИЭУП (*б*)

Отпаянная камера ИЭУП рассчитана на работу в непрерывном режиме с подачей на ее катод постоянного напряжения до 100 кВ и максимальной электрической мощности 1,2 кВт, наработка ионов осуществляется с помощью встроенных ионных источников. При исследовании камеры работа осуществлялась непрерывными циклами по 6–9 часов с постоянным контролем электрических параметров и потока нейтронов. При подаче напряжения в диапазоне (90–100) кВ, токе разряда (6–8) мА и температуре камеры 40 °С камера генерирует (1,0–1,6) ·10⁸ нейтр./с с энергией 14 МэВ.

Заключение

Во ФГУП ВНИИА ведутся работы по созданию и исследованию камер с газоплазменными мишенями как источников импульсного и непрерывного нейтронного излучения. За счет отсутствия твердотельной мишени эти устройства имеют высокие показатели ресурса работы.

Камеры ПФ с генератором газа применяются в составе импульсных нейтронных генераторов с выходами от 10^5 до 10^{13} нейтр./имп. для научных исследований и производственных процессов. Созданный научно-исследовательский комплекс на базе камер ПФ позволяет проводить широкий круг исследовательских работ на камерах ПФ отпаянной конструкции, разборных и с вакуумным вентилем.

Камеры ИЭУП могут работать как в непрерывном, так и в частотно-импульсном режимах работы. Исследования работы данных устройств показали возможность работы с вкладываемыми электрическими мощностями около 1 кВт и обеспечивать генерацию нейтронного излучения с энергиями 2,5 и 14 МэВ.

Литература

[1] Mikhailov Yu V, Prokuratov I A, Lemeshko B D et al. 2022 *Current Applied Physics* **39** DOI: 10.1016/j.cap.2022.03.015.

- [2] Маслов В В, Румянцев В Г, Басманов В Ф и др. 2014 ПТЭ 2 DOI: 10.7868/S00328162-14010297
- [3] Yurkov D I, Lavrenin V A, Lemeshko B D et al. 2021 Instruments and Experimental Techniques 64 825–9
- [4] Официальный сайт ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова» URL: https://vniia.ru/production/ neitronnie-generatory/nauchnie-issledovaniya/neytronnye-generatory-dlya-elementnogoanaliza-veshchestv-i-materialov.php
- [5] Официальный сайт NSD-Gradel-Fusion URL: http://www.nsd-fusion.com/Neutron%20 Generators/
- [6] Miley G H, Murali S K 2014 Springer DOI: 10.1007/978-1-4614-9338-9
- [7] Mikhailov Yu V, Prokuratov I A, Lemeshko B D et al. 2024 Annals of Nuclear Energy 203 DOI: 10.1016/j.anucene.2024.110520

Применение контролируемой газовой среды при низком давлении для кварцевых резонаторов-термостатов

С. В. Ермоленко^{1,2}, С. С. Коломоец^{1,2}

¹ АО Омский научно-исследовательский институт приборостроения, Омск, Россия

²Омский государственный технический университет, Омск, Россия

Аннотация. В работе рассматривается перспективы применения контролируемой газовой среды при давлении меньше атмосферного для заполнения кварцевых резонаторовтермостатов (КРТ). Данный вопрос мало изучен, так как в литературе встречается информация, либо о вакуумированных кварцевых резонаторах, либо заполненных инертным газом при атмосферном давлении. В процессе вакуумирования во внутреннем пространстве герметизированного кварцевого резонатора остаются остаточные газы, в основном пары воды, водород и т. д. и их состав различен. Современная тенденция на уменьшение времени установления частоты кварцевых резонаторов термостатов требует нового подхода к технологии изготовления кварцевых резонаторов термостатов. КРТ изготавливают в герметичных вакуумных корпусах для обеспечения долговременной стабильности частоты и уменьшения потребляемой мощности, это свойственно для КРТ с внутренним термостатированием, но при этом ухудшается равномерность прогрева пьезоэлемента. Поэтому нам необходимо сформировать во внутреннем объёме герметичного КРТ контролируемую газовую среду, для создания специальных условий его работы, например, для улучшения теплопроводности внутренней газовой среды, но при этом должен быть обеспечен достаточный уровень вакуума для обеспечения необходимых параметров КРТ.

Ключевые слова: кварцевый резонатор термостат; контролируемая газовая среда при низком давлении; гелий; аргон

При производстве кварцевых резонаторов широко применяют заполнение различными инертными газами кварцевых резонаторов при их герметизации, для улучшения эксплуатационных свойств. Так, большинство выпускаемых кварцевых резонаторов с пьезоэлементами АТ-среза выпускаются с газонаполненными корпусами. Но для прецизионных кварцевых резонаторов термостатов широкое распространения получили другие кристаллографические срезы кварца, которые обеспечивают лучшие параметры кварцевых генераторов термостатов по сравнению с кварцевыми резонаторами с пьезоэлементами АТ-среза. Для создания КРТ для прецизионных кварцевых генераторов широкое распространение получили пьезоэлементы БТ и ТД срезов кварца. Каждый из этих кристаллографических срезов кварца обладает своими преимуществами друг перед другом, но они имеют небольшой недостаток, такой как зависимость динамического сопротивления кварцевого резонатора этих срезов кварца от давления. На рис. 1 представлена зависимость динамического сопротивления от давления. Как можно видеть, что при давлении более 0,4 мм рт. ст. наблюдается резкое увеличение динамического сопротивление кварцевых резонаторов с пьезоэлементами БТ и ТД срезов, это накладывает ограничение на использование газонаполненных кварцевых резонаторов этих срезов. Создание контролируемой газовой среды в герметичном корпусе кварцевых резонаторов необходимо для оптимизации технологии изготовления кварцевых резонаторов для прецизионных кварцевых генераторов и повышения эксплуатационных характеристик (время выхода на рабочий режим, долговременная стабильность кварцевых резонаторов).

Поиск причин отличия параметров кварцевых резонаторов, изготовленных в одном технологическом цикле с использованием одних и тех же материалов, приводит лишь к вопросу о создании контролируемой газовой среды во внутреннем пространстве герметизированных кварцевых резонаторов по причине уравнивания исходных параметров газовой среды в корпусе резонатора. Так, опыт создания кварцевых резонаторов АТ-среза в вакуумированных и газонаполненных корпусах говорит о том, что применение газонаполненных кварцевых резонаторов оправдывает себя более высоким выходом годных, при соблюдении всего лишь одного условия контроля точки росы применяемых газов. Но как было сказано ранее, кварцевые резонаторы с пьезоэлементами БТ и ТД срезов имеют зависимость динамического сопротивления от давления и поэтому необходимо создать контролируемую газовую среду внутри герметизированных резонаторов с низким давлением по сравнению с атмосферным, то есть не выше 0,4 мм рт. ст.



Рис. 1. Зависимость динамического сопротивления кварцевых резонаторов ТД и БТ срезов от величины давления внутри корпуса [1]

Поиск причин отличия параметров кварцевых резонаторов, изготовленных в одном технологическом цикле с использованием одних и тех же материалов, приводит лишь к вопросу о создании контролируемой газовой среды во внутреннем пространстве герметизированных кварцевых резонаторов по причине уравнивания исходных параметров газовой среды в корпусе резонатора. Так, опыт создания кварцевых резонаторов АТ-среза в вакуумированных и газонаполненных корпусах говорит о том, что применение газонаполненных кварцевых резонаторов оправдывает себя более высоким выходом годных, при соблюдении всего лишь одного условия контроля точки росы применяемых газов. Но как было сказано ранее, кварцевые резонаторы с пьезоэлементами БТ и ТД срезов имеют зависимость динамического сопротивления от давления и поэтому необходимо создать контролируемую газовую среду внутри герметизированных резонаторов с низким давлением по сравнению с атмосферным, то есть не выше 0,4 мм рт. ст.

Создания в корпусе кварцевого резонатора давления меньше или равного 0,4 мм рт. ст. с точки зрения технологии не представляет трудностей, но в процессе откачки объёма кварцевого резонатора изменяется газовый состав остаточных газов и от партии к партии данный состав будет изменяться, в зависимости от начальных условий. Обычно перед заполнением кварцевых резонаторов с газонаполненными корпусами производят вакуумирование с прогревом до 100-120 °C, что позволяет уменьшить количество воды в объёме и улучшить обезгаживание, далее производят напуск инертного газа или их смеси (для придания особых свойств газовой среды) до атмосферного давления, так как эта технология получила широкое применение для изготовления кварцевых резонаторов на параметры которых не влияет давление. Традиционно считается, что для изготовления кварцевых резонаторов термостатов для прецизионных генераторов необходимо внутри создать высокий вакуум, тем самым будут обеспечены наилучшие условия для долговременной стабильности генератора, но при этом вакуум является хорошим теплоизолятором, что имеет двойственное значение для кварцевых резонаторов термостатов. Во-первых, положительное влияние хорошего вакуума на потребляемую мощность для КРТ с внутренним термостатированием. Во-вторых, отрицательно влияет на равномерность прогрева пьезоэлемента, прогрев которого возможен через элементы конструкции или с помощью нагревателей, расположенных на пьезоэлементе, но это не обеспечивает равномерности прогрева пьезоэлемента.

Цель работы проверить влияния контролируемой газовой среды при пониженном давлении относительно нормального атмосферного давления на параметры КРТ такие как: частота, время установления частоты, потребляемый ток КРТ и оценить долговременную стабильность частоты КРТ. В качестве контролируемой газовой среды были выбраны два газа: аргон и гелий, это было сделано специально, так как они обладают различными теплофизическими свойствами.

Для выполнения работы были использованы стандартные КРТ с внутренним термостатированием на 10 МГц, которые выпускаются в АО «ОНИИП».

В начале кварцевые резонаторы подвергались вакуумному отжигу при температуре 150 °С и вакууме порядка $1 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст., что позволяет улучшить обезгаживание, далее производят напуск инертного газа, в нашем случае мы использовали аргон особой чистоты и гелий марки «А», до атмосферного давления, далее производили откачку до необходимого давления, давление контролировалось вакуумметром ВИТ-2 при помощи преобразователя манометрического термопарного ПМТ-2 градуированного по сухому азоту. Далее производили герметизацию кварцевых резонаторов термостатов. При измерении давления других газов, имеющих иную теплопроводность отличную от азота, это следует учитывать путём поправочного коэффициента относительной чувствительности (табл. 1) [2]:

$$p_{\Gamma} = Cp,$$
 (1)
где p_{Γ} – давление газа; p – давление, измеренное датчиком; C – коэффициент относительной

чувствительности теплового вакуумметра.

Табл. 1. Коэффициенты относительной чувствительности тепловых манометрических преобразователей по различным газам

Газ	Воздух	N ₂	\mathbf{H}_2	He	Ne	Ar	CO ₂	CH ₄
С	1,0	1,0	0,67	1,12	1,31	1,65	0,97	0,61

После герметизации КРТ сутки выдерживались при комнатной температуре для стабилизации процессов газообмена внутри КРТ. Далее производили измерения параметров КРТ частоты, тока потребления и времени установления частоты. Далее КРТ помещался в термостат с температурой 85 °C, это необходимо для ускоренного старения, для возможности оценки изменения частоты во времени. После термостата КРТ выдерживались при комнатной температуре не менее 3 часов и вновь производили измерения параметров КРТ, таким образом можно оценить изменение частоты КРТ во времени.

Создавая различное давление аргона и гелия внутри корпуса КРТ при герметизации были получены следующие зависимости, представленные на рис. 2, ноль на оси давлений соответствует высокому вакууму порядка 10^{-5} мм рт. ст. Как видно из представленной зависимости, использование гелия в качестве контролируемой газовой среды позволяет существенно снизить время установления частоты КРТ по сравнению с аргоном. Это связано тем что, гелий обладает самой высокой теплопроводностью из газов, его теплопроводность 0,144 Вт/(м·К) при 25 °С и 0,164 Вт/(м·К) при 80 °С [3], а также ещё одним преимуществом является и инертность гелия, он не оказывает влияния на элементы конструкции кварцевого резонатора негативного воздействия. Оптимальным давлением для использования гелия в качестве контролируемой газовой среды является не менее 0,3 мм рт. ст., а с учётом того, что в КРТ применяются пьезоэлементы БТ и ТД среза то диапазон давлений получается весьма узким для эффективного использования гелия в качестве контролируемой газовой среды и лежит в пределах 0,3...0,4 мм рт. ст.

Но если рассмотреть зависимость тока потребления КРТ давления контролируемой газовой среды, представленной на рис. 3 то можно наблюдать что при давлении более 0,3 мм рт.ст. наблюдается увеличение потребления тока КРТ, что в свою очередь снижает эффект от применения гелия в качестве контролируемой газовой среды.

Так же в рамках работы было проверено влияние применения гелия и аргона в качестве контролируемой газовой среды при пониженном давлении на стабильность частоты КРТ во времени или как ещё данный параметр называют – «старение». Результаты представлены на рис. 4, как видно из представленных графиков наилучшее старение, то есть наименьшее изменение частоты от времени, у вакуумированных КРТ и по мере увеличения давления внутри корпуса КРТ, увеличивается разброс изменения частоты КРТ.



Рис. 4. Изменение частоты КРТ вакуумированных и заполненных газами при различном давлении

Во-первых, было выявлено что применение инертных газов в качестве контролируемой газовой среды при пониженном давлении оказывает положительное влияние на время установления частоты, особенно при применении гелия в качестве контролируемой газовой среды при давлении не ниже 0,3 мм рт. ст. На данный момент – это очень интересная тема для создания КРТ для прецизионных генераторов, используемых в навигационных приборах, а также системах связи, так как время установления частоты генераторов это один из решающих факторов для мобильных систем. Во-вторых, контролируемая газовая среда на ряду с положительным моментом имеет отрицательное влияние на потребление тока КРТ, который увеличился при давлении 0,4 мм рт. ст. на 5 мА, с одной стороны это незначительное увеличение тока потребления, на которое можно не обращать внимание, но необходимо найти баланс между током потребления и временем установления частоты КРТ. В-третьих, увеличение давления внутри корпуса КРТ приводит к увеличению разброса частоты во времени, т. е. увеличению старения. Но данный вопрос остаётся открытым так как его необходимо более детально рассмотреть, и для этого недостаточно данных.

Представленная работа открывает возможности проектирования КРТ для изготовления кварцевых генераторов-термостатов с более высокими эксплуатационными характеристиками, которые могут широко применяться в мобильных системах связи и системах навигации.

Литература

- [1] Ермоленко С В 2023 Техника радиосвязи 2 (57) 83-7
- [2] Иванов В И, Соколова Е В 2016 Вакуумная техника. Лабораторный практикум: Учеб. метод. пособие (Санкт-Петербург, Университет ИТМО) 40
- [3] Варгафтик Н Б, Филиппов Л П, Тарзиманов А А и др. 1990 Справочник по теплопроводности жидкостей и газов (Москва, Энергоатомиздат) 352

Вакуумные испытания внутрикамерных компонентов ИТЭР на примере прототипа панели первой стенки

Д. А. Киселев¹, А. Н. Маханьков¹, С. Н. Мазаев¹, В. А. Васильев¹, Н. В. Монтак¹, А. А. Герваш¹, Д. А. Глазунов¹, С. В. Бобров¹, А. Б. Путрик²

¹ АО «НИИЭФА», Санкт-Петербург, Россия ² Частное учреждение "ИТЭР-Центр", Москва, Россия

E-mail: kiselevd@sintez.niiefa.spb.su

Аннотация. В работе рассмотрены проблемы при проведения вакуумных испытаний прототипа панели первой стенки ИТЭР и описаны результаты этих испытаний. Предложен метод уменьшения фонового потока гелия в вакуумной камере во время горячих гелиевых испытаний с помощью геттерных газопоглотителей водорода. Модифицирован метод гелиевого мешка для локализации течи на участке трубопровода. В результате чего были успешно проведены вакуумные испытаний прототипа панели первой стенки ИТЭР.

Ключевые слова: ИТЭР; панель первой стенки; течеискание; метод вакуумной камеры; геттерные газопоглатители; горячие гелиевые испытания; ННLТ

Введение

Международный термоядерный экспериментальный реактор (ИТЭР) – это реактор, строящийся в настоящий момент во Франции в Кадараше. Главная цель строительства реактора ИТЭР – это демонстрация научной и технической осуществимости термоядерной энергетики. В основе реактора ИТЭР лежит принцип получения энергии с помощью синтеза изотопов водорода в плазме с температурой выше 100.10⁶ °C.

Внутрикамерные компоненты (ВКК) ИТЭР включают в себя дивертор и панель первой стенки (ППС), к этим элементам реактора международная организация (МО) ИТЭР применяет наиболее серьезные требования герметичности. Данная работа посвящена вакуумным испытаниям прототипа панели первой стенки.

Первая стенка – один из основных внутрикамерных компонентов ИТЭР, который непосредственно соприкасается с плазмой, температура которой достигает 150·10⁶ °C, и служит для защиты вакуумной камеры от ее воздействия. Вследствие этого, к ней предъявляются высокие требования по механической прочности, вакуумной плотности, тепло- и электропроводности, жаропрочности и стойкости к термическим нагрузкам, а также радиационной стойкости.

В соответствии с соглашением о поставке, Российской Федерации необходимо изготовить и поставить 179 ППС, что составляет порядка 40 % от общего количества панелей.

ППС представляет из себя многослойную конструкцию с каналами водяного охлаждения (рис. 1) и состоит из массивного основания из нержавеющей стали, на которое устанавливаются обращённые к плазме элементы (ОПЭ) (рис. 2). Каждый ОПЭ состоит из корпуса из нержавеющей стали, к которому лазерной сваркой приварена биметаллическая бронзово-стальная крышка, бронзовая поверхность крышки покрыта защитной облицовкой. Тепло от ППС отводится с помощью воды, циркулирующей по охлаждающим каналам с расходом 9,125 кг·с⁻¹ и давлением 4 МПа, с температурой на выходе из ППС 110 °С. Суммарно все ВКК ИТЭР имеют более 100 км сварных швов, при этом уровень вакуума в реакторе должен быть не хуже 10⁻⁶ Па. Такой уровень вакуума и сверхвысокие тепловые нагрузки вместе с огромной протяженностью сварных швов обуславливают необходимость проведения испытаний ППС, имитирующих

условия внутри вакуумной камеры ИТЭР. Причем одинаково важен контроль, как обычных сварных швов, так и биметаллического соединения бронзы с нержавеющей сталью, полученного методом горячего изостатического прессования.



Рис. 1. Панель первой стенки на столе вакуумной камеры



Рис. 2. Обращённый к плазме элемент панели первой стенки

Основная сложность при проведении вакуумных испытаний заключалась в выполнении специфических требований, предъявляемых международной организацией ИТЭР [1]. В первую очередь к этим требованиям относится достижение допустимого значения фонового уровня потока гелия в вакуумной камере во время испытаний, позволяющего обеспечить требуемый уровень регистрации натекания гелия при нагреве ППС до 250°С. Необходимость испытаний при температуре 250 °С, вызвана тем, что при данной температуре находятся все ВКК реактора, например, при обезгаживании.

В данной работе рассмотрены вакуумные испытания прототипа ППС, проблемы, возникшие в ходе их проведения и пути решения этих проблем.

Установка для вакуумных испытаний

Основные элементы установки для вакуумных испытаний: установочный стол вакуумной камеры, крышка камеры, форвакуумный и турбомолекулярный насосы, две системы вакуумной откачки, промышленная воздуходувка и нагреватель потока воздуха для осушения каналов охлаждения, блок с геттерными газопоглотителями, баллонная рампа. Так же специалистами АО «НИИЭФА» был изготовлен нагреватель с инфракрасными лампами для нагрева прототипа ППС. Газовакуумная схема установки представлена на рис. 3.



Рис. 3. Газовакуумная схема установки вакуумных испытаний: ВК – вакуумная камера; СВО – система вакуумной откачки; ТМН – турбомолекулярный насос; ФН – форвакуумный насос; ГГП – геттерные газопоглотители; ГТИ – гелиевый течеискатель; КГТ – калибровочная гелиевая течь; ГА – газоанализатор; ВД – промышленная воздуходувка; ТО – теплообменник; Н – нагреватель; ДВ – датчик влажности; Не – баллон с гелием; ТП – термопара;

ДД – датчик давления; ДВ – датчик вакуума; К – клапан

Вакуумные испытания

Вакуумные испытания на герметичность проводились методом вакуумной камеры: прототип ППС помещался в объем вакуумной камеры, каналы охлаждения откачивались и в них напускался гелий до рабочего давления 4 МПа на время не менее двойного времени отклика течеискателя, но, как минимум, на 15 мин. Гелий регистрировался подключенным к объему вакуумной камеры течеискателем. Во время серии испытаний происходило несколько подъемов давления гелия при комнатной температуре и при температуре прототипа ППС 250±20 °C. Схема испытаний представлена на рис. 4.



Рис. 4. Схема вакуумных испытаний прототипа ППС

Данная методика испытаний была разработана и испытана на токамаке Tore Supra [2]. Перед началом испытаний необходимо было удалить всю воду, оставшуюся после гидравлических испытаний и просушить каналы охлаждения, так как вода могла остаться в микротрещинах металла и, таким образом, закупорить возможные микро-течи. Следовательно эти микро-течи могут быть не обнаружены при испытаниях, однако при использовании в токамаке это приведет к невозможности достичь допустимого уровня вакуума в вакуумной камере ИТЭР. После осушения внутренних каналов проводилось обезгаживание прототипа ППС для удаления остаточных газов (в основном водорода) из объема металла ППС при температуре от 200 °C при уровне вакуума не хуже чем $3 \cdot 10^{-1}$ Па. По требованию МО ИТЭР время обезгаживания должно составлять минимум 24 ч, однако часть этого времени можно было набрать во время подготовки и проведения вакуумных испытаний при повышенной температуре. Для достижения необходимого значения фонового уровня гелия время обезгаживания прототипа ППС составило 60 ч. Во время обезгаживания температура прототипа ППС достигала 340 °C. Во время гелиевых испытаний использовались газопоглотители на основе сплава Ti-Zr-Al.

Необходимо отметить, что во время испытаний с подъемом температуры на фоновый уровень гелия также влияет поток водорода из объема металла прототипа ППС из-за особенностей конструкции масс-спектрометрической ячейки течеискателя. В дальнейшем сигнал течеискателя, на который может влиять поток водорода, мы будем называть фоновым потоком гелия. Во время самих испытаний фоновый уровень потока гелия в вакуумной камере не должен превышать $7 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·c⁻¹ в эквиваленте по воздуху; а максимально допустимое натекание гелия для холодных испытаний $1 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·c⁻¹ и $5 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·c⁻¹ для горячих испытаний, в эквиваленте по воздуху, соответственно. Так же во время испытаний рассчитывается реальная чувствительность вакуумной системы с течеискателем по формуле (1).

$$S_{test} = \frac{S_{mini} \times V_{ref}}{S_{ref} - S_{Back}},\tag{1}$$

где S_{mini} – минимально определяемая течь; V_{ref} – величина калибровочной течи; S_{ref} – сигнал полученный течеискателем от калибровочной течи; S_{Back} – фоновый уровень гелия, регистрируемый течеискателем.

Результаты вакуумных испытаний

Во время серии вакуумных испытаний при комнатной температуре прототипа ППС максимальный фоновый поток гелия в объеме вакуумной камеры составил $5,9 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·c⁻¹ в эквиваленте по воздуху, во время испытаний с нагревом прототипа ППС до 250 ± 20 °C максимальный фоновый поток гелия составил $6,0 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·c⁻¹, с применением геттерных газопоглотителей водорода. Во время всей серии испытаний превышения требований натекания гелия из прототипа ППС в объем вакуумной камеры зафиксировано не было, наихудшее значение рассчитанной чувствительности течеискателя составило $7,7 \cdot 10^{-12}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху. Уровень вакуума в объеме вакуумной камеры во время вакуумных испытаний не превышал $1 \cdot 10^{-3}$ Па.

Проблемы, возникшие в ходе вакуумных испытаний

Во время проведения первых гелиевых испытаний при комнатной температуре прототипа ППС была зафиксирована незначительная течь, не превышающая допустимые требования герметичности МО ИТЭР, приблизительное значение натекания составило $3 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·c⁻¹. После проведения цикла обезгаживания натекание увеличилось до порядка 10^{-8} Па·м³·c⁻¹, что является недопустимым показателем герметичности. После вскрытия вакуумной камеры и локализации течи выяснилось, что она находилась в оснастке, а именно в переходнике для подачи гелия в каналы охлаждения, на конусном участке утонения диаметра переходника до диметра патрубка ввода в каналы охлаждения прототипа ППС. Важно заметить, что конусная часть переходника оснастки не была сварной, что значительно усложнило поиск течи, так как в первую очередь на герметичность проверяются сварные швы.

Для локализации течи последовательно применялся метод гелиевого мешка, таким образом удалось локализовать область переходника оснастки, однако на нем находилось несколько сварных швов, из-за чего конкретное место течи было трудно обнаружить вследствие характера течи. Нами был модифицирован метод гелиевого мешка для поиска течи на поверхности металла без видимых швов: на открытый участок переходника оснастки наматывается пористая ткань в несколько слоев, поверх ткани наматывается полиэтиленовая пленка, таким образом, что бы ткань была закрыта со всех сторон от атмосферы, после чего гелиевым пистолетом с иглой на конце протыкается полиэтиленовая пленка и подается давление гелия в область с пористой тканью. Этот способ помог локализовать конусную область места утонения диметра переходника оснастки. После чего данная область была обварена по поверхности течи, по всему диаметру переходника. После нахождения и устранения течи цикл гелиевых испытаний прототипа ППС был начат заново.

Еще одной проблемой являлась продолжительность обезгаживания: вместо требуемых МО ИТЭР 24 ч допустимый фон гелия в вакуумной камере удалось получить только за 60 ч. Причем обезгаживание проходило при значительно больших температурах, чем того требовало МО ИТЭР, для ускорения выхода водорода из металла – максимальная температура прототипа ППС достигала 340 °C.

Однако даже после 60 ч обезгаживания фоновый уровень потока гелия в вакуумной камере был выше чем $1 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·c⁻¹ в эквиваленте по воздуху, поэтому для снижения фонового уровня потока гелия были применены газопоглотители в виде нераспыляемых геттеров водорода Ti-Zr-Al, которые после их активации дополнительно откачивают водород, что позволило правильно регистрировать течеискателем фоновый уровень потока гелия в объеме вакуумной камеры. Уровень молекулярного водорода влияет на показания течеискателя вследствие особенностей конструкции последнего и схожести атомарных масс молекулы водорода и атома гелия. Так как течеискатель представляет собой масс-спектрометр, настроенный на атомарную массу гелия-4, а атомарные массы молекул водорода и атомов гелия схожи, то большое газовыделение водорода из объема металла прототипа ППС вносит вклад в фоновый уровень потока гелизить регистрируемый фоновый уровень потока гелия до требуемого уровня 7.10⁻¹¹ Па·м³·c⁻¹, после чего стало возможным успешное проведение серии вакуумных испытаний.

Заключение

В докладе рассмотрены основные проблемы, возникшие в ходе проведения вакуумных испытаний прототипа ППС для токамака ИТЭР, а также приведены данные результатов этих испытаний. В ходе испытаний прототипа ППС удалось добиться, требуемого МО ИТЭР, фонового уровня гелия в объеме вакуумной камеры с помощью геттеров водорода, а так же локализовать, найти и устранить течь в оснастке для подачи давления гелия в каналы охлаждения прототипа ППС, в результате вакуумные испытания ППС были успешно проведены в соответствии со всеми требованиями МО ИТЭР.

Благодарности

Работа выполнена в рамках договора на выполнение НИОКР «Разработка технологии и опытное изготовление элементов центральных сборок дивертора и панелей первой стенки и проведение тепловых испытаний элементов дивертора для реактора ИТЭР в 2023 году» № 17706413348230000070/48-23/01 от 30.05.2023 г.

Литература

[1] Pearce R, Worth L 2019 ITER Vacuum Handbook 25 33-8

[2] Chantant V M, Lambert R, Gargiulo L et al. 2015 Fusion Engineering and Designs 98–99 1250–5

Перспективное вакуумное пучково-плазменное оборудование для реализации процессов модификации поверхности металлических материалов

Н. Н. Коваль

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

E-mail: koval@hcei.tsc.ru

Аннотация. Рассмотрены схемы построения, особенности конструкции, основные параметры и технологические возможности ряда новых электронно-ионно-плазменных установок, предназначенных для модификации поверхности материалов и изделий с целью улучшения их физическо-механических и эксплуатационных свойств. Установки перспективны для использования в передовых отраслях современной промышленности.

Ключевые слова: разряды низкого давления; низкотемпературная плазма; элионное азотирование; электронный пучок; комплексная пучково-плазменная обработка

Увеличение прочности и коррозийной стойкости поверхности материалов и изделий позволяет не только продлить их срок службы, но и сократить ресурсо- и энергопотребление, т. к. в большинстве случаев отпадает необходимость в изготовлении деталей из высоколегированных и труднообрабатываемых сталей и сплавов, а функциональные свойства тонкого поверхностного слоя модифицированной поверхности зачастую превосходят свойства цельнометаллического немодифицированного изделия.

В последние годы, наряду с такими традиционными, широко используемыми методами модификации поверхности как: закалка, наклёп, диффузионное насыщение элементами замещения, электролитические и газодинамические методы нанесения защитных и упрочняющих покрытий и другими, всё больше и успешнее используются новые комбинированные электрофизические вакуумные методы, сочетающие в едином технологическом цикле несколько эффективных пучково-плазменных способов обработки поверхности [1, 2]: плазменная очистка и активация, азотирование, карбонитрирование, борирование, импульсное пучковое и плазменное воздействие и другие, когда эффекты такой комплексной обработки приводят к кратному повышению твёрдости, износо- и коррозионной стойкости, улучшению трибологических свойств поверхности, а, соответственно, и повышению срока службы изделий в целом [3].

В данной работе рассмотрены принципы действия, особенности конструкций, основные характеристики и примеры применения нескольких плазменных, пучковых и пучковоплазменных вакуумных установок, в основе которых лежит использование разрядов низкого давления для генерации плотной низкотемпературной плазмы, которая используется как для непосредственной обработки поверхности помещённых в неё материалов и изделий, так и в качестве среды, эмитирующей заряженные частицы, которые после ускорения также используются для модификации поверхности с целью улучшения её функциональных свойств.

В новой установке «ЭЛИОН» с объёмом вакуумной камеры 0,5 м³, оснащённой протяженным электродуговым плазмогенератором на основе несамостоятельного разряда низкого давления, генерируется однородная низкотемпературная газовая аргоновая и азотная плазма с концентрацией 10^9-10^{11} см⁻³, в которой производится очистка, активация и азотирование поверхности сталей и сплавов (рис. 1).

Образцы и детали располагаются на столе-манипуляторе планетарного типа, на который попеременно подаётся положительное или отрицательное смещение десятки-сотни вольт. Задавая длительность импульсов смещения и частоту их следования реализуется режим элионного азотирования материалов [4], когда во время положительного смещения производится разогрев образцов или изделий до требуемой температуры в диапазоне 300–600 °C за счёт их бомбардировка ровки электронами, а затем, при переключении полярности, осуществляется бомбардировка обрабатываемых материалов ионами атомарного азота, которые диффундируют вглубь образцов, т.е. происходит азотирование поверхности. Глубина азотирования, структура поверхностного слоя и его твёрдость зависят от материала, режима обработки, времени и температуры образцов и лежат в диапазоне от единиц до сотен микрометров по глубине, где твёрдость может возрастать до двух раз от исходной. Описанный и реализованный метод элионного электродугового азотирования имеет ряд преимуществ перед традиционным методом азотирования в плазме тлеющего разряда, что делает его перспективным для промышленного применения.



Рис. 1. Внешний вид вакуумной ионно-плазменной установки «ЭЛИОН»

Модернизированная вакуумная электронно-пучковая установка «СОЛО-М» [5, 6] создана для изучения и отработки процессов импульсной обработки поверхности металлических материалов и изделий электронным пучком, площадь сечения которого на образце достигает 30 см² (рис. 2). Размеры вакуумной рабочей камеры установки составляют $600 \times 500 \times 400$ мм. Установка оснащена столом-манипулятором, позволяющим перемещать образцы и изделия под пучком на площади 20×20 см².



Рис. 2. Схема источника электронов «СОЛО»: *1* – поджигающий электрод; *2* – катод; *3* – анод; *4* – эмиссионная сетка; *5* – ускоряющий электрод; *6* – труба дрейфа; *7* – магнитные катушки; *8* – диафрагма; *9* – коллектор

По совокупности полученных основных параметров: ток пучка до 500 А, длительность импульсов 10–1000 мкс, ускоряющее напряжение до 30 кВ установка «СОЛО-М» превосходит известные аналоги, что позволяет проводить материаловедческие исследования в ещё неосвоенном диапазоне плотностей энергии и плотностей мощности пучка, получая новые научные и научнотехнические результаты, представляющие интерес не только для науки, но и для технологий.

Установка «КОМПЛЕКС» [7, 8] сочетает возможности ионно-плазменной и электроннопучковой обработки в едином вакуумном цикле (рис. 3). Установка состоит из двух вакуумных камер с объёмом по 0,2 м³ каждая, которые разделены жалюзным шиберным затвором и откачиваются единой вакуумной системой на основе турбомолекулярного насоса. Манипулятор позволяет перемещать обрабатываемые образцы и изделия из одной вакуумной камеры в другую, где последовательно происходят циклы напыления покрытий толщиной до нескольких микрометров и затем электронно-пучкового миксинга покрытий с подложкой для получения микросплавов. Общая толщина формируемого таким образом функционального слоя может достигать десятков микрометров, а его свойства зависят от элементного и фазового состава, которые могут изменяться в зависимости от требований к покрытиям.



Рис. 3. Структурная схема установки «КОМПЛЕКС»: 1 – блок дугового разряда;
2 – блок поджига; 3 – перераспределяющий электрод; 4 – эмиссионная сетка; 5 – ускоряющий электрод; 6, 8 – соленоиды; 7 – диафрагма; 9 – манипулятор для обработки электронным пучком; 10 – вакуумная камера для обработки электронным пучком; 11 – магнетрон;
13 – генератор газовой плазмы; 15 – дуговой испаритель; 12, 14, 16 – блоки питания;
17 – вакуумная камера для напыления; 18 – манипулятор для напыления; 19 – шибер;
20 – блок переключения; 21 – блок смещения

В заключении приведено краткое описание новой установки «ВЭИПС» [9] (вакуумный электронно-ионно-плазменный стенд) для in situ исследования процессов модификации поверхности материалов с использованием синхротронного излучения (рис. 4). Стенд оснащён несколькими источниками плазмы и источником электронного пучка, что позволяет оптимизировать процессы модификации поверхности, отслеживая изменения структуры формируемых слоёв и покрытий в процессе их роста, используя анализ рентгенограмм, получаемых с поверхности при воздействии на неё синхротронного излучения. Это позволяет за счет оптимизации режимов обработки существенно сократить время разработки новых технологических процессов целенаправленной модификации поверхности материалов электрофизическими методами.



Рис. 4. Схема расположения основных узлов установки «ВЭИПС» для in situ с использованием синхротронного излучения исследования процессов электронно-ионно-плазменной модификации поверхности материалов и изделий

Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 24-69-00074) https://rscf.ru/project/24-69-00074/

Литература

- [1] Ахмадеев Ю Х, Денисов В В, Иванов Ю Ф и др. 2016 Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов (Томск, Изд-во НТЛ) 312
- [2] Денисова Ю А, Иванов Ю Ф, Иванова О В и др. 2016 Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки сплавов (Томск, Изд-во НТЛ) 304
- [3] Иванов Ю Ф и др. 2017 Разработка физических основ комплексного электронно-ионноплазменного инжиниринга поверхности материалов и изделий – Наукоемкие технологии в проектах РНФ. Сибирь (Томск, Изд-во НТЛ) 5–35
- [4] Ереско С П, Иванов Ю Ф, Лопатин И В и др. 2023 *Сибирский аэрокосмический журнал* **24** 1 168–76
- [5] Воробьев М С, Москвин П В, Шин В И и др. 2021 ПЖТФ 47 10 38–41
- [6] Moskvin P V, Devyatkov V N, Vorobyov M S et al 2021 *Vacuum* **191** 110338
- [7] Коваль Н Н, Иванов Ю Ф, Девятков В Н и др. 2020 Изв. ВУЗов. Физика 63 10(754) 174–83
- [8] Teresov A D, Shugurov V V, Devyatkov V N et al 2018 Electrotechnica and Electronica 53 7-8 171–76
- [9] Ivanov Y F, Akhmadeev Y H, Prokopenko N A 2023 Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 87 2 262-68

Исследование применимости турбомолекулярных насосов для разделения газовых смесей

В. В. Косьянчук

Лаборатория наномеханики, Научно-исследовательский институт механики Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова, 119192, Москва, Россия

E-mail: vasiliy ksnk@mail.ru

Аннотация. В работе численно исследуется возможность использования устройства, схожего по принципу действия с турбомолекулярным насосом для разделения газовых смесей. Гипотеза подтверждена расчетами. Исследовано влияние основных параметров устройства (скорость вращения, размеры лопаток, количество турбин, угол наклона лопаток) на эффективность разделения.

Ключевые слова: турбомолекулярный насос; газовая смесь; разделение газов

1. Введение

Турбомолекулярный насос, представляющий собой множество последовательно соединенных вращающихся турбин, получил практическое применение относительно давно [1] и активно используется для создания высокого и сверхвысокого вакуума. При этом известно [2]–[4], что эффективность насоса сильно зависит от молекулярной массы рабочего газа. Предыдущие работы автора показывают, что при течении разреженной смеси газов в похожих устройствах может наблюдаться эффект разделения смеси [5], [6]. В данной работе проведено численное исследование течения газа через систему вращающихся турбин в широком диапазоне чисел Кнудсена. Изучается плоская постановка, представляющая собой упрощенную версию турбомолекулярного насоса (ТБН). Для моделирования используется собственная реализация метода прямо статистического моделирования Монте Карло (ПСМ).

2. Постановки задач

В работе изучается течение неон-аргоновой смеси газов через систему турбин, подвижных роторов (серым) и неподвижных статоров (черным), в плоской постановке (рис. 1).



Рис. 1. Постановка задачи

Турбина представляет собой ряд наклонных бесконечно тонких пластин. На вход подается 50 % смесь неона и аргона. Исследуется коэффициент разделения *s* в устройстве, определяе-

мый как отношение числовых потоков компонент (неона и аргона) на выходе из системы в установившемся режиме течения. По аналогии с турбомолекулярным насосом задача определяется числом Кнудсена Kn, характеризующим степень разреженности газа, скоростью вращения лопаток U, наклоном роторов и статоров α , количеством секций N, а также относительной длиной лопаток L/H.

3. Метод решения

В работе использовался хорошо известный подход прямого статистического моделирования Монте-Карло (ПСМ) [7]. Большая часть расчетов проведена в свободномолекулярном режиме. В случае более плотных режимов, учитывающих столкновения между молекулами, использовалась модель твердых сфер (Hard Spheres/HS), а пары для столкновения выбирались на основе подхода без счетчика времени [5]. Взаимодействие молекул газа со стенками описывалось диффузным рассеянием. Расчет проводился на квадратная сетка с размером d = H/30 и шагом по времени равным $\Delta t = d/4c$, где c – характерная тепловая скорость молекул смеси. В расчетах на входной границе использовалось 200 модельных частиц на ячейку.

4. Результаты

На рис. 2 представлены результаты, указывающие на наличие эффекта разделения в системе. В левой части представлена зависимость коэффициента разделения *s* и нормированного расхода J/J_0 (где J_0 - эталонный расход в системе без лопаток в свободномолекулярном режиме течения) от скорости роторов *U* в системе с N = 3 секциями, вертикальными статорами ($\alpha_s = 0$) и разными углами наклона роторов – $\alpha_r = 0$. Как видно, увеличение скорости роторов предсказуемо снижает расход, поскольку устройство работает в режиме «против потока» ($\alpha_r > 0$) – турбины качают газ в направлении, противоположном перепаду давлений. Однако основной результат заключается в том, что вращение турбин приводит к эффекту разделения – увеличению коэффициента разделения *s*. Более того, зависимомсть эффекта от скорости роторов *U* немонотонна. Далее результаты будут приводиться только до критического значения U_{cr} , после которого коэффициент разделения начинает снижаться.



Рис. 2. (Слева) зависимость коэффициента разделения *s* и потока *J* от скорости вращения роторов *U* при Kn = 10, N = 3, L/H = 1 и разных углах наклона лопаток α . (Справа) Те же данные в осях J - s, где каждая точка соответствует отдельному значению скорости *U*

На рис. З представлена зависимость эффективности устройства (значений J, s) от основных параметров устройства – $Kn, N, L/H, \alpha$ (помимо скорости U). Результаты показывают, что на качественном уровне все основные параметры демонстрируют схожее влиянием. Их увеличение приводит к росту коэффициента разделения и уменьшению потока, и наоборот. Таким образом, варьируя данные параметры можно добиться необходимого соотношения основных характеристик разделения.

5. Заключение

Результаты моделирования показывают, что работа турбомолекулярного насоса может приводить к разделению газов, когда насос работает в противопоточном режиме, т.е. качает газ против основного потока, вызванного перепадом давлений. Показано, что основные параметров устройства: скорость вращения лопаток, угол их наклона, их длина, количество секций в насосе, степень разреженности газа, имеют схожее качественное влияние. Их увеличение приводит к росту коэффициент разделения, но снижению потока, а их увеличение приводит к обратному эффекту.



Рис. 3. (Слева) Зависимость коэффициента разделения *s* и потока *J* при различных скоростях вращения роторов *U* (разные точки) от: угла наклона лопаток α (сверху-слева), количества секций *N* (сверху-справа), длины лопаток *L/H* (снизу-слева) и числа Кнудсена *Kn* (снизу-справа)

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 23-71-10057) с использованием ресурсов МСЦ РАН.

Литература

- [1] Becker W 1966 Vacuum 16 625–32
- [2] Sharipov F 2010 Journal of Vacuum Science & Technology A 28 1312–15
- [3] Chen Z et al. 2023 *Machines* **11** 517
- [4] Han B, Huang Z, Le Y 2017 Vacuum 142 96–105
- [5] Kosyanchuk V 2023 Physics of Fluids **35** 082001
- [6] Kosyanchuk V 2022 Physics of Fluids 34 102006
- [7] Берд Г Молекулярная газовая динамика (Москва) 391

К вопросу о хладопроизводительности азотного экрана в термовакуумной камере

А. Ю. Кочетков¹, П. Г. Смирнов², А. А. Филатов²

¹ АО «НПО Лавочкина», Химки, Российская Федерация ² АО «НПО Гелиосфера», Санкт-Петербург, Российская Федерация

E-mail: KochetkovAIU@laspace.ru

Аннотация. В работе рассматривается вопрос об проектировании азотного экрана термовакуумной камеры, оснащённой имитатором Солнца, для случая проведения её аттестации в соответствии с ГОСТ Р 8.568. При проведении аттестации в термовакуумную камеру не загружается испытуемое изделие, при этом на часть азотного экрана, на которую попадает световой поток от имитатора Солнца подвергается повышенным тепловым нагрузкам, что может сказаться на ухудшении его метрологических характеристик. В данной работе рассматривается вопрос проектирования азотного экрана таким образом, чтобы его характеристики с загрузкой изделия и без загрузки изделия удовлетворяли заданным требованиям. В работе представлены результаты математического моделирования ситуации повышенного теплового потока на азотный экран и даны рекомендации по проектированию азотного экрана, удовлетворяющего предъявляемым требованиям.

Ключевые слова: термовакуумные испытания; термовакуумная камера; азотный экран

ГОСТ 8.568 устанавливает основные положения и порядок проведения аттестации испытательного оборудования, в том числе и термовакуумных камер (ТВК). Одним из требований этого стандарта является то, что аттестация должна проводиться без закруженного испытуемого объекта испытаний.

При проведении аттестации ТВК, оборудованной Имитатором Солнца (ИС) возникает ряд сложностей, связанных с тем, что весь тепловой поток Q=1400 Вт/м2 от ИС падает на часть азотного экрана в зоне пятна. В тоже время, при проведении испытаний основная часть энергетического потока от ИС должна попадать на объект испытаний.

Это требование накладывает на конструкцию азотного экрана дополнительные требования по хладопроизводительности, так как необходимо поглотить большую тепловую мощность, в нашем случае, эта энергия будет составлять 1400 Вт/м2.

Это значит, что необходимо делать азотный экран в зоне солнечного пятна с повышенной хладопроизводительностью, так как обычная хладопроизводительность азотного экрана не превышает 1000 Вт/м2. То есть необходимо иметь отдельную секцию азотного экрана в зоне пятна, что должно быть отражено на этапе проектирования.

На рис. 1 представлена диаграмма распределения температур при облучении профиля, из которого собирается азотный экран потоком от ИС.

Поскольку азотный экран должен иметь температуру любой своей точки не выше определённой величины, которая задаётся на этапе проектирования, в нашем случае она должна составлять не более 98 К. И при повышенном тепловом потоке это требование также должно выполняться.

В технике термовакуумных камер известны различные конструкции азотных экранов. Поскольку в данной статье рассматривается принципиальный вопрос о повышении хладопроизводительности азотных экранов, рассмотрим простейший азотный экран, основу которого составляет профиль из алюминиевого сплава типа «перо». Внешний вид профиля представлен на рис. 1. Предварительные оценки показывают распределение температуры по этому профилю при воздействии на него равномерного светового потока, плотностью 1400 Вт/м2 от ИС. Как



видно из графика, температура на краях профиля будет составлять 103 К. что выходи за допустимый предел 98 К.

Рис. 2. Профиль усовершенствованного азотного экрана

Координата, мм

В процессе работы азотного экрана, азот, прокачиваемый по каналам профиля, будет воспринимать тепло, падающее на экран и нагреваться от температуры 77 К до предельно допустимой и выше, вплоть до 98 К. Избежать этой ситуации можно путём повышения расхода жидкого азота, прокачиваемого через экран, но тогда это приведёт к перерасходу жидкого азота а других частях экрана, где нет светового пятна, так как питание осуществляется от одного источника. На рис. 2 представлено решение проблемы перегрева азотного экрана путём уменьшения ширины ребра и соответственно увеличения количество каналов с жидким азотом.

Спроектированный таким образом азотный экран позволяет увеличить количество прокачиваемого жидкого азота через его локальный участок, на который падает световой поток от ИС, не увеличивая при этом расход жидкого азота на остальных участках азотного экрана. Данный подход позволяет проектировать азотные экраны для ТВК с дифференцированной хладопроизводительностью не меняя принципиально конструкцию экрана, а лишь изменяя количество стандартных элементов в нём.

Рассмотрим процесс работы азотного экрана при подаче на него тепловой нагрузки более подробно. Для охлаждения криоэкранов через канал ламели (рис. 1) подается жидкий азот. Подача азота может осуществлять как принудительно, так и за счет эффекта «парлифта».

Тепло, подводимое к лепесткам ламели, идет на испарение азота, т.е. для охлаждения криоэкранов используется теплота парообразования [1]. При этом жидкий азот на стенке трубы начинает кипеть при температуре, равной температуре насыщения. Так как давление в трубах близко к атмосферному, то температура кипения азота равна ~77К. При этом температура лепестков ламели, при достаточной толщине ребер, будет близка к температуре кипения азота.

Расход азота через панели должен обеспечиваться большим, чем расход на полное испарение. Это необходимо для того, чтобы в трубах криоэкранов не образовывались участки с полностью газообразным азотом.

Массовый расход выкипающего жидкого азота определяется через удельную теплоту парообразования.

$$q = \frac{Q}{r} \tag{1}$$

где Q – тепловой поток, поглощенный криопанелью, кВт; r – удельная теплота парообразования азота, кДж/кг.

Если принять допущение, что весь падающий тепловой поток идет на испарение азота, то для потока 1400 Вт/м² расхода азота на испарение составит 7 г/(сек*м²). Для камеры ВК48 в случае пятна с размерами 4000х6000 мм расход испаряющегося азота составит 168 г/сек.

Очевидно, что расход азота, циркулирующего через криоэкраны должен быть больше расхода, посчитанного по (1). По опыту проектирования принимается значение 3-5 раз. При этом характерные скорости в каналах ламелей будут составлять: для чистой жидкой фазы ~0.1 м/с, для парогазовой смеси ~2-5 м/с.

Произведем оценку коэффициента теплоотдачи при течении кипящего азота в каналах ламели. При вынужденном течении кипящей жидкости при температуре насыщения коэффициент теплоотдачи определяется как [2]:

$$\alpha = \{\alpha_w, \operatorname{при} \frac{\alpha_b}{\alpha_w} \le 0.5 \ \frac{4\alpha_w - \alpha_b}{5\alpha_w - \alpha_b}, \operatorname{при} 0.5 < \frac{\alpha_b}{\alpha_w} \le 2 \ \alpha_b, \operatorname{прu} \frac{\alpha_b}{\alpha_w} > 2$$
(2)

где α_b – коэффициенте теплоотдачи при кипении в большом объеме жидкости, Вт/(м²*K); α_w - коэффициент теплоотдачи при турбулентном течения однофазной жидкости в трубе, Вт/(м²*K).

Коэффициенте теплоотдачи при кипении в большом объеме жидкости

$$\alpha_b = 0.075 \left[1 + 10 \left(\frac{\rho_g}{\rho_g + \rho_l} \right)^{2/3} \right] \cdot \left(\frac{\lambda^2}{\nu \sigma T_s} \right)^{1/3} \cdot q^{2/3}$$
(3)

где ρ_g – плотность пара, кг/м³; ρ_l - плотность жидкости, кг/м³; λ - теплопроводность жидкости, Вт/(м*К); ν - кинематическая вязкость жидкости, м²/с; σ - коэффициент поверхностного натяжения, Н/м; T - температура насыщения, К; q - средний тепловой поток, Вт/м².

Коэффициент теплоотдачи при течении однофазной жидкости в трубе определяется из критериального уравнения [2]:

$$Nu = 0.021 \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{0.43} \cdot \left(\frac{Pr}{Pr_{wall}}\right)^{0.25}$$
(4)

При оценке коэффициента теплоотдачи по (4) будет использовать среднюю скорость парогазовой смеси в канале ламели, которую примем равной ~2.5 м/с.

Коэффициенте теплоотдачи, рассчитанный по (3), равен ~1000 Вт/($m^{2*}K$), а по (4) равен ~6000 Вт/($m^{2*}K$). Тогда, коэффициент теплоотдачи кипящего азота по (2) принимается равным 6000 Вт/($m^{2*}K$).

Для ребра конечной длины и постоянного сечения распределение температуры можно описать дифференциальным уравнением вида

$$\frac{d^2T}{dx^2} = \frac{Q_0}{\lambda_s \cdot 1 \cdot \Delta} \tag{5}$$

где Q_0 – тепловой поток в поверхность, Вт/м²; λ_s – теплопроводность материала, Вт/(м*К); Δ - толщина ребра, м; «1» - единичная длина. Произведение 1 · Δ – площадь сечения ребра.

Уравнение (5) решается совместно с граничными условиями второго рода:

Тепловой поток, поступающий в ребро, снимается конвекцией в трубке канала азота с одной стороны

$$\alpha (T_{\infty} - T) \frac{\pi d}{2} \cdot 1 = -\lambda_s \frac{dT}{dx} \cdot 1 \cdot \Delta$$
(6)

где T_{∞} – температура азота, К; d - диаметр трубки; величина $1/2 \cdot \pi d \cdot 1$ – площадь поверхности трубки. В данном случае берется 1/2, так как рассматривается половина задачи; «1» - единичная длина.

И тепловой поток на другой границе ребра равен 0:

$$-\lambda_s \frac{dT}{dx} = 0 \tag{7}$$

Решение уравнения (трубка 20 мм, толщина ребра 3 мм, теплопроводность 200 Вт/(м*К)) для различной длины ребра показано на рис. 3. Распределение температуры приводится от координаты, нормированной по длине ребра.



Рис. 3. Температура ламели

Хорошо видно, что увеличение длины ребра приводит к значительному увеличению перепада температуры. Таким образом, приведенная выше модель теплового состояния позволяет выбрать длину ребра с точки зрения допустимой температуры поверхности и оптимальную конфигурацию труб криопанелей.

Рассмотрим численное моделирование теплового состояния криопанелей при воздействии теплового потока.
Панель - 2000х2000 (считается половина), пятно 1000х1500 с вырезом 500х500 в центре от объекта. Распределение теплового потока получено при решении оптической задачи.

Ламель панели: ширина 100 мм (50 мм на сторону), труба с азотом по центру, толщина 3 мм, материал алюминий. Степень черноты поверхности для передней стороны ламели 0.9, для задней 0.1. Результаты приведены на рис. 4.



Рис. 4. Распределение температуры по криопанели

Таким образом, базируясь на результатах приведённого выше математического регулирования можно сделать вывод о том, что проектирование азотного экрана с повышенной тепловой нагрузкой не является какой-то сложной проблемой. Напротив, проведение математического моделирования работы азотного экрана перед началом рабочего проектирования позволяет избежать сложностей при эксплуатации ТВК, в частности при проведении аттестации, то есть необходимо учитывать не только случай с находящемся в её рабочем объёме испытуемого изделия, но также и случай, когда необходимо проводить аттестацию или иные работы без загрузки испытуемого изделия. Другими словами, при проектировании ТВК необходимо проектировать не отдельные системы, например: ИС и азотный экран, а сразу объединённую систему: ИС-азотный экран.

- [1] Альтов В В, Гуля В М, Копяткевич Р М, Мишин Г С и др. 2010 Космонавтика и ракетостроение **3** (60) 33–41
- [2] Андрейчук О Б, Малахов Н Н 1982 *Тепловые испытания космических аппаратов* (М.: Машиностроение) 143
- [3] Афанасьев В А, Барсуков В С, Гофин М Я и др. 1994 Экспериментальная отработка космических летательных аппаратов (М.: Изд-во МАИ) 412

- [4] Григорьев В А, Зорин В М 1982 Теоретические основы теплотехники. Теплотехнический эксперимент. Справочник (М.: Энергоатомиздат) 512
- [5] Демихов К Е, Панфилов Ю В, Никулин Н К и др. 2009 Вакуумная техника: справочник (М.: Машиностроение) 590
- [6] Зайцев А Н, Чухлов В Д, Тулин Д В и др. 2012 Материалы XIX научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов "Вакуумная наука и техника" 87–93
- [7] Кочетков А Ю 2019 Материалы XIV научно-технической конференции "Вакуумная техника, материалы и технология" 210–3
- [8] Кочетков А Ю 2019 Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов "Вакуумная наука и техника" 233–6
- [9] Нусинов М Д 1982 Воздействие и моделирования космического вакуума (М.: Машиностроение) 176
- [10] Филатов А А, Смирнов П Г, Бояркин В В, Ретякова Е В 2024 Сборник тезисов XLVIII академических чтений по космонавтике (Москва)

Технологии для достижения сверхвысокого вакуума от ООО «Оптикон»

К. А. Куныгин, П. Г. Нечаев

ООО «Оптикон», 630056, г. Новосибирск, Россия

E-mail: ooo-opticon@mail.ru

Аннотация. В докладе приведены данные по диодным и триодным магниторазрядным насосам, насосам с распыляемым и нераспыляемым геттером, а также насосам комбинированного типа, изготавливаемыми в ООО «Оптикон».

Ключевые слова: магниторазрядные насосы; диодные насосы; триодные насосы; насосы с распыляемым геттером; насосы с нераспыляемым геттером; комбинированные насосы

1. Введение

Новосибирская компания ООО «Оптикон» это дочернее предприятие известного в России и за рубежом завода ООО «Катод», который является ведущим производителем электроннооптических преобразователей (ЭОП) второго и третьего поколений. По мере развития предприятия и в связи со сложившейся мировой ситуацией было принято решение о разработке и производстве магниторазрядных насосов для установок, используемых для изготовления ЭОП'ов. Со временем о наших возможностях стали узнавать за пределами предприятия. Стали поступать обращения о разработке магниторазрядных насосов и другого оборудования, предназначенного для создания высокого вакуума. Все это вылилось в разработку широкого спектра оборудования, а для его производства и была создана компания ООО «Оптикон». Одной из достигнутых вершин можно назвать сотрудничество с ИЯФ СО РАН по проекту Сибирского кольцевого источника фотонов (СКИФ). Магниторазрядные насосы, насосы с нераспыляемым геттером и комбинированные насосы производства компании ООО «Оптикон» будут использоваться на этой установке.

2. Диодные и триодные магниторазрядные насосы

Разработка диодных магниторазрядных насосов была вынужденной мерой, так как используемые нами ранее насосы НМД-0.4 и НМД-0.25 не устраивали по своим характеристикам, а именно предельному вакууму ($5 \cdot 10^{-8}$ Па) наших технологов. В основу разработки были положены секции отечественных насосов с присущим им размерами, а именно диаметр анода 16 мм, длина 20 мм, расстояние анод-катод 5 мм [1]. Магнитная система разрабатывалась в сотрудничестве со специалистами ИЯФ СО РАН, предложившими более оптимальную конструкцию магнитного поля - круглую, которую мы и стали использовать в своих насосах. Нами были разработаны диодные насосы серии НДМ-К и НДМ-КС круглой формы, со скоростью откачки от 0.1 до 0.8 м³/с (рис. 1).

Следует отметить, что насосы подобной формы, до нас, были и отечественного производства и выпускались фирмой PerkinElmar. В дальнейшем, оказались востребованными насосы меньшей производительности и на базе ячейки насосов НМД мы спроектировали насосы на скорости откачки от 0.005 до 0.025 м³/с (рис. 2).

Характеристики выпускаемых нами насосов с анодом диаметром 16 мм приведены в (табл. 1).

По желанию заказчиков в конструкцию насосов могут быть внесены изменения по исполнению и габаритам.



Рис. 1. Диодные насосы круглой формы, разной производительности



Рис. 2. Диодные насосы небольшой производительности

T	Dy,	Габа	_ Масса, не			
Гип насоса	MM	Длина	Ширина	Диаметр	Высота	более, кг
НМД-К-0.005-CF35	35	86	102	—	155	3.46
НМД-К-0.010-CF35	35	88	106	—	155	3.55
НМД-К-0.025-CF35	35	165	85	—	165	6.50
НМД-К-0.025-CF100	100	190	152	—	200	8.50
НМД-К-0.050-CF100	100	250	152	—	250	20.00
НМД-К-0.1-CF100	100	-	-	240	282	25
НМД-К-0.2-CF100	100	-	-	300	282	31
НДМ-К-0.2-CF150	150	-	-	300	282	33
НДМ-К-0.3-CF150	150	-	-	300	282	68
НМД-К-0.4-CF150	150	-	-	438	340	76
НМД-КС-0.7-СF150	150	_	-	438	485	156
НМД-КС-0.8-CF250	250	_	_	438	485	160

Табл. 1. Сводные характеристики диодных насосов с анодом 16 мм

Разработка триодных магниторазрядных насосов была начата нами по предложению ИЯФ СО РАН для комплектации проекта «СКИФ». По техническому заданию заказчика, нами были разработаны, изготовлены и поставлены, в количестве 155 шт., триодные магниторазрядные насосы HMT-K-0.020-CF40 и HMT-K-0.040-CF40, со скоростями откачки 20 и 40 л/с. По желанию

заказчика в конструкции триодных насосов были использованы аноды диаметром 20 мм и длиной 25 мм, аналогичные используемым в насосах GammaVacuum. При этом, нами были разработаны катоды, аналогичные «StarCell», типовые ячейки на их базе (рис. 3) и насосы на различную скорость откачки (рис. 4).

Характеристики триодных насосов приведены в (табл. 2). По аналогии с импортными насосами мы в этих же корпусах разместили диодные ячейки и получили насосы НМД-К-А20-0.xxx-CFxx с анодом диаметром 20 мм с параметрами приведенными в (табл. 3).



Рис. 3. Рабочие части триодных насосов



Рис. 4. Триодные насосы

<i>Табл 2</i> . Сводные	характеристики	триодных	насосов
-------------------------	----------------	----------	---------

Tur waaaaa	Диаметр	Габаритн	Масса, не		
Тип насоса	фланца, мм	Длина	Ширина	Высота	более, кг
НМТ-К-0,02-CF40	35	204	120	190	9
HMT-K-0,04-CF63	63	253	120	195	12
HMT-K-0,07-CF63	63	307	120	270	20
HMT-K-0,07-CF100	100	307	152	270	23
HMT-K-0,15-CF100	100	470	470	277	40
HMT-K-0,30-CF150	150	470	470	277	66
НМТ-КС-0,60-CF200	200	470	470	497	110

Табл 3. Сводные характеристики диодных насосов с анодом 20 мм

Tur waaaaa	Диаметр	Габаритнь	Масса, не		
Тип насоса	фланца, мм	Длина	Ширина	Высота	более, кг
НМД-К-А20-0,02-СF40	35	204	120	190	9
HMT-K-A20-0,04-CF63	63	253	120	195	12
HMT-K-A20-0,07-CF63	63	307	120	270	20
HMT-K-A20-0,07-CF100	100	307	152	270	23
HMT-K-A20-0,15-CF100	100	470	470	277	40
НМТ-К-А20-0,30-CF150	150	470	470	277	66
HMT-KC-A20-0,60-CF200	200	470	470	497	110

Для замера быстроты действия диодных и триодных насосов, методом двух манометров, нами была изготовлена установка (рис. 5) с двумя рабочими прогреваемыми камерами со сменными диафрагмами для насосов с фланцами CF40, CF63, CF100 и CF150[2].



Рис. 5. Установка для измерения быстроты действия высоковакуумных насосов: СМ – камера сверхвысоковакуумная; ВА1 – пост откачной HiCube 80 Eco, DN 63; VП1 – вентиль с витоновым уплотнителем; VП2,3 – вентиль с уплотнением по меди; VF – натекатель ручной; N – насос магниторазрядный; РА1, 2 – датчик ионизационный AIGX-S-DN 40CF с контроллером TIC (3х канальный); РТ2 + РМ – датчик PKR 251; T – термопара XA

Скорость откачки для диодных насосов измерялась по азоту, а триодных по азоту и аргону, для насыщенных и ненасыщенных насосов, при этом поскольку ячейка триодного насоса совпадала по количеству анодов с ячейкой GammaVacuum, то и скорости мы получили аналогичные. Диодные насосы с ячейкой 16 мм показали расчетные характеристики.

3. Насосы с распыляемым геттером

Магниторазрядные насосы имеют низкую скорость откачки при давлениях 10⁻⁸–10⁻⁹ Па, поэтому для улучшения скорости мы использовали насосы с распыляемым геттером с криогенной ловушкой (рис. 6).



Рис. 6. Насос с распыляемым геттером с криоловушкой и картридж

Спирали на картридж, производства Agilent, в связи с невозможности поставки, мы вынуждены были заменить на отечественные, имеющие, к сожалению, меньший ресурс.

4. Насосы с нераспыляемым геттером

Для получения высокого вакуума в ускорительной технике используются насосы с нераспыляемым геттером фирмы SAES Getters [3]. Характеристики отечественных газопоглотителей из геттерного материала Ti-Zr-Al, фирмы AO «Полема» [4] были изучены в [5, 6] сотрудниками ИЯФ СО РАН и по их техническому заданию, для проекта «СКИФ», нами были разработаны конструкции насосов на скорости откачки 300, 800 и 1300л/с по водороду (рис. 7). Для подтверждения заявленных характеристик насосов был изготовлен стенд, аналогичный описанному в [7] для измерения быстроты откачки и сорбционной емкости по водороду и монооксиду углерода. Как показали испытания проведенные специалистами ИЯФ СО РАН, насосы производства ООО «Оптикон», соответствуют заявленным характеристикам на хорошо прогретой системе при времени активации около 24 ч. При активации 1 ч. скорость откачки немного ниже. В настоящее время проводятся испытания по количеству циклов активации-пассивации для определения % снижения скорости откачки.

По аналогии с SAES Getters, были разработаны насосы, на различные скорости откачки, приведенные в (табл. 4).



Рис. 7. Насосы с нераспыляемым геттером

		Наиме	нование	насоса	
Технические характеристики	ННГ-К-0,05- СF40	ННГ-К-0,15- СF40	ННГ-К-0,3- СF40	ННГ-К-0,8- СF63	HHΓ-K-1,3- CF100
Наибольшая быстрота действия, по водороду, л/с	50	150	300	800	1300
Наибольшее рабочее давление, Па	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
Предельное остаточное давление, Па	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$
Присоединительный фланец	CF40	CF40	CF40	CF40	CF40
Максимальная температура активации, °С	500	500	500	500	500
Потребляемая мощность Вт, не более	50	75	120	350	350
Напряжение питания, В	12	24	36	36(100)	100
Габаритные размеры, мм,					
высота	97.5	130	180.7	192.7	253.1
диаметр	70	70	70	114	152
Масса, кг	0.36	0.42	0.48	1.62	3.89

Габл	Δ	Сволные	vanaktei	листики	насосов	с це	паспыпяемым	геттером
<i>uo</i>	4.	Сводные	Japakic	лстики	насосов	с не	распылясмым	тепером

5. Комбинированные насосы

Линейка насосов NEXTorr, от компании Saes Getters, известна всем кто связан с высоким вакуумом. Нам была поставлена задача разработать аналогичную конструкцию, т. к. приобретение за рубежом оригинала стало не целесообразно из-за кратно возросшей стоимости и сложностей поставки больших партий в короткие сроки. Разработки начались после обращения ИЯФ СО РАН, но первые испытанные образцы стали мгновенно расходиться и за пределами сибирского федерального округа. Сочетание диодных/триодных насосов с насосами с нераспыляемыми газопоглотителями позволяет улучшить работу по разным газам и увеличить скорость откачки. Насос с нераспыляемым геттером действует как основной насос для активных газов, оставляя ионному насосу задачи по удалению инертных газов и метана. Некоторые варианты комбинированных насосов представлены на (рис. 8).

В табл. 5 представлены характеристики по разработанным комбинированным насосам.



Рис. 8. Комбинированные нгасосы

Табл. 5	5. (Сводные	характерио	стики ком	ибинирован	ных насосов
---------	------	---------	------------	-----------	------------	-------------

	Наименование насоса						
Технические характеристики	НГМД-К-0,8- 0,005-СF63	НГМД-К-0.8- 0,02-СF63	НГМД-К-1,3- 0,04-СF100	НГМД-К-1,3- 0,4-CF150	НГМД-К-1,3- 0,7-CF150	HΓMT-K-1,3- 0,04-CF100	HΓMT-K-5,0- 0,07-CF150
Наибольшая быстрота действия, по водороду, л/с	800	800	1300	1300	1300	1300	5000
Наибольшая быстрота действия по азоту, л/с	5	20	40	400	750	40	70
Присоединительный фланец	CF63	CF63	CF100	CF150	CF150	CF100	CF150
Площадь газопоглотителя, см ²	931.2	931.2	1978.8	1978.8	1978.8	1978.8	5587.2
Наибольшее рабочее давление, Па	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
Предельное остаточное давление, Па	5·10 ⁻⁹	5·10 ⁻⁹	5.10-9	5.10-9	5·10 ⁻⁹	5.10-9	5.10-9
Максимальная температура активации, °С	650	650	650	650	650	650	650
Тип ячейки	Диод-	Диод-	Диод-	Диод-	Диод-	Триод-	Триод-
	ная	ная	ная	ная	ная	ная	ная
Напряжение секции, В	+7	+7	+7	+7	+7	-5	-5
Габаритные размеры, мм,							
высота	300	364	180.7	480	740	364	404
диаметр	114	114	70	440	440	152	202
Масса, кг	0.36	0.42	0.48	91	156	3.89	25

6. Заключение

В рамках импортозамещения, в ООО «Оптикон» разработываются и производятся для потребителей различные типы высоковакуумных насосов по своим характеристикам не уступающие импортным аналогам.

- [1] Курбатов О К 2005 Физико-технические основы создания оптимизированных высоковакуумных магниторазрядных насосов, герметизирующих элементов и устройств вакуумного технологического и аналитического оборудования электронной техники. Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук 05.27.06 (Москва) 360
- [2] ГОСТ 32974.1-2016 (ISO 21360-162012) 2017 Стандартные методы измерения характеристик вакуумных насосов (М.:Стандартинформ) 24
- [3] SAESGroup URL: <u>www.saesgroup.com</u>
- [4] Газопоглотители Ti, Ti-Zr-Al URL: <u>http://www.polema.net/gazopoglotiteli-Ti-Zr-Al.htm</u>
- [5] Драничников А Н, Краснов А А, Семенов А М 2017 Прикладная физика 2 73–7
- [6] Анашин В В, Краснов А А, Семенов А М 2020 *Приборы и техника эксперимента* **6** 109–14
- [7] ASTM F798-97 Standard Practice for Determining Gettering Rate, Sorption Capacity, and Gas Content of Nonevaporable Getters in the Molecular Flow Region (ASTM International United States) 6

Экспериментальное исследование откачных характеристик винтового вакуумного насоса

А. А. Ласкин^{1,2}, Е. Н. Капустин¹, А. А. Райков², А. В. Бурмистров²

¹ АО «Вакууммаш», Казань, Россия

² ФГБОУ ВО «Казанский Национальный Исследовательский Технологический Университет», Казань, Россия

E-mail: arseni0602@gmail.com

Аннотация. В данном исследовании проводятся комплексные испытания «сухого» винтового вакуумного насоса. Представлена вакуумная схема и описание испытательного стенда. Получены экспериментальные зависимости быстроты действия от входного давления и температуры откачиваемого газа на выхлопе из насоса от входного давления для различных частот вращения ротора. Результаты позволяют сделать вывод о том, что винтовой вакуумный насос является машиной объемно-динамического действия.

Ключевые слова: винтовой вакуумный насос; быстрота действия; испытательный стенд

Введение

Насос вакуумный винтовой (HBB) является одним из самых новых и в то же время перспективных низко- и средневакуумных безмасляных средств откачки. Он сочетает в себе высокую производительность, энергоэффективность, способность создавать «сухой» вакуум при сравнительно малых габаритах и возможность откачки парогазовых смесей [1]. Последнее особенно ценно для нефтехимических и пищевых производств.

Степень сжатия до 10⁶, переменный по углу закрутки шаг винта, отсутствие рабочих жидкостей в проточной части являются основополагающими факторами, отличающими винтовой вакуумный насос от винтового компрессора.

В СССР винтовые вакуумные насосы не производились, а в РФ с недавнего времени предприятием АО «Вакууммаш» только начата разработка и освоение производства данного типа машин. В настоящее время изготовлены макетные образцы НВВ с проектной быстротой действия на входе, равной 650 м³/ч.

Создание любой новой машины предполагает разработку математической модели и ее верификацию. В работе [2] предлагается термодинамическая математическая модель рабочего процесса НВВ, основанная на решении дифференциальных уравнений состояния газа, описывающих законы сохранения массы и энергии в контрольных объемах с учетом теплообмена и перетеканий газа. Приведена классификация щелевых каналов в винтовом вакуумном насосе и предложена методика расчета обратных перетеканий газа через них. Получены расчетные зависимости быстроты действия насоса от входного давления газа при различных частотах вращения ротора.

В работе [3] рассмотрены существующие в роторном механизме НВВ направления перетеканий и формы каналов, через которые они происходят. Приведены уточненные формулы расчета для каждого типа каналов. С помощью метода угловых коэффициентов, реализованного в пакете COMSOL Multiphysics, рассчитана проводимость треугольной щели – зазора между роторами, через который происходят наибольшие перетекания. Получена зависимость проводимости от шага винтового ротора при различных вариантах задания расчетной области. На основе полученных данных рассчитан коэффициент массового расхода, который можно использовать при создании математической модели HBB. В работе [4] были созданы математические модели для анализа НВВ с коническими роторами. Исследовано влияние основных параметров и выявлено отличие от насоса с цилиндрическими роторами с переменным шагом.

В работе [5] исследовано влияние различных зазоров НВВ с переменным шагом на обратные потоки газа в проточной части, и разработана трехмерная модель НВВ с переменным шагом, созданы опытный образец и испытательный стенд. Обратные перетекания анализируются с использованием Ansys Fluent.

В работах [6, 7] также используется численный метод расчета характеристик HBB роторов в пакете ANSYS CFX. Результаты вычислений демонстрируют хорошую сходимость с экспериментальными данными, однако процесс CFD моделирования требует больших затрат вычислительных ресурсов.

Таким образом, можно резюмировать, что несмотря на большое количество работ по исследованию винтовых насосов, отсутствует надежная математическая модель рабочего процесса, охватывающая молекулярный, переходный и вязкостный режимы течения газа. Разработке такой модели посвящена работа [2], однако для ее валидации необходимо создать базу экспериментальных данных по откачным параметрам винтового насоса во всем диапазоне рабочих давлений. Созданию такой базы и посвящена настоящая работа.

Описание испытательного стенда

Объектом испытаний является безмасляный винтовой вакуумный насос с цилиндрическими роторами с переменным шагом и циклоидальным типом профиля (рис. 1). Геометрическая быстрота действия насоса 765 м³/ч при частоте вращения 7200 об/мин. Крутящий момент передается от электродвигателя к ведущему ротору, а от ведущего ротора к ведомому через синхронизирующую зубчатую передачу с передаточным отношением 1:1. Насос оснащен перепускным клапаном, который сообщает выхлопной патрубок с проточной частью насоса в районе последних витков винтовых роторов. Перепускной клапан служит для снижения паразитного пережатия газа при высоких входных давлениях.



Рис. 1. Конструктивная схема винтового вакуумного насоса:

1 – электродвигатель; 2 – выхлопной патрубок; 3 – перепускной клапан; 4 – винтовые роторы;
 5 – треугольная щель; 6 – радиальный зазор; 7 – профильный зазор; 8 – межроторный зазор;
 9 – рубашка охлаждения; 10 – входной патрубок; 11 – лабиринтные уплотнения;
 12 – подшипники; 13 – синхронизирующие шестерни; 14 – маслоразбрызгивающий диск

Испытательный стенд (рис. 2, 3) состоит из измерительного колпака (соответствует ГОСТ 32974.1-2016), двух наборов вакуумметров, набора расходомеров, двух счетчиков газа, манометра, измерителя температуры с термопреобразователем сопротивления, испытуемого насоса, вакуумных клапанов, трубопроводов и пульта управления.

Расходомеры и газовые счетчики подобраны таким образом, что их диапазоны измерения перекрывают друг друга, что позволяет избегать снятия показаний на границах рабочих диапазонов и тем самым снизить погрешность измерений.



Рис. 2. Вакуумная схема испытательного стенда:

СV1 – измерительная камера по ГОСТ 32974.1-2016; NL1 – испытуемый насос HBB; VM1–VM12 – клапаны вакуумные с электромеханическим приводом; PT1..PT6 – вакуумметры мембранно-ёмкостные Inficon SKY CDG045D (ВПИ 1000 Тогг, ВПИ 10 Тогг, ВПИ 0,1 Тогг); GS1–GS3, GS6 – расходомеры газа тепловые EL-FLOW; GS4 – счётчик газа ротационный RABO G40 – У (0,6...3,25 м³/ч), (3,25...65,0 м³/ч); GS5 – счётчик газа ротационный RABO G400 – У (6,5...32,5) м³/ч, (32,5...650) м³/ч; P1 – Манометр TM-510; T1 – термометр сопротивления TC716A с измерителем температуры Термодат-19E6-E; MR1 – металлорукав



Рис. 3. Испытательный стенд

Результаты испытаний

Все измерения проводились после установления теплового баланса (после выдержки на конкретной частоте вращения и давлении не менее 2 ч). Давление на входе в насос принималось равным среднеарифметическому между двумя блоками вакуумметров. Конструкция устройства для измерения температуры газа на выхлопе обеспечивала размещение датчика температуры в центре воздушного потока.

Из результатов (рис. 4) видно, что быстрота действия на входе в насос меняется непропорционально изменению частоты вращения электродвигателя, что позволяет сделать вывод о том, что НВВ является насосом не только объемного, но объемно-динамического действия. Так при понижении оборотов в 1,5 раза (с 8100 до 5400 об/мин) быстрота действия снижается в 2 раза (с 800 до 400 м³/ч).



Рис. 3. Зависимость быстроты действия НВВ от давления на входе

Из рис. 5, на котором представлена зависимость температуры газа на выхлопе из насоса от давления на входе в насос хорошо видно давление всасывания $(1 \cdot 10^4 - 2 \cdot 10^4 \text{ Па})$, при котором начинает открываться перепускной клапан. Через этот клапан газ из полостей сжатия, минуя последние «ступени» проточной части, поступает напрямую в выхлопной патрубок, тем самым снижается нагрузка на насос при высоких давлениях.

Заключение

Полученные результаты целесообразно использовать для валидации математической модели винтового вакуумного насоса.



Рис. 5. Зависимость температуры газа на выхлопе из насоса от давления на входе в НВВ

- Hoffman D M 1998 Handbook of vacuum science and technology (San Diego, CA: Academic Press) 835
- [2] Ласкин А А, Якупов Р Р, Райков А А и др. 2022 Известия Вузов 8 (749) 65-73
- [3] Ласкин А А, Райков А А, Бурмистров А В и др. 2022 Проблемы машиностроения и надежности машин 6 31-36
- [4] Dantong Li, Zhilong He, Chuang Wang et al. 2021 Vacuum 185 110025
- [5] Zhang Li, Zhang Yongju, Chen Ziyun 2021 Mechanics & Industry 22 46
- [6] Ma K, Guo B, Zhou Y et al. 2021 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 1180 (1) 012043
- [7] Zhang W, Jiang Q, Bois G et al. 2019 Energies 12 (18) 3420

Создание высокого вакуума и его поддержание во всех вакуумных узлах на примере циклотронного ускорителя

3. Г. Люллин^{1,2}, И. В. Лазарев¹, И. В. Гольтяев^{1,2}, Д. К. Кострин², Р. С. Смирнов¹

¹ НИИЭФА им. Д. В. Ефремова, Санкт-Петербург, Россия ² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия

E-mail: lullin@luts.niiefa.spb.su

Аннотация. Ускорители заряженных частиц нашли широкое применение в различных областях науки и техники. Стабильность поддержания высокого вакуума внутри всех узлов ускорителя является важной задачей вакуумной техники. Наиболее сложные элементы вакуумной системы моделируются с целью подбора оптимального оснащения установки насосами.

Ключевые слова: высокий вакуум; вакуумный узел; ускоритель; циклотрон

Современные системы исследования электроники разнообразны. Среди них есть и способы с использованием ускоренных пучков частиц, создаваемых циклотроном [1]. Система ускорительного комплекса состоит из нескольких вакуумных узлов (рис. 1), соединенных между собой в одну общую систему (рис. 2). Всего в ускорительной установке для создания и поддержания высокого вакуума есть семь объемов, откачиваемых турбомолекулярными насосами и камера циклотрона, откачиваемая двумя криосорбционными насосами. Низкий вакуум на установке получают с помощью одного форвакуумного поста и шести спиральных насосов.



Рис. 1. Схема принципиальная одного из вакуумных узлов циклотрона

К каждому узлу предъявляется ряд требований, в том числе и по степени разреженности вакуума. Зачастую, давление не должно превышать 10^{-6} – 10^{-5} торр, так как иначе остаточный газ выступает как газовая мишень, и часть пучка отрицательных ионов обдирается на частицах газа. Обдирка

пучка приводит к уменьшению количества заряженных отрицательно частиц. Вследствие этого явления уменьшается ток пучка частиц, а это один из главных критериев циклотронного ускорителя. Нужно отметить, что во всех узлах используются безмалянные насосы. Это позволяет сохранить чистоту внутреннего объема составных частей циклотрона. Вся запорная вакуумная арматура – электропневматическая и нормально закрытая. Это выполнено для того, чтобы при сбое в работе установки отсечь все объемы друг от друга и обеспечить тем самым безопасность установки в целом.



Рис. 2. Схема вакуумная принципиальная циклотрона

В состав вакуумного узла входит: пневматическая запорная арматура, датчики давления для измерения низкого и высокого вакуума, турбомолекулярный насос, соединенный с постом форвакуумной откачки. Камера циклотрона (рис. 2, 3) соединяется суммарно с семью высоковакуумными узлами (рис. 1) и содержит довольно протяженные вакуумные линии (рис. 4). Просто производить откачку самыми производительными насосами неэффективно по соотношению затрат и получаемого результата. Скорость откачки, после определенного уровня, не будет иметь решающего значения.

Некоторые, наиболее сложные вакуумные объемы, необходимо моделировать, чтобы правильно выбрать производительность вакуумных насосов [2]. Среди таких вакуумных узлов можно выделить центральную область циклотрона (рис. 3) и вакуумную систему транспортировки пучка частиц (рис. 5).

Моделирование происходило в программе COMSOL методом конечных элементов, в основе лежит метод решетчатых уравнений Больцмана. Сетка, использованная для расчетов, показана на рис. 4. Минимальный размер элемента сетки 0.00218 м, а максимальный 0.0318 м.

Используя 3D-модели камеры циклотрона и ее внутренних частей, был получен тот полый объем камеры, который необходимо откачивать. Далее для каждой поверхности задавался коэффициент диффузии, присущий конкретному материалу камеры и ее отдельным частям. На поверхности так же задавалось расположение насосов (криосорбционных и турбомолекулярных) и их производительность. Удельный поток газовыделения, задаваемый с поверхности, имел для разных материалов значения: у стали – $3 \cdot 10^{-8}$ торр/(см²·с), алюминия – $3 \cdot 10^{-9}$ торр/(см²·с), меди – $3 \cdot 10^{-12}$ торр/(см²·с).



Рис. 3. Распределение давления внутри камеры циклотрона: 1 – турбомолекулярные; 2 – криосорбционные насосы





Целью расчетов было узнать, достаточно ли двух криогенных насосов, каждый с производительностью 5000 л/с, для эффективной откачки объема камеры, или необходимо добавить четыре турбомолекулярных насоса, каждый со скоростью откачки 800 л/с.

Главная сложность откачки данной системы в сужении, расположенном внутри камеры. Это сужение составная часть резонансой системы и удалить ее или изменить невозможно. В данном расчете не учитывалось натекание с источника ионов, так как целью было проверить целесооб-

разность использования дополнительных турбомолекулярных насосов. На рис. 3 показан общий вид камеры циклотрона и увеличенное изображение наиболее проблемной для откачки зоны. Сложность откачки в этом месте связана с тем, что в данной области есть сужение, через которое откачивать объем камеры сложнее.

Один из способов борьбы с данной проблемой – установка маломощного дополнительного насоса как можно ближе к проблемной области. Как видно из рис. 3, проблемная область в самом циклотроне, после установки насосов, все еще остается проблемной. Удается понизить верхний предел давления с $4.5-4.6 \cdot 10^{-6}$ до $4 \cdot 10^{-6}$ торр. Этот прирост незначителен для процессов, происходящих с пучком заряженных частиц [3], [4].

Также проводился расчет системы транспортировки пучка частиц с целью подобрать производительность насоса. Результаты моделирования показаны на рис. 5. В расчетах использовалась алюминиевая труба диаметром 100 мм.



Puc. 5. Распределение давления внутри системы транспортировки при различных производительностях насоса в системе

На рис. 5 видно, что турбомолекулярного насоса 400 л/с хватает для откачки системы транспортировки. При использовании насоса с производительностью 800 л/с результат получается незначительно лучше. Это происходит, потому что диаметр трубы меньше диаметра входного патрубка насоса и суммарная проводимость камеры не позволяет эффективно использовать более мощные насосы. Для установки и использования был выбран насос с производительностью 400 л/с.

Результаты, полученные при моделировании, позволяют дать рекомендации по оптимизации конструкции, выявить недостатки, которые не были очевидны на ранних стадиях разработки проекта. Это позволяет оптимизировать вакуумную систему для повышения плотности тока и эффективности циклотрона.

- [1] Гавриш Ю Н, Галчук А В, Кирцев Д В и др. 2023 *Журнал технической физики* **93** 2 298– 304
- [2] Смирнов В Л 2021 Физика элементарных частиц и атомного ядра 52 5 1158–304
- [3] Горобей В Н, Израилов Е К, Кострин Д К и др. 2019 Вакуумная техника. Методы измерения вакуума (Санкт-Петербург, Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») 187
- [4] Розанов Л Н 2007 Вакуумная техника (Москва, Высшая школа) 391

Исследовательский стенд для калибровки давления в МЛУ

Н. В. Мамедов^{1,2}, А. Ю. Пресняков¹, А. В. Губарев¹, А. А. Узволок¹

¹ ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова», Москва, Россия ² НИЯУ «МИФИ», Москва, Россия

E-mail:m_nikitos@mail.ru

Аннотация. В работе приводиться описание вакуумного стенда для физического моделирования дейтериевых (макетных) миниатюрных линейных ускорителей (МЛУ) – газонаполненных нейтронных трубок. Данный стенд позволяет проводить исследования режимов работы МЛУ с измерением импульсных разрядных и вытягиваемых токов при полном ускоряющем напряжении с возможностью измерения нейтронного потока, а также при контроле давления внутри МЛУ и состава рабочего газа с помощью анализатора остаточных газов. В качестве примера приведены результаты экспериментов по измерению парциальных давлений рабочего газа и вольтамперных характеристик МЛУ. На основе полученных результатов создана и отработана методика определения давления в объеме запаянного МЛУ, на основании получения амплитудных значений тока разряда в ионном источнике. Проведено сравнение рабочих характеристик МЛУ с различной геометрией ионного источника при полном контроле всех физических параметров.

Ключевые слова: пеннинговский ионный источник; миниатюрный линейный ускоритель; газонаполненная нейтронная трубка

1. Введение

Во ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова» производят и разрабатывают различные типы миниатюрных линейных ускорителей (МЛУ), которые широко используются в различных областях науки и техники [1,2]. МЛУ — это запаянный электровакуумный прибор, служащий для генерации нейтронного потока с заданной частотой и интенсивностью. МЛУ состоит из пеннинговского ионного источника (ПИИ) [3], геттера (хранилища рабочего газа дейтерия и трития) [4,5], ионно-оптической системы (фокусирующего и ускоряющего электродов) [6] и нейтронобразующей мишени [7].

Во ФГУП «ВНИИА» постоянно идет научно-исследовательская работа по совершенствованию как самих МЛУ, так и ПИИ для МЛУ [8]. Для этого в задачах оптимизации конструкции ПИИ широко применяется численное моделирование [9,10], однако наиболее точные данные получают, используя стендовое физическое моделирование как МЛУ в целом, так и отдельных его узлов [11, 12].

Поэтому необходимо создание экспериментального стенда для исследования режимов работы отпаянных (дейтериевых) МЛУ с измерением импульсных разрядных и вытягиваемых токов при полном ускоряющем напряжении и возможностью измерения нейтронного потока, а также при контроле давления внутри МЛУ и состава рабочего газа с помощью квадрупольного массспектрометра, т.е. при полном контроле всех физических параметров. Знание реального давления внутри запаянного МЛУ необходимо для определения рабочих режимов разряда, позволяющих достичь стабильности его горения (т.е. стабильности тока разряда и вытягиваемого ионного тока). Помимо этого, калибровка величины давления по току разряда позволит оптимизировать параметры электропитания МЛУ (в частности, питание нагревателя геттера для десорбции рабочего газа). Также, знание величины давления позволит аналитически оценить степень влияния вторичных процессов взаимодействия ионного пучка с газовой средой МЛУ. Поскольку при движении к мишени ускоренного пучка ионов происходят его потери за счет упругого рассеяния, резонансной перезарядки и ионизацииионным ударом [13].

2. Описание экспериментальной установки и определение давления в МЛУ

Общий вид экспериментальной установки показан на рис. 1. Исследуемый макетный МЛУ, смонтирован к вакуумному стенду с помощью откачного штенгеля и погружен в ванну с трансформаторным маслом. Вакуумная часть стенда (см. рис. 2) состоит из стандартного вакуумного креста (трубный обжимной фитинг Swagelok SS-400-4), четырех клапанов (Swagelok SS-4H), двух широкодиапазонных датчиков давления Pfeiffer PKR 251 и Varian FRG-702. Откачная система, для предварительной откачки МЛУ, состоит из турбомолекулярного насоса Pfeiffer TC600 (скорость откачки 33 л/с по азоту) и безмасляного мембранного насоса Vacuumbrand MZ-2D. Для исследования состава рабочего газа к вакуумному креступрисоединялсядополнительныйвакуумныйобъёмсквадрупольныммасс-анализаторомгазовЕхtorr XT100 через трубопровод с малой проводимостью. Дополнительный вакуумный объём снабжен автономной системой откачки (вакуумный пост HiCube 80), состоящей из турбомолекулярного насоса HiPace 80 и форвакуумного мембранного насоса MVP 015-2. Электрическая схема питания и измерения установки аналогична, описанной в [11].



Рис. 1. Общий вид экспериментальной установки (1 – Стойка с блоками питания, 2 – Осциллограф «Tektronix DPO3014», 3 – Генератор импульсов «Tektronix AFG3022»,
4 – Импульсный блок питания разряда, 5 – Стандартный вакуумный крест (трубный обжимной фитинг «Swagelok SS-400-4»), 6 – Газонаполненная нейтронная трубка (насыщенная D2),
7 – Ванна с трансформаторным маслом, 8 – Квадрупольный масс анализатор газов «Extorr XT100», 9 – Вакуумный пост «HiCube»)

Проводить измерения давления напрямую в МЛУ в силу конструктивных особенностей не представляется возможным, поэтому датчик давления Varian расположен в левой части установки (см. рис. 3a). Давление электровакуумных приборов, откачиваемых через штенгель, определяется как [14]:

$$P = P_{_{\mathcal{H}\mathcal{B}\mathcal{M}}} + \Delta p = P_{_{\mathcal{H}\mathcal{B}\mathcal{M}}} + \frac{Q'}{U} \quad (1)$$

где $P_{u_{3M}}$ – давление, измеряемое в вакуумной системе, Δp – перепад давления на откачном штенгеле, Q' – поток газа, проходящий через откачной штенгель, U – проводимость штенгеля. Определение режима течения газа в системе позволит обратиться к численному моделированию и установить связь между показаниями вакуумметра и реальным давлением в МЛУ. Для этого необходимо вычислить число Кнудсена [14]: $K = \lambda/d$, где d – средний диаметр трубопровода, $\lambda = 5 \cdot 10^{-3}/P$, [M] - длина свободного пробега. При 10^{-2} < K< 0,33 – режим течения газа в закостно-молекулярный, при K>0,33 – молекулярный. Из среднего диаметра трубопровода в 3 мм следует, что для выполнения критерия Кнудсена в молекулярном режиме измеряемое давление должно быть не выше ~5 Торр. При рабочих давлениях в МЛУ: ($10^{-4} - 10^{-2}$) Торр [15,16,17] этот критерий выполняется.



Рис. 2. Вакуумная схема установки: 1 – Миниатюрный линейный ускоритель (насыщенный D₂), 2 – Стандартный откачной штенгель, 3а,b,c,d – Клапаны (вентили) «SwagelokSS-4H», 4 – Крест – трубный обжимной фитинг «SwagelokSS-400-4», 5 – «Мерный» объем (металлостеклянный баллон), 6 – Широкодиапазонный датчик давления «VarianFRG-702», 7 – Широкодиапазонный датчик давления «PfeifferPKR 251», 8 – Турбомолекулярный насос «PfeifferTC600», 9 – Безмасляный мембранный насос «VacuumbrandMZ-2D», 10 – Соединительный труборовод, 11 – Вакуумный объём для анализатора, 12 – Квадрупольный масс-спектрометр «ExTorr XT 100», 13 – Турбомолекулярный

насос «HiPace 80», 14 – Форвакуумный мембранный насос «MVP 015-2»

Использование трубопровода с малой проводимостью для соединения креста и дополнительного вакуумного объема, обусловлено тем, что квадрупольный масс-спектрометр (его ионный источник) начинает работать при давлениях ниже $3 \cdot 10^{-4}$ Topp, в то время как рабочее давление МЛУ на уровне 10^{-3} Topp [15,16]. Дифференциальная откачка системы с таким соединением двух камер позволяет понизить давление в области расположения масс-анализатора до 10^{-6} Topp, сохранив при этом рабочее давление в МЛУ.

На основании внутренних геометрических размеров всех соединительных трубопроводов (см. рис. 1) рассчитаны их проводимости в предположении течения газа в молекулярном режи-

ме. Таким образом, при нахождении системы в квазистационарном режиме (нет существенного изменения давления за время измерений) можно воспользоваться методом «постоянного давления» для нахождения давления в МЛУ [14]. Поэтому связь давления в МЛУ с показаниями датчика Varian определяется оценочными выражениями:

 $p_{\rm MЛУ} = p_{varian} \cdot (1 + U_{\rm B}/U_{C}) = p_{varian} \cdot (1 + 0.075/0.05) = 2.5 \cdot p_{varian}$ (2) Согласно [14], погрешность измерения потока и давления при молекулярном режиме течения газа составляет от -50% до +100%. Это обусловлено сорбционно-десорбционными процессами в объеме и погрешностью измерения применяемых датчиков. Погрешность измерений можно оценить через формулу «переноса» ошибок, позволяющую вычислить погрешность косвенных измерений через погрешность прямых измерений $\Delta p_{\rm MЛУ}/p_{\rm MЛY} = 42\%$ (= 30% · $\sqrt{2}$) (погрешность двух датчиков по 30%).

Также было проведено численное моделирование перепада давления в экспериментальной установки. В среду «COMSOLMultiphysics» была аддитивно перенесена вакуумная часть установки, изображенная на рис. За. Упрощенная геометрия вакуумной камеры изображена на рис. Зб. Используемый модуль физики – «FreeMolecularFlow» позволяет оценить, как общее давление внутри трубопровода, так и проверить наличие его перепада. Как видно из примера, показанного на рис. Зб, давление в области между МЛУ и датчиком давления лежит в пределах порядка 10^{-3} Торр. В области расположения датчика давление растет до $6.5 \cdot 10^{-3}$ Торр, по мере приближения к области расположения геттера давление растет до $6.5 \cdot 10^{-3}$ Торр ближе к дополнительному вакуумному объему масс-анализатора, откуда производится постоянная откачка, давление снижается. Таким образом, получены зависимости давлений в МЛУ и дополнительном объеме масс-спектрометра от показаний датчика давления, изображенные на рис.4.



Рис. 3. Фото вакуумной части установки (а), Упрощенная геометрия вакуумной установки (перепад общего давления в установке) (б)

Из графика видно, что давление в области датчика давления и давление в МЛУ лежит в пределах одного порядка, и эта тенденция сохраняется на протяжении всего исследуемого промежутка. Давление в дополнительном объеме масс-спектрометра стабильно меньше на 3 – 4 порядка, как и должно, быть, поскольку анализатор остаточных газов работает при заведомо более низком давлении, чем МЛУ. Линейный характер зависимости давления МЛУ от показаний датчика давления с угловым коэффициентом равным 1,9 свидетельствует об отсутствии значительного перепада давления в области между МЛУ и датчиком давления. Полученный в моделировании коэффициент близок к полученному аналитическим методом выше, следовательно, оценка давления в МЛУ по показаниям датчика давления – справедлива.



Рис. 4. Зависимости давления в МЛУ и показаний анализатора остаточных газов от показаний датчика давления

Также производилась дополнительная калибровка масс-спектрометра и перевод парциальных давлений из относительных единиц в Торр по методикам, описанным в работах [18,19].

3. Определение парциальных давлений внутри МЛУ в процессе проведения экспериментов

В качестве примера на рис. 5 приведены зависимости тока вытягиваемого, тока разряда, тока текучего через геттер (газогетератор) и общего давления, а на рис. 6 зависимость парциальных давлений от времени проведенного одного из экспериментов. Измерения проводились в импульсном режиме питания анода - с частотой f=10 кГц и длительностью $t_{pulse}=30$ мкс, амплитуда импульсов напряжения, прикладываемых к аноду ПИИ, $U_a = 2$ кВ. Вытягивающее напряжение постоянно: $U_{ex} = -20$ кВ.

Как можно заметить (см. рис. 5 и 6), вид зависимостей парциального давления дейтерия и общего давления от времени проведения эксперимента совпадают. Также, из рисунков видно, что наибольший рост парциального давления относительно начальной точки присущ именно рабочему газу - дейтерию. Во всех экспериментах парциальное давление дейтерия стабильно возрастало более чем на один порядок относительно начального значения. Из вышеперечисленного можно сделать вывод, что основной вклад в рост общего давления вносит дейтерий. Также стоит отметить зависимость общего давления от тока, поданного на геттер. Еще один интересный момент заключается в том, что в обоих экспериментах общее давление продолжало интенсивно расти непродолжительный отрезок времени после прекращения подачи тока на геттер. Из полученных зависимостей следует вывод о том, что парциальное давление нерабочих газов (в частности паров воды) лежит в пределах (2 – 6)·10⁻¹⁰Topp, т.е. уровень течи в вакуумной системе постоянен. Данный факт не сказывается на работоспособности стенда, а лишь подтверждает постоянность условий экспериментов.

Одинаковые условия позволяют отследить влияние исключительно от нововведений путем сравнения результатов до и после модификации МЛУ. В следующем разделе в качестве примера исследований на созданном стенде приведены первичные измерения и сравнения ПИИ с различной геометрией анода.



Рис. 5. Зависимость тока вытягиваемого, тока разряда, тока геттера и общего давления от времени проведенного эксперимента



Рис. 6. Общая зависимость парциальных давлений от времени проведенного эксперимента

4. Сравнение амплитудно-временных характеристик МЛУ с различной геометрией анода ПИИ

В качестве примера, на рис. 7 приведены осциллограммы токовых импульсов в источниках ионов (с различной геометрией анода ПИИ) и на мишени при импульсном режиме питания. Как видно, для ПИИ с измененной геометрией при давлениях от 0,6 до 3 мТорр форма импульсов разрядного (и вытягиваемого) тока имела треугольные периодические выбросы. Длительность токового импульса росла с увеличением давления, однако существенного роста тока не наблюдалось. При давлении 3 мТорр происходит изменение режима горения разряда и резкое падение токов. После чего в токовых осциллограммах наблюдается один треугольный выброс, затем ток выходит на плато. Причем с увеличением давления величина этого токового импульса растет существеннее, чем увеличивается значение тока на плато. Данный пик, описанный в работах [20,21], и указывал на приближение области перехода разряда в режим «высокого давления» (т.е. в режим с экспоненциальным ростом тока разряда).



Рис. 7. Осциллограммы токовых импульсов $I_{discharge}$ в источнике ионов и тока $I_{extraction}$, экстрагируемого из источника ионов, при различных давлениях (от 0,4 до 10 мТорр)

Практически во всем диапазоне давления ток разряда (и вытягиваемый ток) был выше для ПИИ с измененной геометрией. Причем при давлениях 0,6 до 3мТорр – разрядный ток ПИИ с изменённой геометрией больше в ~4 раза по сравнению с ПИИ со штатной геометрией, вытягиваемый ток больше в ~5 раз. При давлениях от 4 до 9 мТорр отношение разрядных токов падает с 4 до 1,3 раз, а вытягиваемых токов с 4 до 1,5 раз. При давлениях больше 10 мТорр существенных отличий в величинах токов нет.

5. Заключение

Создан экспериментальный стенд для физического моделирования дейтериевого МЛУ. Определена связь между давлением внутри МЛУ и показаниями датчика давления с помощью моделирования вакуумной части установки в среде «COMSOL Multiphysics» и аналитическим расчетом. Проведенные эксперименты по определению парциальных давлений рабочего газа. Установлено, что основной вклад в рост общего давления вносит дейтерий. Уровень давления воды в системе не изменяется в зависимости от времени проведения эксперимента. В рабочем режиме ПИИ МЛУ парциальное давление воды составляет 10% от давления молекул дейтерия во всех сериях измерений, этот факт подтверждает постоянность условий эксперимента.

Для подтверждения работоспособности стенда проведены исследования амплитудновременных и вольтамперных зависимостей разряда в МЛУ с изменённой геометрией ПИИ от давления. Выявлены стабильные режимы работы ГНТ, обеспечивающие необходимые значения вытягиваемого тока на мишень и амплитудно-временные параметры токовой вспышки (при давлениях от 4 до 8 мТорр разряд стабильно горит, осциллограммы имеют прямоугольную форму с начальным токовым выбросом, при этом амплитуда тока разряда находится в диапазоне от 1000 до 2000 мкА, амплитуда вытягиваемого тока – от 700 до 1100 мкА). На основании полученных экспериментальных данных показано:

- 1. Практически во всем диапазоне давления ток разряда (и вытягиваемый ток) выше для ПИИ с измененной геометрией.
- 2. При давлениях 0,6 до 3 мТорр разрядный ток ПИИ с изменённой геометрией больше в ~4 раза по сравнению с ПИИ со штатной геометрией, вытягиваемый ток больше в ~5 раз.
- 3. При давлениях от 4 до 9 мТорр отношение разрядных токов падает с 4 до 1,3 раз, а вытягиваемых токов с 4 до 1,5 раз.
- 4. При давлениях больше 10мТорр существенных отличий между штатным и изменённым ПИИ в величине токов нет.

- [1] Vladivoj V 2016 14 MeV Neutrons. Physics and Applications (CRC Press Taylor & Francis Group, New York)
- [2] 2012 Neutron Generators for Analytical Purposes In IAEA Radiation Technology Reports 1 (Vienna: International Atomic Energy Agency) 145
- [3] Mamedov N V, Maslennikov S P, Solodovnikov A A et al. 2020 Plasma Physics Reports 46 2
- [4] Das B K, Das R, Verma R et al. 2020 Vacuum 181 1–4
- [5] Das B K, Das R, Verma R et al. 2022 Vacuum 196 1–4
- [6] Kanshin I A 2020 Proceeding of 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects 474–8
- [7] Syromukov S V 2020 Atomic Energy **128** 1
- [8] Нейтронные генераторы для элементного анализа веществ и материалов (ВНИИА Росатом) URL: http://www.vniia.ru/production/incl/prospekt_element.pdf
- [9] Mamedov N V, Rohmanenkov A S, Zverev V I et al. 2019 Rev. Sci. Instrum. 90 123310
- [10] Rokhmanenkov A S, Kuratov S E 2019 J. Phys.: Conf. Ser. 1250 012036
- [11] Mamedov N V, Maslennikov S P, Presnyakov Yu K et al. 2019 Technical Physics 64 9 1290-7
- [12] Марков В Г и др. 2013 Успехи прикладной физики **1** 1 23–9

- [13] Kanshin I A, Mamedov N V, Solodovnikov A A et al. 2022 Vacuum 202 111194
- [14] Пипко А И, Плисковский В Я, Пенчко Е А 1979 Конструирование и расчет вакуумных систем (Москва, Энергия) 504
- [15] Liu W et al. 2014 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 768 120–3
- [16] Zhang A, Li D, Xu L et al. 2022 *Physical Review Accelerators and Beams* 25 10 103501
- [17] Xie M, Liu D, Liu L et al. 2021 AIP Advances 11 7
- [18] Krat S A, Popkov A S, Gasparyan Y M et al. 2020 Journal of Instrumentation 15
- [19] Русинов А А, Гаспарян Ю М, Перелыгин С Ф и др. 2009 *Приборы и техника эксперимента* **6** 116–21
- [20] Liberman A D, Chen F K 1995 Proc. SPIE 2339 188–95
- [21] Chen F K 1984 J. Appl. Phys. 56 3191–7

Новый миниатюрный ускоритель изотопов водорода с торцевым магнитом в источнике ионов

Н. С. Носиков, С. В. Сыромуков

ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова» Москва, Россия

E-mail: nicasns@yandex.ru

Аннотация. Представлены результаты разработки новой металлокерамической трубки ГНТ2-30 с торцевым магнитом в источнике ионов для малогабаритной каротажной аппаратуры на базе генератора нейтронов типа ИНГ-08. Трубка устойчива к воздействию внешних магнитных полей. Конструкция трубки обеспечивает вибростойкость при амплитуде ускорения 30 g. Трубки ГНТ2-30 в составе генераторов ИНГ-08 успешно эксплуатируется в каротажной аппаратуре.

Ключевые слова: ускорители ионов; запаянные нейтронные трубки; генератор нейтронов; нейтронный каротаж

Генераторы нейтронов с запаянными трубками широко используются при каротаже [1]. Уменьшение диаметра скважной аппаратуры и, в первую очередь, генераторов нейтронов позволяет сократить расходы и увеличить качество каротажа. Кроме диаметра скважного генератора большое значение имеет его вибростойкость. Так, стойкость к нагрузкам 30 g позволяет использовать каротажную аппаратуру непосредственно в процессе бурения. Еще одной важной характеристикой каротажных генераторов является их нечувствительность к внешним магнитным полям, которые формируются обсадными трубами.

Конечно, очень важным параметром является ресурс скважного генератора.

Все перечисленные характеристики, в первую очередь, определяются свойствами используемой в каротажном генераторе нейтронной трубки.

Из-за сложности создания малогабаритной, ресурсной, вибростойкой и нечувствительной к внешним магнитным полям трубки в отечественном каротаже используется сейчас в основном аппаратура диаметром 70 мм.

В докладе представлены характеристики новой запаянной нейтронной трубки ГНТ2-30 для каротажной аппаратуры диаметром 36 мм.

Трубка ГНТ2-30 (рис. 1), которая является миниатюрным запаянным ускорителем ионов водорода, была создана во ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова». Сейчас она успешно используется в составе генераторов ИНГ-08 на отечественных и зарубежных скважинах.



Рис. 1. Новая металлокерамическая нейтронная трубка ГНТ2-30

Нейтронная трубка является вакуумным газонаполненным прибором. Её рабочее давление составляет приблизительно 1 мТор [2].

Источники ионов с торцевым магнитом работают при меньших давлениях [3], а значит обеспечивают более высокую электрическую прочность и, соответственно, надежность при эксплуатации. Результаты теоретических расчетов сквозного моделирования физических процессов в трубках [4] показывают возможность источника с торцевым магнитом работать при меньшем давлении (рис. 2).



Рис. 2. Графики зависимости тока источника ионов и тока трубки от времени: a – источник ионов с торцевым магнитом P = 1 мTop U= 90 кB; δ – источник ионов с кольцевым магнитом P = 3 мTop U= 90 кB

Из графиков видно, что для источника ионов с торцевым магнитом одинаковый ток на мишени достигается при меньшем давлении. Уменьшение давления приводит к росту электрической прочности, но увеличивает время зажигания разряда. Рассчитанные временные характеристики коррелируют с экспериментальными данными (рис. 3).



Рис. 3. Пример фронта нейтронного импульса нейтронной трубки с торцевым магнитом в источнике ионов, U= 90 кВ

Таким образом, главной задачей разработки трубки для аппаратуры малого диаметра было уменьшение рабочего давления и пробега ионов в трубке. Для уменьшения давления использовали источник с торцевым магнитом.

В каротажных трубках для создания условий горения разряда в источнике ионов используются, как правило, внешние кольцевые магниты (рис. 4). При прохождении генератора в скважине могут возникать нестабильности работы трубки из-за влияния на магнитное поле источника ионов обсадной металлической трубы [5].



Рис. 4. Нейтронная трубка с внешними кольцевыми магнитами источника ионов

В таких трубках источник ионов находится вне объёма высоковольтного изолятора из-за наличия внешних кольцевых магнитов. Кроме того, при наличии внешнего кольцевого магнита сложно обеспечить магнитозащищенность источника ионов в малых габаритах. Альтернативой таким трубкам являются трубки с торцевыми магнитами в источниках ионов (рис. 5).

Ионы водорода при движении к мишени взаимодействуют с молекулами рабочего газа трубки [6]. Чем меньше диаметр прибора, тем интенсивнее воздействие вторичных процессов на внутренние поверхности изоляторов и тем меньше надежность и ресурс трубки. Напротив, чем меньше давление и чем меньше пробег ионов в трубке, тем меньше радиационное воздействие на изоляторы и тем выше её электрическая прочность.



Рис. 5. Нейтронная трубка с торцевым магнитом в источнике ионов, размещенном в объеме высоковольтного изолятора

Из-за отсутствия в конструкции внешнего магнита удается разместить источник в объеме высоковольтного изолятора трубки и уменьшить длину пробега ионов до мишени. Это позволяет увеличить длину высоковольтного изолятора без увеличения длины пробега ионов до мишени, что сокращает потери в пучке, уменьшает напряженность электрического поля на единицу длины изолятора [7], что в совокупности дополнительно увеличивает электрическую прочность трубки. При использовании торцевых магнитов на поверхности катода в газоразрядной камере создается неоднородное магнитное поле, спадающее к антикатоду (рис. 6)



Рис. 6. Распределение магнитного поля в источнике ионов с торцевым магнитом

Плазма является диамагнетиком, поэтому неоднородное магнитное поле, спадающее к отверстию в антикатоде, способствует «выталкиванию» плазмы в ускоряющий промежуток, что приводит к росту тока ионов на мишени [8] и к увеличению энергоэффективности источника ионов.

Реализованные в трубке ГНТ2-30 технические решения позволили увеличить электрическую прочность за счет уменьшения рабочего давления, увеличить поток нейтронов за счет роста эффективности извлечения ионов благодаря формированию неоднородного магнитного поля, исключить влияние на работу трубки внешних магнитных полей.

Основные параметры разработанной новой металлокерамической нейтронной трубки ГНТ2-30 с торцевым магнитом в источнике ионов представлены в таблице (табл. 1).

Результаты ресурсных испытаний новой металлокерамической нейтронной трубки диаметром 30 мм с торцевым магнитом в источнике ионов представлены на рисунках (рис. 7, 8).

Fx10 ⁸ , н/с	Р, Вт	Ресурс, ч	Іраз./Ітр.	Вибростойкость, g	Электрическая прочность, кВ
1	8,0	530	0,5	30	110
0,5	5,1	1200	0,6	30	110









Рис. 8. График зависимости потока трубки нейтронов от времени в постоянном режиме Ресурс трубки ГНТ2-30 составляет более 500 ч с импульсным потоком 1×10^8 нейтр/с и более 1200 ч с постоянным потоком 0.5×10^8 нейтр/с. Экспериментально подтверждено отсутствие

влияния магнитных полей на работу трубки. Конструкция трубки обеспечивает стойкость к механическому воздействию с амплитудой 30 g.

Разработана новая металлокерамическая нейтронная трубка [9] с торцевым магнитом в источнике ионов диаметром 30 мм. Трубки ГНТ2-30 в составе генераторов ИНГ-08 уже применяются при геофизических исследованиях реальных скважин.

- [1] Боголюбов Е П, Копылов С И, Юрков Д И и др. 2013 Сб. докладов междунар. науч.-техн. конф. «Портативные генераторы нейтронов и технологии на их основе» (Москва) 270–4
- [2] Сыромуков С В 2015 Сб. докладов 22-й науч.-техн. конф. «Вакуумная наука и техника» (Россия, Крым, Феодосия) 211–3
- [3] Liu W, Li M, Gao K et al. 2014 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 768 120–3
- [4] Mamedov N. V. et al. 2018 AIP Conference Proceedings 2011 1 090003
- [5] Рачков Р С, Пресняков А Ю, Юрков Д И 2019 Атомная энергия 126 6 334-7
- [6] Сыромуков С В 1983 Сб. Вопросы Атомной науки и техники, Сер. Радиационная техника 2 (26) 49–54
- [7] Крастелев Е Г, Лотоцкий А П, Масленников С П и др. Мощные электроимпульсные системы часть 1 (Москва, МИФИ) 35-6
- [8] Боголюбов Е П, Васин В С, Якубов Р Х 2009 Патент РФ №2366030 «Газонаполненная нейтронная трубка» (дата регистрации 27.08.2009 г.)
- [9] Носиков Н С, Сыромуков С В, Пресняков А Ю 2024 Патент РФ №224578 «Запаянная нейтронная трубка» (дата регистрации 29.03.2024 г.)

Вакуумная установка для получения ионно-плазменных покрытий трибологического назначения

К. Н. Политыко, А. И. Воропаев, Д. С. Мантуров

Ростовский государственный университет путей сообщения, Ростов-на-Дону, Россия

E-mail: politykokirill@yandex.ru

Аннотация. В данной статье рассматриваются вакуумные технологии нанесения покрытий, для реализации которых представлена установка BRV600 осуществляющая нанесение вакуумных покрытий. Рассматривается устройство и расположение оборудования данной установки, её особенность и преимущества. Также представлены основные результаты физико-механических и трибологических исследований ионно-плазменных покрытий, полученных на установке BRV600, которые были успешно используют в тяжелонагруженных трибосистемах.

Ключевые слова: вакуумные технологии; ионно-плазменные покрытия; машиностроение; PVD-покрытия

Введение

В настоящее время вакуумные технологии являются актуальными в машиностроении, они используются для нанесения фрикционных и антифрикционных покрытий в узлах трения. Узлы трения являются одним из важнейших элементов в машиностроении. Важность заключается в обеспечении плавной, безопасной и безотказной работы механизмов машиностроения [1]. Главная цель образования тонких пленок на поверхности трибоконтакта с помощью PVD метода заключается в получении защитных покрытий с высокими физико-механическими свойствами и широким диапазоном значения коэффициента трения [2].

Развитие вакуумных технологий позволило улучшить качество покрытий, значительно повысить скорость нанесения, возможность варьирования характеристик покрытий за счет технологических возможностей установок, получать покрытия из широкого спектра материалов такие как: нитридные покрытия (TiN, TiCN, TiAlN, TiMoN, TiSiN), нанослойные композиционные покрытия (TiN/NbN, TiN/AlN, CrN/TiN, TiN/AlTiN), металлокерамические покрытия (TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, TiAlN, AlCrN, TiBN, CrAITiYN, Al₂O₃, SiO₂), металлические покрытия (Al, Ag, Au, Cu, Zn, Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co, Si), нанокомпозиты (TiAlN/Si₃N₄, ZrN/Cu, TiN/CrN, TiN/AlN, CrN/AlN, TiN/CN), алмазоподобные покрытия (AПУ), DLC-покрытия; широкую известность среди этих покрытий получили: нитридные покрытия, DLC-покрытия [3]. При всем большом выборе методов нанесения возникала проблема при нанесении комбинированных покрытий. Установки старых образцов не позволяли использовать два метода нанесения покрытий без выемки образцов из вакуумной камеры. При попытке создать комбинированные покрытия с помощью двух установок в них образовались дефекты: пористость, внутренние напряжения, деформация кристаллитов и кристаллической решетки, отслоение покрытия, что значительно снижало качество покрытий [4].

Для устранения данных недостатков вакуумных установок научным коллективом РГУПС была разработана и смоделирована, после чего произведена в Республике Беларусь (производитель ООО «БелРосВак», г. Минск) установка BRV600. Данная установка предназначена для получения многослойных, многокомпонентных, многофазных вакуумных ионно-плазменных покрытий различной природы методом PVD. Данная установка оснащена блоками трёхкатодного дугового испарения металлических материалов с магнитной сепарацией, магнетронной

системой испарения мишеней различного состава и оборудованием лазерного испарения графита для создания углеродных покрытий, в том числе класса DLC в среде аргона. Подача газов (аргон, азот) в камеру осуществляется с помощью регулятора расхода реакционного газа (РРГ). Также установка оснащена мощным ионным источником для глубокой очистки поверхности подложки перед нанесением покрытия. Уникальность данной установки заключается в универсальном подходе выполнения программ нанесения покрытий разными методами PVD и их чередованием без выемки образцов из рабочей камеры, что существенно повышает качество наносимых покрытий из-за отсутствия влияния внешней среды.

Ввиду уникальности компоновки и параметрической системы вакуумной установки BRV600 необходимо представлять её общее устройство и расположение блоков аппаратуры, которые показаны на рис. 1.



Рис. 1. Общий вид установки BRV600 во фронтальной проекции (вид сзади) с модулями магнитного сепаратора и присоединенного углеродного блока (слева):
1 – двухступенчатый форвакуумный насос; 2 – турбомолекулярный насос; 4 – система нагрева образцов; 5 – байпасный клапан; 6 – узел заслонки; 7 – аварийный клапан;
8 – соленоид дугового испарителя; № 3, 9 – блок зарядки емкостного аккумулятора;
10 – лазер; 11 – емкостной аккумулятор; 12 – блок питания лазера; 13 – импульсно-дуговой испаритель; 14 – степпер; 15 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 2);
16 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 3);
17 – соленоид магнитного сепаратора фокусирующий (№ 4); 18 – соленоид несбалансированного магнетрона (№ 5); 19 – соленоид дугового испарителя (№ 1)

Как показано (рис. 1) на установке BRV600 установлено 5 соленоидов (индукционных катушек): соленоиды № 1, 2, 3 используются для магнитной сепарации (то есть для устранения капельной фазы в ионном потоке) при нанесении металлокерамических покрытий в основной камере; соленоиды № 4, 5 применяются при получении углеродных покрытий, а также получения покрытий магнетронным методом распыления, который устанавливается путем демонтажа углеродного модуля и быстрой установи магнетрона.

Очевидные преимущества установки BRV600 включают многообразие и легкость управления потоками заряженных частиц, возможность разгонять их до практически любой необходимой энергии, а также воспроизводимость и контролируемость параметров обработки. Степень необходимого вакуума в ионно-плазменных технологиях определяется средней длиной свободного пути частиц и требованиями к чистоте получаемых поверхностных структур. При давлении порядка 10^{-3} Па средняя длина свободного пути частиц исчисляется метрами, что превосходит размеры вакуумной рабочей камеры установки BRV600 и практически не создает препятствий для формируемых потоков заряженных частиц. Поэтому технические характеристики установки обеспечивают возможности для реализации как процессов осаждения покрытий (с энергией используемых частиц 6,25...625,0 эВ), так и распыления обрабатываемой поверхности (625...6250 эВ). Энергия ионов в этих процессах намного больше межатомных взаимодействий в твердом теле, и с точки зрения образования химических соединений ионно-плазменная обработка представляет собой термодинамически неравновесный процесс. Здесь одно из наиболее интересных явлений – получение метастабильных фаз, не реализуемых традиционными способами. То есть по технологии вакуумного ионно-плазменного напыления могут создаваться пленки и покрытия, содержащие новые метастабильные химические соединения с неравновесным фазовым составом или пересыщенные твердые растворы, имеющие необычные свойства.

Использование данной установки позволило получить широкий спектр ионно-плазменных покрытий трибологического назначения, результаты физико-механических и трибологических исследований:

<u>Нитридные покрытия</u>:

– покрытия CrAlSiN на азотированной стали 38XMЮА: H = 22,8 ГПа, E = 259,7·ГПа, H/E = 0,0878, $H^3/E^2 = 0,2863$ ГПа, $\mu = 0,602$;

– покрытия TiAlN на азотированной стали 38XMЮА: H = 24,7 ГНПа, E = 314,3 ГПа, H/E = 0,0802, $H^3/E^2 = 0,1935$ ГПа, $\mu = 0,634$;

– покрытия TiN на стали 40XH2MA: H = 19,15 ГПа, E = 300,74 ГПа, H/E = 0,064, $H^3/E^2 = 0,0776$ ГПа, $\mu = 0,3$.

DLC-покрытия:

– DLC на азотированной стали 38XMЮА: H = 32,91 ГПа, E = 230,32 ГПа, H/E = 0,14, $H^3/E^2 = 0,67$ ГПа, $\mu = 0,38$;

– TiN+DLC на стали 40XH2MA: H = 36,38 ГПа, E = 285,47 ГПа, H/E = 0,127, $H^3/E^2 = 0,591$ ГПа, $\mu = 0,18$.

Высокоэнтропийные покрытия:

– TiCrZrHfNb на стали 40XH2MA: H = 6,11 ГПа, E = 122,07 ГПа, H/E = 0,05, $H^3/E^2 = 0,056$ ГПа, $\mu = 0,45$;

– CuCrMnFeCoNi на стали 40XH2MA: H = 8,28 ГПа, E = 144,1 ГПа, H/E = 0,059, $H^3/E^2 = 0,034$ ГПа, $\mu = 0,15$.

Данные ионно-плазменные покрытия демонстрируют широкий диапазон физикомеханических характеристик, отметим, что данные покрытия являются как фрикционными (покрытия CrAlSiN, TiAlN на азотированной стали), так и антифрикционными (покрытия CrAlSiN+DLC, CuCrMnFeCoNi на стали 40XH2MA, которые демонстрируют низкий коэффициент трения). Такие параметры позволили использовать покрытия в тяжелонагруженных трибосистемах: лопатки турбокомпрессора тепловоза 2TЭ25A и шлицевого соединения трансмиссии хвостового винта вертолета МИ-26. Комбинированные DLC-покрытия проходят эксплуатационные испытания механизма управления стабилизатором боевого вертолета МИ-35. Высокоэнтропийные покрытия TiCrZrHfNb и CuCrMnFeCoNi имеют возможность варьировать коэффициент трения, что позволяет предложить их для демпферов, которые устанавливаются в узлах крепления двигателя к пилону или пилона к крылу магистрального самолета.

Благодарности

Исследование выполнено за счёт гранта Российского научного фонда (проект № 21-79-30007) в Ростовском государственном университете путей сообщения.

- [1] Колесников И В, Мотренко П Д, Колесников В И и др. 2021 Повышение износостойкости металлических и металлополимерных трибосистем путём формирования структуры и свойств их поверхностного слоя (Москва, ВИНИТИ РАН) 168
- [2] Андреев А А, Саблев Л П, Григорьев С Н 2010 Вакуумно-дуговые покрытия (Харьков, ННЦ ХФТИ) 318
- [3] Хокинг М, Васантасри В, Сидки П 2000 Металлические и керамические покрытия (Москва, Мир) 516
- [4] Varavka V N, Kudryakov O V, Ryzhenkov A V 2015 Multilayered Nanocomposite Coatings for Anti-Erosive Protection *Piezoelectrics and Nanomaterials: Fundamentals, Developments* and Applications ed I A Parinov (New York, Nova Science Publishers) chapter 6 105–32
Регулирование давления в вакуумной камере с помощью электронного регулятора РДЭ-22

С. В. Сажнев, В. И. Князев

ООО «ЭЛТОЧПРИБОР», Москва, Россия

E-mail: info@eltochpribor.ru

Аннотация. Рассмотрена схема регулирования давления в вакуумной камере с помощью электронного регулятора давления РДЭ-22 компании «Элточприбор» в режиме «до себя». Приведено описание экспериментальной установки с вакуумной камерой 1 л и вакуумным насосом производительностью 50 л/мин. Продемонстрирована возможность регулирования давления вакуума с точностью 1 %. Представлены результаты испытаний регулятора давления РДЭ-22 в вакуумной системе с датчиком давления внутри регулятора от –1 до 1 бар.

Ключевые слова: электронный регулятор давления РДЭ-22; регуляторы Элточприбор

В технологическом вакуумном оборудовании часто необходимо поддерживать строго заданную величину давления в рабочей камере, а также изменять давление при переходе на другой режим работы.

Как правило, эта задача решается двумя способами. В первом случае поддержание давления осуществляется путем изменения производительности откачки вакуумным насосом. Регулировка откачки производится изменением сечения откачного трубопровода за счет перекрытия его специальной заслонкой. Другой возможностью решения этой задачи является использование электронных регуляторов давления и цифровых контроллеров для управления и питания регуляторов [1, 2]. В этом случае производительность насоса остается постоянной, а электронный регулятор давления поддерживает постоянство давления за счет изменения количества проходящего через него газа.

В данной работе показана возможность использования регулирования давления вакуума с помощью электронного регулятора РДЭ-22 компании «Элточприбор» в режиме работы «до себя». Схема устройства этого регулятора представлена на рис. 1.



Рис. 1. Регулятор РДЭ-22

Регулятор состоит из корпуса (2) с входным и выходным штуцерами (1, 3) для подключения к газовым магистралям и крышки корпуса (7). Включает в себя датчик давления (4), электрическую плату (5), электромагнитный клапан (6), электрические разъемы для питания и управления (8, 9). Регулятор имеет аналоговое и цифровое управление по протоколу MODBUS RTU. Может работать как в режиме «до себя», так и «после себя».

На рис.2 представлена газовая схема для регулирования давления в вакуумной камере с помощью электронного регулятора РДЭ-22 в режиме «до себя».



Рис. 2. Схема экспериментальной установки

Газовая схема включает в себя: 1 – газовый блок ГБ с выходным давлением 3,6 бар; 2 – механический регулятор давления РДМ-В; 3 – манометр; 4 – электронный регулятор расхода РРГ-20 с диапазоном 90 л/ч; 5 – кран-натекатель; 6 – вакуумная камера; 7 – электронный измеритель давления АИР-10 «Элемер» с диапазоном –0,1/0,9 Мпа; 8 – электронный регулятор давления РДЭ-22 с датчиком давления -1/1 бар и клапаном с максимальным расходом 1200 л/ч; 9 – вакуумный насос SVF-E1M-50 «SCROLLTEC» с производительностью 50 л/мин. В качестве вакуумной камеры использован газовый баллон емкостью 1 л. В газовой схеме применялись пластиковые трубки с внешним диаметром 6 мм и внутренним 4 мм.

Регулирование давление осуществлялось подачей задания на РДЭ-22 от компьютера в диапазоне от 2 до 100 % от полной шкалы при различных расходах регулятора РРГ-20.

Результаты испытаний по регулированию давления в вакуумной камере представлены в табл. 1 и рис. 3.

Рзад (%)	Раир (бар)
100	1,00
90	0,80
80	0,59
70	0,39
60	0,19
50	0,00
40	-0,21
30	-0,42
20	-0,62
10	-0,82
0	-0,94

Табл. 1. Зависимость давления в камере от задания РДЭ-22 при расходе воздуха 60 л/ч

Из табл. 1 видно, что в диапазоне заданий давления от 10 до 100 % погрешность регулирования давления РДЭ-22 не превышает 1 % от полной шкалы регулятора. Повышение погрешности в диапазоне от 0 до 10 % обусловлено значительным пневмосопротивлением пластиковых трубок в данной конфигурации газовой схемы при откачке вакуумным насосом.

Время установления давления в вакуумной камере значительно увеличивается с уменьшением задания давления. Так, для установления величины давления в 1,00 бар при расходе воздуха 60 л/ч требуется 23 сек, для 0,59 бар 2 мин и 41 сек, а для –0,82 бар 10 мин и 42 сек. С уменьшением расхода воздуха до 9 л/ч для задания давления 0% показания датчика давления АИР-10 снижаются до –0,98 бар. Если закрыть заглушкой РРГ-20, то показания при задании давления 0 % через некоторое время становятся –1,00 бар.



Рис. 3. Выходной сигнал регулятора РДЭ-22 от времени при изменениях задания давления

Обработка результатов измерений давления в вакуумной камере показала, что флуктуации при регулировании давления составляют менее 1 % от полной шкалы регулятора РДЭ-22.

Из рис. 3 видно, что при смене заданий давления наблюдаются выбросы величиной до 10 %. При этом время выхода на величину задания составляет ~20 сек. Величину выбросов можно значительно снизить регулированием фронта нарастания задания. Такая возможность в РДЭ-22 предусмотрена. Фронт задания программно можно изменять от 3 сек до 15 мин. При максимальном значении времени выбросы отсутствуют.

Выводы:

- 1. Электронный регулятор РДЭ-22 позволяет регулировать давление вакуума в вакуумной камере с точностью 1 %.
- Время установления задания давления в вакуумной камере существенно зависит от конфигурации газовой схемы и величины расхода газа, проходящего через вакуумную камеру.
- 3. Для получения плавной характеристики установления давления в вакуумной камере в электронном регуляторе РДЭ-22 предусмотрено плавное изменение установления задания давления от 3 сек до 15 мин.

Литература

- [1] Князев В И, Сажнев С В, Цветков Ю Б 2019 Gasworld Россия и СНГ 86 16-8
- [2] Фролов Е С, Минайчев В Е, Александрова АТ и др. *1992 Вакуумная техника: Справочник* (М.: Машиностроение) 471
- [3] Саксаганский Г Л 1980 Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах (М.: Атомиздат) 216

Экранированные металлокерамические катоды большого размера

С. Ю. Соковнин^{1,2}, М. Е. Балезин¹

¹Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия

² Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия

E-mail: sokovnin@iep.uran.ru

Аннотация. Описана технология создания экранированных металлокерамических холодных катодов большого размера. Показано, что применение металлокерамического катода с экраном позволяет значительно увеличить импеданс вакуумного диода и сформировать электронный пучок постоянного размера поперечного сечения или требуемого размера - ширины до 400 мм с достаточно равномерным распределением плотности тока электронного пучка (≤ 15 %). Было обнаружено, что падение эмиссии экранированного металлокерамического катода, как и для металлодиэлектрического катода, работающего с высокой частотой повторения (≥ 100 Гц), является значительным в начале процесса, а затем происходит медленнее, что позволяет непрерывно работать до 40 часов. При этом металлокерамический катод лучше работает при низком вакууме, позволяя генерировать ток вдвое больше (в той же геометрии), чем металлодиэлектрический катод, при этом снижая ускоряющее напряжение на ~15%. Однако металлокерамические пластины примерно в 100 раз дороже в изготовлении, чем диэлектрические пластины для металлодиэлектрического катода. Поэтому выбор типа катода для вакуумных диодов ускорителей является не тривиальной проблемой, он зависит от многих факторов, которые необходимо учитывать в каждом конкретном случае и для каждой радиационной технологии.

Ключевые слова: холодный катод; металлокерамический катод; металлодиэлектрический катод; наносекундные ускорители электронов; наносекундный электронный пучок

Введение

Катоды являются ключевыми элементами любого типа ускорителей прямого действия, в том числе наносекундных, и во много определяет их свойства. Несмотря на большое количество различных типов катодов, по сути их работа сводиться к формированию различными путями плазмы, из которой вытягиваются электроны для ускорения приложенным импульсом электрического поля. Различные типы плазменных катодов для импульсных ускорителей электронов хорошо описаны в обзоре [1].

В ускорителях типа УРТ [2] используются металлодиэлектрические (МД) и металлокерамические (МК) холодные катоды. Важным достоинством МД катодов является простота их конструкции, в том числе для получения пучков шириной до 400 мм, а также простота замены и дешевизна узлов формирования импульсной плазмы – тройных точек (металл-диэлектрик вакуум), что позволяет их сделать одноразовыми [3]. Пластины металлокерамики в МК катодах более дороги в производстве, однако позволяют получить большие токи пучка электронов. Как было показано ранее, использование МК катода приводит к уменьшению импеданса вакуумного диода (ВД) по сравнению с МД катодом тех же размеров [2], при этом существенно увеличивается площадь сечения формируемого пучка электронов.

Для увеличения импеданса путем уменьшения расходимости пучка электронов в МК катоде была применена экранировка МК пластины (рис. 1). Исследование влияния геометрии такого катода на характеристики вакуумного диода показало [2], что за счет изменения расстояния В (рис. 1, б) выдвижения/заглубления МК пластины относительно среза металлического экрана в промежуток катод-анод (ПКА), возможно управление импедансом ВД. Скорее всего, резкое

увеличение тока при выдвижении МК пластины в ПКА связано с ослаблением влияния экрана на распределение электрического поля по МК пластине. В этом случае импеданс ВД быстро падает с увеличением В с -6 мм до 0, затем остается примерно постоянным. На расстояниях В > 3 мм ток начинает быстро нарастать.

Управлять размером сечения пучка электронов можно как за счет внутреннего диаметра экрана, так и за счет положения МК пластины относительно среза металлического экрана . Форма отпечатка пучка на детекторе [4] для МК катода с экраном (МКЭ) имеет вид эллипса с соотношением осей 5:4, аналогично МД катоду [3], имеющему экран. При этом большая полуось также совпадает с плоскостью МК пластины. Пучок практически однородный в центре, однако, на границе пучка плотность тока в несколько раз превышает среднее значение. На рис. 2 показаны распределения плотности тока пучка электронов (РПТПЭ) на аноде (поглощенной дозы) вдоль большой оси (для расстояния d = 40 мм) без и при наличии экранирующего электрода. Отметим, что имеющаяся неоднородность РПТПЭ для МК катода с экраном (рис. 2) не сказывается на стойкости выходной фольги, так как нет резких неоднородностей, как в случае МД катода [2].



Рис. 1. МКЭ катод: *а* – фото; *б* – конструкция; *1* – экран; *2* – МК пластина; *3* – анод



Рис. 2. РПТПЭ при d = 40 мм: без экрана (MC) и с экраном (MCS)

Очень важно для некоторых приложений, что при фиксированных размерах экрана и постоянном размере вылета МК пластины за срез экрана размер пучка практически не зависит от ПКА, в то время как для МК катода без экрана размер пучка меняется более чем в 2 раза [2]. Наличие возможности управлять сечением пучка электронов для МК катода позволило исследовать возможность создания такого катода большого размера для формирования пучков большой ширины (десятки см), которые требуются в радиационных технологиях. Целью работы было исследование возможности создания МК катода с несколькими МК пластинами для формирования широкого электронного пучка при сохранении угла падения электронов на мишень близкого к перпендикулярному.

Описание эксперимента

Для проведения экспериментов использовались частотные наносекундные ускорители электронов УРТ-0,5М и УРТ-1М [2]. ВД ускорителей работали при давлении ~ 1 Па. В экспериментах измерялось: ускоряющее напряжение на вакуумном диоде (U), с помощью омического делителя напряжения, и ток, попадающий на анод вакуумного диода (I) посредством трансформатором тока. Временное разрешение всех каналов электрических датчиков было не хуже 7 нс, сигналы с датчиков регистрировались на осциллографе «Tektronix TDE 360» с полосой 200 МГц. РПТПЭ измерялось дозиметрическим методом с использованием пластиковых детекторов. Пленки накладывались на выходную фольгу ВД и, после облучения, измерялись на денситометре ИФО-463. Первоначально исследовалась базовая конструкция МКЭ катода (рис. 1) ускорителе УРТ-0.5М, при этом использовались экраны с размерами $D_1/D_2 = 30/20$ и 40/30 мм. Конструкция МКЭ катода позволяла изменять расстояние В от –6 до 6 мм относительно среза экрана (B = 0 мм).



Рис. 3. Графики зависимостей: а) – влияние экрана на напряжение при d = 47 мм (МК и МКЭ катоды: D₁/D₂ = 30/20 и 40/30 мм, B = 0 мм); b) – напряжение(U) и импеданс (R) ВД для МК катода и МКЭ катода с D₁/D₂ = 40/30 мм

Как видно из данных рис. 2 использование экрана ($D_1/D_2 = 30/20$) вызвало резкое уменьшение площади пучка (в 2,2 раза) и привело как к уменьшению тока пучка с 394 до 230 A (1,7 раза), так и увеличению напряжения на ВД с 360 до 530 кВ (1,47 раза) [7] (рис. 3, а). Рост напряжения связан именно с наличием экрана, который ограничивает свободное распространение плазмы в вакууме и вызывает, в том числе, существенное увеличение плотности тока пучка по границе экрана МКЭ катода. При этом размер экрана влияет на размер пучка [7], а, следовательно, и на амплитуду напряжения (рис. 3, а). Установка экрана приводит у существенному уменьшению скорости падения импеданса (R) на фронте напряжения (рис. 3, b).

Обычно катоды большого размера состоят из набора излучающих элементов, установленных в общий корпус. За счет изменения числа элементов можно управлять размером пучка. На основе полученных данных были созданы МК-катоды большого размера для получения пучка электронов шириной 200 и 400 мм, которые содержали 9 и 19 МК-пластин (размерам 9×9 мм²), соответственно (рис. 4, а), расположенных на небольшом расстоянии друг от друга (20 мм).

Измерения РПТПЭ на аноде для таких катодов показали (рис. 4, b), что получить однородное распределение РПТПЭ очень сложно, даже путем точного регулирования числа и положения каждой МК-пластины. С увеличением размера катода вдвое (длина 400 мм) и удвоении количества пластин (до 19) получить распределение с хорошей неоднородностью РПТПЭ (<15%) не удалось.

Однако оказалось возможным управлять размером пучка и импедансом ВД путем изменения ширины экрана на корпусе (рис. 5). Изменение ширины экрана влияет не только на an EBCD distribution, но и на поведение импеданса во время импульса. Из данных на рис. 5, а видно, что поведение кривых импеданса для катода с экраном и без разное. Они стартуют в одной точке, но затем расходятся – экран шириной 30 мм приводит к увеличению импеданса примерно на 15 % на спаде импульса тока.







Рис. 5. а) – напряжение (U), ток (I) и импеданс (R) ВД для МК катода и МКЭ катода с разной шириной экрана; b) – распределение РПТПЭ для МКЭ катодов длиной 200 мм с 9 элементами

В тоже время достаточно удачным оказался подход, когда МК–пластины были установлены на большом расстоянии друг от друга (рис. 6, b). В этом случае появилась возможность управлять РПТПЭ на аноде посредством изменения расстояния между пластинами (рис. 6, a), а размером пучка – перемещением градиентного электрода. Исследования проводились on the accelerator URT-1M. Важно, что изменение расстояния L не приводило к изменению импеданса ВД (рис. 7, b). Необходимо заметить, что при L = 80 мм неравномерность РПТПЭ ~12 %. При длительной работе катода (~100 часов) с частотой 30 Гц неравномерность распределения сохраняется на уровне 10–20 % (рис. 7, а). Разработанные катоды используются на ускорителе УРТ-0,5M для модификации полиэтиленовой пленки на ЗАО «НИИХИТ-2», г. Саратов. Однако наблюдалась деградация эмиссионной способности МК катода (снижение поглощенной дозы) при длительной работе ускорителя УРТ-1M на частоте 30 Гц. Было установлено, что это связано с влиянием глубины вакуума на работу МК пластин. Замена насоса ABP-150 на ABДM-160 (вакуум ~10⁻² Па) позволила уменьшить скорость снижения дозы примерно на порядок.

В данной работе проведен обзор некоторых вопросов реализации и внедрения устройств на основе электрического разряда с жидким неметаллическим электродом. Можно отметить, что основными направлениями технического применения являются использование электрического

разряда с жидким электродом для спектрохимического анализа, применение разряда для нанесения покрытий, а также использование электрического разряда в парах воды в качестве источника оптического излучения.



Рис. 6. а) – напряжение (U), ток (I) и импеданс (R) ВД для МК катода и МКЭ катода с разной шириной экрана; b) – распределение РПТПЭ для МКЭ катодов длиной 200 мм с 9 элементами



Рис. 7. а) – напряжение (U), ток (I) и импеданс (R) ВД для МК катода и МКЭ катода с разной шириной экрана; b) – распределение РПТПЭ для МКЭ катодов длиной 200 мм с 9 элементами

Заключение

Полученные результаты показывают, что предложенный МКЭ катод обладает рядом важных для эксплуатации технологических ускорителей характеристик. Прежде всего МКЭ катод позволяет существенно увеличить импеданс ВД и формировать электронный пучок постоянного размера с РПТЭП в пределах погрешности дозиметрического метода ≤ 15 %. Применение МК катодов в течении более чем 20 лет на ускорителях типа УРТ позволило накопить положительный опыт их эксплуатации. МК катод лучше работает при низком вакууме, позволяет получать вдвое больший ток (в той же геометрии), чем МД катод, при уменьшении ускоряющего напряжения на ~15 %. При этом МК пластины примерно в 100 раз дороже в изготовлении. Поэтому выбор типа катода для ВД ускорителя не тривиальная задача, зависит от многих факторов, которые должны учитываться в конкретном случае и для каждой радиационной технологии.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект № 22-19-00239.

Литература

- [1] Krasik Y E, 2021 Russ Phys J 63, 1661–77
- [2] Bugaev S P, Ilyushkin V A, Litvinov E A et al. 1974 Sov. Phys. Tech. Phys. 18(10) 1343-5
- [3] Соковнин С Ю 2017 Наносекундные ускорители электронов для радиационных технологий (Екатеринбург, Уральский ГАУ) 348
- [4] Abdulov R A, Generalova V V, Gromov A A et al. 2002 High Energy Chem. 36 22-8

Применение мультикасповой магнитной системы для повышения эффективности источника быстрых нейтральных частиц

С. А. Трифонов¹, К. С. Воробьев^{2,3}, Д. К. Кострин², С. А. Марцынюков²

 ¹ Радиевый институт им. В. Г. Хлопина, Санкт-Петербург, Россия
² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия
³ НИИЭФА им. Д. В. Ефремова, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: triser89@gmail.com

Аннотация. В работе рассматривается возможность повышения эффективности функционирования источника быстрых нейтральных частиц с применением мультикасповой магнитной системы. Создаваемое данной системой магнитное поле сжимает поток плазмы в центральной области объема источника, что приводит к повышению плотности потока ионов и, как следствие, к повышению интенсивности и однородности пучка быстрых нейтральных частиц на выходе из источника. Таким образом, применением модернизированного описанным образом источника позволяет добиться повышения качества обработки полупроводниковых и диэлектрических поверхностей.

Ключевые слова: обработка поверхности; магнитное поле; нейтральные частицы

Применение потоков быстрых нейтральных частиц является многообещающим методом обработки поверхностей полупроводников и диэлектриков. Использование для этих целей ионных пучков приводит к возникновению потенциала на обрабатываемой поверхности, что замедляет процесс дальнейшей обработки.

Главными недостатками существующих источников быстрых нейтральных частиц [1], [2] является то, что они характеризуется низкой плотностью и малой однородностью выходного потока быстрых нейтральных частиц, что приводит к увеличению времени технологической операции и ухудшению качества обработки поверхностей деталей сложной формы. Таким образом, необходимо увеличить плотность и повысить однородность выходного потока быстрых нейтральных частиц, что, в свою очередь, приведет к уменьшению времени технологической операции и улучшению качества обработки поверхности деталей сложной формы.

Конструкция источника быстрых нейтральных частиц содержит основной катод, изготовленный в виде цельного, массивного блока изогнутой формы, соответствующей профилю обрабатываемой детали. На рабочей поверхности катода вскрыты каналы, отверстия которых ориентированы под углом по отношению к его рабочей плоскости. Дополнительный полый катод, у которого выходная апертура по форме и размерам соответствует основному катоду, расположен таким образом, что вместе с основным катодом создают квазизамкнутый объем.

Конструкция также включает анод и газораспределительную пластину с отверстиями, при этом газораспределительная пластина делит квазизамкнутый объем, образованный основным и дополнительным катодами, на входной и рабочий объемы. Во входном объеме имеются отверстия для напуска рабочего газа, на внешней боковой поверхности дополнительного катода расположена система постоянных магнитов типа «мультикасп» [3]–[5], предназначенная для создания магнитного поля, которое сжимая плазму, увеличивает плотность потока ионов и повышает однородность выходного пучка быстрых нейтральных частиц.

Устройство устанавливается в вакуумную камеру и его принцип работы заключается в следующем. Анод заземляется, на основной и дополнительный катоды подаются отрицательные напряжения от двух разных источников питания. Рабочий газ подается во входной объем, образованный дополнительным катодом и газораспределительной пластины через отверстие напуска. Далее газ поступает в рабочий объем через отверстия в газораспределительной пластине.

При наличии рабочего газа в рабочем объеме источника (рис. 1) и подаче отрицательного напряжения на основной катод возникает газовый разряд, занимающий рабочий объем. Благодаря воздействию мультикасповой магнитной системы происходит сжатие объема плазмы от стенок дополнительного катода к центральной области рабочего объема [6]–[8].



Рис. 1. Конструкция источника быстрых нейтральных частиц: 1 – анод; 2 – основной катод; 3 – дополнительный катод; 4 – отверстия в основном катоде; 5 – газораспределительная пластина; 6 – входной объем; 7 – рабочий объем; 8 – отверстия в газораспределительной пластине; 9 – отверстия для напуска рабочего газа; 10 – система постоянных магнитов типа «мультикасп»; 11 – внешний корпус; 12 – ребра для фиксации магнитов; 13 – обрабатываемая диэлектрическая поверхность; 14 – силовые линии магнитного поля

В газовом разряде возникают ионы, которые ускоряются катодным падением напряжения. Процесс нейтрализация ионов происходит в основном при отражении их от стенок каналов основного катода, но при этом часть ионов нейтрализуется в разряде за счет процесса резонансной перезарядки. В итоге нейтрализации образуется направленный ускоренный поток нейтральных атомов, поступающий на обрабатываемую диэлектрическую поверхность.

В результате применения мультикасповой системы магнитное поле имеет минимум на центральной продольной оси источника и увеличивается к боковой поверхности дополнительного катода. Плазма, возникающая в рабочем объеме, удерживается магнитным полем, силовые линии которого перпендикулярны направлению электрического поля газового разряда. Магнитное поле препятствует уходу электронов на боковые поверхности дополнительного катода и повышает их концентрацию в плазме в рабочем объеме. Также создаваемое мультикасповой системой магнитное поле изменяет траектории движения электронов, что уменьшает колебания плазмы из-за изменения ее плотности в зоне сжатия. С увеличением количества электронов, которые ионизируют газ в рабочем объеме, повышается плотность плазмы, что приводит к возрастанию тока пучка ионов. В итоге, разброс поперечных скоростей ионов снижается и на выходе источника имеется более плотный и однородный поток быстрых нейтральных частиц.

В качестве источников магнитного поля используются постоянные магниты неодим-железобор NdFe35. Объем, в котором находятся магниты, заполнен дистиллированной водой для лучшего охлаждения. Размер каждого магнита составляет 40×10×10 мм. Интенсивность магнитного поля может быть увеличена или уменьшена путем изменения количества пар магнитов, при этом такая модификация поля требует разборки источника и переустановки постоянных магнитов. Таким образом, для оптимизации конструкции источника быстрых нейтральных частиц необходимо провести моделирование магнитной системы и осуществить расчет распределения магнитного поля в рабочей области для определения влияния магнитного поля мультикасповой системы на работу источника. Распределение магнитного поля в системе рассчитывалось в системе конечно-элементного анализа Ansys Electronics в расширении Ansys Maxwell (рис. 2).





С увеличением количества магнитов возрастает их влияние на плазменный поток в источнике из-за более сильного сжимающего эффекта магнитного поля. Также при использовании большего количества магнитов уменьшаются «мертвые зоны» между ними и таким образом наблюдается большая степень экранировки внутренних стенок источника. При этом можно отметить, что оптимальное количество магнитов определяется геометрическими размерами как источника в целом, так и его отдельных узлов, а также коэрцитивной силой используемых магнитов.

Для оптимального функционирования источника с мультикасповой магнитной системой необходимо добиться как можно большего магнитного поля у стенок рабочего объема и как можно меньшего в центральной области, в которой перемещается плазменный поток. При этом еще одним важным фактором является ширина центральной области, характеризуемой равномерным значением индукции магнитного поля. Для удержания плазмы используется мультикасповое магнитное поле, которое обеспечивает повышенную плотность плазмы в области извлечения и большой однородный объем плазмы. Было исследовано магнитное поле с целью увеличения плотности плазмы вдоль оси плазменной камеры (оси извлечения) и уменьшения потерь на рассеяние. Благодаря мультикасповому полю ионы движутся в плазме по спирали, удерживаются в центре в области слабого магнитного поля и перемещаются вдоль оси цилиндрической плазменной камеры. Траектории всех электронов также ограничены областью слабого поля. По мере увеличения количества магнитов объем удержания электронов становится больше, а также более однородным. Это увеличивает длину пробега электронов, время жизни и вероятность ионизации инертного газа. Поэтому удержание электронов необходимо для того, чтобы мультиксаповый источник генерировал интенсивные пучки нейтральных частиц.

Литература

- [1] Fadeev A S, Talanov A S, Kostrin D K et al. 2017 Journal of Physics: Conference Series 872 012021
- [2] Simon V A, Kostrin D K and Trifonov S A 2021 AIP Conference Proceedings 2356 020021
- [3] Lee Y, Ji Q, Leung K N et al. 2000 Review of Scientific Instruments 71 2 722–4
- [4] George A, Melanson S, Potkins D et al. 2018 AIP Conference Proceedings 2052 050015
- [5] Belyaev V A, Dubrovin M M, Kosarev P M et al. 2005 Fusion Science and Technology 47 1T 124–7
- [6] Hosseinzadeh M and Afarideh H 2013 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment **735** 416–21
- [7] Azadboni F K, Sedaghatizade M and Sepanloo K 2010 Journal of Fusion Energy 29 1 5–12
- [8] Azadboni F K and Sedaghatizade M 2010 Journal of Fusion Energy 29 168–176

Установка для финишной сборки электронно-оптических преобразователей с двусторонним электронностимулированным обезгаживанием микроканальной пластины

А. В. Щербаков, А. Ю. Соколов, П. И. Коновалов, И. А. Ефимов, В. В. Муханов, А. С. Долотов, Р. И. Нуртдинов, Д. С. Богданец

ФГУП «ВНИИА», 127030, Москва, Россия

E-mail: ayusokolov@vniia.ru

Аннотация. Одним из направлений повышения динамического диапазона хронографических электронно-оптических регистраторов является создание входящего в его состав электронно-оптического преобразователя (ЭОП) – усилителя яркости с улучшенным отношением сигнал/шум. Для реализации этой задачи во ФГУП «ВНИИА» разработана установка финишной сборки ЭОП с фотокатодом с отрицательным электронным сродством, ключевой отличительной особенностью которой является возможность реализации двустороннего электронно-стимулированного обезгаживания микроканальной пластины.

Ключевые слова: хронографический электронно-оптический регистратор; динамический диапазон; электронно-оптический преобразователь; двустороннее электронностимулированное обезгаживание микроканальной пластины; установка финишной сборки; стрик камера

Введение

ФГУП «ВНИИА» им. Н.Л. Духова выпускает широкий спектр регистрирующих устройств и аппаратуры, в том числе хронографические электронно-оптические регистраторы (хронографические ЭОР, стрик-камеры) – приборы, предназначенные для измерения длительности и получения данных о характере изменения сверхкоротких световых импульсов, активно применяемые для исследований в области полупроводниковой физики, волоконной оптики, лазерной технике, а также при исследовании процессов инициации термоядерного синтеза с помощью лазерного излучения. Одной из важнейших характеристик регистратора является динамический диапазон (ДД) – отношение максимального входного светового потока к минимальному, при которых выходной сигнал искажен в допустимых пределах и различим на фоне шумового сигнала [1].

Особенно актуальной остается проблема обеспечения высокого ДД хронографических ЭОР, в особенности при малой длительности входного светового импульса.

Исследования возможности расширения ДД ЭОР, проводимые во ФГУП «ВНИИА», демонстрируют потенциальную возможность увеличения данного параметра как по верхней, так и по нижней границе посредством усовершенствования конструкции и технологии изготовления ЭОП, входящих в состав регистратора: хронографического ЭОП и ЭОП усиления яркости (ЭОП УЯ). В частности, обеспечить улучшение величины нижнего порога ДД предполагается посредством улучшения отношения сигнал/шум ЭОП обоих типов, входящих в состав регистратора [2].

Добиться улучшения отношения сигнал/шум ЭОП УЯ можно как за счет увеличения чувствительности фотокатода, так и за счет снижения фактора шума микроканальной пластины (МКП). Первого можно достичь посредством применения фотокатодов с отрицательным электронным сродством (ОЭС-фотокатодов), обладающих большей интегральной чувствительностью в сравнении с аналогами, а второго – за счет применения технологии двустороннего электронно-стимулированного обезгаживания (тренировки), позволяющей уменьшить концентрацию газов на поверхности каналов МКП [3], десорбция которых может приводить к возникновению паразитного сигнала. Кроме того, двусторонняя тренировка позволит избавиться от ионно-барьерной пленки, которая применяется в конструкции ЭОП с ОЭС-фотокатодами для защиты фотокатода, и снижает количество достигающих поверхности МКП электронов в несколько раз, что позволит улучшить отношение сигнал/шум на 20-25 % [4].

Проблемы применения ОЭС-фотокатодов в ЭОП УЯ

Известно, что ОЭС-фотокатоды активируются путем нанесения на их поверхность атомарных слоев цезия и кислорода до образования монослоя [5], который может существовать только в условиях сверхвысокого вакуума $(1 \cdot 10^{-11} ... 1 \cdot 10^{-10} \text{ мм рт. ст.})$, причем в составе остаточной среды должно быть как можно меньше кислородосодержащих молекул [6]. Это накладывает серьезные требования на качество подготовки всей вакуумной арматуры установки финишной сборки, системы откачки, а также технологический процесс предварительного термовакуумного обезгаживания всей установки. Указанный монослой является неустойчивым к воздействию температур выше 100 °С, и, следовательно, герметизацию вакуумного блока необходимо проводить при комнатной температуре так называемым методом «холодной герметизации» (диф-фузионной сварки).

Основная причина снижения чувствительности ОЭС- фотокатодов связана с ионной бомбардировкой монослоя цезия и кислорода, возникающей в результате образования ионов в процессе электронно-стимулированной десорбции (ЭСД) при ударе электрона о стенку канала микроканальной пластины [7]. Наиболее распространенный способ борьбы с ионной бомбардировкой фотокатода – это покрытие поверхности МКП, обращенной к фотокатоду, тонкой ионно-барьерной пленкой (ИБП), которая закрывает входные отверстия каналов МКП (рис. 1) и блокирует положительные ионы, которые под действием приложенного электрического поля возвращаются назад и двигаются в сторону фотокатода. Однако, при этом снижается эффективность сбора фотоэлектронов с ~ 60 % (в случае без ИБП) до ~ 35 % [8, 9, 10] и, как указывалось выше, снижается на 20-25 % отношение сигнал/шум.





Снижение газовыделения МКП является самым эффективным способом увеличения срока службы и сохраняемости ЭОП и повышения его отношения сигнал/шум. Традиционными методами снижения газовыделения МКП являются термическое и электронно-стимулированное обезгаживание МКП, которое основано на снижении интенсивности электронностимулированной десорбции молекул газа из приповерхностных слоев каналов при длительном процессе обезгаживания.

Одно из перспективных для достижения этой цели направлений – это применение метода двустороннего обезгаживания МКП, заключающегося в периодическом изменении полярности напряжения питания на входе и выходе МКП и направления электронного потока в каналах

МКП. Данный метод позволяет снизить остаточное газосодержание в каналах МКП не менее, чем на один порядок по сравнению с обычным электронно-стимулированным обезгаживанием [11], однако его реализация для промышленной сборки ЭОП требует разработки специальных технологических отсеков в установке финишной сборки, а также применения специальных механизмов, обеспечивающих необходимые перемещения.

Для применения двустороннего электронно-стимулированного обезгаживания при изготовлении ЭОП УЯ с ОЭС-фотокатодами во ФГУП «ВНИИА» разработана и изготовлена специальная сверхвысоковакуумная установка финишной сборки ЭОП.

Установка финишной сборки с расширенными технологическими возможностями

Разработанная установка финишной сборки (УФС) (рис. 2) в базовом исполнении состоит из трех сверхвысоковакуумных модулей: загрузки, активировки и герметизации. Каждый модуль включает в себя вакуумную технологическую камеру, откачиваемую собственным магниторазрядным насосом с титановым испарителем и азотной криопанелью. Применяемые средства вакуумной откачки в сочетании со специальной технологией подготовки вакуумных поверхностей технологических камер позволяют создавать в модулях установки предельное остаточное давление порядка $5 \cdot 10^{-11}$ мм.рт.ст. и ниже. Предварительная откачка модулей осуществляется передвижным откачным постом на базе турбомолекулярного насоса, подключаемого к установке с помощью сильфона.

Модуль загрузки (МЗ-А) предназначен для загрузки подготовленных фотокатодных узлов (ФКУ), откачки и переноса ФКУ при помощи линейного магнитного манипулятора в модуль активировки. В модуле активировки (МА) осуществляется термическое обезгаживание размещённых на четырёхпозиционной карусели ФКУ с последующим формированием на них фотоэмиссионного слоя. При этом конструкция МА никак не ограничивает как состав и тип активного слоя фотокатода, так и состав и тип активирующего покрытия. Готовые фотокатоды при помощи линейного магнитного манипулятора переносятся в модуль герметизации, где совмещаются с экранно-корпусным узлом (ЭКУ).



Рис. 2. Установка финишной сборки ЭОП с расширенными технологическим возможностями

Максимальный габаритный размер ФКУ, с которым может работать данная установка равен 60 мм, что дает возможность изготавливать ЭОП УЯ с диаметром чувствительной зоны до 40 мм. Камера модуля герметизации (МГ) оборудована двенадцатипозиционной каруселью, предназначенной для размещения и переноса ЭКУ между технологическими позициями, и выполняет следующие функции: термическое обезгаживание одновременно двенадцати ЭКУ с помощью подъ-



емного нагревателя, электронное обезгаживание элементов одновременно двух ЭКУ, совмещение обезгаженного ЭКУ с фотокатодом, герметизацию одновременно двух ЭОП с помощью пресса.

Рис. 3. Модуль двустороннего электронного обезгаживания

Дополнительно для установки разработана конструкция четвертого модуля - модуля загрузки в камеру герметизации (МЗ-Г). МЗ-Г представляет собой упрощенную версию МГ, оснащенную только каруселью и нагревателем ЭКУ. Дооснащение установки модулем МЗ-Г позволяет исключить выполнение технологического процесса термического обезгаживания ЭКУ в МГ, что положительно сказывается на чистоте рабочей среды в технологической камере и уровне предельного вакуума.

Отличительной особенностью разработанной во ФГУП «ВНИИА» установки, в сравнении с аналогами, является наличие в составе камеры герметизации двух уникальных технологических модулей, предназначенных для двустороннего электронно-стимулированного обезгаживания МКП (рис. 3). Модуль тренировки МКП состоит из корпуса, реечного механизма переноса МКП, двух источников электронов, двух анодных сеток и оснастки для подведения к МКП электрических контактов. Управление процессом тренировки осуществляется специальным высоковольтным блоком, обеспечивающим подачу электропитания на источники электронов, сетки и МКП в соответствии с заданными режимами тренировки.

Технология двусторонней тренировки, реализуемая с помощью модуля тренировки, предполагает захват оснастки с корпусом и МКП вилочным захватом, перенос её в модуль тренировки, поочередную бомбардировку МКП электронами с двух сторон при параллельной бомбардировке экрана прибора, который остается на карусели МГ, и возврат оснастки с корпусом и МКП на позицию карусели (рис. 4).

В настоящее время на данной установке достигнуто предельное остаточное давление 5·10⁻¹¹ мм.рт.ст, проверена работоспособность всех узлов и механизмов; идет подготовка к сборке макетов ЭОП.



Рис. 4. Реализация двустороннего электронного обезгаживания

Заключение

Для решения задачи по расширению динамического диапазона хронографического ЭОР по нижней границе за счет улучшения отношения сигнал/шум ЭОП, входящих в его состав, во ФГУП «ВНИИА» разработана и изготовлена трехмодульная сверхвысоковакуумная установка финишной сборки ЭОП УЯ с ОЭС-фотокатодами, отличительной особенностью которой является применение технологии двустороннего электронно-стимулированного обезгаживания микроканальной пластины. Создание данной установки является важнейшим этапом на пути создания ЭОП УЯ без ИБП, позволяющих обеспечивать лучшее отношение сигнал/шум.

Литература

- [1] Thomas S W 1978 SPIE Proc. 189 838–9
- [2] Коновалов П И, Соколов А Ю, Нуртдинов Р И и др. 2023 Международная конференция «Забабахинские научные чтения» 22-26 мая Снежинск
- [3] Патент РФ 2624916. Способ электронного обезгаживания микроканальной пластины / Викулин М П, Долотов А С, Коновалов П И, Нуртдинов Р И, Соколов А Ю. Заявл. 30.11.2015. Опубл. 10.07.2017
- [4] Грузевич Ю К 2014 Оптико-Электронные Приборы Ночного Видения (Москва: Физматлит)
- [5] Фишер Д, Мартинелли Р 1979 Достижения в Технике Передачи и Воспроизведения Изображений (Москва: Мир) 87–181
- [6] Pastuszka S, Hoppe M, Kratzmann D et al. 2000 J. Appl. Phys. 88 6788–800
- [7] Багдуев Р И 2009 Интерэкспо Гео-Сибирь 1 5 172–3
- [8] Jinno T et al. 2011 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment **629** 111–7
- [9] Inami K 2006 Time-of-Flight Measurements with MCP-PMT SNIC Symposium April 3-4
- [10] Kishimoto N et al. 2006 Lifetime of MCP–PMT Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment 564 204–11
- [11] Коновалов П И, Долотов А С, Нуртдинов Р И, Викулин М П 2016 Труды XXIV Международной научно-технической конференции по фотоэлектронике и приборам ночного видения 237

Влияние предварительной обработки плазмой на процесс обезгаживания ЭВП

Н. Н. Щитов

ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова», Москва 127055, ул. Сущевская, 22

E-mail: nschitov@mail.ru

Аннотация. Приведено описание влияния предварительной вакуумной ионноплазменной обработки (ВИПО) электровакуумных приборов (ЭВП), содержащих оксидные и металлопористые катоды (ОК и МПК), на процесс обезгаживания. Исследования проводились на многофункциональной установке электровакуумной обработки EV-VT-450/600-250. Обработка проводилась в тлеющем линейном разряде остаточной атмосфере смеси различных газов (воздуха, H₂, Ar, N₂, He). Мониторинг летучих компонентов, образующихся в процессе разряда, осуществлялся с помощью квадрупольного массспектрометра. Результаты исследований свидетельствуют о том, что обработка позволяет существенно сократить время обезгаживания, снизить температуру процесса, улучшить электропрочность ЭВП.

Ключевые слова: электровакуумные приборы (ЭВП); обезгаживание; обработка в плазме

1. Введение

Финишная термо/электровакуумная обработка изделий ЭВП является важнейшим звеном технологии ЭВП [1]. При употреблении термина «плазменная химико-термическая обработка» чаще имеется в виду нанесение различного рода покрытий – азотирование, карбидизация, хромирование и т.д. [2]. В нашем случае речь будет идти, напротив, об удалении существующих покрытий, хотя и нанесение «внешних и внутренних покрытий» так же возможно в случае необходимости. ЭВП, как правило, представляют собой металлические детали и узлы (электроды и конструктивные элементы), заключенные в металлическую или диэлектрическую оболочку. Кроме того, многие ЭВП содержат источник электронов – тот или иной вид катода, так же требующий определенной финишной обработки.

В материале электродов содержатся различные неметаллические включения – оксиды, сульфиды, силикаты. Кроме того, они покрыты пленками окислов, а также практически неизбежно присутствуют органические вещества, серьезно ухудшающие изоляционные свойства вакуума даже в количестве меньшим $10^{-7} - 10^{-8}$ г. Поэтому обычно осуществляется двухстадийная обработка – на первой обезгаживаются отдельные детали и узлы ЭВП, а на второй – финишной – уже сам ЭВП в сборе. При обезгаживании в контролируемой атмосфере действует эффект взаимной дискриминации газов по энергии сорбции [3]: инертные газы – метан – водород – азот – оксид углерода – диоксид углерода – кислород. Каждый последующий газ, начиная с водорода, вызывает десорбцию предыдущих и блокирует их дальнейшую сорбцию. При образовании на пленке монослоя молекул азота сорбция водорода прекращается полностью. При использовании геттерных насосов, часто присутствующих в объеме ЭВП, сорбируются преимущественно *вредные примеси* [3]. Так, например, начальные коэффициенты прилипания различных газов на термически осажденных титановых пленках при температуре 300 К: H₂ – 0.05; D₂ – 0.015; T₂ – 0.012; CO – 0,9; N₂ – 0,22; O₂ – 0,9; CO₂ – 0,44. При 500 К коэффициент прилипания водорода падает до ~ 0,03, тогда как для кислорода и окиси углерода остается равным 0,7.

Помимо обезгаживания в вакууме применяется и обезгаживание с помощью ВИПО в атмосфере газа, не действующего химически на накаленный катод, например, смесь H₂+Ar при давлении достаточном для возбуждения разряда. Известно, что даже просто поток H₂ при давлении $4.5*10^{-4}$ Па при комнатной температуре в течение 3 часов равносилен обезгаживанию в вакууме при температуре 450° С в течение 15 часов. Ионы разряда нагревают электроды до высокой температуры, а также удаляют или, напротив, образуют различные покрытия в результате плазмохимических реакций. «Внутренние покрытия», т.е. модифицированные приповерхностные области, образуются всегда. Известно так же, что при этом повышаются эмиссионные свойства ОК и МПК за счет улучшения структуры эмиссионного покрытия и снижения рабочей температуры на $30-40^{\circ}$ С [4]. Но, как уже отмечено выше, после обработки в среде H₂ требуется дополнительный отжиг в вакууме, а для предотвращения последующей сорбции кислородом желательно плазмохимичекое азотирование.

Переходя от «идеальной» к реальной поверхности, характеризующейся определенной микрогеометрией и дефектами, следует учитывать ее электрическую структуру – над поверхностью существует вызванное ее неоднородностью поле контактных разностей потенциалов [5]. Электрическая структура поверхности определяет процессы образования скоплений молекул адсорбата. Макродефекты поверхности (поры, царапины и т.д.) служат местами «стока» молекул. Многоатомные комплексы молекул возникают прежде всего на различных дефектах поверхности, а углеводороды образуют на поверхности отдельные островки. Известно, что атомы материала электродов могут двигаться в направлении возрастающего градиента (к вершинам выступов) только при полях ~ 10^8 В/см (и больших). Подобные поля могут возникать в процессе работы ЭВП при наличии острых выступов, даже если потенциалы сравнительно невелики. Если же речь идет о напряжениях порядка 100 - 300кВ, характерных для нейтронных трубок (HT) [6], то даже острия с радиусом кривизны порядка 10^3 см автокаталически увеличиваются и заостряются в процессе работы. Для предотвращения этих явлений обычно применяют длительную процедуру тренировки уже после снятия изделия с поста финишной обработки.

Атомы адсорбата также движутся под действием тангенциальной составляющей поля. При наведенном дипольном моменте они движутся к вершине острия (выступа). Следовательно, атомы загрязнений способны перемещаться по поверхности и образовывать нагромождения на выступах в сравнительно слабых полях. В [5] рассмотрены этапы формирования энергетического состояния поверхности при ВИПО. Отмечены характерные особенности каждого этапа в зависимости от энергии плазмы – ионно-плазменное полирование при невысоких энергиях, формирование поверхности с повышенной реакционной способностью при средних и активным травлением поверхности при дальнейшем повышении энергии. Комплекс воздействий много-компонентной металлической и газовой плазмы на поверхности формирует на ней систему многослойных, многокомпонентных, градиентных покрытий. Таким образом, в результате проведения ВИПО обеспечивается получение внутренних, внешних и комбинированных покрытий, обладающих необходимыми свойствами, обеспечивающими работоспособность ЭВП. Но ВИПО все же не отменяет операцию вакуумного обезгаживания, в частности, катодов из-за необходимости удаления примесей из всего объема, а не только приповерхностных слоев.

2. Описание экспериментальной установки

Введенная в 2023 г. в эксплуатацию «Многофункциональная установка электровакуумной обработки EV-VT-450/600-250» (рис. 1, 2) предназначена для отработки новых операций и последующим их внедрением на производство.

Для мониторинга остаточного давления и процессов плазмохимической обработки использован масс-спектрометр ExTorr XT300(М). Данный вид мониторинга возможен при перепаде давлений между внутренними объемами ЭВП и масс-спектрометра более чем в 3 порядка из-за наличия автоматической дросселирующей заслонки APC (угол открытия от 0 до 90 с дискретностью шага 1/8000), что позволяет реализовать и оптимизировать селективную плазменную обработку отдельных деталей и узлов ЭВП. Впервые применена оригинальная система газонапуска для 4-х газов (≥0.3мл/мин: 3 из баллонов и дополнительно из генератора чистого водорода).

Масс-спектрометрия является наиболее чувствительным методом анализа поверхности: 10⁻⁶ атомных слоев на см-2 или 10⁻¹² г. Для прозрачных оболочек ЭВП (стеклянных) могут быть ис-

пользованы оптические методы, в частности, спектрофотометрия (колориметрия, оптическое поглощение), аналогичные характеристики уже 3 и 10^{-4} [7]. Тем не менее, для решения ряда задач эти методы незаменимы, т.к. многие газообразные компоненты плазмы, сорбируясь на стенках, просто не попадают в масс-спектрометр, например, ионы и нейтралы металлов.



Рис. 1. Эскиз установки EV-VT-450/600-250: 1 – вакуумный пост, 2 – шкаф управления



Рис. 2. Фото установки EV-VT-450/600-250 в рабочем состоянии (3 панели поста специально сняты)

Установка позволяет обрабатывать практически все ЭВП, изготавливаемые во ФГУП «ВНИИА», в том числе перспективные конструкции увеличенных габаритов (диаметром до 400 и высотой до 600 мм). Установка полностью автоматизирована в части, относящейся собственно к термовакуумной обработке, описание всех процессов (до 400000) хранится в памяти контроллера. Допустимо внесение изменений в программы обработки и подключение дополнительных внешних устройств. Предварительная плазмохимическая обработка изделий, отдельные варианты которой описаны в [8], производится оператором вручную на этапе поиска оптимальных режимов, но может быть также включена в полную программу.

Основные технические данные установки:

- предельное остаточное давление в вакуумном коллекторе 6.67х10⁻⁶Па;
- натекание в вакуумный коллектор 6.67х10-8 Па•м3/с;
- предельное остаточное давление в вакуумной камере 6.7Па;
- максимальная температура обработки изделий 600°С;
- при контроле в трех точках по высоте перепад температуры не превышает 10°С;
- скорость подъема температуры 2°С/мин;

- обеспечение наполнения газами из баллонов вакуумного коллектора с присоединенным изделием до давления в интервале от 0.1 до 100 Торр с ошибкой при составлении смеси газов не более 5%;

- предельная температура печи твердотельного генератора рабочего газа – 1000°С.

В [9] результаты [8] обобщены, причем к инертному газу был добавлен водород, что привело к существенно лучшим результатам. Однако аргон, будучи достаточно тяжелым газом, слишком быстро распыляет металлические поверхности, в результате чего могут появиться пленки на внутренней поверхности баллона, ухудшающие электропрочность, что было выявлено в результате предварительных экспериментов. Что касается водорода, ток его использованию следует относиться с осторожностью из-за возможного водородного охрупчивания или внедрения в мишени НТ вместо тяжелых изотопов водорода. В установке EV-VT-450/600-250 водород подается от генератора водорода ГВЧ-6Д, как и в [8] через боковой ввод, к которому может быть присоединен и любой другой газ, например, CH₄ для формирования карбидов в плазме разряда. Гелий особенно интересен тем, что по массе соответствует молекуле дейтерия и обладает очень высокой теплопроводностью и текучестью.

В случае металлостеклянных корпусов ЭВП визуальный контроль дополнительно позволяет выявить диапазоны давлений рабочих газов, при которых достигается наибольшая селективность (рис. 3). В частности, рекомендованные в [9] давления для обработки электродов были существенно скорректированы в сторону увеличения после проведения исследований на установке.



Рис. 3. Фото разряда и масс-спектрограмма в момент обработки в атмосфере гелия. Наибольшие пики – гелий, вода, молекулярный азот и кислород. Отчетливо видна стратификация положительного столба разряда

Помимо очистки, установка при подключении различных источников питания позволяет реализовать практически всю гамму известных процессов плазменной модификации поверхности. В частности, ионно-плазменное азотирование, карбидизацию или нанесение алмазоподобных пленок, не считая более сложных процессов плазменной полимеризации для нанесения покрытий повышенной электропрочности [10]. Вместе с тем, из-за обратимости этих процессов (плазмохимическое травление), за исключением полимеризации, все эти покрытия будут со временем удалены ионами рабочего газа (изотопами водорода), образующими летучие продукты. Поэтому рабочие давления обработки, рекомендованные в [9], должны быть повышены, по крайней мере, на два порядка – до нескольких Торр, что одновременно повышает и пространственную селективность (например, обработка только торцевой кромки электродов). Локальность может быть повышена и при использовании ВЧ разряда с плоскими спиральными индукторами.

3. Проведение эксперимента

Для выяснения влияния обработки в плазме тлеющего разряда на скорость и качество обезгаживания на откачной ввод установки устанавливались различные макеты ЭВП, в частности, НТ. Затем проводилась ВИПО в разных смесях и при разных молярных концентрациях компонентов. Использовался источник питания установки. Блок является униполярным, имеет два выхода положительной (+) и отрицательной (–) полярности. В зависимости от того, какой вывод блока заземлён, противоположной полярностью обладает система. Источник обеспечивает постоянное напряжение 6кВ при токе до 100мА. Тем самым на обрабатываемой поверхности могла быть выделена мощность до 600 Вт. Изменение давления образующихся летучих компонентов записывалось масс-спектрометром в режиме «тренд», т.е. в виде давлений, или ионных токов, выбранных 6 компонентов (H₂O, CO, CO₂, N₂, NH₃, He(Ar)) как функций времени. После достижения стационарных минимальных значений ВИП данного узла прекращали, подавали положительное напряжение на другой узел и повторяли ВИП. После окончательного завершения ВИПО ЭВП прогревали до температуры 450° С со выбранной скоростью повышения температуры (не более 2° С/мин) и так же записывались тренды. Температуры и общее давление записывались в общем журнале процессов. После охлаждения до 150° С в объем ЭВП напускался воздух, что имитировало возможные нарушения технологии, а также ускоренный процесс старения. Изделие снова подвергалось нагреву с одновременной записью трендов. Подбор режимов осуществлялся эвристически, теория многофакторного эксперимента пока не использовалась. Удалось оптимизировать режимы активации ОК и МПК, длительность которых при использовании ВИПО в потоке H₂+Не перед прогревом сократилась до 40 и 20 минут соответственно. Выход на предельное (для установки) давление 10^{-7} Торр сократился примерно в 4 раза, что, в целом, коррелирует с известными данными, приведенными во Введении. Влияние ВИПО на электропрочность ЭВП будет определено после проведения финишной обработки штатных изделий и испытаний в соответствии с штатными инструкциями по тренировке и контролю.

4. Заключение

Применение ВИПО в процессе финишной термо/электровакуумной обработки ЭВП, включая ЭВП с ОК и МПК, позволяет существенно улучшить результаты обработки, сократить ее время, снизить технологические отходы и, скорее всего, улучшить электропрочность ЭВП. Проведены предварительные эксперименты, подтверждающие данный вывод. Оптимизация режимов предполагает использование концепции многофакторного эксперимента, а также исследование возможности применения ВЧ разряда в ходе ВИПО. Конкретные режимы являются интеллектуальной собственностью ФГУП «ВНИИА» и имеют гриф КТ (коммерческая тайна).

Литература

- [1] Черепнин Н В 1967 Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике (Москва, Советское радио) 408
- [2] Полак Л С и др. 1975 Теоретическая и прикладная плазмохимия (Москва, Наука) 304
- [3] Саксаганский Г Л 1988 Электрофизические вакуумные насосы (Москва, Энергоатомиздат) 280
- [4] Евстигнеев С И, Ткаченко А А 1975 Катоды и подогреватели электровакуумных приборов (Москва, Высшая школа) 196
- [5] Плихунов В В, Петров Л М и др. 2011 Сборник трудов 10-й юбилейной Всероссийской с международным участием научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (Москва, МАТИ) 243–8
- [6] Кирьянов Г И 1990 Генераторы быстрых нейтронов (Москва, Энергоатомиздат) 224
- [7] Праттон М 2000 Введение в физику поверхности (Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика») 256
- [8] Каньшин И A 2023 Materials. Technologies. Design **5** 2(12) 26–38
- [9] Каньшин И А 2023 Каротажные газонаполненные нейтронные трубки с повышенным ресурсом: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук (Москва, НИЯУ «МИФИ») 198
- [10] Schitov N 2019 J. Phys.: Conf. Ser. 1281 012069

Герметичность вакуумных систем и течеискание, вакуумные измерения

Направления развития тепловых вакуумметров на основе манометрического преобразователя СК-ТС6

А. С. Агеев¹, Д. А. Воронов²

¹ ООО НПП «Системы контроля», г. Пермь, РФ ² ООО «Мерадат». г. Пермь, РФ

E-mail: voronov-termodat@mail.ru

Аннотация. В 2023 году запущено серийное производство теплового манометрического преобразователя СК-ТС6, работающего в составе вакуумметров Мерадат-ВИТ. Поведены дополнительные метрологические исследования преобразователя. Представлен новый прототип вакуумметра, блок электроники которого установлен непосредственно на преобразователе СК-ТС6.

Ключевые слова: тепловой вакуумметр, терморезистивный преобразователь, датчик Пирани, СК-ТС6, Мерадат-ВИТ

1. Введение

Сегодня сложно представить современную вакуумную систему без вакуумметров, приборов для измерения низкого абсолютного давления газа. Одними из самых востребованных в промышленности являются тепловые вакуумметры [1]. Их принцип действия основан на зависимости теплопередачи через разреженный газ от давления [2], а их диапазон измерения обычно составляет от 10^{-1} до 10^5 Па.

Начиная с 2005 года, на предприятии ООО «НПП «Системы контроля» выпускаются тепловые вакуумметры. В настоящее время приборы изготавливаются под торговой маркой «Мерадат-ВИТ». Долгое время вакуумметры «Мерадат-ВИТ» использовали в качестве первичных манометрических преобразователей тепловые преобразователи типа ПМТ-2, ПМТ-4М и ПМТ-6-3М-1 (ПМТ-6-3), снятые с производства еще в 1990-х годах.

В 2023 году нам удалось запустить производство новых тепловых терморезистивных манометрических преобразователей СК-ТС6 [3]. На данный момент с этим преобразователем работают вакуумметры Мерадат-ВИТ12Т6, Мерадат-ВИТ16Т6 и Мерадат-ВИТ19ИТ2. Основные характеристики преобразователя СК-ТС6 указаны в табл. 1.

Диапазон измерения	1,3×10 ⁻¹ -1,0×10 ⁵ Па (1,0×10 ⁻³ -750 мм рт.ст.)
Относительная погрешность	
в диапазоне давлений от 1,33 до 1.10^4	\pm 30 %
в остальном диапазоне измерений	± 50 %
Присоединение к вакуумной системе	Фланец КF-25
Габаритные размеры	Не более 45×45×65 мм
Диапазон рабочих температур	10–40 °C

Табл. 1. Основные характеристики преобразователя СК-ТС6

2. Дополнительные исследования метрологических характеристик преобразователя СК-ТС6

Не смотря на уже запущенное серийное производство, работы по совершенствованию преобразователя СК-ТС6 и технологии его производства продолжаются.

Благодаря улучшению технологий производства нам удалось добиться, чтобы разброс параметров при производстве преобразователей СК-ТС6 был минимальным. В табл. 2 представлены результаты проверки трех экземпляров СК-ТС6, выпущенных в мае 2024 г. Проверка вакуумметров, состоящих из преобразователей СК-ТС6 в комплекте с вакуумметрами Мерада-ВИТ16Т6, проводилась на эталонной вакуумной установке 2-го разряда УВЭ-СК-1 [4].

Табл. 2. Результаты проверки метрологических параметров преобразователей СК-ТС6 в составе вакуумметра Мерадат-ВИТ16Т6 на эталонной установке вакуумметрической 2-го разряда УВЭ-СК-1

Давление в камере по эталону УВЭ-СК-1, Па	Показания СК-ТС6 №1, Па	δ CK-TC6 №1, %	Показания СК-ТС6 №2, Па	δ CK-TC6 №2, %	Показания СК-ТС6 №3, Па	δ CK-TC6 №3, %
2.00E-01	1.80E-01	- 10.0	1.90E-01	-5.0	1.90E-01	-5.0
5.08E-01	4.80E-01	-5.5	4.90E-01	-3.5	4.80E-01	-5.5
8.01E-01	7.70E-01	-3.9	7.70E-01	-3.9	7.70E-01	-3.9
2.02E+00	2.00E+00	-1.0	1.90E+00	-5.9	1.90E+00	-5.9
5.08E+00	5.00E+00	-1.6	4.90E+00	-3.5	4.80E+00	-5.5
8.00E+00	8.00E+00	0.0	7.70E+00	-3.8	7.70E+00	-3.8
2.00E+01	2.00E+01	0.0	1.90E+01	-5.0	1.90E+01	-5.0
5.01E+01	5.00E+01	-0.2	4.80E+01	-4.2	4.90E+01	-2.2
8.00E+01	8.20E+01	2.5	7.90E+01	-1.3	8.00E+01	0.0
2.08E+02	2.32E+02	11.5	2.26E+02	8.7	2.32E+02	11.5
5.10E+02	5.23E+02	2.5	5.00E+02	-2.0	5.16E+02	1.2
8.07E+02	7.46E+02	-7.6	7.11E+02	-11.9	7.37E+02	-8.7
1.99E+03	2.20E+03	10.6	2.10E+03	5.5	2.20E+03	10.6
5.09E+03	5.30E+03	4.1	5.00E+03	-1.8	5.00E+03	-1.8
8.08E+03	7.90E+03	-2.2	7.40E+03	-8.4	7.30E+03	-9.7
2.11E+04	2.10E+04	-0.5	2.10E+04	-0.5	2.00E+04	-5.2
5.08E+04	5.30E+04	4.3	5.30E+04	4.3	5.30E+04	4.3
8.03E+04	8.30E+04	3.4	8.40E+04	4.6	8.30E+04	3.4
9.94E+04	9.70E+04	-2.4	1.00E+05	0.6	9.60E+04	-3.4

Показания вакуумметров, с учетом заявленной для СК-ТС6 относительной погрешности (см. табл. 1), хорошо согласуются с показаниями эталонных вакуумметров на установке УВЭ-СК-1. А однотипные отклонения показаний от эталона разных преобразователей СК-ТС6, явно свидетельствуют о максимально близких параметрах разных экземпляров СК-ТС6.

Кроме того, дополнительно были проведены испытания стабильности показаний датчиков на длительном промежутке времени. Вакуумметр Мерадат-ВИТ16Т6 с преобразователем СК-ТС6 в течение нескольких месяцев работал на эталонной вакуумной установке УВЭ-СК-1 практически ежедневно. С периодичностью около одного раза в месяц производилась проверка показаний вакуумметра во всем его диапазоне измерения. Результаты представлены на графике (рис. 1).



Рис. 1. Зависимость относительной погрешности преобразователя СК-ТС6 от измеряемого давления в разные даты

Близкое и однотипное отклонение от эталона измеренных значений вакуумметра в разные временные периоды дает основания полагать о достаточной стабильности показаний преобразователей СК-ТС6 на длительном промежутке времени.

3. Дальнейшее развитие вакуумметров с преобразователем СК-ТС6

На данный момент вакуумметры «Мерадат-ВИТ» состоят из двух основных частей: электронного блока управления (прибора) и манометрического преобразователя (рис. 2). Манометрический преобразователь присоединяется к вакуумной системе и преобразует значение измеряемого давления в электрический сигнал. Важно отметить, что сам манометрический преобразователь не имеет встроенной электроники. Электронный блок вакуумметра полностью управляет манометрическим преобразователем и преобразует его электрический сигнал в значение давления [5].



Рис. 2. Внешний вид вакуумметра Мерадат-ВИТ16Т6 с датчиком СК-ТС6

Однако для ряда промышленных применений гораздо удобнее, когда блок электроники установлен непосредственно на преобразователе. В этом случае электронный блок полностью управляет работой манометрического преобразователя и выдает либо нормированный аналоговый электрический сигнал (токовый или по напряжению), либо цифровой сигнал (например, по интерфейсу RS-485).

Еще в 2012 году на нашем предприятии начинались разработки подобных модульных измерительных блоков для вакуумных преобразователей [6]. Но в том момент эти вакуумметры не пошли в серийное производство, т.к. в качестве манометрических преобразователей были доступны только старые советские преобразователи, такие как ПМТ-2, ПМТ-4М и ПМТ-6-3 (ПМТ-6-3М-1).

Сейчас работа по созданию модульного измерительного блока для теплового вакуумметра возобновлена. Новые вакуумметры данного типа будут основаны на базе преобразователя СК-ТС6. Опытный прототип такого вакуумметра показан на рис. 3.





Применение подобной структуры вакуумметра позволяет получить дополнительное метрологическое преимущество. Использование конкретной пары преобразователя и электронного блока, а также результаты, указанные во второй части данной статьи, дают основания полагать, что можно значительно уменьшить относительную погрешность данного вакуумметра за счет применения индивидуальной градировочной характеристики для каждого прибора. Это даст возможность выпускать тепловые вакуумметры с разными метрологическими характеристиками, например, с текущими характеристиками СК-ТС6 для общепромышленного применения и с улучшенными для использования в лабораториях.

С точки зрения функциональности на предприятии ООО «НПП «Системы контроля» также планируется изготавливать несколько моделей вакуумметров, отличающихся наличием или отсутствием дисплея на приборе, а также с разными фланцами для присоединения к вакуумной системе.

4. Выводы

В настоящее время в российской промышленности отмечается недостаток современных средств измерения вакуума отечественного производства. Разработанный в 2023 году манометрический преобразователь СК-ТС6 совместно с приборами Мерадат-ВИТ, успешно решают задачу измерения низкого абсолютного давления в области форвакуума. Об этом свидетельствуют практический опыт применения на отечественных производственных предприятиях и данные, приведенные во второй части данной статьи.

В ближайшем будущем на предприятии ООО «НПП «Системы контроля» будет завершена разработка серии новых тепловых вакуумметров с электронным блоком, установленным непо-

средственно на манометрический преобразователь СК-ТС6. Это безусловно расширит выбор отечественных вакуумметров и даст новые возможности производителям отечественной вакуумной техники.

Литература

- [1] Горобей В Н, Родинов И И, Чернышенко А А 2020 Труды 27-й Всероссийской научнотехнической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2020» (СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») 28–32
- [2] Кузьмин В В 1992 Вакуумные измерения (М.: Изд-во стандартов) 30
- [3] Агеев А С, Воронов Д А 2023: Труды 30-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2023», (СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») 71–4
- [4] Описание типа средства измерения. Вакуумная установка эталонная 2-го разряда УВЭ-СК-1 (Федеральный информационный фонд) URL: <u>https://fgis.gost.ru/fundmetrology/</u> api/downloadfile/9c7a75b7-febd-4d9c-b9d7-3dae8d9b3a2a
- [5] Руководство по эксплуатации Мерадат-ВИТ. Вакуумметр тепловой Мерадат-ВИТ16Т6 (Термодат) URL: <u>https://termodat.ru/filedownload.php?file=9925</u>
- [6] Агеев А С, Воронов Д А 2012 Вестник Пермского университета. Серия: Физика 2 104–7

Методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств

Аунг Лин Хтай, Мьо Чжо Хлаинг, Вей Мо Лин, Л. Л. Колесник

Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: kolesnik@bmstu.ru, aunglinhtay1995@gmail.com

Аннотация. В статье рассмотрены анализы методов исследования потоков газовыделения материалов и устройств в вакууме. Изучены существующие методы исследования потоков газовыделения материалов и устройств в вакууме и определены достоинства и недостатки присущие различным методам.

Ключевые слова: газовыделения; вакуумная камера; проводимость; газовый поток

Введение

Исследования в области газовыделения материалов является необходимым этапом при проектировании и создании устройств, используемых в вакуумном оборудовании.

Понимание, прогнозирование и измерение выделения газа из материалов в вакууме являются одними из фундаментальных задач для специалистов по вакууму. Знание явлений газообразования имеет важное значение для выбора материалов и их обработки, чтобы обеспечить требуемую герметичность в научных приборах и оборудовании.

В данной работе рассматриваются различные методы исследования газовыделения материалов в вакууме и определяются достоинства и недостатки присущие различным методам [2].

Методы измерения газовых потоков

Газовый поток – это масса газа, проходящая в единицу времени через заданное поперечное сечение элемента вакуумной системы. В Международной системе единицей газового потока является кг/с. Потоки индивидуальных веществ можно измерять также количеством молекул газа, проходящих через заданное сечение элемента вакуумной системы в единицу времени.

При постоянной температуре газа часто используют внесистемную единицу газового потока м³*Па/с. Для воздуха при $T_0 = 273 \text{ K} 1 \text{ м}^3 \text{ *}\Pi a = 1,3-10^{-5} \text{ кг.}$ Стационарный поток газа, выраженный в м³ *Па/с, можно записать в виде

$$Q = U(p_1 - p_2) \tag{1}$$

где U - проводимость вакуумной системы.

Уравнение (1) может быть использовано для измерения стационарных газовых потоков методом двух манометров по перепаду давления на вакуумном элементе известной проводимости.

Другое выражение для определения как стационарных, так и нестационарных газовых потоков циальной форме: можно записать в дифференциальной форме:

$$Q = \frac{d(pV)}{dt} = p\frac{dV}{dt} + V\frac{dp}{dt}$$
(2)

В соответствии с уравнением (2) для измерения газовых потоков используют два метода: постоянного давления и постоянного объема. При p=const поток газа Q=Vdp/dt, а его измерение осуществляется по скорости изменения давления в камере постоянного объема. При V=const поток газа Q=Vdp/dt, а его измерение осуществляется по скорости изменения объема газа при постоянном давлении.

Описанные методы считаются абсолютными. Косвенные методы - тепловые, радиоизотопные, ионизационные – нуждаются в градуировке по абсолютным методам [1], [2].

Динамический метод при откачке газа через диафрагму с известной проводимостью

В этом методе измерительная камера разделена на две части посредством диафрагмы с известной проводимостью. В процессе работы происходит замер давления в обеих частях камеры. И при известной проводимости рассчитывается поток газовыделений [3]. Значение газовыделений в камере:

$$Q1 = Q_v + Q_{\text{obp.}} \tag{3}$$

где Qv и Qобр. – газовыдедения, соответственно, самой камеры и образца.

Значение потока газа определяется следующим образом:

$$Q = (p_1 - p_2) \times U \tag{4}$$

где P1 и P2 давления, соответственно, до и после диафрагмы, U – проводимость диафрагмы.

При изменении размера диафрагмы можно измерять значения потоков в большом диапазоне значений [4].



Рис. 1. Схема динамического метода определения газовыделения при откачке газа через диафрагму известной проводимости

Метод двух манометров

Метод двух манометров основан на измерении перепада давлений на элементе с известной проводимостью в соответствии с уравнением (1) и применяется для измерения стационарных или медленно изменяющихся во времени газовых потоков. На рис (2) показана схема измерения производительности быстроты действия вакуумных насосов методом двух манометров [1]. Значение этого метода определяется следующим образом:



Рис. 2. Схема измерения потока газа методом двух манометров

Динамический метод при откачке газа через сечение с изменяемой проводимостью

Данный метод является вариацией метода исследования через диафрагму с известной проводимостью. Значение потока газа определяется в результате измерения давлений p_1 и p_2 , при изменении проводимости с U_1 на U_2 :

$$Q = \frac{(p_1 - p_2)}{(^1/_{U_1} - ^1/_{U_2})}$$
(6)

Преимуществом данного метода является необходимость лишь одного преобразователя давления. Однако, необходимо, чтобы быстрота действия насоса оставалась неизменной с изменением потока газа на входе, то есть она должна быть одинаковой при U1 и U2 [4].



Рис. 3. Схема измерения газового потока динамическим методом при откачке газа через сечение с изменяемой проводимостью

Метод постоянного давления

Для измерения газового потока методом постоянного давления, использующая жидкостную бюретку, показана на рис 4. Значение этого метода определяется по формуле [1].



Рис. 4. Схема измерения потока газа методом постоянного давления

Метод постоянного объема

Для определения газового потока методом постоянного объема можно использовать схему на рис. 5, а. В этом случае насос 1 и клапан 2 используются в качестве вспомогательной вакуумной системы для получения вакуума в объеме 3. В процессе измерения клапан 2 закрывается. Газ из баллона 6 через натекатель 4, поступающий в объем 3, вызывает увеличение давления р. Если поток газа постоянен, то происходит линейное повышение давления (кривая 2 на рис. 5, б). По скорости повышения давления определяют газовый поток: постоянного объема:

$$Q = V dp/dt \tag{8}$$

В момент прекращения откачки вакуумной камеры (t=0) в ней возникает газовыделение адсорбированных газов, приводящее к нелинейному повышению давления (кривая 3 на рис. 5, б). Суммарное изменение давления происходит согласно кривой 1 (рис. 5, б). Для надежного измерения потока методом постоянного объема газовыделение должно быть мало по сравнению с измеряемым газовым потоком. Этого можно достичь длительной предварительной откачкой вакуумной камеры [1].

Динамический двухпоточный метод

Данный метод является еще одним вариантом реализации метода измерения потока через диафрагму. Схема этого метода показана на рис. 6. Газовый поток в испытательной камере измеряется с использованием диафрагмы с известной проводимостью U, когда газ течет сначала по одному (клапан Va открыт, Vb закрыт), затем по-другому (клапан Va закрыт, Vb открыт) пути. Определение газовыделения в испытательной камере основано на фиксации разницы значений потоков при течении газа по разным магистралям, именно поэтому необходимо, чтобы степень газовыделения вне испытательной камеры была минимальна.



Рис. 5. Схема измерения потока газа методом постоянного давления а – вакуумная схема; б – кривые откачки

Значение газового потока в испытательной камере при измерении данным методом определяется [4]:

$$Q = U \times (p_{1a} - p_{1b})$$
(9)

где *P*1*a* – давление, измеренное преобразователем 1, когда клапан Va открыт, клапан Vb закрыт; *P*1*b* – давление, измеренное преобразователем 1, когда клапан Va открыт, клапан Vb закрыт.



Рис. 6. Схема измерения газового потока динамическим двухпоточным методом

Основным преимуществом данного метода является способность определять малые значения потоков (примерно на 2 порядка меньше, чем позволяет метод измерения через диафрагму). [5]

Метод накопления

При измерении потока методом накопления часть вакуумной системы с источником газовыделения 1, вакуумметром 2 отсоединяется от насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы с известным объемом вследствие газовыделения увеличивается давление. Поток газа определяется по уравнению [6]:

$$Q = (\Delta p V) \Delta t \tag{10}$$

где Δp – изменение давления за время измерения в отсеченной части вакуумной камеры; V – объем отсеченной части вакуумной камеры; Δt – время измерения.

Экспериментальный стенд

Для проведения исследований была использована лабораторная вакуумная установка, оснащенная высоковакуумным турбомолекулярным насосом и сверхвысоковакуумным ионным насосом, датчики сверхвысокого вакуума и контроллерами. Стенд предназначен для достижения и поддержания условий сверхвысокого вакуума, необходимых для чувствительных экспериментов. Целевой функцией стенда является исследование характеристик разрабатываемых сверхвысоковакуумных устройств. с использованием современных технологий автоматизации и управления. Внешний вид стенда показан на рис. 8.



Рис. 7. Схема измерения газового потока методом накопления



Рис. 8. Внешний вид установки для сверхвысокого вакуума

Давление в рабочей камере контролируется с помощью широкодиапазонного датчика Диапазон измерения давления от 1×10^5 до 2×10^{-11} мбар, максимальная температура прогрева камеры до 450 °C.

В дальнейшем планируется оснащение стенда масс-спектрометром для анализа состава остаточных газов при испытании образцов сверхвысоковакуумных устройств.

Заключение и результаты

На основании проведённого сравнительного анализа методов измерения газовых потоков можно прийти к следующим выводам:

Динамический метод при откачке газа через диафрагму с известной проводимостью является наиболее подходящими методом исследования газовыделения композитных материалов, так как этот метод : имеет хорошую точность; прост в построении установки (минимум составных элементов – 4); имеет диапазон газовых потоков: $\leq 10-9 \ \Pi a^* M3/c > 10-9 \ \Pi a^* M3/c$. В результате обзора и сравнительного анализа была выведена сравнительная характеристика предложенных методов. Результаты сравнения приведены в таблице 1[2].

Метод измерения	Диапозон газо- вых потоков	Точность	Количество со- ставных элемен- тов (min)	Наличие испыта- тельной камеры
Через диафрагму известной прово- димости	$\leq 10^{-9}$ Па м 3 /с $> 10^{-9}$ Па м 3 /с	+	4	Да
Через сечение с изменяемой про- водимостью	$>10^{-10}$ Па м $^{3}/c$	+	5	Да
Двухпоточный	>10-9 Па м³/с	++	7	Дa
Накопления	>10-9 Па м ³ /с	++	4	Да/Нет

Табл. 1. Сравнение методов для исследования газовыделения композитных материалов

Литература

- [1] Розанов Л Н 1990 Вакуумная техника (М.: Высш. Шк.) 320
- [2] Никифоров О А, Вульф М Д 2021 Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты 66–72
- [3] Grinham R, Chew A 2017 Appl. Sci. Converg. Technol. 26(5) 95–109
- [4] Chiggiato P Proceedings of the 2017 CERN–Accelerator–School course on Vacuum for Particle Accelerators (Glumslov, Sweden)
- [5] Bukhari M, Shukla A 2017 International Journal of Scientific & Engineering Research 8 4
- [6] Dylla H F 2006 Introduction to Vacuum Science and Technology (CERN Accelerator School)

Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ

С. А. Вашин¹, В. В. Душик², А. А. Шапоренков²

¹ АО НПП «Исток» им. Шокина»,

141190, Московская область, г. Фрязино, ул. Вокзальная, д. 2а ² Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН, 119071, Ленинский пр., д. 31, к. 4, Москва, Россия

E-mail: axe-vashin0@mail.ru

Аннотация. Рассмотрены основные способы определения герметичности отпаянных электровакуумных приборов СВЧ диапазона (ЭВП СВЧ), основанные на исследовании измерения величины максимального тока встроенного насоса электроразрядного магнитного (НЭМ). На основе проведенных измерений максимальных величин тока НЭМ перед и после нагрева приборов, разработана методика, снижающая время определения герметичных отпаянных ЭВП от приборов с повышенным содержанием газов во внутривакуумном объеме.

Ключевые слова: насос электроразрядный магнитный; герметичность; отпаянный электровакуумный прибор

Введение

Величина вакуума в электровакуумных приборах сверхвысоких частот (ЭВП СВЧ) является одним из основных параметров надежности их работы. Однако на практики в процессе изготовления приборов не всегда удается получить необходимую величину давления остаточных газов в ЭВП после откачки. Причины ухудшения давления остаточных газов в отпаянных приборах могут быть различными и чаще всего связаны с натеканием по дефектам материалов или повышенным газовыделением из пор материалов [1, 2]. Для разделения герметичных приборов с повышенным газовыделением (с «виртуальными» течами) и с натекающими ЭВП были разработаны методики их диагностики. Большинство методик для отпаянных ЭВП основаны на исследовании величины давления остаточных газов, которое обычно осуществляется за счет измерения максимального значения тока НЭМ, зависящего линейно от давления [3]. Обычно под герметичными ЭВП СВЧ следует понимать приборы, которые имеют за срок своего хранения (~12 лет) величину давления не более 1,33·10⁻³ Па (10⁻⁵ мм. рт. ст.). Одним из распространённых способов определения герметичных приборов является измерение тока НЭМ в ЭВП при увеличении интервалов времени измерений между включениями насоса. В натекающих приборах происходило возрастание максимального тока при включении НЭМ с увеличением времени выдержки прибора, а в герметичных ЭВП ток с увеличением интервала времени падал или стремился к предельному значению. Такой способ имел существенный недостаток, связанный с длительным временем выдержки прибора – более 24 часов между включениями НЭМ. В связи с этим был разработан способ определения натекающих приборов по максимальной величине тока НЭМ при включении насоса через равные интервалы времени от 5 до 120 минут. Для повышения точности определения герметичных и натекающих ЭВП при снижении времени исследования появилась необходимость дополнительной проверки на герметичность. Для этого был разработан метод определения герметичности ЭВП с использованием источника постоянного напряжения, имеющего точность измерения тока НЭМ до 1 нА. Метод основан на включении НЭМ через равные интервалы времени от 5 до 120 мин и исследовании кривых изменения тока работающего насоса [4]. Однако для приборов, имеющих значительное газовыделение во внутривакуумный объем прибора, такие методики малоэффективны, занимая время на диагностику приборов свыше 7 суток. В настоящий момент остается нерешенным вопрос, связанный со снижением времени определения герметичных ЭВП (без внешнего натекания атмосферы во внутривакуумный объем прибора), имеющих значительное газовыделение при ухудшении значения вакуума в приборе на 2-4 порядка (без включения НЭМ) в течение 1-24 часов.

Цель работы – разработать методику для определения герметичных отпаянных ЭВП со встроенными НЭМ, имеющих значительное газовыделение во внутривакуумный объем.

Методика определения герметичности отпаянных ЭВП СВЧ с использованием дополнительного обезгаживания

В разработанной методике использовали физический параметр, который значительно ускорил процесс газовыделения в герметичных приборах. Таким параметром является температура, повышение которой влияет на ускорение процесса термического обезгаживания ЭВП. Для отпаянных приборов с целью уменьшения окисления их поверхностей в воздушной среде, температуру такого нагрева выбирали от 80 до 150 °C. Время нагрева и остывания прибора с учетом выбранной температуры обработки в разработанной методике составляла от 3 до 5 часов. В основе разработанной методики является измерение давления остаточных газов по величине тока НЭМ, измеренной через равные интервалы времени, перед и после указанного выше термического обезгаживания отпаянного прибора. Сущность разработанной методики заключается в последовательности выполнения следующих действий:

1) откачка прибора перед первым термическим нагревом до давления 10⁻⁷ Па с помощью НЭМ (до величины тока НЭМ менее 0,1 мкА);

2) термическое обезгаживание ЭВП при фиксированной температуре из диапазона от 80 до 150 °С в течение 3-5 часов (с выключенным НЭМ);

3) измерение максимальной величины тока НЭМ сразу после термического обезгаживания;

4) измерение максимальной величины тока НЭМ после выдержки прибора без нагрева (перед последующим термическим обезгаживанием) за равный интервал времени, который выбирается от 3 до 21 часов между последующей термической обработкой;

5) повтор операций пп. 2-4 не менее двух раз;

6) анализ результатов полученных измерений максимальных значений тока НЭМ.

Проверка разработанной методики проводилась на герметичных ЭВП с повышенным содержанием газов внутривакуумного объема. Герметичные отпаянные приборы термически дополнительно обезгаживались при фиксированной температуре 80°С в течение 4 часов. Максимальная температура выдержки, скорость подъема и остывания ЭВП выбирались для всех обезгаживаний одинаковыми. После термической операции проводили измерения максимального тока НЭМ и прибор выдерживали 20 часов без включений. Перед повторным обезгаживанием ЭВП проводили измерения максимального тока НЭМ, повторяя эксперимент с нагревом и выдержкой 3 раза, а также с измерениями тока НЭМ. Результаты измерений максимального тока НЭМ после термических обезгаживаний прибора представлены на рис.1. Из проведенных исследований видно, что после каждого обезгаживания в исследуемом ЭВП величина тока значительно уменьшалась в 1,4-3 раза.

Дополнительные исследования давления остаточных газов по величине тока НЭМ равными интервалами перед обезгаживаниями ЭВП представлены на рис. 2. Анализ результатов проведенных исследований приборов показал, что величины максимального тока НЭМ при последующих измерениях уменьшались в 2-7 раз.

Проведенный анализ полученных измерений показал, что происходит уменьшение значения тока НЭМ после каждого эксперимента, а, следовательно, снижается давления остаточных газов в ЭВП. Полученные экспериментальные данные с использованием разработанной методики не только точно позволили определить герметичные приборы, но и осуществляли дополнительное обезгаживание отпаянных ЭВП до величины давления остаточных газов менее 10⁻⁵-10⁻⁶ Па, что соответствовало значению тока НЭМ менее 2 мкА.


Рис. 1. Измерение максимального тока НЭМ после термического обезгаживания ЭВП (герметичный прибор)



Рис. 2. Измерение максимального тока НЭМ после выдержки ЭВП (герметичный прибор) в течение 20 часов перед следующим термическим обезгаживанием

Для сравнения результатов полученных экспериментов провели аналогичные исследования с применением разработанной методики на натекающих приборах. Для этого был выбран ЭВП с течью, место которой не находилась известными методами с применением гелия и включенного НЭМ. Согласно описанной методики после четырёх циклов термических обезгаживаний, производимых в течение четырёх часов, получили следующие результаты, представленные на рис. 3. На основе проведенных исследований ЭВП установили, что после обезгаживания измеренные значения максимального тока НЭМ практически не изменились и составили величину ~10 мкА.



Рис. 3. Измерение максимального тока НЭМ после термического обезгаживания ЭВП (натекающий прибор)

Аналогично провели циклические выдержки в течение 20-ти часов перед обезгаживаниями ЭВП и получили результаты, представленные на рис. 4. Проведенный анализ полученных результатов показал, что при применении равных интервалов времени между обезгаживаниями натекающего прибора значения максимального измеренного тока НЭМ практически не менялись со второго измерения и составили ~28 мкА. После герметизации течи в исследуемом приборе измеренные максимальные величины тока НЭМ после обезгаживания и затем после выдержки прибора 20 часов (5-ые измерения на рис. 3 и рис. 4 не показаны) составили менее 2 мкА, что соответствовало величине давления остаточных газов в ЭВП ниже 10⁻⁵ Па.



Рис. 4. Измерение максимального тока НЭМ после выдержки ЭВП (натекающий прибор) в течение 20 часов перед следующим термическим обезгаживанием

На основе проведенных исследований была разработана методика определения герметичности приборов с повышенным газовыделением во внутривакуумный объем. В основе этой методики лежит принцип ускорения выделения газов за счет дополнительных нагревов, а также измерений величин максимального тока НЭМ перед и после обезгаживаний отпаянных ЭВП. Применение разработанной методики для ЭВП, имеющих ухудшение значения вакуума на 2-4 порядка после откачки, позволило сократить время исследования приборов до 72 - 94 часов.

В процессе практического применения разработанной методики определили, что в натекающих ЭВП величина измеренного максимального тока НЭМ перед обезгаживанием за равные интервалы времени, а также после обезгаживаний оставалась практически неизменной величиной. В герметичных приборах величина измеренного максимального тока НЭМ перед и после дополнительного обезгаживания ЭВП значительно уменьшалась с последующими измерениями и обезгаживаниями.

Заключение

1) Разработана методика позволят безошибочно определять герметичность отпаянных приборов за счет дополнительного их обезгаживания при температуре 80...150°C в течение 3-5 часов.

2) После применения разработанной методики значение вакуума в герметичных отпаянных ЭВП улучшается до величины 10⁻⁵-10⁻⁶ Па.

3) Разработанная методика снижает время определения герметичных отпаянных приборов с интенсивным газовыделением во внутривакуумный объем более, чем в ~2 раза (до 72-94 часов).

- [1] Черепнин Н В 1966 Вакуумные свойства материалов для электронных приборов (Москва, Советское радио) 343
- [2] Черепнин Н В 1973 Сорбционные явления в вакуумной технике (Москва, Советское радио) 384
- [3] Розанов Л Н 1982 Вакуумная техника (Москва, Высшая школа) 391
- [4] Жабин Г А, Вашин С А, Стройков Е А 2023 Труды 30-ой юбилейной научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии» 308–12

Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений и методика их испытаний на герметичность

В. В. Вязовецков¹, А. Е. Вязовецкова¹, Д. А. Козлов¹, Л. К. Кузнецова¹, Ю. С. Шпанский^{1,2}

¹ НИЦ «Курчатовский институт», 1, пл. Курчатова, Москва

² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский университет МЭИ", стр. 1, д. 14, ул. Красноказарменная, Москва

E-mail: vyazovetskov@rambler.ru, Vyazovetskov_VV@nrcki.ru, aev241@yandex.ru, Kozlov DA@nrcki.ru, Kuznetsova LK@nrcki.ru, Shpanskiy YS@nrcki.ru

Аннотация. Обсуждаются вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений. Основным направлением совершенствования прогреваемых разъёмных соединений является минимизация потока натекания и увеличение количества термоциклирования. Предлагаются новые конструкции прогреваемых разъёмных соединений и методика их испытания на герметичность.

Ключевые слова: разъемные соединения; сверхвысокий вакуум; герметизация; контактные взаимодействия; термоциклирование

1. Введение

Для получения сверхвысокого вакуума обычно проводится обезгаживающий прогрев вакуумных систем до температур +(300 ÷ 450) °C. Известно множество конструкций разъёмных соединений [1]–[4], однако нет конкретных указаний по выбору крупногабаритных прогреваемых устройств (Ду 250 мм и более). Дж. Уэстон в своей книге [5, с. 255] отмечал: «...Хотя механизм сейчас уже достаточно ясен, научные рекомендации, которые можно было бы использовать при конструировании таких уплотнений пока отсутствуют». В настоящее время широко используются ГОСТ 26526-85 и ГОСТ ISO 3669-2014 на фланцевые соединения, которые для больших проходных размеров оказались малонадёжными [4, с. 5], [6, с. 31]. В связи с этим требуется проведение более тщательного анализа процесса взаимодействия герметизирующих поверхностей при термоциклировании разъёмного соединения.

2. Проведённые исследования

Для оценки герметичности различных деформационных схем предлагаем введение нового показателя разъёмного соединения – *удельного потока натекания*, равного

$$Q_{y\partial} = Q_{\mu am} / \pi D_{zep} , \qquad (1)$$

где $Q_{y\partial}$ (м³·Па/с·м), Q_{ham} – величины удельного и установившегося потоков натекания; D_{zep} – величина среднего значения диаметра герметизирующего участка уплотнителя.

Считаем, что на этапе формирования участка герметизации приповерхностный слой уплотнителя должен максимально перемещаться в касательном направлении по отношению к герметизирующей поверхности, а на конечном этапе этот слой должен быть неподвижным. Снижению ползучести уплотнителя и сохранению напряжения сжатия уплотнителя способствует его дополнительное деформирование в герметичном состоянии устройства.

Применение малого угла наклона герметизирующих поверхностей по отношению к оси перекрываемого отверстия способствует более полному заполнению канавок шероховатостей герметизирующей поверхности, поддержанию герметичности контакта при снижении прикла-

дываемого усилия и большему противодействию радиальному расшатыванию соединения при термоциклировании, вызванному неизбежным различием радиального термического изменения размеров герметизируемого элемента и уплотнителя [7].

Для сохранения герметичности соединения после *i* цикла прогрева к участку герметизации соединения должны выполняться следующие условия

$$\begin{cases} \sum_{\kappa=1}^{i} \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{k}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}] \leq \sum_{\kappa=1}^{\infty} \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{k}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}] \leq \varepsilon_{\partial on} [K(T, M), s_{\partial on}, \sigma_{\partial on}], (2) \\ \sigma_{i-1} [K(T_{i-1}, M), s_{i-1}, \sigma_{i-1}] \geq \sigma_{i} [K(T_{i}, M), s_{i}, \sigma_{i}] > \sigma_{\partial on} [K(T_{\partial on}, M), s_{\partial on}, \sigma_{\partial on}] \end{cases}$$

$$rge \sum_{\kappa=1}^{i} \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \sum_{\kappa=1}^{\infty} \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\partial on} [K(T_{\partial on}, M), s_{\partial on}, \sigma_{\partial on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\partial on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\partial on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\kappa}^{mu} [K(T_{\kappa}, M), s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}], \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), s_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}, M), \sigma_{\delta on}, \sigma_{\delta on}] - \varepsilon_{\delta on} [K(T_{\delta on}$$

величины суммарного смещения уплотнителя после *i*-того цикла прогрева соединения, зависящая от конструкции деформационной схемы, температуры и материала уплотнителя, суммарной величина деформации уплотнителя на участке герметизации за бесконечное число аналогичных термоциклов, допустимая величина деформации уплотнителя, определяемая величиной допустимого натекания;

 σ_{i-1} [K(T_к, M), $s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}$], σ_i [K(T_к, M), $s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}$], σ_{don} [K(T_к, M), $s_{\kappa}, \sigma_{\kappa}$] – величины напряжений на участке герметизации после *i*-1, *i* циклов прогрева соединения, а также допустимая для данной конструкции узла герметизации величина напряжения.

Совершенствование фланцевых соединений проводилось в нашей стране с целью замены применяемых надёжных канавочно-клиновых соединений на более компактные устройства с пониженными усилиями герметизации [6], [8], [9]. Однако многолетняя практика применения канавочно-клиновых соединений с присоединительными диаметрами до 630 мм [1, с. 26–27], [10, с. 267–271], [11] со многими рекомендуемыми нами признаками указывает на *существование* надёжных конструктивных решений выполнения прогреваемых соединений. Выбранное выполнение прогреваемого соединения [12] отличается от нормализованного канавочно-клинового соединения меньшим усилием герметизации вследствие наличия 1 вместо 2 участков герметизации и возможностью большего наклона герметизирующих поверхностей, лучшей фиксацией участка герметизации по причине отсутствия канавки.

Для стыковки к стандартному соединению были предложены фланцевые соединения [13], [14], в которых площадь герметизирующего контакта стала меньше и не увеличивается в процессе деформации уплотнителя. Также сделаны более протяжённые стальные направляющие, повышена упругость силовой система герметизации.

Для больших соединений при оценке величины прикладываемых к уплотнителю усилий следует учитывать разность давлений в камере и атмосфере

$$F_{y} = F_{zep} + F(\Delta p) = \pi D_{zep} \cdot F_{y\partial} + \Delta p \cdot \pi D^{2}_{zep} / 4 = \pi D_{zep} (F_{y\partial} + \Delta p \cdot D_{zep} / 4),$$
(3)

где F_y , $F(\Delta p)$ – величины усилий, прикладываемого к уплотнителю и усилия, определяемого разностью давлений между камерой и окружающей средой;

*F*_{гер}, *F*_{уд} – общее значение усилия герметизации и удельное усилие герметизации (величина усилия на единицу длины герметического участка);

*D*_{гер} – величина среднего диаметра герметизирующего участка;

F

 Δp – величина разности давлений между вакуумной камерой и окружающей средой.

Предлагаемым решением вопроса сохранения герметичности при изменении разности давления является выбор деформационной схемы с выходом кривой зависимости величины натекания от прикладываемого усилия на плато. Выход на плато прикладываемого усилия герметизации выбирался Д. Б. Зворыкиным при разработке цельнометаллических канавочно-клиновых соединений [15]. Схематично график обобщённой зависимости величины натекания от прикладываемого усилия для канавочно-клинового соединения представлен на рис. 1.

В качестве макетов были выбраны 3 типа конструктивного выполнения соединений Ду 250 мм. Первой испытываемой конструкцией стало стандартное фланцевое соединение, выпол-

ненное согласно ГОСТ 26526-85. Второе соединение представляет собой вариант стыковки к такому стандартному фланцу [13], [14]. Третье соединение выполнено в виде модернизации известного канавочно-клинового соединения с одной деформационной зоной [12].



Рис. 1. График обобщённой зависимости потока натекания О от прикладываемого аксиального усилия F в разъёмном соединении: кривая АВССН - направление кривой графика при герметизации соединения; кривая HGCDE - направление кривой графика при снижении прикладываемых усилий к разъёмному соединению; G – рабочая точка соединения; Q_{min} – наименьшее значение потока натекания, проходящего через соединение; I - зона активного заполнения газопроводящих каналов на участке герметизации при закрытии соединения; II - зона перераспределения прикладываемой к соединению энергии с поверхностной деформации на объёмную; III зона объёмной деформации герметизирующих элементов

При испытании стандартного фланца Ду 250 мм установлено, что при начальной величине затяжки 10 Н·м устройство достигает герметичность соединения с потоком натекания через соединения менее $1 \cdot 10^{-11}$ м³ · Па / с. В случае приложения момента затяжки в 18 Н·м соединение сохраняет вакуумную плотность при снижении момента до 8 Н·м. Также испытаны 2 прокладки канавочно-клинового типа. Первая прокладка была затянута с неизвестным усилием. Без потери герметичности этого соединения снизили величину момента затяжки крепежа до 14 Н·м. Течь проявилась при снижении прикладываемого момента затяжки до 12 Н·м. Вторая новая прокладка не смогла изначально обеспечить вакуумную плотность соединения при величине момента до 12 H·м. Герметичность достигалась при повышении момента затяжки до 16 H·м. Вакуумная плотность соединения сохранялась при снижении момента затяжки до 6 H·м и течь появлялась при уменьшении момента до 4 H·м. Герметичность соединения восстанавливалась при увеличении момента затяжки до 8 H·м и сохранялась при его снижении до 6 H·м.

Величина усилия герметизации выбиралась при комнатной температуре согласно работе [16], а методику испытаний фланцевых соединений при термоциклировании предполагается использовалась аналогично работе [17]. Предполагаемые скорости нагрева соединений Ду 250 мм составят 2–5°С / мин, а охлаждения 1–3°С / мин. После прогрева соединения измерят изменившийся прикладываемый к крепежу крутящего момента, и сделают дополнительную подтяжку крепежа.

Для сравнительно небольших соединений и невысокой температуры прогрева рекомендуем более широкое использование уплотнителей из алюминиевых сплавов, обладающих меньшими значениями усилия герметизации, окисляемости и стоимости.

3. Выводы

1. Наблюдается многолетняя проблемная ситуация в создании надёжных крупногабаритных прогреваемых фланцевых соединений, что существенно осложняет эксплуатацию термоядерных комплексов и других сверхвысоковакуумных систем.

2. Принята концепция развития прогреваемых устройств, заключающаяся в повышении количества циклов термоциклирования при сохранении минимального потока натекания. В качестве показателя разъёмных соединений предлагается использовать величину удельного потока натекания.

3. Рекомендуется на стадии герметизации устройства осуществлять высокую касательную подвижность приповерхностного слоя уплотнителя. На стадии закрытия соединения нужно

участок герметизации запирать по его границам, создавая застойную зону для деформирования сформированного герметизирующего участка уплотнителя. Рабочую область усилия герметизирующего сжатия уплотнителя рекомендуем расположить на плато кривой зависимости величины потока натекания от значения прикладываемого усилия герметизации.

4. Изготовлены по принятым рекомендациям разъёмные соединения Ду 250 мм имели при комнатной температуре значение потока натекания ниже величины 10^{-11} м³ · Па / с. Предполагается проведение испытаний на герметичность при повышенных температурах +(300 ÷ 450) °C. Замедление работ по экспериментальной проверке объясняется организационными и производственными причинами.

- [1] Львов Б Г, Шувалов А С 1984 Современные сверхвысоковакуумные уплотнения (Москва, Высшая школа) 72
- [2] Домрачёв С Н, Моисеев В Я, Саксаганский Г Л 1975 Электронная техника, серия 4. Электровакуумные и газоразрядные приборы 67–74
- [3] Rot A 1983 J. of Vacuum Science & Technol. A1 2 211–9
- [4] Шувалов А С 1994 Вакуумная техника и технология 4 4 2–25
- [5] Уэстон Дж. 1988 Техника сверхвысокого вакуума (Москва, Мир) 366
- [6] Курбатов О К 2006 Автореф. дисс. на соиск. уч. степ. докт. тех. наук (Москва)
- [7] Вязовецков В В 1999 Тезисы докл. науч.-тех. конф. «Вакуумная наука и техника» (Гурзуф) 35–6
- [8] Шувалов А С, Бублик Н В, Балицкий А В и др. 1972 ПТЭ 4 174–5
- [9] Филатовский Л А, Шувалов А С, Курбатов О К и др. 1982 Электронная техника, Серия ТОПО 3 62–4
- [10] Балицкий А В 1974 Технология изготовления вакуумной аппаратуры (Москва, Энергия) 312
- [11] Балицкий А В, Гаврилов Н И, Пенкин Н И и др. 1983 Патент на изобретение SU 148680 А
- [12] Вязовецкова А Е, Вязовецков В В 2016 Патент на изобретение RU 2573081 C2
- [13] Вязовецкова А Е, Вязовецков В В 2017 Патент на полезную модель RU 169119 U1
- [14] Вязовецков В В, Кузнецова Л К, Шпанский Ю С 2021 Патент на полезную модель RU 208698
- [15] Зворыкин Д Б 1955 Дисс. на соиск. уч. степ. канд. тех. наук (Москва)
- [16] Вязовецков В В 1984 Межвуз. сб. «Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП» (Москва) 149–55
- [17] Малышев И Ф, Михелис Я Л, Моисеев В Я и др. 1966 Сб. «Электрофизическая annapaтура» вып. 5 (Москва, Атомиздат) 94–107

Облачные технологии в метрологическом обеспечении вакуумных измерений

Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», д. 19, Московский пр., Санкт-Петербург, Россия 190005

E-mail: ruskuw@mail.ru, r.a.teteruk@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье рассматриваются возможности цифровизации метрологического обеспечения в области вакуумных измерений. Приведены результаты работ по автоматизации регистрации измеренных значений параметров окружающей среды, проведенных научно-исследовательской лабораторией госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Сделаны выводы о перспективности найденных решений.

Ключевые слова: область вакуумных измерений; метрологическое обеспечение; цифровизация; автоматизация; вакуумные измерения

Введение

Развитие системы обеспечения единства измерений (ОЕИ) приводит к гармоничному и эффективному развитию всех отраслей современной экономики. Целью государственной системы ОЕИ является создание правовых, нормативных, организационных, методических, технических и экономических условий для решения задач в области ОЕИ и метрологического обеспечения [1].

В Стратегии ОЕИ в Российской Федерации (РФ) до 2025 года [2] одними из основных направлений развития ОЕИ обеспечивающих устойчивое социально-экономическое развитие и национальную оборону, безопасность РФ путём применения точных, объективных и достоверных результатов измерений в различных отраслях экономики и государственного управления, являются:

- повышение уровня информатизации и автоматизации функционирования системы ОЕИ, включая выполняемые работы и услуги;
- повышение эффективности федерального государственного метрологического надзора.

Актуальность автоматизации процедур поверки и калибровки обусловлена большим парком средств измерений в РФ (до 1,5 миллиардов единиц), из которых примерно 150 миллионов ежегодно подлежат поверке, не менее 300 миллионов единиц калибровке.

Автоматизация метрологических процедур неразрывно связанна с процессом цифровизации, работы по которой проводят и в РФ [3], [4], и за рубежом [5], [6]. Одним из примеров цифровизации метрологии может служить создание программного обеспечения «АРМ Метролог» [7] и информационной системы «Аршин» [8].

Цифровизация метрологического обеспечения

Таким образом, одной из актуальных проблем метрологии является скорость и соответствующее качество проведения поверки и калибровки в метрологических лабораториях, а также на различных предприятиях, где происходит процесс поверки измерительных приборов. ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» последовательно ведет работы в рамках данных направлений [9]. Были разработаны и реализованы программно-аппаратные комплексы (ПАК), осуществляющие автоматизацию процедур поверки и калибровки средств измерений низкого давления [10]–[12] и потока газа в вакууме. Часть этих наработок было использовано при создании эталонных вакуумметрических установок [13], изготовленных во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»: ВЭУ-Б, входящей в состав национального эталона республики Беларусь, и вакуумной потокомерной масс-спектрометрической установки УВПМЭ (заказчик АО «НИИТФА»).

Одним из направлений развития ОЕИ авторам видится передача результатов измерений СИ в масштабе времени близком к реальному в облачные хранилища данных (сервис, который позволяет сохранять данные на удаленных серверах, доступ к которым осуществляется через интернет). Это позволит повысить прозрачность и достоверность результатов измерений, автоматизировать метрологические процедуры, снизить риски производственных процессов. Облачное хранилище данных может содержать следующие данные, относящиеся к СИ: наименование, обозначение типа СИ в Федеральной Государственной Информационной Системе Росстандарта, серийный номер, реквизиты владельца, наименование изготовителя, протоколы с результатами измерений, поверки или калибровки с указанием даты и времени.

Для оперативного доступа к цифровому хранилищу данных на корпус каждого экземпляра СИ предлагается разместить шильд или информационную табличку с QR кодом, который содержит ссылку на персональную интернет-страницу СИ, как показано на рис. 1.



Рис. 1. QR код, содержащий ссылку на персональную страницу СИ

Одной из задач метрологического обеспечения является необходимость непрерывно поддерживать температуру и относительную влажность как во время эксплуатации, так и при хранении СИ в соответствии с технической документацией. Как показывает практика, климатические условия эксплуатации и хранения могут нарушаться. Например, в зимний период относительная влажность в помещениях без установленных увлажнителей может не превышать 20 %, что нарушает условия хранения и применения большинства СИ. Также в обязанности поверителя входит контроль и фиксирование параметров окружающей среды. Автоматизация данного процесса исключит вероятность ошибки работника.

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» был разработан ПАК, включающий в себя СИ, технические средства передачи данных в облачные хранилища данных, комплекс ПО. Данный ПАК позволяет автоматизировать процессы измерений и регистрации параметров окружающей среды: температуры, влажности и давления воздуха, составления карты распределения параметров в объёме помещения, заполнения протоколов поверки и калибровки [14], автоматизировать поддержание требуемых значений параметров окружающей среды в помещении. На рис. 2 показана структурная схема ПАК.

В состав ПАК измерения параметров климата входят:

- персональный компьютер (ПК) с предустановленным программным обеспечением (ПО) на базе операционной системы Windows, Linux или др.;
- смартфон, планшет;
- средство измерения параметров климата Среда-01;
- блок управления (БУ) и устройство регулирования параметров климата в помещении: управляемый увлажнитель, кондиционер или термостат.

Внешний вид измерителя параметров климата показан на рис. 3. В табл. 1 показаны метрологические характеристики измерителя параметров климата.



Рис. 2. Структурная схема ПАК



Рис. 3. Внешний вид измерителя параметров климата: *а* – 3D модель; *б* – изготовленный образец

Табл.	1.	Мет	рологические	характе	ристики	изме	рителя	пара	метр	OB	климата
					P						

Параметр	Значение
Диапазон измерения относительной влажности, %	20 - 95
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения	
относительной влажности, %	$\pm 2,0$
Диапазон измерения температуры, ° С	10 - 60
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры, ° С	± 0,2
Диапазон измерения давления, Па	70000 - 110000
Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения давления, Па	± 250

Измеритель параметров климата со встроенным аккумулятором имеет техническую возможность управлять внешними устройствами (например, увлажнителем или термостатом), принимать сигналы от внешних устройств (например, от датчиков движения, пожара) передавать измеренные значения по:

-проводной связи (USB, RS-485, RS-232, 4-20 мА) на ПК или внешние контроллеры;

- -беспроводной связи Wi-Fi на смартфон или планшет;
- -беспроводной связи через Wi-Fi точку доступа в базу данных в сети интернет;
- по проводной или беспроводной связи на блок управления устройством регулирования параметров климата (увлажнитель, термостат).

В настоящее время в Р Φ действуют ограничения на использование иностранных программных продуктов (в частности операционных систем Windows, Mac OS) в некоторых государ-

ственных учреждениях. В связи с этим ПО разрабатывалось на базе языков Hypertext Preprocessor (PHP) и Java Script (JS), что позволяет использовать его в большинстве операционных систем, в том числе Linux, Аврора, Android.

Внешний вид главного окна, разработанного ПО, показан на рис. 4.

Разработанное ПО также позволяет визуализировать измеренные значение в виде графиков и сформировать протокол результатов измерения.

Bernament Provide State	Серийный Кол-во точ До времяя	номер: 2 ек 10 и 2023.12.14T16-4	4								
$\begin{tabular}{l lllllllllllllllllllllllllllllllllll$	Ac species			Mount			0TD 0 D				
Виверитель параметров климата Средной Cymmat mome				ионино	орині	парам	егров	KJIPIN	ala		
Crepta-01	Измер	итель пара	аметров к	пимата							
Cepanhadi money E Kon- no romes 10 To species (4:12:2023 16:44 D Budgars) Tune Tine Tin P py 2023-124 1462:00 253 171 010420 1186 2023-124 1462:00 253 175 1010420 1186 2023-124 1463:00 252 175 1010416 1186 2023-124 1463:00 252 175 1010414 1186 2023-124 1463:00 252 175 1010414 1186 2023-124 1453:90 252 175 1010416 1186 2023-124 1453 2023-124 1453 2023-124 1453 2023-124 145 2023-124 145 2023-124 145 2023-124 1	Среда	-01									
Tam T B P PK 2031-121 H4 (6-10 53 317 10 H040 1186 2031-121 H4 (6-10 53 317 51 H041 1186 2031-121 H4 (6-10 53 317 51 H041 1186 2031-121 H4 (5-10 53 217 51 H041 1186 2031-121 H4 (5-10 03 22 117 51 H041 1186 2031-121 H4 (5-10 75 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-10 75 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 22 11 7 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 21 17 10 H141 1186 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H141 H161 2031-121 H41 H141 H161 2031-121 H4 (5-19 05 117 H	Серийный	иомер 2	Ke	п-во точек 10		До времени 14.	12.2023 16:44	🛱 Выбрать			
2023-12-14 14-54 06 25 31 75 10/04 20 1186 2023-12-14 14-64 02 53 175 10/04 11.186 2023-12-14 14-69 02 52 175 10/04 14.186 2023-12-14 14-59 02 52 175 10/04 14.186 2023-12-14 14-59 02 52 175 10/04 14.186 2023-12-14 14-59 59 59 59 59 59 59 59 59 59 59 59 59 5	Tir	ne TH	P pv								
2023-12.14 84:40:25 337 31 01420 1186 2023-12.14 84:06 25 337 31 01421 1186 2023-12.14 85:00 25 27 17 0144 1186 2023-12.14 85:00 25 27 17 0144 1186 2023-12.14 85:00 25 27 17 0144 1186 2023-12.14 85:37 25 21 77 3 1044 1186 2023-12.14 85:37 20 1024 1186 2023-12 85:37 20 1024 1186 2023-12 85:37 20 1024 1	2023-12-14	16:43:06 25.3 17.4	101420 1.186								
2005-12-14 (49:00 25:217) 510414 1180 2005-12-14 (49:00 25:217) 510414 1180 2005-12-14 (49:30 25:217) 510414 1180 2005-12-14 (49:35) 25:217 510414 1180 2005-12-14 (49:35)	2023-12-14	16:42:05 25:3 17:5	5 101420 1.186								
2023-12-14 (6590 22 52 175 101414 1186 2023-12-14 (6570 25 22 175 10141 1186 2023-12-14 (6570 25 22 175 10141 1186 2023-12-14 (65479 1164) 1186 2023-14 (65479 1164) 1186 2023-14 (65479 1164) 1186 2023-14 (65479 1164) 118	2023-12-1-	16:40:03 25.2 17.5	5 101416 1.186								
2023-12-14 16-58 01 25 31 73 101414 1186 2023-12-14 16-53 05 25 21 73 101414 1186 2023-12-14 16-53 05 25 21 73 101414 1186 Expente CSV File 25 25 25 27 25 27	2023-12-14	16:39:02 25.2 17.6	5 101414 1.186								
2023-12-14 IS-37 00 25 127 5 10141 5 1.186 2023-12-14 IS-35 25 22 17 5 10141 1.186 2023-12-14 IS-35 25 22 17 5 10141 6 1.186 Exports CSV FM 25 3 25 3 25 3 25 3 25 2 25 4 25 2 25 4 25 4	2023-12-14	16:38:01 25.3 17.5	5 101414 1.186								
2023-12-14 82-35 22 27 14 10144 1186 2023-12-14 82-83 22 77 1 10144 1186 2023-12-14 82-83 22 77 1 10141 1186 Elements COVFRe 25.07	2023-12-1-	16:37:00 25.2 17.5	5 101413 1.186								
2013-12-14 1633-57 25 21 7 210416 1.136 Expertise CSV File 25.12 25.2 25	2023-12-14	16:30:09 20:2 17:2	101414 1.186								
Exposite CSW File Texneparypa 23.35 #3 #3 #3 23.35 23.35 #3 #3 #3 23.35 23.35 23.35 #3 #3 #3 23.35 23.35 23.35 #3 #4 #3 #4 24.35 23.25	2023-12-14	16:33:57 25.2 17.2	101416 1.186								
Temmeparypa 25.35 25.27 25.37 25.27 25.37 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 25.27 27.2 27.	Export to C	SV File									
25.25 25.275 25.275 25.275 25.275 25.275 25.2 2						Температу	ра				
25.3 H2	25.325										
28275 2525 2525 2527 257 25	25.3					25.3			25.3	25.3	
25 275 25 275 25 275 25 27 25 27 27 27											
25 25 25 25 25 2 25 2 25 2 25 2 25 2 25	25.275								/		
25 25 25 25 25 25 25 15 26 175 26 175 26 175 27 10 20 10 4 20 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10	Typa					$/ \land$					
25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 2	25.25				/						
25175	E 25 225						\mathbf{i}	/			
25.2 25.2 25.2 25.2 25.2 25.2 25.2 25.2	23.225						\backslash				
25.175 		25.2	25.2	25.2	25,2		25.2	25,2			
25.175 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14 2023,12.14	25.2										
	25.2										



Размещение нескольких преобразователей в помещении позволяет строить карту распределения параметров климата, отслеживать изменение данных параметров, как показано на рис. 5.



Рис. 5. Карта распределения параметров окружающей среды в помещении: *a* – 2D карта распределения параметров, составленная из результатов измерений 5 преобразователей; *б* – сечение 3D карты распределения параметров, составленной из результатов измерений 13 преобразователей в помещении

Также ПАК имеет возможность регулирования значений параметров окружающей среды в помещении при помощи управления климатическим оборудованием (увлажнителем, осушителем, кондиционером) посредством управления по беспроводному, инфракрасному каналу связи, либо путём включения исполнительных устройств. На рис. 6 показан график поддержания с помощью ПАК относительной влажности воздуха в помещении лаборатории на заданном уровне.

Заключение

ПАК измерения, регистрации и контроля параметров окружающей среды, разработанный во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» позволяет автоматизировать труд поверителя, снизить риски ошибок при проведении метрологических работ, обеспечить выполнение формальных требований к условиям проведения процедур поверки и калибровки, а также может быть использован на предприятиях для контроля условий рабочих мест. Выбранная в процессе разработки ПАК структурная схема системы позволяет реализовать сразу несколько уровней «пирамиды автоматизации», ввести в метрологическую практику планы и задачи, поставленные в концепции «Индустрия 4.0» [15].



Рис. 6. График изменения и поддержания заданного значения относительной влажности воздуха в помещении

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» приглашает все заинтересованные организации к партнёрству и дальнейшему совместному сотрудничеству в этом направлении.

- [1] ГОСТ Р 8.820–2013 Метрологическое обеспечение. Основные положения (Москва, Издво стандартов)
- [2] Стратегия обеспечения единства измерений в Российской Федерации до 2025 года (Москва, Правительство Российской Федерации)
- [3] Попов А А 2022 Эталоны. Стандартные образцы 18 57–70
- [4] Иванов Р Н, Попов А А 2020 Мир измерений 3 36-41
- [5] Thiel F 2017 18th International Congress of Metrology
- [6] Gang N 2021 Measurement: Sensors 18 14–21
- [7] Яковлева А Е 2019 *E-Scio* 7 34–7
- [8] Сорокин А В 2024 Базис 1 21-5
- [9] Сенатов Д Е, Кувандыков Р Э, Тетерук Р А и др. 2023 Труды 30-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участием «Вакуумная техника и технологии 2023» 321–5
- [10] Кувандыков Р Э, Чернышенко А А 2021 Сборн. трудов 28-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участием «Вакуумная техника и технологии» 73-6
- [11] Кувандыков Р Э, Тетерук Р А, Чернышенко А А Патент на полезную модель 218745 РФ Устройство для поверки и калибровки вакуумметров
- [12] Кувандыков Р Э, Тетерук Р А, Чернышенко А А Программа для ЭВМ Устройство для поверки и калибровки вакуумметров 2310-1-2020
- [13] ГОСТ 8.271–77 Государственная система обеспечения единства измерений. Средства измерений давления. Термины и определения (Москва, Изд-во стандартов)
- [14] МИ 140–89 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Вакуумметры. Методика поверки (Москва, Изд-во стандартов)
- [15] Окрепилов В В 2022 Инновационное приборостроение 1 17–16

Емкостной датчик для измерения степени покрытия поверхностей парами воды при криогенных температурах

Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана, 105005, г. Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. В статье представлены результаты моделирования емкости гребенчатого конденсатора в зависимости от его топологии: ширины пальцев, толщины электродов, числа пальцев и их длины, и толщины диэлектрического слоя на нем. Предложена топология емкостного датчика толщины осаждаемого материала, чувствительного к диэлектрическим слоям толщиной в 1 Å. Ключевые параметры, определяющие чувствительность емкостного датчика – ширина пальца электрода и зазор между пальцами.

Ключевые слова: емкостной датчик скорости осаждения; сверхпроводник; криогенные температуры; адсорбция газов

1. Введение

Сверхпроводники – материалы, электрическое сопротивление которых стремится к нулю при охлаждении их до сверхнизких температур. Однако, чтобы сверхпроводимость была возможна, нужно обеспечить: низкую и стабильную температуру (определяется конкретным сверхпроводником), а также сверхвысокий вакуум (например, 10⁻⁶ Па), который необходим для устранения конвективного теплообмена, способного нагреть материал и вывести из сверхпроводящего состояния. При охлаждении вакуумной камеры находящиеся в объеме молекулы остаточных газов адсорбируются как на стенках камеры, так и на сверхпроводниковом приборе. В настоящее время нет точных данных о влиянии адсорбированных молекул на характеристики сверхпроводниковых приборов. Можно предположить, что они могут привести к нарушению работы приборов путем изменения их сопротивления, емкости, магнитных или оптических характеристик.

Известно, что при криогенных температурах даже при низком давлении степень покрытия поверхностей атмосферными газами может быть большой (монослой и более) [1] и присутствует полимолекулярная адсорбция. Тем более, сверхпроводниковые приборы размещают в криостатах, вакуумная система которых может иметь низкую проводимость (рис. 1), из-за чего уменьшение давления в вакуумной камере криостата происходит за счёт адсорбции атмосферных газов на стенках.

Так как вакуумные расчеты имеют большую погрешность, точно рассчитать степень покрытия поверхностей атмосферными газами невозможно. Поэтому необходимо экспериментально определить наличие адсорбированных молекул газа на поверхности сверхпроводникового прибора. Среди всех атмосферных газов пары воды адсорбируются наиболее активно, поэтому для определения количества молекул на поверхностях необходимо разработать датчик, чувствительный к конденсации паров воды.

Среди возможных датчиков были выбраны емкостные, представляющие собой гребенчатый конденсатор, диэлектрическая проницаемость которого меняется при осаждении на него паров воды (рис. 2). Преимуществом емкостного датчика является чувствительность к наличию слоя сорбата на его поверхности [2].

Такие датчики могут оценивать наличие на их поверхности паров воды при достаточно большой степени покрытия (несколько микрометров). Однако, можно предположить, что они

будут чувствительны к наличию сорбата при степени покрытия в один монослой и менее. Поэтому, целью данной работы является выяснить с помощью расчетов, можно ли добиться чувствительности емкостного датчика, необходимой для обнаружения небольшого количества адсорбированных молекул воды (один монослой и менее).



Подложка

Рис. 2. Электроды емкостного датчика с адсорбированными молекулами

2. Теоретическая часть

Емкостной датчик в виде гребенчатого конденсатора из двух электродов с шириной пальца W, зазорами между соседними пальцами G, длиной одного пальца L и периодом структуры λ (рис. 3) [3]. На электроды подается потенциал +V и -V.



Рис. 3. Топология емкостного датчика степени покрытия.

Емкость такого датчика определяется следующим образом (формула 1):

$$C = (N-3)\frac{c_I}{2} + 2\frac{c_I c_E}{c_I + c_E}, N > 3.$$
 (1)

где N – число пальцев двух электродов, C_I – половина емкости внутреннего электрода относительно потенциала земли, C_E – емкость одного внешнего электрода относительно плоскости земли рядом с ним.

В [3] подробно представлена методика расчета емкости датчика и его чувствительности при изменении его геометрических параметров. Далее будет отмечены лишь допущения, которые были приняты:

1) При расчете емкости необходимо учитывать толщину электродов. Обычно ей пренебрегают, так как часто она оказывается намного меньше ширины пальцев [3]. Но в нашем случае, как будет показано далее, толщина электродов сопоставима с их шириной. Толщина электродов учитывается следующим образом [4] (формула 2):

$$W_{3\phi\phi} = W + \frac{t}{\pi} \left[1 + \ln\left(\frac{4\pi W}{t}\right) \right].$$
⁽²⁾

где W – геометрическая ширина пальца; t – толщина электродов; W_{эфф} – эффективная ширина пальца;

В расчётах вместо геометрической ширины пальца будет использоваться эффективная толщина пальца.

2) Шириной терминала S и зазором между пальцем и терминалом G_{end} можно пренебречь, так как их вклад в суммарную емкость будет пренебрежимо мал при большом количестве пальцев и их большой длине. Поэтому в расчётах эти параметры участвовать не будут.

3. Расчёты

3.1. Влияние ширины электродов и диэлектрической проницаемости сорбата на емкость и чувствительность конденсатора

Геометрическая ширина электродов W и зазор между ними G являются ключевыми параметрами, определяющими емкость и чувствительность датчика. Чем они меньше, тем больше емкость и чувствительность. Ограничением является лишь технологический предел микролитографии (7 нм).

Были выбраны следующие параметры для расчетов: t = 1 нм, $\varepsilon_0 = 8.85 * 10^{-12} \frac{\Phi}{M}$ – диэлектрическая постоянная (диэлектрическая проницаемость вакуума); $\varepsilon_S = 5.3$ – относительная диэлектрическая проницаемость материала подложки (боросиликатное стекло); $\varepsilon_R = 3.2$ – относительная диэлектрическая проницаемость адсорбата (льда) при частоте входного тока 10 МГц. Диэлектрическая проницаемость льда практически не зависит от температуры при частоте входного тока 10 МГц.

На рис. 4, а показана зависимость емкости конденсатора от толщины слоя сорбата и ширины пальцев при L = 2 мм, N = 500 - число пальцев двух электродов, ширина пальца W, равная зазору между пальцами G, изменяется от 7 нм до 23 нм.

Было рассчитано изменение емкости конденсатора в зависимости от толщины слоя сорбата и его диэлектрической проницаемости (рис. 4, б) и показано, что чем больше диэлектрическая проницаемость материала, тем проще увидеть прирост слоя сорбата.

Как видно из рис. 4, а, чем меньше ширина пальца, тем больше емкость и чувствительность датчика. Стоит отметить, что толщина пальца влияет на возможность провести вычисления. Поэтому для линий 3, 4, 5 не все значения удалось вычислить. Однако эти кривые уже показывают, что чувствительность сильно снижается при увеличении толщины пальца.

В дальнейших расчетах будет использоваться ширина пальцев W = G = 7 нм.

Значения были вычислены по методике [3] только для толщин 8 Å и выше. Полученные результаты были линейно экстраполированы для меньших толщин. Так делать допустимо, потому что при малых толщинах сорбата емкость конденсатора меняется практически линейно при увеличении толщины сорбата. Во всех следующих рисунках сплошной линией обозначены расчетные значения, а линией из точек – экстраполированные.



Рис. 4. а - Зависимость емкости конденсатора от толщины слоя сорбата и ширины пальцев: Линия 1 – W = 7 нм, линия 2 – 11 нм, линия 3 – 15 нм, линия 4 - 19 нм, линия 5 - 23 нм.

б - Зависимость емкости конденсатора от диэлектрической проницаемости сорбата: Линия 1 - $\epsilon R = 1$, линия 2 - $\epsilon R = 1.6$, линия 3 - $\epsilon R = 2.2$, линия 4 - $\epsilon R = 2.8$, линия 5 - $\epsilon R = 3.4$.

3.2. Зависимость емкости от числа и длины электродов

Емкость конденсатора можно повысить и за счет увеличении числа электродов или увеличении их длины. Таким образом, увеличивается площадь чувствительной зоны датчика (рис. 5, a, б).



Рис. 5. а -Зависимость емкости конденсатора от числа электродов: Линия 1 – 200 шт., линия 2 – 300 шт., линия 3 – 400 шт., линия 4 – 500 шт., линия 5 – 600 шт.
 б - Зависимость емкости конденсатора от длины электродов. Линия 1 – 1.2 мм, Линия 2 – 1.4 мм, линия 3 – 1.6 мм, линия 4 – 1.8 мм, линия 5 – 2 мм

Из рис. 5 следует, что меняется не только сама емкость, но и наклон кривой при увеличении чувствительной площади датчика, что свидетельствует об увеличении чувствительности датчика.

3.3. Рекомендуемые геометрические параметры датчика

При возможностях современной микролитографии можно изготовить датчик со следующими параметрами: L = 2 мм; W = G = 7 нм; t = 1 нм; N = 500 шт. Чувствительность такого датчика при осаждении на него паров воды с диэлектрической проницаемостью, равной ε_R =3.2 при диэлектрической проницаемостью, равной ε_R =3.2 при диэлектрической проницаемостью.



Рис. 6. Изменение емкости конденсатора при предложенной топологии конденсатора

4. Заключение

Было показано, что емкость гребенчатого конденсатора зависит от числа пальцев, их длины и ширины, от толщины электродов и диэлектрической проницаемости материала сорбата. На чувствительность конденсатора наибольше влияние оказывают ширина пальцев и толщина электрода. Рекомендуется для измерения малых степеней покрытия добиваться как можно меньшей ширины пальцев и как можно меньшей толщины электродов.

- [1] Дэшман С 1964 Научные основы вакуумной техники (М., Мир)
- [2] Zeng X et al. 2023 ACS Applied Materials & Interfaces 15 29 35648–63
- [3] Igreja R, Dias C J 2004 Sensors and Actuators A: Physical 112 2-3 291-301
- [4] Gevorgian S S et al. 1996 IEEE Transactions on microwave theory and techniques 44 6 896–904
- [5] Padilha Leitzke J, Mitterer T, Zangl H 2019 Sensors 19 16.
- [6] Диэлектрические свойства воды и льда. URL: https://www.o8ode.ru/article/krie/Dielectric_ properties_of_water_and_ice

Измерение потоков лёгких газов в вакуум позволит повысить точность определения их массовой доли в твёрдой пробе и расширит возможности высоковакуумных измерений

А. М. Полянский¹, А. А. Чернышенко²

¹ООО «Научно-производственный комплекс Электронные и Пучковые Технологии», пом/(ком) 20-H/86, д. 28 литер А, ул. Политехническая, Санкт-Петербург, Россия, 194021 ² ΦГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», д. 19, Московский пр., Санкт-Петербург, Россия, 190005

E-mail: info@electronbeamtech.com, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье рассматриваются вопросы, связанные с совершенствованием системы метрологического обеспечения в области определения массовой доли лёгких газов в пробах различных материалов и измерений высокого вакуума, путём определения потоков лёгких газов (H, D, He) в вакуум.

Ключевые слова: область вакуумных измерений; метрологическое обеспечение; анализатор водорода; мера потока водорода

Измерения абсолютных значений потоков гелия в вакуум актуальны при решении задач контроля герметичности промышленных объектов для их безопасной эксплуатации. Устройства, обеспечивающие воспроизводимые потоки гелия в вакуум, носят название «течи гелиевые». Например, Гелит 1 и Гелит 2 производства ФГУП ВНИИФТРИ, обеспечивают значение потоков гелия при фиксированной температуре $27\pm0,5$ °C в диапазоне от 3×10^{-11} до 2×10^{-8} Па м³/с. Предел допускаемой относительной погрешности воспроизведения потока гелия составляет 15 % для течи Гелит 1 и 20 % для течи Гелит 2. Кроме того, относительная стабильность потока при изменении температуры окружающей среды на 1°С составляет 3 %/град. Диапазон рабочих температур, заданный производителем, составляет от 10 до 40 °C. Следовательно, отклонение величины потока гелия от аттестованного значения может достигать величины от 39 до 51 % в заявленном диапазоне температур.

Другим применением мер потока газов в вакуум является задача воспроизведения абсолютных значений низких давлений менее 1×10⁻³ Па.

Кроме источников потоков гелия важными являются меры потоков изотопов водорода в вакуум (Н и D). Аттестованные значения потоков водорода в вакуум важны для существенного повышения точности определения массовой доли водорода в твёрдой пробе конструкционных материалов, полупроводников, металлических порошков аддитивных технологий, фуллеренов и наноструктурных материалов. Величина содержания водорода в современных конструкционных материалах играет ключевую роль в устойчивости материалов к механическим нагрузкам и влиянию коррозионных процессов. Многочисленными экспериментами установлено, что всего двукратное превышение массовой доли водорода над нормой приводит к разрушению материала [1]. Нормой для современных сверхпрочных сталей является содержание водорода от 0,04 ppm, сплавов алюминия для авиационной промышленности – в диапазоне от 0,10 до 0,25 ppm. Определение столь малых количеств выдвигает повышенные требования к калибровке анализаторов водорода. Химическое соединение водорода с металлами (гидрид титана TiH_2) находит применение в качестве аккумулятора водорода. При нормальных условиях – это твёрдое тело, которое при нагревании выделяет газообразный водород. Одна из обширных сфер применения – металлургическая промышленность. В шихту вторичного металла добавляется TiH_2 . В процессе выплавки металла выделяется водород, который восстанавливает оксиды компонентов сплава до чистых металлов. При планировании плавки важно знать как суммарное количество водорода, так и распределение водорода по энергиям связи в веществе под названием гидрид титана. При высокой доле слабосвязанного водорода он улетучится в атмосферу в процессе нагрева шихты до температуры плавки и не выполнят функцию преобразования окислов до чистых металлов. При значительном количестве водорода с высокой энергией связи он не успеет «поучаствовать» в процессе за время плавки и гидрид титана оказывается «запечатанным» в объёме слитка или готового изделия. В процессе эксплуатации, при прогреве материала, будет накапливаться водород, что приведёт к разрушению изделия. Данная проблема актуальна при производстве лопаток для турбин авиационных и вертолётных двигателей.

Соединения дейтерия с металлами, например, T_iD_2 , широко используются для радиационной защиты персонала, носителей информации, систем КИП и АСУ в атомных силовых установках, при планировании полётов на Луну и другим планетам солнечной системы. Важно уметь адекватно измерять как значение массовой доли дейтерия, так и распределение групп дейтерия по энергиям связи. Использование мер потоков лёгких газов для калибровки анализаторов AB-1 позволят почти на порядок повысить точность определения массовой доли лёгких газов в твёрдой пробе. В приборах AB-1 различных модификаций реализован метод вакуум-нагрева по ГОСТ 21132.1-98, ГОСТ 17745-90, ГОСТ 24956-81.

«НПК ЭПТ» разработал компактное устройство – меру потока лёгких газов в вакуум [2]. Сочетание последней модификации масс-спектрометрического анализатора AB-1-02 с мерой потока лёгких газов образует высокоточный метрологический комплекс для определения массовой доли лёгких газов в пробах произвольного химического состава. Рассмотрению результатов абсолютных измерений потока водорода в вакуум и анализу погрешностей определения массовой доли водорода при традиционном способе калибровки (по ГСО состава с аттестованным значением содержания водорода) и с использованием меры потока водорода в вакуум посвящена настоящая статья.

Внешний вид меры потока водорода и временная зависимость потока водорода представлены на рис. 1.



Рис. 1. Мера потока водорода и временная зависимость потока водорода

Испытания меры потока водорода с использованием масс-спектрометрической регистрации показали высокую временную стабильность потока, которая оценивается величиной ~ 1 % в течение 8 часов непрерывной работы устройства. В интервале рабочих температур от 10 до 40 °С не обнаружено зависимости величины потока от температуры в пределах 1 %. Таким образом, новая разработка по метрологическим характеристикам превосходит широко используемые гелиевые течи, параметры которых приведены выше.

Для калибровки меры потока водорода (и других лёгких газов) использован Государственный вторичный эталон единицы потока газа в вакууме. Измерительный диапазон эталона составляет от 1,0×10⁻¹² до 1,00 Па×м³/с (ГВЭТ 49-2-2006), регистрационный номер 2.1.ZZB.0032.2014. Эталон возглавляет систему метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме РФ. Общий вид эталона ГВЭТ 49-2-2006 приведен на рис. 2.



Рис. 2. Общий вид вторичного эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006

Вторичный эталон имеет следующие метрологические характеристики:

– диапазон измерений потока газа в вакууме, $\Pi a \times m^3/c$: от 1,0×10⁻¹² до 1,0;

– суммарная относительная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением результата измерений ($S_{\Sigma 0}$): в диапазоне $10^{-12} - 10^{-9} \operatorname{\Pia \cdot m^3/c}$ не более (0,1 – 0,015); в диапазоне $10^{-9} - 1 \operatorname{\Pia \cdot m^3/c}$ не более 0,015.

Вторичный эталон ГВЭТ 49-2-2006 реализует три принципа измерений потока газа в вакууме:

1. Метод постоянного давления, когда в замкнутой вакуумной камере поддерживается постоянное давление путём изменения объёма вакуумной камеры во времени, при этом измеряют величину изменения объема вакуумной камеры и время, а уравнение измерений в общем виде имеет вид

$$Q = \frac{p\Delta V}{\Delta \tau},\tag{1}$$

где p – давление в измерительной вакуумной камере; $\Delta V = V_1 - V_0 - изменение объема вакуумной системы, происходящего в результате газоотделения; <math>\Delta \tau = \tau_1 - \tau_0 - интервал времени измерения.$

2. Метод накопления, когда в вакуумной камере известного объёма в результате истечения газа происходит изменение давления во времени, величина которого измеряется, а уравнение, определяющее поток газа в общем виде имеет вид

$$Q = \frac{V\Delta p}{\Delta \tau},\tag{2}$$

где $\Delta p = p_1 - p_0$ – изменение давления за время измерения в отсеченной части вакуумной системы; V – объем отсеченной части вакуумной системы; $\Delta \tau = \tau_1 - \tau_0$ – интервал времени измерения.

3. Метод калиброванного сопротивления, когда при прохождении газа через сопротивление возникает разность давлений, определяемая по показаниям вакуумметров, установленных по обе стороны от сопротивления, а поток газа рассчитывается по формуле

$$Q = U(p_1 - p_2), (3)$$

где p_1 – давление перед калиброванным сопротивлением; p_2 – давление после калиброванного сопротивления; U – проводимость калиброванного сопротивления.

Подробное описание и результаты исследований эталона ГВЭТ 49-2-2006 приведены в работе [3]. При оценке метрологических характеристик оборудования, созданного ООО «НПК ЭПТ» использовался метод накопления 2.

Абсолютная калибровка потока водорода в вакуум. Оценка погрешности калибровки анализатора водорода АВ-1-02 по мере потока водорода в вакуум.

Мера потока водорода вакуумно плотно присоединялась к накопительному объёму эталона единицы потока газа, представленного на рис. 2. После измерения собственного натекания включалось питание меры потока водорода и фиксировалось приращение давления ΔP в калиброванном объёме (1,0691 дм³) через различные интервалы времени накопления τ . Время накопления водорода варьировалось от 800 до 9000 секунд. Среднее значение величины потока водорода по результатам измерений в течение 2 рабочих дней составило $3,82 \times 10^{-7}$ Па×м³/с, стандартное отклонение $\pm 0,08 \times 10^{-7}$ Па×м³/с. Расширенная неопределённость с коэффициентом охвата k = 2 составит $\pm 0,16 \times 10^{-7}$ Па×м³/с ($\pm 4,1$ %). Суммарная неопределённость измерения потока газа в вакуум с использованием эталона не превышает 1,3 % [4]. Следовательно, полная погрешность определения абсолютного значения потока водорода в вакуум не превысит значения $\pm 4,3$ %. Абсолютное значение потока водорода, генерируемого устройством мера потока водорода в вакуум, составит: Q = $(3,82\pm0,16)\times10^{-7}$ Па×м³/с ($\pm 4,3$ %).

Для определения коэффициента чувствительности анализатора водорода AB-1-02 по водороду измеряется интеграл от временной зависимости тока ионов H_2^+ от времени, график которой представлен на рис. 1. Представительная статистика (от 10^3 до 10^4 точек на графике) позволяют обеспечить относительную погрешность интеграла на уровне ±0,03 %. Следовательно, погрешность коэффициента чувствительности анализатора и, соответственно, погрешность измерения массовой доли водорода в твёрдой пробе, будет определяться неопределённость абсолютной калибровки меры потока водорода в вакуум, которая составляет ±4,3 %.

При общепринятой методике калибровки анализаторов используют ГСО состава с аттестованным значением содержания водорода и погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности P = 0,95.

В 2018 году разработан комплект ГСО отечественного производства с аттестованными значениями массовой доли водорода от 0,057 до 0,210 ppm. Данный набор соответствует потребностям современного авиапрома и других отраслей промышленности. Погрешности аттестованных значений ГСО варьируются от 9,5 до 26,3 % в зависимости от номинала ГСО.

Таким образом, использование меры потока лёгких газов (H, D, He) позволяет повысить точность определения массовой доли лёгких газов от 2,2 до 6,1 раза в зависимости от значения измеряемой массовой доли лёгких газов. Главное преимущество, помимо повышения точности измерений, состоит в том, что ГСО состава с аттестованными значениями дейтерия и гелия отсутствуют.

Считаем необходимым привлечь внимание к работам, направленным на развитие системы метрологического обеспечения в области вакуумных измерений, в части измерений потоков

газов в вакууме, и системы метрологического обеспечения в области определения массовой доли легких газов, содержащихся в различных материалах. На наш взгляд, в настоящий момент времени эти области измерений недооценены метрологическим сообществом РФ. С целью дальнейшего развития системы метрологического обеспечения в этих двух областях измерений предлагается запланировать и реализовать следующие мероприятия:

1. Выполнить разработку и создание государственного первичного эталона единицы потока газа в вакууме, который формально в настоящий момент времени отсутствует в РФ.

2. Разработать государственную поверочную схему в области измерений потоков газов в вакууме, которая также отсутствует в настоящий момент времени в РФ.

3. Создать и аттестовать на базе анализатора водорода AB-1-02 первичную установку единицы массовой доли легких газов высокой точности для исследования материалов в диапазоне измерений от 10^{-4} до 10^5 ppm и построить систему метрологического обеспечения в этой области измерений в РФ.

- [1] Полянский А М, Полянский В А, Пронин А Н и др. 2012 Вестник метролога 4 30-3
- [2] Пронин А Н 2022 Современная метрология физико-химических измерений (Москва, Триумф) 560
- [3] Чернышенко А А 2020 Теоретические и практические вопросы разработки эталона для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме (Санкт-Петербург, Парадигма)
- [4] Кузьмин В В 2004 Измерительная техника 6 28–30
- [5] Кузьмин В В 1992 Вакуумные измерения (Москва, Изд-во стандартов) 228
- [6] Kuzmin V V 1998 Vacuum 49 1 17–22
- [7] Mohan P and Gupta A 1999 8th ISMAS Symp. Mass Spectrometry 2 737–40
- [8] Walter H K 1995 Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices (American Vacuum Society Classics) 623

Особенности работы датчика вакуума типа Пирани в атмосфере гелия

Е. В. Рутьков¹, Е. Ю. Афанасьева¹, О. А. Беляева², Н. Р. Галль¹

¹ ФТИ им. А. Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия ² ООО «ТЕХНАН», Санкт-Петербург, Россия

E-mail: rutkov@ms.ioffe.ru

Аннотация. Рассмотрен физический механизм работы вакуумного датчика типа Пирани в атмосфере гелия и в гелиево-воздушных смесях. Показано, что гелиевая атмосфера, по сравнению с воздушной, гораздо сильнее понижает температуру нити датчика, что приводит к искажению показаний стандартных датчиков вакуума на несколько порядков величин. Эффект связан с существенным уносом тепла атомами гелия от поверхности по сравнению с хемосорбированными молекулами атмосферных газов.

Ключевые слова: измерение вакуума; датчик типа Пирани; атмосферные газы; гелий

Датчики вакуума типа Пирани являются надежным средством измерения давлений в области «низкого» вакуума [1, 2]. В нашей работе [3] предложен физический механизм, описывающий взаимодействие атмосферных газов с поверхностью металлических нагревателей (катодов). Однако, даже незначительная примесь гелия очень сильно искажает результаты измерений. Например, при истинном давлении гелия $p_{He} \approx 1$ mbar стандартный датчик типа Пирани, граду-ированный по воздушной смеси, показывает давление $p_{He} \approx 1000$ mbar. Целью настоящей работы является установление молекулярного механизма, который бы правильно описывал работу датчика в атмосфере гелия и в гелиево-воздушных смесях.

Эксперименты проводились на лабораторном высоковакуумном стенде с использованием вакуумного датчика, в котором в качестве нагревательной нити использовали иридиевый катод, активированный окисью иттрия. Ранее мы детально изучили эмиссионные свойства таких катодов и, в частности, определили работу выхода катода е $\phi = 3.4 \text{ eV}$, а также показали высокую термостабильность таких катодов, способных выдерживать нагрев до T = 2500 K без разрушения. Система напуска газов позволяла дозированно напускать в установку различные газы. Давление газов в камере в диапазоне 4–1000 mbar измерялось механическим датчиком давления.

Показано существенное понижение температуры катода при увеличении давления газов в камере. Например, при температуре катода в вакууме T = 2300 K атмосфера воздуха (p = 1000 mbar) понижает температуру нити до T = 1300 K, а атмосфера гелия (p = 1000 mbar) до $T \approx 400$ K. Совместный напуск воздуха и гелия приводит к весьма интересным результатам, проясняющим физическую картину процессов на поверхности катодов при их контакте с газом.

Добавление воздуха в гелий снижает эффективность охлаждения нагревателя и его температура (сопротивление) растет. Важно отметить, что вклад гелия полностью нивелируется лишь тогда, когда его концентрация составляет лишь 0.4 % от концентрации атмосферных газов, т.е. при напуске воздуха до атмосферного давления (рис. 1). Отметим, что замена воздуха на чистый азот, а также замена иридиевых катодов на молибденовые или вольфрамовые приводит к аналогичным результатам.

Авторы считают, что в случае совместного напуска азота и гелия происходит конкуренция между ними за адсорбционные места на поверхности. Вначале Не вносит основной вклад в отбор тепла от катода. В конечной же точке при давлении азота (воздуха) близкому к атмосферному вклад гелия отсутствует – молекулы азота вытесняют атомы гелия с поверхности: все адсорбционные места заняты азотом и гелий полностью «выходит из игры».



Рис. 1. Зависимость изменения сопротивления катода от давления газа в установке: кривая 1 – только гелий; кривая 2 – только воздух; кривая 3 – напуск гелия до p = 4 mbar и затем воздуха до p = 1000 mbar

Таким образом, предложен механизм, описывающий процессы на поверхности катодов датчиков типа Пирани, основанный на конкурентной борьбе, когда физадсорбированные атомы Не вытесняются хемосорбированными молекулами азота, имеющими большую энергию связи $E \approx 0.5$ eV [3].

- [1] Xu S, Zhou N, Shi M et al. 2022 Micromachines 13 945
- [2] Chen S, Feng L, Guo S et al. 2023 Sensors 23 1276
- [3] Рутьков Е В, Беляева О А, Галль Н Р 2023 ЖТФ 93 286–90

Разработка и исследование установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей

А. А. Чернышенко¹, Р. Э. Кувандыков¹, Н. Н. Романцов²

¹ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», д. 19, Московский пр., Санкт-Петербург, Россия, 190005 ² СФ АО «НИИТФА», д. 82, ул. Рабочая, Саранск, Россия, 430000

E-mail: vacuum@vniim.ru, ruskuw@mail.ru, nnromantsov@sfniitfa.ru

Аннотация. В статье рассматриваются вопросы, связанные с совершенствованием системы метрологического обеспечения в области вакуумных измерений в части измерений потока газа в вакууме. Приводится информация о составе и принципе действия новейшей установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной для поверки и калибровки гелиевых течей УПВМЭ № 01, разработанной ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Ключевые слова: область вакуумных измерений; метрологическое обеспечение; программно-аппаратный комплекс; течь гелиевая; эталон

Прежде всего следует отметить, что роль измерений потока газа в вакууме в области вакуумных измерений неуклонно растет. Особенно значимы измерения потока газа в металлургии, электронной, авиационной, атомной, космической промышленностях и других высокотехнологичных отраслях, относящихся к приоритетным направлениям развития науки. Наибольшее распространение среди средств измерений потока газа в вакууме получили меры потока газа в вакууме, которые используются в качестве эталонов сравнения при передачи размера единицы потока газа в вакууме другим измерительным системам, таким, как масс-спектрометрические течеискатели. На сегодняшний день в государственном реестре средств измерений РФ имеется информация только об единственном типе мер потока газа в вакууме отечественного производства – это меры потока (течи гелиевые) Гелит 1 и Гелит 2. Меры потока (течи гелиевые) Гелит 1 и Гелит 2 выпускаются СФ АО «НИИТФА» (г. Саранск).

АО «НИИТФА» обеспечивает разработку и производство наукоемкой продукции в области ядерной медицины, радиационной техники и технологий, радионуклидной энергетики, неразрушающего контроля, а также сверхпроводниковых материалов и оборудования. В рамках работ по совершенствованию эталонной базы АО «НИИТФА» было принято решение о создании новой вакуумной потокомерной эталонной установки, необходимой для передачи размера единицы потока газа в вакууме при выпуске из производства мер потока (течей гелиевых) Гелит 1 и Гелит 2. Разработку и изготовление установки выполняло ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Принцип действия установки заключается в сравнении измеряемого потока гелия с известным потоком гелия от эталонных мер потока газа в вакууме, наполненных гелием (эталонных мер потока) при помощи масс-спектрометрического гелиевого течеискателя (компаратора). Установка представляет собой измерительный комплекс, включающий в себя систему создания и поддержания давления, к которой присоединены компаратор и эталонные меры потока, являющиеся основными метрологическими узлами установки и обеспечивающие диапазон ее измерений.

С целью реализации выбранного принципа измерений была разработана принципиальная вакуумная схема установки, изображенная на рис. 1. Внешний вид разработанной установки показан на рис. 2.



Рис. 1. Принципиальная вакуумная схема установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной УВПМЭ



Рис. 2. Внешний вид установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной УВПМЭ

Установка содержит масс-спектрометрический течеискатель, насос форвакуумный, вакуумметр индикаторный тепловой, электромагнитные и электромеханический вакуумные клапана, электронные термометры для измерения температур камер с установленными мерами потока. Электромеханические клапана позволяют реализовать автоматическое последовательное во времени измерение величины потоков поверяемых мер потока.

Отметим, что в установке УВПМЭ, по сравнению с ранее выпускаемыми аналогичными вакуумными потокометрическими установками, были реализованы следующие новшества:

1. С целью обеспечения возможности определения температурной поправки поверяемых (калибруемых) мер потока газа в вакууме, в установке предусмотрены два отдельных, независимо термостатируемых отсека для установки мер потока. Один отсек предназначен для установки эталонных мер потока газа в вакууме, с которыми происходит сравнение поверяемых мер потока газа в вакууме, которые, в свою очередь, устанавливаются в другой отсек и термостатируются независимо от эталонных мер потока газа в вакууме. Реализованное решение позволяет измерять потоки газа от поверяемых мер потока в широком диапазоне температур: от 15 до 40°С.

2. Увеличено количество одновременно поверяемых мер потока газа в вакууме до 10 штук.

3. Разработан и реализован программно-аппаратный комплекс (ПАК) в виде блока управления, позволяющий управлять и анализировать состояние вакуумных клапанов, а также разработано программное обеспечение для персонального компьютера, совместно обеспечивающие автоматизированную поверку мер потока газа в вакууме.

Структурная схема разработанного программно-аппаратного комплекса показана на рис. 3.



Рис. 3. Структурная схема ПАК управления потокомерной установкой

Программное обеспечение (ПО) позволяет визуализировать измеренные значения потока газа в вакууме в виде графиков и сформировать протокол результатов измерения. Внешний вид главного окна ПО показан на рис. 4.

Leak Open Close Q. Pa*m3/s Num Etalon V3 •	Termostat 2	Termostat	1 28.5	10 2	■■■■ ■	67 2		22	358	359	Request	Pressure Pessure P = 1.0E+00 1613 COMing one State
Opened V6 14.48.31 Requi Opened V6 14.48.33 Requi Opened V2 setMessure mo 14.48.33 Start() Wat write2tile Write to file 14.49.59 Requi Closed V6 Closed_V1 Closed_V1 Closed_V1	estilo open V&(IVVE-6) 6 estilo open V&(IVVE2) 31 cle Measure) estilo close V&(IVVE-6) 7 estilo close V&(IVVE-6) 7	* • • •	3826 1.91E-1 lalon # 5 40.22 2.57E-0 ni 42.07 1.91E-1 bolok # 1 142.00 3.04E-0 on etaliona 45.29 1.91E-1 lalon # 5 47.03 2.60E-0 ni 48.25 1.95E-1 atok # 7 49.57 3.46E-0	11 19 2.55E-09 11 19 3.02E-09 11 19 2.58E-09 11 19 3.44E-09	3.01E-09 26.5 3.39E-09 26.5	0 27.50	Ŷ	10,000,000 1,000,000 100,000 100,000 100,000 100,000 10,000			Thas	
Cear Display al	About		egistration eak = 2.40E wait 70 0 Peque Start (M Stop (St	c-09 1497 stleak leasure) tand by)	Cycles- 3 Potok mea Degaz lea Close leal Stop	sure ks 0 Rec	eader istration	100 0. 100 10- 1- 0.1				

Рис. 4. Главное окно ПО

Алгоритм, реализованный в ПО персонального компьютера, реализует алгоритм поверки и калибровки, показанный на рис. 5.



Рис. 5. Структурная схема ПАК управления потокомерной установкой

Созданная установка вакуумная потокомерная масс-спектрометрическая эталонная УПВМЭ № 01 прошла испытания с целью утверждения типа средства измерений с использованием гос-

ударственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме в диапазоне 1,0·10⁻¹² ... 1,00 Па·м³/с (ГВЭТ 49-2-2006), регистрационный номер 2.1.ZZB.0032.2014, который возглавляет систему метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме РФ.

По результатам испытаний были получены следующие метрологические характеристики установки:

Диапазон измерений потока газа в вакууме от 1·10⁻¹¹ до 1·10⁻⁶ Па·м³/с.

Диапазон воспроизведения потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с.

Пределы допускаемой относительной погрешности измерений потока газа в вакууме:

- в диапазоне от 1.10^{-11} до 7.10^{-10} Па·м³/с включ. ± 10 %,

- в диапазоне свыше 7·10⁻¹⁰ до 1·10⁻⁶ Па·м³/с ± 7 %.

Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения потока газа в вакууме:

- в диапазоне от $1 \cdot 10^{-10}$ до $7 \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с включ. ± 10 %,

- в диапазоне свыше 7·10⁻¹⁰ до 1·10⁻⁶ Па·м³/с \pm 7 %.

В заключении необходимо отметить, что:

1. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» выполнило разработку и изготовление потокомерной установки УВПМЭ № 01 для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме (течей гелиевых) типа Гелит 1 и Гелит 2, которая в настоящее время эксплуатируется в СФ АО «НИИТФА» (г. Саранск).

2. Реализованные в установке процедуры автоматизированной поверки (калибровки) позволили значительно сократить время, необходимое на проведение поверки (калибровки) и обработки результатов измерений.

3. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» продолжает работы над созданием автоматизированных вакуумметрических эталонных комплексов в рамках концепций «Эталон на столе» и «Облачной метрологии».

4. Авторы приглашают все заинтересованные организации к партнёрству и дальнейшему совместному сотрудничеству в этом направлении.

- [1] Чернышенко A A 2021 Труды 28-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участием «Вакуумная техника и технологии – 2021» 128–33
- [2] Кувандыков Р Э, Чернышенко А А 2021 Труды 28-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участием «Вакуумная техника и технологии – 2021» 73–9
- [3] Кузьмин В В 2004 Измерительная техника 6 28–30
- [4] Кузьмин В В 1992 Вакуумные измерения (Москва, Изд-во стандартов) 228
- [5] Kuzmin V V 1998 Vacuum 49 1 17–22
- [6] Mohan P and Gupta 1999 Proc. of 8th ISMAS Symp. Mass Spectrometry 2 737–40
- [7] Walter H K 1995 Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices (American Vacuum Society Classics) 623

Совершенствование нормативно-технической и научной основ области вакуумных измерений

А. А. Чернышенко, Р. Э. Кувандыков, Д. Е. Сенатов

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», д. 19, Московский пр., Санкт-Петербург, Россия 190005

E-mail: vacuum@vniim.ru, ruskuw@mail.ru, d.e.senatov@vniim.ru

Аннотация. В статье, рассматривается текущее состояние метрологического обеспечения в области вакуумных измерений. Приведены результаты исследования нормативнотехнической документации, проведенного научно-исследовательской лабораторией госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Сделаны выводы о состоянии нормативно-технической документации в области вакуумных измерений. Представлены результаты исследования нового метода поверки. Поставлены задачи для актуализации и совершенствования метрологического обеспечения в области вакуумных измерений.

Ключевые слова: область вакуумных измерений; метрологическое обеспечение; научно-техническая документация; вакуумные измерения

Введение

Согласно данным научно-исследовательской лаборатории (НИЛ) госэталонов и научных исследований в области вакуумных измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», в последнее время наблюдается стабильный рост количества средств измерений (СИ) низких абсолютных давлений (вакууметров), а также расширяется модельный ряд данных СИ. Подтверждением этого служит статистика проведенных во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» поверок СИ низких абсолютных давлений вакуума в период с 2010 по 2023 год. Диаграмма количества поверок во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» приведена на рис. 1.

Рис. 1. Диаграмма количества поверок вакуумметров во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Также растет и количество утверждённых типов СИ вакуума. Только за последние 2 года в государственный реестр средств измерений было серийно внесено более тринадцати новых модификаций вакуумметров и более пяти единичных экземпляров вакуумметров и эталонных вакуумных установок.

В связи с этим особую значимость приобретает совершенствование системы метрологического обеспечения (МО) в области вакуумных измерений.

Метрологическое обеспечение в области вакуумных измерений в части научнотехнической документации

В соответствии с требованиями [1] метрологическое обеспечение измерений - систематизированный, строго определенный набор средств и методов, направленных на получение измерительной информации, обладающей свойствами, необходимыми для выработки решений по приведению объекта управления в целевое состояние.

Исходя из данного определения следует, что для совершенствования системы МО области вакуумных измерений, необходима модернизация как технической базы, так и нормативнотехнической документации (НТД) в области вакуумных измерений.

Лабораторией вакуумных измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» было проведено исследование современного состояния НТД в области вакуумных измерений. В рамках исследования были рассмотрены:

• ГОСТ 8.107-81 – Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазон 1·10⁻⁸ ÷1·10³ Па [2];

- МИ 140-89 Рекомендация. ГСИ. Вакуумметры. Методика поверки [3];
- ISO 3567 Вакуумметры. Калибровка путём непосредственного сличения с эталоном [4];
- специальные методики поверки для отдельных типов СИ вакуума;
- описания типов СИ вакуума.

Более подробно остановимся на результатах исследования типовой методики поверки МИ 140-89, Государственной поверочной схемы ГОСТ 8.107-81 и международного стандарта ISO 3567. Международный стандарт ISO 3567 не действует на территории РФ, но был включён в перечень исследуемой НТД как наиболее современный и для получения представления о международных требованиях, действующих в технологически развитых странах.

Некоторые недостатки, выявленные в результате исследования НТД приведены в табл. 1.

Выявленные недостатки приводят к увеличению сложности проведения работ по испытаниям СИ – возникает необходимость для каждой новой модификации писать отдельную методику поверки, что, в свою очередь, усложняет работу поверителей и увеличивает время проведения работ.

В то же время в результате исследования международного стандарта ISO 3567 было установлено, что в нём:

- приведён более широкий спектр терминов и определений;
- установлено больше требований к измерительной камере, и они более актуальны;
- подробнее приведены требования к установке вакуумметров;
- установлены требования к подаваемому в камеру газу;

• описаны более подробно статический метод измерений и метод стационарного равновесия (динамический метод);

• приведен более полный список информации, которую необходимо фиксировать перед началом измерений.

Также в результате исследования НТД в области вакуумных измерений было выявлено отсутствие таких важнейших документов, характеризующих любую область измерений, как: «Область вакуумных измерений. Термины и определения», «Методика межлабораторных сличений», «Методика поверки вакуумметров на месте эксплуатации». Исходя из вышесказанного можно сделать вывод, что НТД в области измерений низкого абсолютного давления вакуума требует актуализации.

	МИ 140-89					
Общие	Используемая терминология устарела					
	Присутствуют опечатки					
	Некоторые формулировки требуют актуализации и уточнения					
	Отсутствует пункт проверки программного обеспечения (ПО)					
	для СИ, в которых это необходимо					
Раздел 2. Средства поверки	Отсутствует упоминание первичного специального эталона					
	РФ единицы давления для области низких абсолютных давле-					
	ний в диапазоне от 1,0·10 ⁻⁶ до 1,0·10 ³ Па,					
	ГЭТ 49-2016, необходимого для поверки некоторых СИ, по-					
	верка которых осуществляется по данной методике					
Раздел 3. Требования к квали-	Устарели требования к квалификации поверителей					
фикации поверителей						
Раздел 6. Проведение поверки	Не предусмотрена возможности поверки с использованием					
	сторонних СИ, заимствованных из других поверочных схем,					
	таких как мультиметры, вольтметры и т.п.					
	Не предусмотрена поверка Си в ограниченном диапазоне					
	Методы поверки требуют актуализации					
	и уточнения					
	Разраоотаны новые методы поверки, использование, которых					
Decese 0 Olympication	не предусмотрено данной методикой					
раздел 8. Оформление результатов поверки	у старели треоования к оформлению результатов поверки					
Приложение 1	Требования к эталонным установкам требуют актуализации					
	ГОСТ 8.107-81					
Общие	Используемая терминология устарела					
	Требуется поднять верхний предел измерений до атмосфер-					
	ного давления, т.к. многие вакуумметры, относящиеся к дан-					
	ной поверочной схеме, работают до атмосферного давления					
	Не отражены все существующие методы поверки					
	Иерархия эталонов, СИ и методов поверки требует пересмотра					
Раздел 3. Рабочие средства	Метрологические характеристики рабочих СИ требуют					
измерений	актуализации					

Табл.	1.	Недостатки	НТД
-------	----	------------	-----

Динамические характеристики вакуумметров

В настоящее время СИ низкого абсолютного давления вакуума используются повсеместно и, во многих эксплуатируемых системах, давления не является статическим, напротив, оно непрерывно изменяется во времени. Действующие же методики поверки направлены исключительно на проверку метрологических характеристик вакуумметров в статическом режиме и методом стационарного равновесия, когда давление в вакуумной системе считается постоянным. В связи с этим возникает необходимость рассмотреть вопрос о возможности поверки вакуумметров в динамическом режиме, когда давление в вакуумной системе изменяется во времени.

В рамках совершенствования МО в области измерений низкого абсолютного давления вакуума НИЛ госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» инициировала разработку и исследование новых, автоматических методов поверки и калибровки СИ низкого абсолютного давления вакуума. Данные методы подробно рассмотрены в [5]. Одним из рассмотренных в данной статье методов, является метод основанный на изменения давления в измерительной камере в результате собственного натекания. При поверке данным методом давление в измерительной вакуумной камере монотонно возрастает от нижнего до верхнего предела измерений в результате собственного газоотделения в измерительной камере. На рис. 2 приведен график показаний эталонного вакуумметра, полученный с использованием данного метода.

Рис. 2. Показания эталонного вакуумметра, полученные методом собственного натекания

Данный метод показал хорошие результаты как с точки зрения повышения скорости и точности проведения процедур поверки и калибровки, так и с точки зрения оценки динамических характеристик исследуемых вакуумметров, таких как, например, время переходного процесса, число колебаний переходного процесса и т.д. Так, на рис. 3 представлены графики поверки широкодиапазонного вакуумметра согласно МИ 140-89 и методом собственного натекания.

Рис. 3. Графики поверки вакуумметра: а – согласно МИ 140-89; б – методом собственного натекания

Из графиков на рис. 3 видно, что результаты, полученные методом собственного натекания, гораздо информативнее. Количество точек, полученное методов собственного натекания за тоже время, превышает количество точек, полученное по МИ 140-89, более чем в 50 раз. Также видно, что действующий метод поверки не дает никакой информации о показаниях вакуумметра в момент переключения между датчиками, на графике, полученном методов собственного натекания видны скачки показаний в диапазоне близком к точке переключения. Это позволяет оценить время переключения, разброс показаний прибора и в целом дат представление о процессах, происходящих в вакуумметре.

Заключение

В связи с развитием области вакуумных измерений и ростом числа применяемых СИ, нуждающихся в МО, особую значимость приобретает актуализация и развитие МО в области вакуумных измерений. В рамках работ, направленных на развитие МО в области вакуумных измерений ФГУП «ВНИИМ им Д. И. Менделеева» предложены новые методы измерений:

- метод автоматической поверки и калибровки вакуумметров в диапазоне от 1,0·10⁻¹ до 1,0·10⁵ Па [5];
- метод основанный на собственном натекании [5].

В настоящее время метод автоматической поверки, уже реализован в установке ВЭУ-Б, входящей в состав национального эталона республики Беларусь. Также планируется реализовать, оба метода в ходе ОКР «Разработка универсальной автоматизированной транспортируемой измерительной системы модульного типа для обеспечения единства измерений в области измерений давления и вакуума в диапазоне от 0,1 до 10^5 Па», по результатом которого методы будут формализованы.

Проведенные исследования позволяют утверждать о возможности в ближайшее время опередить метрологически развитые страны, такие как США, Германия, в части реализации автоматической поверки и калибровки вакуумметров.

- [1] ГОСТ Р 8.820-2013 Метрологическое обеспечение. Основные положения (Москва, Изд-во стандартов)
- [2] ГОСТ 8.107-81 Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне 1·10⁻⁸ ÷ 1·10³ Па (Москва, Изд-во стандартов)
- [3] МИ 140-89 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Вакуумметры. Методика поверки (Москва, Изд-во стандартов)
- [4] ISO 3567:2011 Вакуумметры. Калибровка путём непосредственного сличения с эталоном (Geneva, International Standards Organization)
- [5] Сенатов Д Е, Кувандыков Р Э, Тетерук Р А и др. 2023 Труды 30-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участием «Вакуумная техника и технологии 2023» 321–5

К вопросу о разработке метода расчета процесса теплового газовыделения материалов в процессе термовакуумной обработки ЭВП СВЧ О-типа

Д. К. Черченко¹, Д. А. Комаров²

¹ АО «НПП «Торий», Москва, Россия

² АО «НПП «Исток» им. Шокина», Фрязино, Россия

E-mail: cherchenko.dk@toriy.ru

Аннотация. В рамках работы представлена математическая модель процесса откачки вакуумного объема с учетом потока газовыделения, обусловленного термическим обезгаживанием внутренних поверхностей данного объема. Применительно к электронике СВЧ предложен экспериментальный метод определения коэффициентов термодесорбции, являющихся неизвестными величинами в рамках приведенной математической модели, основанный на статистической обработке данных, полученных на этапе финишной откачки изделий при использовании масс-спектрометрии. Проведена апробация представленного метода на ряде выпускаемых изделий. По итогам работы удалось подтвердить высокий уровень корреляции теоретических расчетов с реальными данными и, как следствие, возможность применения описанной математической модели при разработке процессов термовакуумной обработки для вновь разрабатываемых ЭВП СВЧ О-типа и оптимизации существующих технологий обработки.

Ключевые слова: клистрон; ЭВП СВЧ; газовыделение; термодесорбция; массспектрометрия

Введение

Во многом, на способность ЭВП СВЧ надежно, устойчиво и долговечно работать на требуемых режимах влияет качество полученной в пространстве взаимодействия прибора среды: его снижение способно привести к дестабилизации электрических процессов, падению мощности и КПД прибора, ухудшению токопрохождения, срыву генерации и другим негативным последствиям, вплоть до полного выхода прибора из строя. При этом, достижение и сохранение необходимых вакуумных условий является достаточно сложной задачей, поскольку технология изготовления сопровождается трудностями контроля и управления многими физико-химическими процессами, а рабочие режимы прибора характеризуются значительным разогревом его внутренних поверхностей [1–3].

Для решения данной задачи каждый технологический этап изготовления электровакуумного прибора выполняется с соблюдением строжайших мер вакуумной гигиены [3–5]. Наибольшее влияние на конечный результат оказывает операция термовакуумной обработки (TBO) [6–8]. Основной целью данной операции является обеспечение необходимого качественного и количественного состава газовой среды в вакуумном объеме прибора при его выходе на рабочие режимы при эксплуатации (даже после длительного хранения). Известно, что основным источником газовых молекул являются материалы деталей внутренних элементов прибора [9]. Процесс снижения скорости выделения из них газов требует длительной выдержки при высоких температурах [5, 9]. Таким образом, основной задачей ТВО является снижение концентрации газов, сорбированных на внутренних поверхностях вакуумного объема прибора и растворенных в конструкционных материалах его оболочки (корпуса) и других узлов, до некоторого допустимого уровня. Однако на сегодняшний день технология ТВО во многом определяется не теоретически обоснованными данными, а исходя из практического опыта производства. В зна-

чительной степени такая ситуация сложилась ввиду отсутствия математических моделей, позволяющих с достаточной точностью и за короткий промежуток времени произвести расчет данного технологического этапа [10]. При этом особую трудность, ввиду многомерности и нелинейности действующих факторов, вызывает математическое описание явления термической десорбции [11]. Существующие на сегодняшний день математические модели термодесорбции [10, 12, 13] дают возможность лишь качественно оценить поведение системы, поскольку многие сведения о характеристиках реальных конструкционных материалах ЭВП СВЧ ограничены [10].

Таким образом целью данной работы является разработка метода расчета процесса термодесорбции в ЭВП СВЧ на этапе ТВО, который бы на феноменологическом уровне с достаточной точностью количественно описывал происходящие при этом процессы. В дальнейшем данный метод позволит определять обоснованные режимы термического обезгаживания при которых равновесное парциальное давление отдельных газов в приборах будет ниже допустимого давления при их эксплуатации на рабочих режимах.

Методы и объект исследований

При решении задачи математического моделирования процесса откачки вакуумного объема с учетом процесса термодесорбции примем следующие допущения:

- 1. Газ является идеальным.
- 2. Рассматриваемые процессы квазистационарные.
- 3. Процесс газовыделения не зависит от давления в вакуумном объеме.
- 4. Переходными процессами, ввиду малого времени их протекания, можно пренебречь.
- 5. Режим течения газов молекулярный.
- 6. Быстрота действия вакуумного насоса постоянна.
- 7. Проводимость трубопровода постоянна.
- 8. Система абсолютно герметична.

Дифференциальное уравнения, определяющее давление в вакуумном объеме имеет вид [14]:

$$\frac{dp}{dt} = \frac{1}{V} \cdot \frac{dQ_{2\theta}}{dt} - \frac{S}{r \cdot V} \cdot p, \qquad (1)$$

где p – давление в вакуумном объеме прибора, V – объем прибора, Q_{26} – количество выделившегося в систему газа, S – быстрота действия вакуумного насоса, r – определяется выражением:

$$r = \frac{S+U}{U},\tag{2}$$

где *U* – проводимость трубопровода.

Данное выражение представляет собой линейное дифференциальное уравнение первого порядка со свободным членом. Принимая обозначение:

$$k = \frac{S}{r \cdot V},\tag{3}$$

получим общее решение (1):

$$p(t) = (p_0 + \frac{1}{V} \cdot \int_0^t \frac{dQ_{ee}}{dt} \cdot e^{k \cdot t} dt) \cdot e^{-k \cdot t}, \qquad (4)$$

где p_0 – давление в вакуумном объеме в начальный момент времени, t – время.

Таким образом, задача определения давления в приборе в процессе ТВО сводится к определению уравнения скорости газовыделения. При этом необходимо учитывать требование о том, что конечное выражение должно быть достаточно простым и его вычисление не должно занимать большого количества времени. Уравнение, удовлетворяющее описанным требованиям и следующее выводам более сложных моделей, представлено в [15]:

$$\frac{dQ_{2\theta}}{dt} = \alpha \cdot e^{-\beta \cdot t} , \qquad (5)$$

где а, β – коэффициенты, представляющие собой решения неизвестных функции размеров и температуры деталей.

Подставляя выражение (5) в (4), получим итоговое решение уравнения (1):

$$p(t) = p_0 \cdot e^{-k \cdot t} + \frac{\alpha}{V \cdot (k - \beta)} \cdot \left(e^{-\beta \cdot t} - e^{-k \cdot t}\right),\tag{6}$$

Для применения полученного соотношения необходимо знать коэффициенты термодесорбции α и β, значения которых в настоящее время известны только для крайне ограниченного ряда возможных случаев не применимых к условиям ТВО ЭВП СВЧ.

Таким образом, для решения задачи определения данных коэффициентов для приборов, проходящих этап термовакуумной обработки, был разработан экспериментальный метод, основанный на статистической обработке данных, полученных с использованием массспектрометрического анализа газовой среды изделия в процессе ТВО.

Идея метода заключается в том, что левая часть уравнения (6) определяется экспериментально для большого числа приборов единого наименования при их термовакуумной обработке на откачных постах с известными параметрами, а коэффициенты в правой части данного уравнения определяются таким образом, чтобы полученная в ходе построения математической модели теоретическая функция наилучшим образом соответствовала бы экспериментальным данным. В итоге подобный метод позволяет получить статистически усредненные значения коэффициентов, которые возможно использовать при расчетах приборов со схожими габаритными размерами.

Несмотря на то, что сама идея не нова [15], предложенная в рамках статьи реализация метода, насколько известно авторам, в электронике СВЧ ранее не встречалась. Отличительной особенностью является применение квадрупольного масс-спектрометра, характеризующегося высокими показателями по разрешающей способности, точности измерения масс, чувствительности и динамическому диапазону [16]. Таким образом в рамках эксперимента возможно отслеживание парциальных давлений отдельных компонентов газовой среды в течении длительного времени с большой точностью.

С целью интегрирования описываемой методики экспериментального определения коэффициентов термодесорбции в технологический цикл изготовления приборов при обеспечении его непрерывности, были приняты следующие допущения:

1. Интенсивность термического газовыделения системы определяется исключительно электровакуумным прибором, т.к. высоковакуумная магистраль предварительно проходит процедуру обезгаживания.

2. Поскольку площадь деталей, образующих вакуумный объем прибора, изготовленных из бескислородной меди, превышает 90 % от общей площади, считаем, что интенсивность газовыделения определяется газовыделением меди.

Принципиальная схема эксперимента представлена на рис. 1.

Рис. 1. Принципиальная схема эксперимента: ТМН – турбомолекулярный вакуумный насос; МС – масс-спектрометр
В рамках работы использовался масс-спектрометр с характеристиками, представленными в табл. 1. Значения параметров сканирования масс-спектра представлены в табл. 2.

<i>наол. 1.</i> Основные технические характеристики масс-спектрометра					
Характеристика	Значение				
Тип спектрометра	Квадрупольный				
Тип детектора ионов	Чаша Фарадея (ФЧ), электронный умножитель (опционально) (ЭУ)				
Диапазон измерения масс, а.е.м.	1200				
Разрешающая способность	Менее 0,5 а.е.м. на 10 %-м уровне высоты пика				
Чувствительность, А/торр	2·10 ⁻⁴ (ФЧ), <200 (ЭУ) (для условий измерения)				
Минимальное регистрируемое давление,	$\frac{5 \cdot 10^{-11} (\Phi \text{Y})}{5 \cdot 10^{-14} (\Theta \text{Y})}$				
Верхний предел измерений, торр	(для условий измерения) 10 ⁻⁴ (ФЧ) 10 ⁻⁶ (ЭУ)				
Источник ионов	Открытый, цилиндрически симметричный, электронная ионизация				
Материал источника ионов	SS304				
Материал катода	Иридий, покрытый торией				
Энергия электронов, эВ	25105				
Энергия ионов, эВ	812				
Напряжение на катоде, В	0150				
Ток эмиссии, мА	03,5				
Фланец	2,75" CF				
Время выхода на рабочий режим, мин (точность измерений ±0.1 а.е.м.)	30				

T-6- 1 0 -----

<i>Табл. 2.</i> Параметры сканирования масс-спектрометра				
Параметр	Значение			
Диапазон сканирования, а.е.м.	1105			
Количество точек сканирования на 1 а.е.м.	10			
Время одного сканирования, с	30			
Энергия электронов, эВ	70			
Энергия ионов, эВ	12			
Фокусное напряжение, В	90			
Эмиссионный ток, мА	1,00			
Электронный умножитель	Выкл.			

Параметрами, определяющими откачной пост, являются характеристики турбомолекулярного вакуумного насоса (S), установленного на данном посту, и проводимость его высоковакуумной магистрали (U).

Типовая кинетика газовыделения ЭВП СВЧ для основных компонентов газовой смеси, полученная по результатам проведения масс-спектрометрии, представлена на рис. 2.

В рамках изучения процесса термодесорбции интерес представляет временная область, ограниченная с одной стороны началом нагрева изделия (начало десорбционных процессов), а с другой – моментом подачи тока накала на катодно-подогревательный узел прибора или электроразрядный вакуумный насос (независимые процессы, влияющие на результат). Таким образом, итоговая область обработки экспериментальных данных представляет собой относительно небольшой временной интервал от общей продолжительности процесса ТВО. Данная область термодесорбции (ТД) выделена на рис. 2 штрихпунктирной линией. Так же, при дальнейших рассуждениях, для удобства ограничимся рассмотрением лишь одного компонента газовой смеси – водорода.



Рис. 2. Зависимость парциальных давлений основных компонентов газовой смеси от времени и температуры (д): a – H₂; б – H₂O; в – CO + N₂; г – CO₂

Исходя из того, что:

1. Поток газовыделения прямопропорционален усредненному газосодержанию материалов деталей прибора, поверхности которых обращены в вакуумную полость [17].

2. Именно газосодержание определяет равновесное давление в приборе после отпая.

3. Текущее давление в приборе не отражает в полной мере физические процесса обезгаживания.

Критерием оценки качества проведения этапа ТВО следует принять следующее выражение:

$$K = \frac{\left(\frac{dQ_{26}}{dt}\right)_{\partial on}}{\left(\frac{dQ_{26}}{dt}\right)_{TBO}} \ge 0.95,$$
(7)

где $(dQ_{ze}/dt)_{don}$ – допустимый поток газовыделения после отпая, определяемый допустимым равновесным давлением в приборе при эксплуатации; $(dQ_{ze}/dt)_{TBO}$ – поток газовыделения достигнутый на этапе ТВО.

При этом стоит отметить, что для разных газов значение приведенного выше критерия будет отличаться, поскольку отличается оказываемое ими на электродинамические процессы прибора влияние [18].

Таким образом далее необходимо преобразовать измеренные значения парциальных давлений к величинам потоков газовыделений. Согласно уравнению (1), представленному в следующем виде:

$$\frac{dQ_{ze}}{dt} = V \cdot \frac{dp}{dt} + \frac{S}{r} \cdot p , \qquad (8)$$

произведем вышеописанное преобразование. Для дискретного набора данных выражение имеет следующий вид:

$$\left(\frac{dQ_{2\theta}}{dt}\right)_{i} = V \cdot \left(\frac{dp}{dt}\right)_{i} + \frac{S}{r} \cdot p_{i}, \qquad (9)$$

где $(dQ_{ze}/dt)_i$ – расчетная мгновенная скорость газовыделения *i*-ого измерения; p_i – давление, полученное при *i*-м измерении; $(dp/dt)_i$ – расчетная мгновенная скорость изменения давления, определяемая следующим выражением:

$$\left(\frac{dp}{dt}\right)_i = \frac{p_i - p_{i-1}}{\Delta t},\tag{10}$$

где $\Delta t = t_i - t_{i-1}$ – длительность одного измерения; *i* – номер измерения.

Кроме того, для создания более полной и информативной картины процесса ТВО прибора, полезно рассчитать общее количество газа, выделившегося при обработке (кумулятивная сумма):

$$Q_{CYM} = \sum_{i=0}^{i_{max}} \int_{0}^{t_i} \left(\frac{dQ_{2\theta}}{dt}\right)_i dt, \qquad (11)$$

Результаты преобразования представлены на рис. 3



Рис. 3. Зависимость от времени: а – парциального давления водорода; б – температуры прибора; в – потока газовыделения (сглаженный); г – суммарного количества выделившегося газа

Полученный на рисунке график зависимости потока газовыделения от времени в процессе ТВО представляет собой общее численное решение уравнения (8). При этом формула (5) описывает процесс газовыделения в замкнутый объем при отсутствии откачки (и других дополнительных потоков). Поэтому, в силу аддитивности решений дифференциальных уравнений [19], из общего численного решения уравнения (8) необходимо вычесть частное решение для случая, когда суммарный поток газа определяется только процессом откачки.

Дифференциальное уравнение, описывающее откачку замкнутого объема, выглядит следующим образом [20]:

$$V \cdot \frac{dp}{dt} = -S_{\partial\phi\phi} \cdot p(t) , \qquad (12)$$

Решение уравнения (12), учитывающее введенные выше переменные:

$$p(t) = p_0 \cdot e^{\frac{-5}{rV^t}},$$
(13)

Таким образом поток откачки по определению [20]:

$$\frac{dQ_{om\kappa}}{dt} = S_{\rho\phi\phi} \cdot p(t) = \frac{S}{r} \cdot p_0 \cdot e^{\frac{-S}{rV} \cdot t},$$
(14)

Для дискретного случая:

$$\left(\frac{dQ_{om\kappa}}{dt}\right)_{i} = S \cdot p_{i} = S \cdot p_{0} \cdot e^{\frac{-S}{rV}t_{i}},$$
(15)

Кроме того, следует обратить внимание на то, что график потока газовыделения имеет два участка, разделенных пунктирной линией:

1. Первый участок (I) – величина потока увеличивается вместе с ростом температуры.

2. Второй участок (II) – величина потока уменьшается, т.к. температура приняла постоянное значение.

Первый участок характеризуется тем, что показатель экспоненты в формулах (5) и (14) в каждый момент времени равен нулю, т.к. приведенные зависимости не учитывают значение температуры. Таким образом выражение (15) принимает вид:

$$\left(\frac{dQ_{om\kappa}}{dt}\right)_i = S \cdot p_0 , \qquad (16)$$

где $p_0 = p_i$ – давление, полученное при *i*-м измерении.

Графическое представление приведено на рис. 4. Итоговое частное решение процесса газовыделения, полученное после вычитания, представлено на рис. 5.



Рис. 4. Зависимость газовых потоков от времени: а – поток газовыделения на участке I; б – поток газовыделения на участке II; в – поток откачки на участке I; г – поток откачки на участке 2



Рис. 5. Зависимость потока газовыделения от времени: а – участок I; б – участок II Используя нелинейный метод наименьших квадратов найдем, далее, оптимальные значения коэффициентов формулы (5) для выделенных участков. Причем для первого участка (а) задача сводится к нахождению функциональной зависимости:

$$\alpha = Q(t), \tag{17}$$

где $Q(t) = c_0 + c_1 \cdot t + c_2 \cdot t^2 + ... + c_n \cdot t^n$ – полином n-й степени.

Графическая интерпретация результатов представлена на рис. 6.



Рис. 6. Зависимость газовыделения от времени: а – экспериментальное газовыделение на участке I; б – экспериментальное газовыделение на участке II; в – теоретическое газовыделение на участке II г – теоретическое газовыделение на участке II

Далее необходимо усреднить полученные результаты для серии измерений согласно выражениям:

$$\overline{\alpha} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \alpha_i , \qquad (18)$$

$$\overline{\alpha} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \alpha_{onmi}, \qquad (19)$$

$$\overline{\beta_{onm}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \beta_{onmi}, \qquad (20)$$

где $\overline{\alpha}, \overline{\alpha_{onm}}, \overline{\beta}$ – усредненные значения коэффициентов, N – количество измерений.

И рассчитать значения стандартного отклонения и границ абсолютной погрешности по известным формулам [21].

Результаты

В табл. 3 представлены практические результаты для серии масс-спектрометрических измерений одного из приборов, полученные применением описанного выше метода.

Графически результаты представлены на рис. 7–10.

Усредненные значения приведены в табл. 4.

Графическая интерпретация результатов, включающая построение доверительных интервалов, представлена на рис. 11–13.

	Табл. 3. Результаты определения коэффициентов термодесорбции						
Прибор	Газ	Участок 1	Участок 2				
	H_2	$Q(t) = -7,57 \cdot 10^{-11} + 5,59 \cdot 10^{-12} \cdot t + 9,38 \cdot 10^{-14} \cdot t^{2} - 4,51 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} + 4,35 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} - 1,08 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 2,74 \cdot 10^{-9} \cdot e^{-7,9 \cdot 10^{-3} \cdot t}$				
Прибор 1	CO	$Q(t) = 2,51 \cdot 10^{-11} + 3,01 \cdot 10^{-14} \cdot t + 5,63 \cdot 10^{-15} \cdot t^{2} - 6,47 \cdot 10^{-17} \cdot t^{3} + 1,57 \cdot 10^{-19} \cdot t^{4} + 1,57 \cdot 10^{-21} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 9,08 \cdot 10^{-11} \cdot e^{-1,3 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	CO ₂	$Q(t) = -2,32 \cdot 10^{-11} + 7,48 \cdot 10^{-12} \cdot t - 3,39 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} + 6,54 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} - 5,35 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} + 1,59 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 2, 1 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-1, 7 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	H_2	$Q(t) = 5.1 \cdot 10^{-10} - 4.44 \cdot 10^{-11} \cdot t + 1.53 \cdot 10^{-12} \cdot t^{2} - 2.13 \cdot 10^{-14} \cdot t^{3} + 1.26 \cdot 10^{-16} \cdot t^{4} - 2.51 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 3,61 \cdot 10^{-9} \cdot e^{-1,3 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
Прибор 2	CO	$Q(t) = 8,48 \cdot 10^{-11} + 2,3 \cdot 10^{-12} \cdot t - 9,51 \cdot 10^{-14} \cdot t^{2} + 1,33 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} - 7,16 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4} + 1,31 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 1,71 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-1,9 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	CO ₂	$Q(t) = 1,8 \cdot 10^{-11} + 7,12 \cdot 10^{-12} \cdot t - 2,58 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} + 3,6 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} - 1,86 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} + 2,99 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 3,02 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,4 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	H_2	$Q(t) = 3,39 \cdot 10^{-10} - 3,39 \cdot 10^{-11} \cdot t + 1,16 \cdot 10^{-12} \cdot t^{2} - 1,49 \cdot 10^{-14} \cdot t^{3} + 7,01 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} - 3,19 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 6,13 \cdot 10^{-9} \cdot e^{-1,110^{-2} \cdot t}$				
Прибор 3	CO	$Q(t) = 2,27 \cdot 10^{-11} - 1,11 \cdot 10^{-13} \cdot t + 1,05 \cdot 10^{-14} \cdot t^2 - 2,02 \cdot 10^{-16} \cdot t^3 + 1,61 \cdot 10^{-18} \cdot t^4 - 1,22 \cdot 10^{-21} \cdot t^5$	$Q(t) = 2,33 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,5 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	CO ₂	$Q(t) = 3,02 \cdot 10^{-11} - 1,95 \cdot 10^{-13} \cdot t + 2,04 \cdot 10^{-14} \cdot t^{2} - 4,95 \cdot 10^{-16} \cdot t^{3} + 6,25 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4} - 1,88 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 4,21 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-3,1 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
Прибор 4	H_2	$Q(t) = 4,81 \cdot 10^{-11} - 6,28 \cdot 10^{-12} \cdot t + 6,11 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} - 1,48 \cdot 10^{-14} \cdot t^{3} + 1,37 \cdot 10^{-16} \cdot t^{4} - 3,72 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 4,55 \cdot 10^{-9} \cdot e^{-1,1 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	CO	$Q(t) = 6,24 \cdot 10^{-11} - 3,46 \cdot 10^{-12} \cdot t + 1,62 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} - 3,16 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} + 2,64 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} - 7,43 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 1,78 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,2 \cdot 10^{-2} \cdot t}$				
	CO ₂	$Q(t) = 3,19 \cdot 10^{-11} + 3,6 \cdot 10^{-12} \cdot t - 2,02 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} + 4,99 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} - 5,34 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} + 2,15 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	$Q(t) = 3,91 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,610^{-2} \cdot t}$				



Рис. 7. Зависимость газовыделения от времени прибор 1: $a - H_2$; $\delta - CO$; $B - CO_2$



Рис. 8. Зависимость газовыделения от времени прибор 2: $a - H_2$; $\overline{b} - CO$; $B - CO_2$



Рис. 9. Зависимость газовыделения от времени прибор 3: $a - H_2$; $\delta - CO$; $B - CO_2$



Рис. 10. Зависимость газовыделения от времени прибор 4: а – H₂; б – CO; в – CO₂

Табл. 4.	Усредненные	значения
----------	-------------	----------

Уча- сток	Газ	Выражение	σ	ΔQ	ε, %
	H_2	$Q(t) = 2,05 \cdot 10^{-10} - 1,97 \cdot 10^{-11} \cdot t + 8,47 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} - 1,39 \cdot 10^{-14} \cdot t^{3} + 9,42 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} - 1,91 \cdot 10^{-19} \cdot t^{5}$	4,31·10 ⁻¹⁰	6,47·10 ⁻¹⁰	188
1	СО	$Q(t) = 4,87 \cdot 10^{-11} - 3,11 \cdot 10^{-13} \cdot t + 2,08 \cdot 10^{-14} \cdot t^{2} - 5,22 \cdot 10^{-16} \cdot t^{3} + 5,25 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4} - 1,52 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	3,29.10-11	4,94·10 ⁻¹¹	141
	CO ₂	$Q(t) = 1,42 \cdot 10^{-11} + 4,51 \cdot 10^{-12} \cdot t - 1,95 \cdot 10^{-13} \cdot t^{2} + 3,65 \cdot 10^{-15} \cdot t^{3} - 2,98 \cdot 10^{-17} \cdot t^{4} + 9,64 \cdot 10^{-20} \cdot t^{5}$	3,67.10-11	5,49.10-11	207
	H_2	$Q(t) = 4,26 \cdot 10^{-9} \cdot e^{-1,1 \cdot 10^{-2} \cdot t}$	5,48·10 ⁻¹⁰	8,22·10 ⁻¹⁰	203
2	CO	$Q(t) = 1,68 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,1 \cdot 10^{-2} \cdot t}$	7,97·10 ⁻¹²	1,19.10-11	264
	CO_2	$Q(t) = 3,31 \cdot 10^{-10} \cdot e^{-2,4 \cdot 10^{-2} \cdot t}$	1,02.10-11	1,53.10-11	299



Рис. 11. Зависимость усредненного газовыделения от времени для Н₂



Рис. 12. Зависимость усредненного газовыделения от времени для СО



Рис. 13. Зависимость усредненного газовыделения от времени для СО2

Заключение

Разработан статистический метод расчета кинетики термического газовыделения в ЭВП СВЧ О-типа на этапе термовакуумной обработки с использованием экспериментальных данных масс-спектрометрических исследований.

Проведена апробация данного метода на примере одного из производимых приборов. Полученные результаты удовлетворяют требованиям по точности и простоте использования и подтверждают возможность применения метода при дальнейших расчетах.

Данный метод может быть использован для определения обоснованных режимов термического обезгаживания для серийных приборов, при которых равновесное парциальное давление отдельных газов в пространстве взаимодействия будет ниже допустимого давления при эксплуатации на рабочих режимах.

- [1] Черепнин Н В 1966 Вакуумные свойства материалов для электронных приборов (М.: Советское радио) 350
- [2] Шехмейстер Е И 1992 *Технология производства электровакуумных приборов* (М.: Высш. шк.) 543
- [3] Мирошников Ю А 1991 *Техника тренировки и динамических испытаний СВЧ ЭВП* (М.: изд. МИРЭА) 235
- [4] Королёв Б И 1950 Основы вакуумной техники (М.: Госэнергоиздат) 240
- [5] Закиров Ф Г, Николаев Е А 1973 Откачник-вакуумщик (М.: Высшая школа) 248
- [6] Черепнин Н В 1973 Сорбционные явления в вакуумной технике (М.: Советское радио) 384
- [7] Черепнин Н В 1967 Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике (М.: Советское радио) 408
- [8] Эспе В 1962 Технология электровакуумных материалов (М.: Гос. Энерго. Издат.) 632
- [9] Chiggiato P 2020 CAS CERN Accelerator School: Vacuum for particle Accelerators DOI: 10.48550/arXiv.2006.07124
- [10] Саксаганский Г Л 1976 Сверхвысокий вакуум в радиационно-физическом аппаратостроении (М.: Атомиздат) 288
- [11] Hoffman D M, Thomas J H, Singh B 1998 Handbook of Vacuum Science and Technology (Cambridge: Academic Press) 835
- [12] Адамсон А А 1979 Физическая химия поверхностей (М.: Мир) 568
- [13] Семенов Н Н, Френкель Я И 1958 Собрание избранных трудов. Том 2. Научные статьи (М.: изд. АН СССР) 600
- [14] Саксаганский Г Л 1978 Основы расчета и проектирования вакуумной аппаратуры (М.: Машиностроение) 76
- [15] Тягунов Г А 1948 Основы расчета вакуумных систем (М.: Госэнергоиздат) 148
- [16] Попов И А, Кукаев Е Н, Куксин А Ю 2012 Газовый анализ с использованием квадрупольного масс-спектрометра (М.: МФТИ) 36
- [17] Дэшман С 1950 *Научные основы вакуумной техники* (М.: Изд. Иностранной литературы) 695
- [18] Ахиезер А И, Любарский Г Я, Файнберг Я Б 1962 *О фокусировке электронным потоком* в протонном ускорителе. Теория и расчет линейных ускорителей (М.: ГИЛАНТ) 348
- [19] Пономарев К К 1973 Составление дифференциальных уравнений (Минск: Высшая школа) 560
- [20] Глазков А А, Милованова Р А 1971 Учебная лаборатория вакуумной техники (М.: Атомиздат) 279
- [21] Тихонов А Н, Уфимцев М В 1988 Статистическая обработка результатов экспериментов (М.: изд-во. Московского университета) 174

Вакуумные технологии при осаждении пленок и покрытий

Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ITO при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов

А. Ю. Буднев, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, В. А. Смольянинов

АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. В работе рассматриваются технологические особенности процесса изменения поверхностного сопротивления (в т. ч. зонного) токопроводящих оптических покрытий на основе оксида индия-олова (ITO), применяемых для электрообогревного авиационного остекления. Для достижения необходимых резистивных параметров покрытия рассматриваются особенности применения метода ионной бомбардировки поверхности источником свободных ионов с замкнутым дрейфом электронов с применением кислорода или аргона.

Ключевые слова: травление; источник свободных ионов; оптические покрытия; тонкие пленки; электрообогревные покрытия; вакуумное напыление

1. Введение

В работе представлены результаты исследований, посвящённых прецизионному травлению и доокислению тонких оптически прозрачных пленок ІТО, используемых в качестве токопроводящего слоя для обогрева изделий авиационного остекления. В случаях, когда технологические особенности не позволяют достичь необходимого поверхностного сопротивления, или требуется изменить параметры конкретной зоны покрытия, допускается метод травления покрытия ионным источником в вакуумной камере, преимущественно с использованием в качестве рабочего газа инертного аргона (Ar). Также рассматривается метод изменения поверхностного сопротивления бомбардировкой поверхности реактивным газом – кислородом (О₂), позволяющий оксидировать поверхностный слой ITO, снизив толщину токопроводящего слоя. Применяется ионный источник с замкнутым дрейфом как наиболее эффективный ввиду высокой энергии пучка. Описанные процессы актуальны для снижения коэффициента запуска продукции – изделие с функцией электрообогрева представляет собой стеклопакет, состоящий из нескольких склеенных послойно элементов, на один из которых нанесено токопроводящее покрытие. При несоответствии покрытия требованиям изделие признается бракованным. Учитывая высокую стоимость и трудоемкость изготовления авиационного остекления, экономическая эффективность метода крайне высока. Процесс применялся на высокоомных ($\rho > 70$ Ом х \Box) и низкоомных (3–8 Ом х □) пленках оксида индия-олова, нанесенных методом магнетронного распыления.

2. Особенности травления покрытий с использованием аргона

Метод повышения удельного сопротивления покрытий на основе ITO путем травления аргоном уменьшением толщины токопроводящего слоя и, соответственно, снижением площади поперечного сечения (S) проводника. При этом оптические характеристики покрытия меняются в соответствии с изменением толщины покрытия.

Эффективность методов ионного травления определяются характеристиками потока ионов, формируемого в ионном источнике, представляющем из себя автономную разрядную среду. Наиболее оптимальными для процессов травления являются ионные потоки с энергиями в диапазоне 100–8000 эВ при плотностях тока 0.005–3 мА/см², что обеспечит высокую эффективность и стабильность процессов воздействия на поверхность [1].

Использование аргона в качестве носителя заряда при травлении источником ионов обусловлено следующими факторами:

- химическая инертность;
- сравнительно высокая атомная масса (39.95 г/моль);
- низкая стоимость и доступность;
- широко применяется в вакуумном производстве покрытий в качестве газа для стабилизации давления.

К ограничивающим использование аргона факторам можно отнести постепенное (в большинстве случаев малозаметное) распыление "тела" ионного источника – повышенный износ, и соответствующее загрязнение поверхности изделия распыляемыми частицами, что может ухудшить его оптические характеристики.



Рис. 1. Схема травления покрытия с применением аргона

Большая атомная масса обеспечивает высокую скорость травления, "выбивая" молекулы материала с поверхности покрытия (рис. 1). Эффективность процесса может быть выше с применением более тяжелого инертного газа (например, ксенона: M(Xe) = 131,3 г/моль), однако ввиду высокой стоимости использование в производстве таких относительно дорогостоящих газов, как криптон или ксенон, менее выгодно с экономической точки зрения.

Данный процесс не обладает селективностью в отношении материала покрытия – коэффициент распыления зависит от массы ионов, энергии связи и угла падения пучка, и не отличается в отношении различных материалов более, чем в 2 раза.

3. Применение кислорода для снижения сопротивления оксидированием поверхности

Покрытия на основе ITO эффективно используются в оптической промышленности и обладают свойствами менять физические свойства (в т. ч. резистивные параметры) в зависимости от стехиометрического соотношения, применяемого в процессе формирования покрытия. Различные условия роста пленки позволяют оксидировать состав сплава индия-олова с градацией от электропроводного вплоть до состояния полного диэлектрика, оперируя отношением исходного вещества к реагенту. В том числе, возможно изменение свойств полученного ранее покрытия. Описываемый далее процесс базируется на доокислении уже сформированного слоя ITO.

В отличие от аргона, кислород, являясь реактивным газом, способен в процессе бомбардировки поверхности доокислить поверхностный слой токопроводящего материала ITO, сформи-

ровав на поверхности имеющегося покрытия полностью диэлектрический слой. Тем самым снижается толщина функционального слоя и, соответственно, повышается его сопротивление – уменьшается площадь поперечного сечения проводника (рис. 2). В результате можно получить фактически двухслойную по резистивным характеристикам конструкцию. При этом, ввиду низкой атомной массы O_2 (M (O) = 15.99 г/моль, M (O_2) = 31,99 г/моль), процесс стравливания молекул с поверхности вещества менее эффективен в сравнении с процессом, в котором применяется аргон (при тех же параметрах работы ионного источника). Общепринято относить к распылению процессы, в которых энергия ионов ≥ 100 эВ, ввиду чего травление менее интенсивно, но всё равно эффективно [2]. Оптические характеристики покрытия в ходе процесса изменятся также соответственно разнице в показателях преломления исходного вещества и оксидированной в процессе пленки на поверхности базового материала.



Рис. 2. Схема бомбардировки покрытия кислородом

В отличие от процесса с использованием аргона, свойства среды и параметры работы источника также будут отличаться – для выхода на режим работы потребуется больший объем активного газа, понизится ускоряющее напряжение, что также немного снизит эффективность травления, что позволит поставить практически "чистый" эксперимент по оксидированию поверхности ионизированным кислородом.

4. Экспериментальная часть

Эксперименты проводятся на высоковакуумной напылительной установке барабанного типа для нанесения покрытий на изделия авиационного остекления, оснащенной криогенной вакуумной системой откачки высокой производительности. Изделие проходит источник ионов в качающемся режиме, длина рабочей зоны источника – 2200 мм. Изделие с криволинейной поверхностью, площадь сечения проводника – переменная. Задача – подтверждение теоретических данных и определение динамики роста *линейного сопротивления, как основополагающей резистивной характеристики*, при бомбардировке кислородом и аргоном. Расстояние между источником и изделием 230 мм. Линейная скорость прохода изделия перед источником – постоянная, V = 0.28 м/с. Стабилизация управления по напряжению (U).

Эксперимент 1. Поэтапное окисление поверхностного слоя покрытия ITO источником ионов с применением О₂. Цель – определения динамики повышения линейного сопротивления.

Вывод: по результатам эксперимента 1 (табл. 1) легко видеть динамику изменения линейного сопротивления – наиболее глубокое оксидирование поверхности происходит в течение 2–3 первоначальных проходов (+0.4 Ом на 2 прохода по результатам первого этапа), далее в ходе процесса наступает стабилизация резистивных характеристик. Это подтверждает третий этап хода эксперимента, при котором на 100 проходов сопротивление выросло всего лишь на 0.1 Ом. Контроль удельного сопротивления также показал динамику роста. Учитывая вышеизложенное, можно сделать вывод о быстрой модификации кислородом поверхностного слоя на определенную толщину и последующее низкоэффективное травление.

№ этапа эксперимента, комментарий	Удельное со- противление р (Ом х □)	Линейное со- противление R (Ом)	Количество проходов (N)	Параметры процесса (пи- тание источника ионов, объем подачи газа, давление в камере)
Исходные параметры изделия	8.1-8.2	22.0	-	-
 пробный процесс, два прохода 	-	22.4	2	U = 2100 V. P = 0.81 kW.
 увеличиваем количе- ство проходов до 8-ми, не меняя параметры процесса 	-	22.7	8	I = 0.38 A, V(O ₂) = 300 ml/min,
3. увеличиваем число про- ходов до 100, параметры процесса не меняются	8.3-8.4	22.8	100	$P_{\text{process}} = 4.6 \text{ x} 10^{-4} \text{ mbar}$

Табл. 1. Результаты эксперимента 1

Эксперимент 2. Повтор Эксперимента 1 на трех изделиях при тех же параметрах процесса, но при разном количестве проходов. Цель – подтверждение результатов и выявление рамок предельного поверхностного оксидирования пленки.

№ этапа эксперимента, комментарий	Линейное сопротивление R (Ом)	Количество проходов (N)	Параметры процесса (питание ис- точника ионов, объем подачи газа, давление в камере)
Исходные параметры образца-1	21.8	-	-
1. оксидирование с количеством проходов 160	23.1(+1.3)	160	U = 2100V, P = 0.80kW, I = 0.38A, V(O ₂) = 300 ml/min, $P_{\text{process}} = 4.6 \times 10^{-4} \text{ mbar}$
Исходные параметры образца-2	21.2	-	-
2. предельное оксидирование количеством проходов 350	22.6 (+1.4)	350	$U = 2100V, P = 0.7kW, I = 0.33A$ $V(O_2) = 275 \text{ ml/min}$ $P_{\text{process}} = 4.5 \times 10^{-4} \text{ mbar}$
Исходные параметры образца-3	22.6	-	_
 оксидирование количеством проходов 50 	23.1 (+0.5)	50	U = 2100V, P = 0.72kW, I = 0.34A V(O ₂) = 285 ml/min $P_{process} = 4.6 \times 10^{-4}$ mbar

Табл. 2. Результаты эксперимента 2

Вывод: На этапе № 1 данного эксперимента (160 проходов) удалось достичь роста сопротивления на 1.3 Ом. С учетом эксперимента на 350 проходов и схожей динамикой (+1.4 Ом), предположительно, при используемых параметрах результат оксидирования поверхности на этапе № 1 является предельным. Соответственно, результат этапа № 3 (50 проходов) недостаточен для достижения предела.

Эксперимент 3. Попеременная обработка кислородом и аргоном – снятие окисленного слоя ионизацией аргоном и последующее оксидирование. Цель – подтверждение ранее полученных результатов и теоретических данных и последующее определение динамики окисления и травления кислородом и аргоном. Задачи – образовать оксидированный слой на поверхности покрытия, доказать его существование в процессе травления инертным газом, определить динамику.

№ этапа эксперимента, комментарий	Газ	Линейное со- противление R (Ом)	Количество проходов (N)	Параметры процесса (питание источника ионов, объем подачи газа, давление в камере)
Исходные параметры изделия	-	21.6	-	-
 предельное оксидирование с большим количеством проходов 	O ₂	22.9	150	U = 2100 V, P = 0.81 kW, I = 0.38 A, V(O ₂) = 300 ml/min P _{process} = 4.6x10 ⁻⁴ mbar
2. травление оксидированного ITO аргоном, параметры про- цесса меняются для выхода на режим при работе с Ar	Ar	22.9	20	U = 2700 V, P = 1.1 kW, I = 0.4 A, V(Ar) = 160 ml/min P _{process} = 5.0x10 ⁻⁴ mbar
3. увеличиваем число прохо- дов до 80, параметры процесса меняются незначительно	Ar	23.4	80	U = 2800 V, P = 1.2 kW, I = 0.42 A,V(Ar) = 165 ml/min $P_{\text{process}} = 5.1 \times 10^{-4} \text{ mbar}$
4. увеличиваем число прохо- дов до 100, параметры процес- са меняются незначительно	Ar	24.0	100	U = 2700 V, P = 1.1 kW, I = 0.4 A, V(Ar) = 160 ml/min $P_{\text{process}} = 5.0 \times 10^{-4} \text{ mbar}$
5. предельное окисление по- верхности кислородом	O ₂	25.4	70	U = $\overline{2100}$ V, P = 0.84 kW, I = 0.4 A, V(O ₂)= 290 ml/min P _{process} = 4.7×10^{-4} mbar

Табл. 3. Результаты эксперимента 3

Вывод: Первым и пятым этапом данного эксперимента (табл. 3) подтверждается предельное оксидирование поверхности с последующим медленным травлением из результатов предыдущих Экспериментов 1 и 2.

Второй этап эксперимента, при котором в течение 20 проходов линейное сопротивление не меняется, доказывает наличие оксидированного слоя и стравливание его аргоном без изменения резистивных параметров.

Это же подтверждается последующим этапом № 3 данного эксперимента, по результатам которого можно наблюдать начало изменения линейного сопротивления – очевидно, эффективное стравливание аргоном оксидированного слоя прошло успешно.

Этап 4 данного эксперимента показывает фактически линейную характеристику уменьшения толщины пленки при травлении аргоном. Пленка, как указывалось ранее, была предельно оксидирована на этапе 5.

5. Выводы

Эффективность повышения линейного и удельного сопротивления обоими методами доказана экспериментально. Следует отметить, что традиционно применяемый метод травления покрытий на основе ITO аргоном уступает методу оксидирования в скорости процесса. Однако, использование метода наиболее эффективно, когда требуется относительно невысокое изменение сопротивления – процесс происходит быстро, но по достижении определенного предела переходит на слаботекущую стадию низкоскоростного травления. Травление кислородом также возможно, но требует повышения ускоряющего напряжения. Процесс уменьшения толщины функционального слоя пучком заряженных частиц аргона также доказал свою эффективность и стабильность.

- [1] Котов Д А, Родионов Ю А 2020 Технологические процессы осаждения и травления в технологии изготовления ИМС и МЭМС (Минск, БГУИР) 45–53
- [2] Musil Chen J 1999 Surface and Coatings Technology 112 162–9

Ионно-плазменное напыление тонких пленок на малогабаритные детали для создания вакуумно-плотных и механически прочных узлов электровакуумных приборов

Е. В. Горшкова, Н. И. Бабкова, А. С. Тюрина, Д. А. Бессонов, А. С. Емельянов, Д. Н. Золотых, В. И. Шестеркин

АО «НПП «Алмаз», зд. 1А стр. 1, ул. им. Панфилова И. В., Саратов, Россия

E-mail: gorshkova@almaz-rpe.ru

Аннотация. Представлены результаты по нанесению тонких металлических пленок ионно-плазменным методом в вакууме на детали из пиролитического нитрида бора для создания вакуумно-плотных выводов СВЧ энергии мощных импульсных ЛБВ, на детали из анизотропного пиролитического графита для создания неразъемных соединений с керамикой ВК94-2 и молибденом для коллекторных узлов и катодно-сеточных узлов для космических ЛБВ, а также на сплав МД15НП для создания вакуумно-плотных окон выводов СВЧ энергии для ЛБВ W-диапазона. Представлены результаты на термические и механические испытания в полном соответствии с ОСТ 11 332.702–83, на термоциклирование и усилие на разрыв. Результаты испытаний на стойкость к воздействию СВЧ-мощности баночных выводов энергии с пиролитическим нитридом бора с применением лазерной абляции и ионно-плазменной металлизацией позволили применить данную технологию в составе ЛБВ серийного производства.

Ключевые слова: ионно-плазменное напыление; пиролитический нитрид бора; анизотропный пиролитический графит; искусственная слюда; вывод СВЧ-энергии

1. Введение

Вакуумно-плотные соединения диэлектрических материалов с металлами необходимы при изготовлении теплонагруженных узлов электровакуумных приборов (ЛБВ, клистроны): «окна» выводов СВЧ энергии, секции коллекторов электронов и катодно-сеточных узлов. В зависимости от функционального назначения используются: керамика на основе оксида алюминия Al₂O₃ или оксида бериллия BeO, пиролитический нитрид бора (ПНБ), кварцевое стекло, слюда в качестве материалов окон выводов СВЧ энергии или анизотропный пиролитический графит (АПГ) в качестве материала ступеней коллекторов электронов и сеточных структур в катодно-сеточных узлах.

Данные соединения осуществляют методом пайки с использованием высокотемпературных припоев. Для обеспечения соединения на спаиваемые детали наносится металлизация разными способами: нанесение металлизационного слоя на поверхность керамики с последующим процессом вжигания; нанесение «сырой» металлизации без вжигания; ионно-плазменная металлизация керамики в вакууме. Технология напыления тонких металлических пленок в вакууме, позволяет формировать тонкие равномерные слои на подложках из различных материалов различной конфигурации.

Имеющееся оборудование, а именно «Элато-600», «НИКА 2012-500-148», УРМЗ.279.048, позволяет напылять пленки разными методами и различной толщины:

- 1) Ионно-плазменное напыление: пленки толщиной 1-40 мкм;
- 2) Резистивное напыление: пленки толщиной 3-5 мкм;
- 3) Электронно-лучевое напыление: пленки толщиной 0,1–3 мкм.

Толщина покрытия зависит от способа напыления, напыляемого материала и технических требований к покрытию в конкретных узлах.

Используя различные технологии металлизации в вакууме и возможности указанного оборудования, нами были исследованы процессы напыления пленок на ПНБ для пайки с медной оболочкой для вакуумно-плотных «окон» выводов СВЧ энергии мощных ЭВП, на детали из углеродного материала АПГ для пайки с керамикой ВК94-2 и металлами для секций коллекторов электронов и катодно-сеточных узлов, на сплав МД15НП для пайки со слюдой для «окон» ввода-вывода энергии ЛБВ W-диапазона.

2. Технология напыления металлизации в вакууме на детали из ПНБ для мощных ЭВП СВЧ

Повышенные требования к вакуумной плотности и механической прочности предъявляются к выводам СВЧ энергии, в конструкции которых спаиваемые детали имеют различные коэффициенты термического расширения, а сам узел работает в режиме периодических и циклических тепловых нагрузок. Выбор того или иного диэлектрического материала для окна вывода энергии определяется также их диэлектрической проницаемостью, тангенсом угла диэлектрических потерь и стойкостью к воздействию СВЧ-мощности. В наибольшей степени данным требованиям удовлетворяет пиролитический нитрид бора.

Для получения вакуумно-плотного соединения ПНБ с металлами применяют «сырую» металлизацию или нанесение тонкой пленки активного металла в вакууме. Однако, вследствие недостаточной адгезии металлизации с ПНБ потребовалось увеличение шероховатости поверхности подложки. С этой целью разработана технология текстурирования спаиваемой поверхности методом лазерной абляции [1]–[3]. Ионно-плазменный метод нанесения металлизационного покрытия в вакууме обеспечивает все необходимые требования, указанные выше. На рис. 1 представлены детали в форме диска и параллелепипеда с закругленными краями с нанесенным металлизационным покрытием из титана с необходимой для пайки адгезией.

Высокая адгезия ионно-плазменного напыления с применением лазерной абляции позволила разработать вакуумно-плотные металлокерамические узлы с толщиной деталей из ПНБ менее 1 мм. Надежность соединений была подтверждена проведенными термоциклическими испытаниями при температуре от 40°C до 700°C и от 700°C до 40°C; 30 термоударов со скоростью не менее 80°C/мин в среде азота, а также в полном объеме испытаний в соответствии с ОСТ 11 332.702–83 [4]. Стойкость к воздействию импульсной СВЧ-мощности в составе ЛБВ подтверждена на выводах энергии с применением ПНБ, изготовленных по данной технологии, в серийных изделиях.



Рис. 1. Детали из ПНБ с металлизацией титаном ионноплазменным методом

3. Технология формирования неразъемных соединений тонкостенного анизотропного пиролитического графита с молибденовой пластиной и керамикой ВК94-2

Уменьшение массы и повышение КПД космических ЛБВ может быть достигнуто за счет использования материалов ступеней коллектора электронов с малым удельным весом и низким значением коэффициента вторичной электронной эмиссии. Одним из таких материалов является анизотропный пиролитический графит. Это химически чистый углеродный материал с содержанием примесей менее 0,1 %. Прочность АПГ возрастает с увеличением температуры. При температуре 2500°С АПГ превосходит по прочности все известные материалы. Формирование деталей из АПГ осуществляют методом пиролитического осаждения углерода заданной толщины из углеродосодержащих газов (метан, гептан) на разогретые до температуры 1800–2500°С матрицы произвольной формы и размеров. Готовые графитовые детали не требуют дополнительной механической доработки [5]. Химическая инертность АПГ затрудняет металлизацию спаиваемой поверхности и требует текстурирования поверхности для увеличения её шероховатости [6]–[8]. Разработана технология текстурирования поверхности АПГ под спай методом лазерной абляции, заключающаяся в формировании следующих друг за другом канавок глубиной, равной половине толщины материала с шагом 0,25–0,5 мм на поверхности осаждения слоев графита (рис. 2).



Рис. 2. Фото текстурированной пластины АПГ методом лазерной абляции

Технология пайки текстурированной пластины АПГ с ионно-плазменным напылением молибдена с керамикой ВК94-2 и молибденовой пластиной отрабатывалась с применением припоев ПЗлМ37,5В и МВ в среде водорода. Качество спаев АПГ с молибденовой пластиной и керамикой ВК94-2 исследовалась на разрывной машине «Импульс» и испытаниями на термоциклирование аналогично ПНБ.

Паяные швы графит-молибден и графит-керамика выдержали термические и механические нагрузки. При испытании на разрыв образцы графит-молибден разрушились по графиту, при этом спай не нарушился. Испытание термоциклирования показало стойкость к температурным воздействиям – все паяные швы без разрушений. Работы по изготовлению узлов с графитом АПГ продолжаются. В дальнейшем планируется применение материала с толщиной стенки менее 0,3 мм.



Рис. 3. Паяный вывод энергии со слюдяным диском диаметром 3 мм и толщиной 0,03 мм

4. Разработка технологии пайки слюдяных пластин для окон ввода-вывода энергии ЛБВ W-диапазона

При вводе и выводе СВЧ энергии традиционно используют керамические диэлектрические материалы. Однако в области субтерагерцового и терагерцового частотных диапазонов сложно изготовить детали из данных материалов вследствие их очень малых габаритов и жестких значений допусков [9]. В качестве диэлектрика в волноводе баночного типа нами использовался слюдяной диск из искусственной слюды фторфлогопит диаметром 3 мм и толщиной 0,03 мм. В данном случае металлизационный слой (титан) наносилась не на диск, а на ответную деталь, изготовленную из сплава МД15НП. Также были изготовлены титановые кольца, прижимающие слюду с торцов и предотвращающие ее расслоение по периметру, образовывая спай со слюдой по торцу.

На рис. 3 представлено фото экспериментального макета окна вывода ВЧ-энергии со слюдой, спаянной с деталью из сплава МД15НП с титановым покрытием припоем ПСР72В в вакууме. Макет выдержал испытания термоциклирования аналогичного с ПНБ и АПГ при температуре до 500°С и испытания в соответствии ОСТ 11 332.702–83 и сохранил вакуумную плотность.

Работы по технологии пайки искусственной слюды с металлами продолжаются: отрабатываются технологические режимы, конструкции использования различных толщин материалов и покрытий, а также применение различных припоев для пайки.

5. Заключение

Разработаны технологии металлизации малогабаритных тонкостенных деталей методом ионноплазменного напыления в вакууме. Получены вакуумно-плотные и механически прочные малогабаритные тонкостенные теплонагруженные узлы ЭВП СВЧ: окна вывода СВЧ энергии из ПНБ толщиной менее 1 мм; соединения керамики ВК94-2 и молибденовой пластины с АПГ толщиной 0,3 мм и окна вывода ВЧ-энергии с искусственной слюдой фторфлогопит толщиной 0,03 мм.

Качество металлокерамических соединений с деталями из ПНБ с ионно-плазменным титановым покрытием и текстурированных лазерной абляцией подтверждено сохранением вакуумной плотности узлов после проведенных термоциклических испытаний при температуре до 700°С в среде азота, после испытаний для металлокерамических узлов в соответствии с ОСТ 11 332.702–83. Испытания на стойкость к воздействию импульсной СВЧ-мощности в составе ЛБВ проведено на серийных изделиях.

Качество экспериментальных образцов графит-молибден и графит-керамика с применением текстурированного графита марки АПГ с покрытием молибдена проверялось испытаниями на термоциклирование при температуре до 700°С в среде азота и испытаниями на разрыв на разрывной установке «Импульс». Отсутствие разрушения спая металл-графит и металл-керамика при воздействии высокой температуры и разрушение образца графит-молибден по графиту подтверждает механическую и термическую стойкость полученных соединений.

Сохранение вакуумной плотности конструкции с применением искусственной слюды фторфлогопит с деталями из сплава МД15НП с ионно-плазменным покрытием титана и титановыми кольцами подтверждается проведенными термоциклическими испытаниями при температуре до 500°С в среде азота и испытаниями для металлокерамических узлов в полном соответствии с ОСТ 11 332.702–83.

- [1] Горшкова Е В, Бессонов Д А, Шестеркин В И 2023 Способ пайки пиролитического нитрида бора с металлами (Заявка 2023118553, зарегистрирована 25.07.2023)
- [2] Конюшин А В, Соколова Т Н 2013 РИТМ: Ремонт. Инновации. Технологии. Модернизация 4 100–2
- [3] Соколова Т Н, Конюшин А В, Сурменко Е Л и др. 2011 Вакуумная техника и технология 21 4 239–42
- [4] ОСТ 11 332.702–83 Сборочные единицы металлокерамические для электровакуумных приборов СВЧ. Общие технические условия (Москва, Изд-во стандартов) 21
- [5] Фиалков А С 1979 Углеграфитовые материалы (Москва, Энергия) 319
- [6] Патент ФРГ 1228892 (опубликован 17.11.1966)
- [7] Патент RU 2646300 (опубликован 02.03.2018)
- [8] Патент SU 899288 (опубликован 23.01.1982)
- [9] Золотых Д Н, Аржанухина Д С, Навроцкий И А и др. 2021 *СВЧ-техника и телекоммуни*кационные технологии 3 43–4

Структурные и деформационные свойства нано-SiC на Si(001) синтезированного методом замещения атомов

А. С. Гращенко, С. А. Кукушкин

Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: asgrashchenko@bk.ru

Аннотация. В данном исследовании были изучены структурные характеристики пленки SiC нанометровой толщины, образованной на кристалле Si с ориентацией (001) в результате отжига Si в атмосфере CO. Для анализа поверхности слоя нано-SiC была использована оптическая профилометрия. Толщина пленки нано-SiC была определена путем сопоставления данных спектральной эллипсометрии с оптической моделью. Деформационные свойства гибридного кристалла нано-SiC/Si и исходной подложки Si были сравнены с применением метода наноиндентирования.

Ключевые слова: карбид кремния; наноиндентирование; твердость; модуль упругости

Введение

В работе [1] был разработан метод синтеза нанометрового слоя карбида кремния (SiC) на профилированную поверхность кремния (Si) с минимальными изменениями геометрии профиля. Исследование показало, что процесс конверсии поверхностного слоя Si в SiC с сохранением первоначальной структуры поверхности происходит в узком диапазоне температур от 1000 °C до 1100 °C. При более низких температурах не образуется сплошной слой SiC, а при более высоких температурах исходная структура поверхности значительно изменяется.

В данной работе предлагается применить разработанный метод для синтеза нового типа гибридных подложек Si с нанометровым слоем SiC на поверхности (нано-SiC/Si). Структуры нано-SiC/Si будут сохранять структуру поверхности полированного кремния, что критически важно для микроэлектронных приложений. Слой нано-SiC будет служить защитой для подложки Si от агрессивных условий, таких как образование оксида галлия, и предотвратит попадание атомов Si в реактор. В данном исследовании предлагается синтезировать нано-SiC на полированной пластине Si с ориентацией (001) и изучить структурные и деформационные характеристики этой гибридной структуры.

Методика эксперимента

Синтез слоя нано-SiC проводили методом замещения атомов [2] на кристаллической пластине Si p-типа проводимости, легированной бором с ориентацией (001), отклоненной на 4° к направлению (111). Рост нано-SiC происходил в атмосфере монооксида углерода (CO) с расходом газа 12 мл/мин. Синтез SiC на Si осуществляли в течение 10 минут при температуре 1070 °C. Давление внутри реактора в процессе роста было постоянным и составляло 70 Па.

Шероховатость поверхности гибридной подложки нано-SiC/Si(001) определяли с помощью метода оптической профилометрии. Толщину слоя нано-SiC определяли из параметров оптической модели, которая использовалась для описания данных спектральной эллипсометрии. Шероховатость поверхности нано-SiC/Si(001) и толщину SiC определяли в 10 точках по всей площади пластины диаметром 1.5 дюйма. Для определения деформационных и механических характеристик нано-SiC/Si(001) и исходной пластины Si(001) был использован метод наноиндентирования. Эксперименты наноиндентирования проводились в различных локациях образца. В каждой локации были проведены одинаковые экспериментальные серии из 10 испытаний для каждого типа нагрузки. В первой серии экспериментов наноиндентирование проводилось при

максимальной нагрузке 10 мН, с выдержкой при максимальной нагрузке в 10 сек и скоростью нагрузки и разгрузки 3 мН/сек. Во второй серии экспериментов проводилось циклическое вдавливание с 4 циклами при максимальной нагрузке 25–100 мН, выдержкой при максимальной нагрузке в 20 сек и скоростью нагрузки и разгрузки 5 мН/сек. Также было проведено наноиндентирование в циклическом режиме с 4 циклами при максимальной нагрузке 100–500 мН, выдержкой при максимальной нагрузке в 60 сек и скоростью нагрузки и разгрузки и разгрузки и разгрузки 10 мН/сек. Эксперименты наноиндентирования были проведены при температуре 22 °C с использованием сферического алмазного наконечника с радиусом закругления 5 мкм.

Экспериментальные результаты и их обсуждения

Исследование структуры поверхности гибридной пластины нано-SiC/Si(001) методом оптической профилометрии показало, что среднеквадратичная шероховатость (RMS) поверхности составляет 0.34 ± 0.07 нм, а разность между наибольшим и наименьшим значениями высоты поверхности (PV) равна 2.7 ± 0.3 нм. Анализ данных спектральной эллипсометрии показывает, что толщина слоя SiC составляет 2.5 ± 0.2 нм. Результаты наноиндентирования гибридной подложки нано-SiC/Si и исходной пластины Si значительно различаются (рис. 1).



Рис. 1. Типичные кривые зависимости (а) – нагрузки от смещения и (b) – зависимости смещения ползучести от времени

В процессе начального этапа вдавливания наблюдается схожесть кривых наноиндентирования, однако параметр модуль упругости исходного кристалла Si(001) превышает модуль упругости нано-SiC на Si(001) на 10 %. При глубине вдавливания более 50 нм деформация в нано-SiC/Si(001) замедляется по сравнению с Si(001). При максимальных силах вдавливания от 10 до 100 мН параметры твердости и модуля упругости нано-SiC/Si(001) в среднем на 60 % и 100 % превышают соответствующие значения для исходного кристалла Si(001). Анализ экспериментальных данных циклического наноиндентирования при максимальных нагрузках циклов 100–500 мН показал, что различие в параметрах твердости между нано-SiC/Si(001) и исходного кристалла Si(001) достигает 100 % при максимальной нагрузке 200 мН, но уменьшается при дальнейшем увеличении нагрузки, составляя в среднем 40 % при максимальной нагрузке 500 мН. Это связано с появлением крупных скачков деформации в гибридном кристалле нано-SiC/Si(001) ври вдавливании с нагрузкой больше 200 мН. Модуль упругости нанокристаллического SiC/Si(001) при максимальных нагрузках 100–500 мН превышает модуль упругости Si(001) на 100–120 %. Кроме того, наноиндентирование показало, что смещение при ползучести для структуры нанокристаллического SiC/Si(001) в пять раз меньше, чем для Si(001) (рис.1 (b)).

Заключение

В данном исследовании были изучены структурные особенности нового типа гибридных подложек нано-SiC/Si(001), полученных с использованием метода замещения атомов. Впервые были проведены эксперименты по наноиндентированию монокристаллических кремниевых пла-

стин с низкодефектным нанометровым слоем SiC на поверхности. По анализу данных наноиндентирования определены механические и деформационные свойства гибридных кристаллических подложек нано-SiC/Si.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке мминистерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ФГПУ ИПМаш РАН по контракту № FFNF-2021-0001. Исследования проводились с использованием оборудования УНУ "Физика, химия и механика кристаллов тонких пленок" ИПМаш РАН, Санкт-Петербург.

- [1] Grashchenko A S, Kukushkin S A, Osipov A V 2020 Technical Physics Letters 46 1012–5
- [2] Kukushkin S A, Osipov A V 2022 Russian Journal of General Chemistry 92 584–610

Получение гибридных интегральных схем на поверхности керамики и алмаза методами толстоплёночной технологии и вакуумного напыления

В. М. Гурин, В. Г. Косушкин, С. А. Адарчин, М. С. Васютин

ООО «Фокон», Калуга, Россия

E-mail: info@fokon.net

Аннотация. Целью работы был сравнительный анализ свойств элементов гибридных интегральных схем, сформированных на подложках из алюмооксидной керамики по толстоплёночной технологии и методом вакуумного напыления на поверхности подложек из искусственного алмаза. Экспериментально были получены проводящие и резистивные слои, которые обычно используют в качестве пассивных элементов гибридных интегральных схем с использованием как метода матричной печати по толстоплёночной технологии и вакуумных технологий, включающих предварительную подготовку поверхностей подложек плазменным травлением и отжигом в вакууме, так и формирование элементов схем магнетронным распылением металлических мишеней.

Ключевые слова: гибридные интегральные схемы; толстопленочная технология; синтетический алмаз; вакуумное вжигание

В современном мире электроника играет ключевую роль во многих сферах жизни. Однако традиционные материалы свои ограничения и недостатки. В связи с этим учёные активно исследуют альтернативные материалы, способные улучшить характеристики электронных устройств. Одним из таких материалов является алмаз. Алмаз обладает уникальными физическими свойствами, такими как высокая скорость дрейфа носителей тока и напряжённость электрического пробоя, а также широкая запрещённая зона (5,4 эВ) и рекордная теплопроводность. Эти свойства делают его привлекательным для использования в различных областях электроники. В последние десятилетия учёные активно изучают возможности применения алмаза в электронике, и результаты этих исследований открывают новые перспективы для развития этой отрасли [1, 2].

Целью настоящей работы был сравнительны анализ получения элементов гибридных интегральных схем методом толстоплёночной технологии и вакуумного напыления.

В современной микроэлектронике наиболее часто используют осаждение алюминия для формирования межсоединений в интегральных схемах, получаемых в условиях планарной технологии.

Плазмохимическая обработка алмазных подложек проводилась следующим образом. Подложки были размещены в вакуумной камере и откачаны до давления 10^{-4} Topp. Во время непрерывной откачки, в камеру напускали кислород с расходом 20 см³/мин в течение 20 мин. Затем был включён высокочастотный разряд при давлении 100 мТорр и мощности накачки 15 Вт. После этого давление было снижено до 50 мТорр, и проводилась плазмохимическая очистка в течение 5 мин.

При создании приборов или интегральных схем на поверхности синтетического алмаза важной задачей является выполнение металлизации поверхности. Некоторые результаты исследований металлов на поверхности искусственных алмазов приведены в табл. 1 [3].

Проведённые эксперименты подтвердили предыдущие результаты о механизме химического травления алмаза в кислородной плазме. Основываясь на этих результатах, наиболее вероятный механизм химического травления алмаза в кислородной плазме предполагает адсорбцию атомов кислорода на поверхностных атомах углерода с последующей химической реакцией, кото-

рая приводит к образованию молекул CO (энергия активации Eact = 0,1–0,44 эВ в зависимости от положения атома углерода) и удалению молекулы CO (Eact = 2,38 эВ). Поскольку плазменная очистка происходит при комнатной температуре, вероятность термодесорбции CO очень мала, что подтверждается крайне низкой скоростью плазмохимического травления алмаза в реакторах даже при высокой степени ионизации плазмы [2, 4]. Тем не менее, плазменное травление алмаза широко применяется при CVD-синтезе, когда алмазные подложки разогреваются до 600–700 °C [4].

	Образец №1						
Формула	Система	Группа	Z	a, Å	c, Å	Объем, $(Å)^3$	
Ni ₄ Ti ₃	Ромбоэдрическая	R-3 (148)	6	11,2350	5,0789	555,20	
Cr ₇ Ni ₃	Тетрагональная	P42/mnm (136)	3	8,7100	4,4900	340,63	
Cr ₂ Ti	Кубическая	Fd-3m (227)	8	6,9430	_	334,69	
Ni ₄ Ti ₃	Ромбоэдрическая	R-3 (148)	6	9,5046	11,6407	910,70	
Cr	Кубическая	Fd-3m (225)	4	3,6000	_	46,66	
С	Гексагональная	P63/mmc (194)	8	2,5221	8,2371	45,38	
		Образец	Nº2				
Cr _{0,875} Ti _{0,125}	Кубическая	Im-3m (229)	_	2,9320	_	25,21	
Cr	Кубическая	Fm-3m (225)	—	3,6000	_	46,66	
Cr ₂ Ni ₃	Кубическая	Fm-3m (225)	_	3,5790	_	45,84	
Cr ₂ Ti	Кубическая	Fd-3m (227)	_	6,9430	_	334,69	
NiTi	Орторомбическая	Pmcm (51)	4,1900	2,8000	4,631	54,33	
С	Гексагональная	P63mc (186)	20,5930	2,5221	—	113,44	

Табл. 1. Свойства металлических плёнок на поверхности подложек из искусственного алмаза

В качестве материала для металлизации применяли алюминий. Методом магнетронного осаждения был нанесён слой толщиной 150–300 нм при давлении 5 мТорр, использовании аргона в качестве рабочего газа (расход 15 см³/мин), использовании алюминиевой мишени с чистотой 99,9999 %, мощности на магнетроне 230 Вт и скорости роста плёнки 4,5 нм/мин.

Особенности рельефа и текстуры алмазных подложек изучили до и после нанесения плёнок с использованием методов оптической профилометрии. Высота образовавшейся ступеньки позволила определить скорость растворения алмаза. Также поверхность была изучена методом сканирующей электронной микроскопии с использованием электронного микроскопа.

Для отработки технологии получения гибридных интегральных схем (ГИС) на поверхности синтетического алмаза были проведены эксперименты, включавшие подготовку подложек и нанесение проводящих и резистивных паст. Исследование полученных структур проводили оптическим методом и измерением удельного сопротивления.

В качестве подложки использовалась пластина поликристаллического алмаза (ТУ 6365-001-18107879-2013, тип А) диаметром 10 мм, толщиной 500 мкм, шероховатость поверхности 20 мкм, теплопроводность составляла 1100 Вт/м·К. В качестве проводящей пасты использовали резистивную пасту номиналом 10 кОм. Эксперименты проводили с использованием трубчатой печи ПТ-1200ВУ

С целью точного контроля температурных режимов было проведено исследование зависимости температуры внутри камеры трубчатой печи от задаваемой на пульте управления температуры. Первый интервал измерения находился в области температур от 25 до 210 °C представлен на рис. 1. Скорость нагрева 5 °/мин.

Измерения проходили при закрытых фланцах. Температура в области образца в данном диапазоне была меньше температуры на нагревателе. При выставленной температуре в 210 °C через 40 мин в области образца регистрировалось только 135 °C. Второй интервал измерений лежал в области температур от 25 до 800 °C. Нагрев от 60 до 800 °C занял 54 мин, средняя скорость нагрева составила 13,7 °/мин, при этом скорость нагрева до 180 °C была значительно ниже и составляла 7 °/мин. Максимальная температура нагрева превысила заданную на 8 % (в данном измерении это составило 64 °C). Данный разброс мог вызвать сгорание резистивной пасты в предыдущих экспериментах.



Рис. 1. Зависимость температуры в зоне образца от температуры, заданной на пульте управления (Печь ПТ-1200ВУ)

С целью отработки режимов термообработки резистивной пасты в трубчатой печи были подготовлены образцы на керамических подложках. Термообработка проводилась в инертной среде при температурах ниже рекомендуемой производителем пасты (855 °C).

Для сопоставления результатов подготовлен ряд образцов на керамических подложках. Изменения температуры в конвейерной печи соответствующие требованиям отжига резистивной пасты представлено в табл. 2.

		*			*			
Зона№:	1	2	3	4	5	6	7	8
T, °C	450	700	830	839	842	850	852	766

Табл. 2. Температурный режим в конвейерной печи по зонам

Перед отжигом все образцы проходили сушку при температуре 180 °С в течение 15 мин.

На рис. 2 представлены микрофотографии образцов керамических пластин с нанесенными проводящими и резистивными слоями после отжига вконвейерной печи.

Полученные в процессе отжига в конвейерной печи структуры имели равномерное распределение проводящего и резистивного слоя с однородной структурой. При нанесении пасты толщина слоя составляла 40 мкм, после отжига при максимуме в 850 °C толщина слоя составляла от 16 до 17,6 мкм. Сопротивление проводящего слоя составило 0,025 Ом/□.

Для сравнения аналогичные структуры ГИС были получены методом магнетронного распыления нихрома на алмазных подложках. Температура начала окисления CVD алмаза на воздухе составляет 506 °C, в связи с этим процесс получения проводящих слоев необходимо проводить в вакууме или инертной среде.

На рис. 3 представлены микрофотографии образцов ГИС на алмазных подложках.

По результатам оптического анализа структуры проводящего слоя образца ГИС, полученного методом магнетронного распыления установлено, что применение данного метода позволяет получать однородные структуры с равномерным распределением слоев и четкой границей. Толщина проводящего слоя после вжигания составила 15,26–16 мкм, сопротивление в интервале от 0,025 до 0,04 Ом/□. Полученные характеристики близки к характеристикам ГИС полученным в конвейерной печи.



Полученные образцы (рис. 4) характеризуются четкой границей проводящего слоя, однако поверхность слоя имеет сферические следы вздутия и отрыва от поверхности подложки.

Рис. 2. Микрофотографии образцов керамических пластин с нанесенными проводящими и резистивными слоями, после отжига в конвейерной печи



Рис. 3. Микрофотографии образцов алмазных пластин с нанесенными проводящими слоями



Рис. 4. Микрофотографии поверхности CVD алмаза с нанесенными проводящими слоями, после отжига в трубчатой печи

Это может быть связано как с различием вкоэффициентах теплового расширения подложки и проводящего слоя, так и наличие загрязняющих веществ в порах на поверхности, которые при высоких температурах перешли в газообразное состояние и изменили структуру слоя. Толщина полученного проводящего слоя составила 16,8 мкм, сопротивление 0,02 Ом/□.

По результатам проведенного анализа установлено, что предварительная термообработка пластины позволяет получать равномерные проводящие слои, с четкой границей. Это возможно благодаря тому, что предварительная термообработка позволила удалить газообразные вещества, адсорбированные подложкой, а также приводит к карбонизации алмаза при температурах обработки проводящего и резистивных слоев.

В результате экспериментальных исследований получения элементов гибридных интегральных схем на подложках из алюмооксидной керамики и синтетического алмаза оценены возможности использования как вакуумных методов, так и методов матричной печати в производства гибридных интегральных схем. Сочетание относительно дешёвых методов получения толстоплёночных структур в сочетании с формированием приборов на основе алмазных подложек позволяет создать эффективную цепочку технологических процессов для производства микроэлектронных структур.

- [1] Doronin M A, Polyakov S N, Kravchuk K S et al. 2018 Diam. Relat. Mat. 87 149–55
- [2] Kiss M, Graziosi T, Quack N 2017 Göteborg of Sweden (Elsevier) O8A
- [3] Berov Z Zh, Manukyants A R, Kasumov Yu N et al. 2018 Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials: Interuniversity collection of proceedings (Tver: TSU) 10 106–14
- [4] Khanaliloo B, Mitchell M, Hryciw A C et al. 2015 Nano Lett. 15 8 5131-6

Изготовление многослойных лазерных мишеней углеродмедь-углерод методом магнетронного распыления

Л. Е. Гусс, В. Н. Горнов, А. В. Савельев, Е. М. Писарев, О. В. Титова

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», 456770, Снежинск, Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. В данной работе проводилась отработка технологии изготовления свободновисящих мишеней для лазерных экспериментов. Мишень состоит из последовательно нанесённых слоёв C-Cu-C, толщинами 50;50;50 нм, соответственно. Формирование тонких плёнок осуществлялось методом магнетронного распыления. Проводились исследования химического состава слоев, топологии поверхности и содержания алмазоподобных связей в слоях углерода.

Ключевые слова: магнетронное распыление; многослойные покрытия; лазерная мишень; свободновисящая пленка

1. Введение

Одним из направлений исследований на мощных лазерных установках является измерение спектральных коэффициентов поглощения плотной плазмы в рентгеновском диапазоне [1,2]. Данные эксперименты заключаются в быстром нагреве тонкого слоя исследуемого вещества, помещенного в обкладки из материала с малым атомным номером. Для достижения целевых параметров плазмы и анализа получаемых результатов при изготовлении мишеней необходимо обеспечить заданную толщину слоев и отсутствие посторонних примесей.

Для экспериментов по измерению пробегов рентгеновского излучения в плазме меди изготовлена партия свободновисящих многослойных мишеней C-Cu-C.

2. Схема экспериментов

Эксперименты по измерению спектральных коэффициентов поглощения на мощных лазерных установках проводятся в двухпучковом режиме. Первый лазерный импульс (ЛИ₁) направляется на исследуемую мишень для создания плазмы с твердотельной плотностью. Второй импульс (ЛИ₂) создает источник рентгеновской подсветки. В измерениях необходимо одновременно регистрировать спектр излучения источника подсветки и излучения, прошедшего через исследуемую плазму. Для этого используют мишени с частично закрытым входным окном [3,4]. Схема экспериментов (а) и конструкция мишеней (б) показана на рис. 1.



Рис. 1. Схема экспериментов (а), конструкция мишени (б)

Исследуемая мишень представляет собой слой меди толщиной 50 нм, помещенный в обкладки из углерода толщиной 50 нм каждая. Для того, чтобы мишень не разрушалась в процессе изготовления и переноса углерод должен содержать алмазоподобные связи.

3. Материалы и методы

Тонкослойные пленки не могут быть сразу изготовлены свободновисящими. Поэтому их напыляют на подложку с растворяемым слоем. В качестве такой подложки использовалась стеклянная пластинка ($\emptyset = 25$ мм, d = 1 мм) со слоем соли толщиной 100 нм. Соль осаждалась на пластинку методом резистивного испарения.

Многослойная мишень C-Cu-C последовательно напылялась на подложку методом магнетронного распыления. Для устранения остаточных газов рабочая камера магнетрона предварительно откачивалась до давления $6,5 \cdot 10^{-5}$ мбар. Устанавливалось рабочее давление $3 \cdot 10^{-3}$ мбар, в качестве рабочего газа использовался аргон.

При напылении слоев углерода подложка помещалась на маску ($\emptyset = 25$ мм) с 8-ю отверстиями диаметром 5 мм. Перед осаждением слоя меди устанавливалась новая маска с 8-ю наполовину закрытыми отверстиями.

Для анализа напыляемого слоя рядом с подложкой располагались тестовые образцы. Для исследования элементного состава в качестве тестовых образцов использовалась фольга толщиной 30 мкм из алюминия (при напылении углерода), либо нержавеющей стали (при напылении меди). При определении толщины напыляемого слоя в качестве тестового образца использовалась стеклянная пластинка с напылённым слоем алюминия толщиной 130 нм, которая закрывалась маской ($\emptyset = 25$ мм) с 8-ю отверстиями диаметром 5 мм.

Таким образом, изготовление мишени представляет собой следующий технологический процесс:

- 1. Нанесение на стеклянную подложку подслоя поваренной соли (NaCl) толщиной ≈ 100 нм (рис. 2a);
- 2. Формирование плёнки алмазоподобного углерода, толщиной 50 нм, через маску с круглыми отверстиями (рис. 26);
- 3. Формирование слоя меди, толщиной 50 нм, через полукруглую маску (рис. 2в)
- 4. Формирование крайнего слоя алмазоподобного углерода, толщиной 50 нм, через маску с круглыми отверстиями (рис. 2г).



Рис. 2. Процесс изготовления мишени

Параметры магнетронного источника и время нанесения для каждого из слоёв представлены в табл. 1.

Материал	I, A	U, B	Т, сек
C	0,51	538	500
Cu	0,43	376	40
С	0,51	538	500

Табл. 1. Параметры магнетронного источника и время нанесения

После напыления всех слоев подложка осторожно погружалась в дистиллированную воду для растворения слоя соли. Пленка C-Cu-C всплывала на поверхность воды, извлекалась при помощи оправки и просушивалась.

4. Результаты и обсуждение

В результате проведенной работы получены свободновисящие плёнки C-Cu-C.

Толщина полученных на тестовом образце слоев измерялась с помощью оптического профилометра. В результате измерений установлено, что толщина каждого слоя углерода составляет 50±10 нм, толщина слоя меди равна 56±7 нм.

Исследование элементного состава слоёв проводилось методом рентгеноспектрального микроанализа. На рис. 3 приведены рентгеновские спектры с поверхности плёнки углерода (а) и меди (б).



Рис. 3. Рентгеновские спектры с поверхности плёнки: а) углерода и б) меди

В химическом элементном составе слоя углерода присутствуют только линии принадлежащие алюминию, кислороду и углероду. Где кислород и алюминий входят в состав алюминиевой фольги. В химический элементный состав слоя меди входит медь с незначительным содержанием примесей никеля, кислорода и углерода.

Для определения количества алмазоподобных связей использовался метод спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) света с применением Рамановского микроскопа. На рис. 4 представлен КР-спектр и аппроксимированный гауссовыми функциями КР-спектр исследуемой углеродной плёнки, по которым определены площади под пиками sp³ алмазоподобных электронных связей (S₁) и sp² графеновых связей (S₂). Содержание алмазоподобных связей, определятие площади S₁ и S₂ [5, 6].



Рис. 4. КР-спектр и аппроксимированный гауссовыми функциями КР-спектр углеродной плёнки

В табл. 2 представлены результаты определения площадей под аппроксимированными пиками гаусовых кривых и содержания алмазоподобных связей в исследуемой углеродной плёнке. За результат принималось среднее значение из трёх параллельных измерений.

	-		1	
№ п/п	<i>S</i> 1 алмазоподобные связи, отн. ед.	<i>S</i> ₂ графеновые связи, отн. ед.	Содержание ал- мазоподобных связей, [S ₁ /(S ₁ +S ₂)]×100, %	Среднее значение содержания алма- зоподобных свя- зей, %
1	127046	108690	54	
2	127534	108962	54	55
3	161846	125783	56	

Табл. 2. Результаты аппроксимации и определения сод	ержания
алмазоподобных связей в покрытиях	

В результате измерений установлено, что содержание алмазоподобных связей в исследуемой углеродной пленке составляет 55 %.

5. Выводы

Отработана технология изготовления свободновисящих мишеней C-Cu-C для лазерных экспериментов. Толщина каждого слоя углерода составляет 50 ± 10 нм, толщина слоя меди равна 56 ± 7 нм. С помощью рентгеноспектрального анализа показано, что в углеродном слое не содержится посторонних примесей, а в медном слое присутствует незначительное количество примесей никеля, кислорода и углерода. Методом спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) света с применением Рамановского микроскопа установлено, что содержание алмазоподобных связей в исследуемой углеродной пленке составляет 55 %.

- [1] Audebert P, Renaudin P, Bastiani-Ceccotti S et al. 2005 Physical Review Letters 94 025004
- [2] Loisel G, Arnault P, Bastiani-Ceccotti S et al. 2009 *High Energy Density Physics* **5** 173
- [3] London R A, Castor J I 2013 High Energy Density Physics 9 725–30
- [4] Davidson S J, Nazir K, Rose S J et al. 2000 Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 65 151–60
- [5] Граселли Дж, Снейвили М и др. 1984 *Применение спектроскопии КР в химии* (М.: Мир) 216
- [6] Углов В В, Кулешов А К и др. 2006 Журнал прикладной спектроскопии 73 3 346

Низкотемпературное химическое осаждение покрытий на основе метастабильных фаз вольфрама из газовых сред при пониженных давлениях

В. В. Душик, А. А. Шапоренков, Е. А. Рубан, С. А. Вашин

Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН, 119071, Ленинский проспект, 31, к. 4, Москва, Россия

E-mail: v.dushik@gmail.com

Аннотация. Синтезированы и исследованы функциональные и защитные слои на основе неравновесных фаз вольфрама в системе вольфрам-углерод методом низкотемпературного химического осаждения из фторидных газовых сред при пониженных давлениях (LPCVD – low pressure chemical vapor deposition). Получены твердые растворы углерода в модификациях вольфрама: αW и βW . Указаны диапазоны условий синтеза различных фаз системы W–C в области малых концентраций углерода. Рассмотрены вопросы термической стабильности полученных покрытий, а также их структуры, механических характеристик и антикоррозионной способности.

Ключевые слова: LPCVD; вольфрам; углерод

Введение

Карбиды вольфрама обладают высокой микротвердостью, температурой плавления [1, 2] и коррозионной стойкостью в растворах кислот [3, 4]. Сочетание этих свойств позволяет применять покрытия на основе карбидов вольфрама в качестве износостойких и антикоррозионных в нефтехимической промышленности, в том числе в деталях насосов, запорной арматуры и узлов бурового оборудования [5, 6]. Среди методов получения покрытий, содержащих карбид вольфрама, можно выделить химическое газофазное осаждение (CVD) [7–9], вакуумное газофазное осаждение (PVD) [10, 11], термическое напыление [12] и электрохимическое осаждение [13]. Преимущество CVD состоит в том, что этот метод позволяет получать покрытия из карбидов вольфрама различной стехиометрии без использования связующих компонентов на деталях сложной геометрической формы толщиной более 5 мкм [6, 8, 9], что существенно расширяет возможности использования этих покрытий в промышленности. Стоит, однако, отметить, что карбиды вольфрама, обладая высокой твердостью, имеют и повышенную хрупкость, что ограничивает их применение в чистом виде. Зачастую в состав покрытия наряду с WC входит легкоплавкий металл-связка (Co, Ni), удерживающая частицы карбида в структуре покрытия и увеличивающая его прочность и трещиностойкость за счет собственной пластичности. Однако это может приводить к неравномерному коррозионному разрушению такого покрытия при его контакте с кислыми средами, что приводит к изменению шероховатости поверхности покрытия и повышенному износу ответной поверхности, в контакте с которой находится узел с карбидовольфрамовым покрытием. Для таких применений целесообразно использовать покрытие с более гомогенной структурой, но которое с другой стороны обладало бы повышенной износостойкостью и антикоррозионной способностью. Это достижимо при получении твердых растворов углерода в вольфраме, существование которых в равновесном состоянии невозможно. Однако метод CVD позволяет получать метастабильные фазы. Целью настоящего исследования было создание твердых покрытий на основе неравновесных фаз вольфрама с высокой износостойкостью и антикоррозионной способностью методом химической кристаллизации из газовой фазы и характеризация особенностей структуры, механических и антикоррозионных свойств полученных покрытий.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Синтез покрытий проводили на CVD установке смеси WF_6 , H_2 и C_3H_8 в реакторе с горячей стенкой при температуре 500 °C в диапазоне давлений от 0,1 до 60 торр. На рис. 1 представлена взаимосвязь условий осаждения – соотношения расходов пропана и водорода, а также общего давления – с фазовым составом осаждаемого слоя.



Рис. 1. Условия формирования различных фазовых состояний в системе W–C при различных составах газовой смеси и давлениях

Были выявлены условия, при которых формируются твердые растворы углерода в αW и βW, а также их композиции. Определяющими факторами явились общее давление в реакторе и соотношение расходов пропана к водороду – при повышенных давлениях вероятность формирования бетта-вольфрама выше. Фазовый состав определяли на порошковом дифрактометре HZG-4 (ГДР) с излучением CuKα.

На рис. 2 показана зависимость микротвердости слоев α W и β W, определенной на микротвердомере ПМТ-3M, в зависимости от концентрации углерода в них, которую определяли на анализаторе серы и углерода LECO CS-600.



Рис. 2. Микротвердость слоев с различной концентрацией углерода: $a - \alpha W$; $\delta - \beta W$

Таким образом с ростом содержания углерода в вольфраме повышается его твердость, причем как в α W, так и в β W. Данное повышение твердости связано не с образованием твердых карбидных фаз в матрице вольфрама, а с образованием неравновесного твердого раствора углерода

в вольфраме. Это было показано путем отжига в вакууме полученных покрытий при температурах до 950 °C (рис. 3).



Рис. 3. Фазовый состав покрытия на основе аW в исходном состоянии и после отжига

Так в исходном состоянии покрытие на основе α W имело твердость 1750±50 кгс/мм². После серии последовательных отжигов при 950 °C его твердость снизилась до 1050±50 кгс/мм², при этом концентрация карбидов в вольфраме возрастала. С учетом отсутствия других источников углерода в твердом слое, можно предположить, что углерод входит в состав твердого раствора и определяет его механические свойства, в том числе микротвердость.

Был проведены ускоренные электрохимические и длительные коррозионные испытания покрытий на основе αW и βW в водных растворах 3 % NaCl, 0,1 M NaOH и 1 M NaOH, и определены показатели их коррозии соответственно методами экстраполяции поляризационных кривых (ЭПК) с определением тока коррозии, а также гравиметрическим методом.

Образец	3 % NaCl		0,1 M NaOH		1 M NaOH	
	ЭПК	Грав.	ЭПК	Грав.	ЭПК	Грав.
α W, HV=450 κгс/мм ²	7,5±0,6	7,4±1,2	20,4±2,5	18,5±5,6	22,7±1,3	21,4±3,2
αW(C), HV=1300 кгс/мм ²	8,3±0,4	8,1±2,4	24,7±0,4	19,3±4,9	27,6±5,0	$20,7\pm6,0$
βW(C), HV=2700 кгс/мм ²	5,9±0,3	Отслое- ние	18,8±2,0	Отслое- ние	17,6±1,8	Отслое- ние

Табл. 1. Величина глубинного показателя коррозии покрытий, мкм/год, при экспозиции в различных средах

Согласно табл.1 вольфрамсодержащие покрытия обладают достаточной коррозионной стойкостью в нейтральных и щелочных средах, скорость их коррозии не превышает 30 мкм/год. С другой стороны, покрытия на основе βW непригодны для использования в качестве антикоррозионных из-за высокого уровня внутренних напряжений, реализация которых привела к отслоению во всех средах.

Заключение

- 1. Метод химического осаждения из газовой фазы позволяет синтезировать метастабильные фазы вольфрама – αW(C) и βW(C).
 - 2. Основными условиями перехода от синтеза αW(C) к синтезу βW(C) являются увеличение общего давления и соотношения пропана к водороду.

- 3. Введение углерода в вольфрам посредством химического газофазного синтеза приводит к формированию метастабильного твердого раствора, что позволяет увеличить твердость слоя: до 1500 кгс/мм² у фазы αW и до 2700 кгс/мм² у фазы βW.
- Скорость коррозии материала покрытий в нейтральных и щелочных средах не превышает 30 мкм/год. Покрытия βW(C) отслаиваются после длительной экспозиции ввиду реализации внутренних напряжений, и не могут использоваться в качестве антикоррозионных.

- [1] Oyama S T 1996 *The Chemistry of Transition Metal Carbides and Nitrides* (Dordrecht, USA) 536
- [2] Lassner E, Schubert W D 1999 Tungsten. Properties, chemistry, technology of the element, alloys, and chemical compounds (Springer) 422
- [3] Lakhotkin Y V, Dushik V V, Kuz'min V P et al. 2015 Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces **51** 7 1165–9
- [4] Dushik V V, Lakhotkin Y V, Kuzmin V P et al. 2016 Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces 52 7 1153–6
- [5] Ma D, Harvey T J, Zhuk Yu N et al. 2020 Wear 452–453 203276
- [6] Zhuk Yu N 2012 Sealing Technology 2012 10 8–11
- [7] Mattox D M 1998 Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing (Noyes publications, U.S.A) 945
- [8] Lai K K, Lamb H H 1995 Chem. Mater. 2284–92
- [9] Garg D, Dyer P N, Dimos D et al. 1992 J. Am. Ceram. Soc. 75 1008–11
- [10] Zellner M B, Chen J G 2004 Surface Science 569 1-3 89-98
- [11] Rivera-Tello C D, Broitman E, Flores-Ruiz F J et al. 2016 Tribology International 101 194–203
- [12] Guilemany J M, Dosta S, Nin J et al. 2005 J. Therm. Spray Technol. 14 405–13
- [13] Ren A, Kang M, Fu X 2023 Applied Surface Science 613 155905

Исследование влияния материала подложки и ее температуры нагрева на фотокаталитическую активность тонких пленок диоксида титана

А. Д. Дьячков, Д. Е. Шашин, А. Л. Романов

Поволжский государственный технологический университет «ПГТУ», 424000, Йошкар-Ола, Российская Федерация

E-mail: addyachkov@gmail.com

Аннотация. Статья посвящена исследованию влияния материала подложки и температуры ее нагрева на фотокаталитическую активность диоксида титана. Образцы были получены методом реактивного магнетронного распыления. Рассматривая свойства тонких пленок TiO₂, в работе применялось несколько методов исследований. Эффективность фотокатализа проверялась методом определения фотокаталитических свойств пленок с помощью разложения органических красителей на поверхности пленки в чашке Петри под действием ультрафиолетового излучения. Графические результаты эффективности (кривые пропускания) были получены методом спектрофотометрии с помощью спектрофотометра СФ-2000. Расчет оптических параметров пленки был осуществлен конвертным методом с помощью математического аппарата программ Mathcad 15. В качестве материала подложки были выбраны: стекло, ситалл, кремний и нержавеющая сталь. Были получены графики пропускания для образцов после облучения УФ-излучением. Результаты показали, что наиболее подходящими материалами являются кремний и нержавеющая сталь.

Ключевые слова: тонкая пленка; магнетронное распыление; фотокатализ; диоксид титана

1. Введение

На сегодняшний день экология занимает важное место в жизни человека, ввиду того, что загрязнение воды и воздуха приводит к серьезным экологическим проблемам и проблемам здоровья населения. Учитывая растущее количество и сложность промышленных выбросов, и недостаточную эффективность обычных методов очистки, существует острая необходимость в технологиях для улучшения фильтрации как сточных воды, содержащих различные загрязняющие вещества, так воздуха, имеющего в составе множество опасных для человека летучих соединений [1]. Это же применимо в области медицины для обеззараживания.

В данном случае широкие перспективы имеет фотокатализ. Он основан на генерации высокореактивных радикалов на фотокатализаторе под воздействием подходящего источника света [2]. Разработка фотокатализаторов на основе оксидов металлов, в частности диоксида титана, является актуальной задачей.

Диоксид титана является наиболее используемым фотокатализатором. Его применение достаточно широко. Например, фотокаталитические свойства диоксида титана полезны во многих важных областях, таких как: медицина, экология, пищевая промышленность, строительство и другие. Фотоиндуцированный фотокатализ пленок TiO_2 может стать основой легко очищаемых поверхностей, самоочищающихся окон, антизапотевающих стекол, самостерилизующихся и антибактериальных плиток или фотокаталитических устройств для очистки воздуха и воды. При УФ-облучении TiO_2 может достичь эффективного удаления органических веществ, таких как красители, фенол, нефть и новые загрязнители [3]. Осаждение тонкого слоя фотокатализатора часто осуществляется золь-гель методом или химического осаждения паров, но также может быть осуществлено методом физического осаждения паров, например, магнетронным распылением. Магнетронное распыление – это плазменный процесс тонкослойного осаждения, используемый для получения широкого спектра металлических и керамических покрытий. Он воспроизводим, хорошо масштабируется и обеспечивает превосходный контроль над химическими и морфологическими свойствами осажденных материалов. Магнетронное распыление является промышленно востребованным методом для получения фотокаталитических покрытий, поскольку оно обеспечивает надежный контроль таких параметров, как кристалличность, состав и толщина, применимо для нескольких типов фотокатализаторов и обеспечивает хорошую адгезию.

Основная проблема напыления пленок диоксида титана методом реактивного магнетронного напыления – это получение высокоактивных образцов, позволяющих на должном уровне обеспечивать очистку воды или воздуха, а также способных найти свое применение в качестве фотокаталитических покрытий линз, объективов, чувствительных элементов оптических приборов, в том числе приборов специального назначения.

2. Оборудование и методы исследования

В данном исследовании формирование серий тонких плёнок TiO₂ проводилось на модернизированной под магнетронное распыление вакуумной установке УВН–71ПЗ. Высокий вакуум в камере достигается с помощью последовательно включенных форвакуумного и паромасляного насосов. Схема установки показана на рис. 1.



Источник питания магнетрона.

Рис. 1. Схема установки магнетронного распыления УВН-71ПЗ

Установка предназначена для разработки и экспериментального исследования процессов получения пленок различных материалов в научно-исследовательских и учебных целях. Внутри рабочей камеры располагается магнетрон, карусель для подложек с резистивным нагревателем. Измерение температуры подложки производится хромель-копелевой термопарой. Газовая смесь (Ar + O₂) подается непосредственно в распылительную камеру в зону разряда. Вакуумная установка оборудована системой напуска газа и поддержания давления, система содержит термопарно-ионизационный вакуумметр и цифровой натекатель газа, содержащий два вмонтированных прецизионных датчика расхода газа с цифровыми контроллерами, что расширяет возможности прибора, и позволяет функционировать в режиме напуска заданного расхода газа. Управление приборами в системе производится вручную, либо с персонального компьютера
через информационную сеть RS–485. Система необходима для автоматического прецизионного управления расходом рабочей смеси (рабочего и реактивного газов) в камере, при магнетронном технологическом процессе нанесения металлов и их соединений. Система работает в диапазоне измерения показаний давления без изменения предела измерений от 60 до 10^{-6} Па. Магнетронные блоки питания работают в импульсном режиме и имеют комплексную защиту от короткого замыкания и систему гашения микродуг.

Внешний вид установки (рис. 2, *a*) и внутрикамерной оснастки (рис. 2, *б*) показаны на фото-графиях.



Рис. 2. Внешний вид установки (*a*) и внутрикамерная оснастка (*б*)

Для формирования экспериментальных серий плёнок TiO₂ использовался кислород и аргон чистотой 99,9 %.

После формирования и выгрузки каждый из образцов плёнки был помещен в отдельную чашку Петри с 0,1 %-ым раствором метиленового синего (C16H18ClN3S) и облучены ртутным излучателем ДРБ-8-1 (λ = 205–315 нм) на расстоянии до поверхности равном 5 см. Облучение проводилось в течение часа. Раствор после разложения из каждой чашки был загружен в кюветы для анализа оптических свойств пленок с помощью спектрофотометра СФ–2000 в диапазоне длин волн 190–1100 нм. В качестве источников света служат дейтериевая лампа Нататаtsu L6308 (λ = 190–395 нм) и галогенная лампа Osram 12 В 10 Вт (395–1100 нм), в качестве приемника излучения ПЗС линейка типа TCD 1304AP. Рабочие щели для ультрафиолетового канала – 1,0 нм, для видимого – 1,5 нм.

На рис. 3 представлен внешний вид данного прибора.



Рис. 3. Внешний вид прибора СФ-2000

3. Изменение материала подложки

В ходе экспериментального напыления было получено четыре варианта тонкой плёнки TiO_2 , по технологическому процессу, параметры которого были получены в предыдущих работах [4]. Использовались подложки с размерами $60 \times 48 \times 2$ мм. Общими при напылении образцов являются следующие технологические параметры: 1) время напыления – 5 мин; 2) давление – 1 Па; 3) температура нагрева подложки – 100 °C; 4) ток на мишени – 1 А; 5) состав газовой смеси (Ar/O₂) – 70 %/30 %. Отличался материал подложки: стекло, ситалл, кремний и нержавейка соответственно для 1, 2, 3 и 4 образцов.

После формирования и выгрузки каждый из образцов плёнки был помещен в отдельную чашку Петри с 0,1 %-ым раствором метиленового синего и облучен в течение часа. Раствор после разложения из каждой чашки был загружен в кюветы и исследован с помощью спектрофотометра СФ–2000 в диапазоне длин волн 190–1 100 нм. Спектры пропускания представлены на рис. 4.

На рис. 5 представлен участок графика в диапазоне длин волн от 500 до 750 нм, где наиболее всего просматривается падение пропускания излучения.



Рис. 4. Зависимость процента пропускания от длины волны: T₁ – раствор с образцом пленки, полученной на стекле; T₂ – раствор с образцом пленки, полученной на ситалле; T₃ – раствор с образцом пленки, полученной на кремнии; T₄ – раствор с образцом пленки, полученной на нержавеющей стали



Рис. 5. Участок графика зависимости процента пропускания от длины волны: T1 – раствор с образцом пленки, полученной на стекле; T2 – раствор с образцом пленки, полученной на ситалле; T3 – раствор с образцом пленки, полученной на кремнии; T4 – раствор с образцом пленки, полученной на нержавеющей стали

По представленным выше графикам пропускания видно, что область пропускания полученных пленок варьируется. На графиках наблюдается падение пропускания в районе 570–670 нм, что приблизительно соответствует диапазону длин волн для оранжевого цвета. Коэффициент пропускания для образцов в данном интервале следующий: T1 – 43 %, T2 – 46 %, T3 – 51 % и T4 – 51 %. По этим данным можно сделать вывод, что лучшими материалами в качестве подложки из исследуемых образцов можно назвать кремний и нержавеющую сталь.

4. Изменение температуры нагрева

Так же в ходе работы было исследовано влияние температуры нагрева подложек в ходе технологического процесса на фотокаталитические свойства образцов. В аналогичных условиях была получена серия пленок диоксида титана с варьированием температуры нагрева. То есть технологические параметры были следующие: 1) время напыления – 5 мин; 2) давление – 1 Па; 3) ток на мишени – 1 А; 4) состав газ. смеси (Ar/O₂) – 70 %/30 %; 5) материал подложки – стекло. Отличалась температура нагрева подложки: она составляла 100, 150, 200, 250 °C соответственно для 1, 2, 3 и 4 образцов.

Каждый из образцов данной серии пленок так же после формирования была помещен в отдельную чашку Петри с 0,1 %-ым раствором метиленового синего и облучен ртутным излучателем в течение часа. Раствор каждого образца так же после разложения из каждой чашки был загружен в кюветы и исследован с помощью спектрофотометра СФ–2 000 в диапазоне длин волн 190 – 1 100 нм. Спектры пропускания в диапазоне от 500 до 750 нм представлены на рис. 6.



Рис. 6. Участок графика зависимости процента пропускания от длины волны: T₁ – раствор с образцом пленки, полученной с нагревом подложки до 100 °C; T₂ – раствор с образцом пленки, полученной с нагревом подложки до 150 °C; T₃ – раствор с образцом пленки, полученной с нагревом подложки до 200 °C; T₄ – раствор с образцом пленки, полученной с нагревом подложки до 200 °C; T₄ – раствор с образцом пленки, полученной с нагревом подложки до 200 °C; T₄ – раствор с образцом пленки,

По представленным выше графикам пропускания видно, что область пропускания полученных пленок примерно одинаковая для всех образцов. Коэффициент пропускания для всех образцов в данном интервале равен 45 %. Это может говорить о том, что нагрев подложек в данном интервале температур не влияет или крайне незначительно влияет на фотокаталитические и оптические свойства образцов тонких пленок диоксида титана.

5. Заключение

В данной работе было рассмотрено влияние материала подложки и ее температуры нагрева на фотокаталитические свойства тонких пленок диоксида титана.

Анализ результатов представленных на рис. 4 показал, что наилучшего пропускания можно достичь, проводя процесс напыления образцов на подложки из технического кремния и нержавеющей стали. Это может говорить о том, что структура, а так же поверхность материала прямым

образом влияют на структуру формирующейся пленки, делая ее более кристаллически совершенной. Это положительно сказывается на фотокаталитических свойствах данных катализаторов.

Так же было исследовано влияние температуры нагрева на фотокаталитические и оптические свойства тонких пленок диоксида титана. В ходе работы было выяснено, что она не влияет на свойства катализатора. Это может говорить о том, что в данном диапазоне значений в вопросе фотокаталитических свойств температурой нагрева подложки можно пренебречь. Тем не менее, она влияет на адгезию диоксида титана к поверхности подложки, поэтому все же нельзя исключать данный параметр.

Полученные результаты способны найти применение в дальнейших исследованиях направленных на разработку все более совершенного фотокатализатора на основе тонкой пленки диоксида титана, который сможет найти применение в качестве фотокаталитических покрытий линз, объективов, чувствительных элементов оптических приборов, в том числе приборов специального назначения, а так же найти применение в области очистки воды и воздуха, став основой соответствующих фильтров.

Литература

- [1] Wong M S 2006 Thin Solid Films 494 244–9
- [2] Carp O, Huisman C, Reller A 2004 Prog. in Solid State Chem. 32 33–177
- [3] Ochiai T and Fujishima A 2012 J. Photo-chem. Photobiol. C 13 247–62
- [4] Сушенцов Н И, Шашин Д Е, Михеева Е В и др. 2022 Труды 29-й Всеросс. науч.-техн. конф. с межд. участ. «Вакуумная техника и технологии 2022» (С.-Пб: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») 282–5

Получение градиентных фотонно-кристаллических пленок методом вакуумной фильтрации

Е. Н. Егорова^{1,2}, Е. В. Панфилова²

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия ² Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, Москва, Россия

E-mail: Egorova_EN@nrcki.ru

Аннотация. В работе рассмотрены свойства и области применения градиентных фотонно-кристаллических структур. Выполнен обзор технологических и конструкторских решений процесса получения фотонных кристаллов с непрерывным градиентом структуры. Представлена схема установки вакуумной фильтрации. Показано, что полученная структура имеет изотропные оптические свойства и может применяться в качестве коллоидного стекла.

Ключевые слова: градиентный фотонный кристалл; коллоидное зеркало; фотонная запрещенная зона; вакуумная фильтрация

Фотонно-кристаллические пленки расширяют область применения наноструктурированных элементов в оптоэлектронике, устройствах связи, биологии и медицине. Многообразие получаемых структур решают задачи по фильтрации электромагнитных сигналов, их усилению и повышению точности. В отечественной литературе уникальные оптические свойства в полупроводниках описываются с конца 1980-х годов. С тех пор подробно изучены эффекты, протекающие в наноструктурах различных размерностей, разработаны технологии получения стабильных субмикронных структур. Тем не менее, создание трехмерных фотонно-кристаллических пленок является сложной технологической задачей.

Особенностью трехмерных фотонных кристаллов (ФК) является всенаправленность фотонно-запрещенной зоны (ФЗЗ), что позволяет управлять электромагнитным излучением, падающим на такой элемент, вне зависимости от сторон облучения [1]. Основной характеристикой фотонного кристалла является λ – длина волны, соответствующая периодичности структуры. Интересным вариантом трехмерного фотонного кристалла является градиентный фотонный кристалл (рис. 1).



Рис. 1. СЭМ-снимок скола градиентного фотонного кристалла, состоящего из последовательно уложенных слоев из частиц коллоидного полистирола диаметром 100, 200, 300, 400, 500 нм, полученного в МГТУ им. Н. Э. Баумана

Градиентный фотонный кристалл представляет собой твердотельную упорядоченную структуру, сформированную из частиц с послойным изменением диаметра. Такие структуры обладают особенным оптическим свойством – каждый из слоев, характеризующийся диаметром частиц, обладает своей ФЗЗ, а совокупность слоев из частиц различных диаметров в одном элементе позволяет получить набор дискретных полос отражения видимого света. В работе [2] рассмотрены свойства фотонно-кристаллических элементов, образованных путем манипулирования диаметром сфер полистирола (PS) и послойной укладкой коллоидных монослоев, что приводит к образованию (2+1)D-образной фотонно-кристаллической решетки (рис. 2).



Рис. 2. Эксперимент по формированию трехмерного ФК из монослоев с различными диаметрами частиц PS [2]: а) СЭМ-изображение полученной структуры; б) послойные спектры отражения структуры

Разработанная структура применена в светодиодах на основе GaN в качестве обратного отражателя. Светодиод, содержащий (2+1) D-образную фотонно-кристаллическую решетку, демонстрирует значительное улучшение (на 97,3 %) выходной мощности по сравнению с обычным светодиодом на основе GaN. Градиентное коллоидное стекло может применятся с целью генерации излучения с высокой добротностью, в качестве маркирующих элементов для защиты от подделок, сенсоров и дисплеях [3], [4].

Известно, что кроме фактора диаметра микросфер, на свойства пленки влияет концентрация частиц в суспензии, из которой сформирован ФК. В работе [5] приведен пример, как из семи коллоидных суспензий с частицами диоксида кремния одного диаметра – 125 нм, и концентрациями от 0,1 до 0,3 г/мл образованы ФК с максимумами отражения в ФЗЗ, приходящимися на длины волн от 495 до 645 нм (рис. 3а). В результате получена коллоидно-кристаллическая пленка с непрерывно изменяющимися фотонными запрещенными зонами, соответствующими градиенту давления (рис. 36).

Для получения отчетливых границ в кристалле между слоями из частиц разных диаметров целесообразно применять метод капельного осаждения с использованием вакуумной фильтрации для оперативного отведения жидкой фазы из зоны формирования пленки, осуществляемого сразу после завершения самоорганизации коллоидных частиц в слой. Вакуумная фильтрация представляет собой способ фильтрования жидкости сквозь фильтр, происходящее за счет разницы давлений между приемником фильтрата и колбой, в которой размещен фильтр. В работе [6] рассмотрен способ получения градиентных ФК пленок методом вакуумной фильтрации.

Метод реализуется следующим образом: коллоидная суспензия пофракционно осаждается на гидрофильный политетрафторэтиленовый (PTFE) фильтр с размером пор 200 нм, ниже которого в колбе Бунзена создается перепад давлений. Фильтрат остается в колбе, процесс происходит до тех пор, пока частицы каждой из дисперсий не останутся на фильтре. В результате процесса фильтрации на фильтре образуется градиентная фотонно-кристаллическая пленка, которую переносят на подложку (рис. 4). В работе [6] таким образом был получен образец диа-

метром 35 мм с толщиной 110±5 мкм с постепенно увеличивающимся размером частиц сверху вниз с выраженной иризацией на длинах волн 450–700 нм.



Рис. 3. Эксперимент по формированию ФК из суспензий с различными концентрациями частиц диоксида кремния диаметром 125 нм: а) спектры отражения для суспензий с различными диаметрами сфер; б) опалесценция полученной структуры [5]

Разработка операции вакуумной фильтрации – сложная технологическая задача. Для получения образца с заданными параметрами, такими как количество фотонных запрещенных зон, их положение и интенсивность, необходимо рассчитать общий объем порции суспензии с частицами каждого из диаметров, время накапливания смесей, скорость откачки жидкой фазы. Для ее решения в работе [6] к использованию предлагается установка, конструкция которой после доработки в МГТУ им. Н. Э. Баумана выглядит так, как представлено на рис. 5. Минимальная скорость откачки должна составлять 1,4 л/мин.





Разработанная установка позволяет получать градиентные фотонные кристаллы и отрабатывать режимы их формирования. Варьирование техническими параметрами стенда и материалами, применяемыми в технологии формирования фотонного кристалла, является инструментом для управления параметрами фотонной запрещенной зоны [7].

Заключение

Градиентные фотонные кристаллы – вид коллоидных структур, требующий для своего формирования оперативного отвода жидкой фазы из зоны формирования пленки. Представленная в





Рис. 5. Принципиальная схема установки вакуумной фильтрации: 1 – инфузионный насос;

- 2 шприц; 3 трубка со специальной вставкой; 4 бюретка; 5 химический стакан;
 - 6, 9 соединительный шланг; 7 воронка Бюхнера; 8 колба Бунзена; 10 вакуумный насос; 11 обратный клапан

Литература

- [1] Tang B, Wu C, Lin T et al. 2013 Dyes and Pigments 99 3 1022–8
- [2] Zhang L, Xiong Z, Liang S et al. 2015 Small 11 37 4910–21
- [3] García P D, Sapienza R, Blanco Á et al. C 2007 Advanced Materials 19 18 2597–602
- [4] Demirörs A F, Manne K, Magkiriadou S et al. 2024 Soft Matter 20 7 1620–8
- [5] Ding H, Liu C, Ye B et al. 2016 ACS Applied Materials & Interfaces 8 11 6796–801
- [6] Schöttle M, Lauster T, Roemling L J et al. 2023 Advanced Materials 35 7 2208745
- [7] Панфилова Е В, Медведева О М, Минько К Р 2022 Инженерный журнал: наука и инновации 2 1–11

Вакуумное напыление многослойных тонкопленочных резистивных структур с температурной самокомпенсацией для сверхпрецизионных чип-резисторов

В. Д. Зуев¹, А. А. Рыжов¹, С. А. Гурин¹, А. Э. Шепелева¹, М. Д. Новичков¹, П. А. Гурин²

¹АО «Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов», г. Пенза

² ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», г. Пенза

E-mail: teslananoel@rambler.ru

Аннотация. Представлены основные режимы получения и стабилизации многослойных тонкоплёночных резистивных структур с температурной самокомпенсацией, позволяющей достичь величины ТКС не более $\pm 2 \times 10^{-6}$ и нестабильностью сопротивления не более $\pm (0,01...0,02)$ %.

Ключевые слова: технология тонкоплёночной микроэлектроники; тонкоплёночный резистор; температурный коэффициент сопротивления; нестабильность сопротивления

1. Введение

Повышенный рост требований потребителя к информационно-измерительным и управляющим системам (ИИС), проявляющийся в уменьшении массогабаритных размеров, мощности потребления, повышении точности при ужесточении требований к внешним дестабилизирующим факторам воздействия, например, температуры, модернизации конструктива и технологии в изготовлении тонкопленочных резисторов является актуальным вопросом. Погрешности, возникающие при воздействии температуры, составляют не менее 60 % от всех, что имеют место при эксплуатации [4, 5]. Температура также является причиной деградации в структуре тонких пленок [6]. Технология тонких пленок для изготовления резисторов нашла широкое применение для жестких условий эксплуатации [1], что обусловлено высокой линейностью их выходных характеристик, а также простотой конструкторских решений.

Целью статьи является разработка технологических решений по созданию в вакууме многослойных тонкопленочных прецизионных чип-резисторов с возможностью температурной самокомпенсации сопротивления до величины ТКС не более $\pm 2 \times 10^{-6}$ и допускаемого отклонения и нестабильности сопротивления не более $\pm (0,01...0,02)$ %.

2. Теоретическая часть и технология получения

Прецизионные тонкопленочные резисторы (ТПР) и схемы на их основе предназначены для использования в электронной аппаратуре в качестве образцовых преобразователей тока и напряжения [2].

Экспериментальные исследования существующих резистивных материалов для изготовления ТПР, работоспособных в широком диапазоне температур (-60...150) °С, и анализ литературы показал, что наилучшие результаты по временной и температурной стабильности дают металлосилицидные резистивные материалы и материалы на основе нихрома [7]. Согласно теоретическим исследованиям, электрическая проводимость металлосилицидных ТПР (керметов типа К-20С и К-30С) обусловлена наличием двух составляющих – металлической и полупроводниковой (термоактивационной):

$$\sigma(\mathbf{T}) = \sigma_{\alpha} \exp\left(\frac{T_M}{T}\right) + \sigma_0 (1 + \alpha T)^{-1}, \tag{1}$$

где $T_M = E_M/K$ – характеристическая температура; E_M – максимальное значение энергии активации; K – постоянная Больцмана; σ_{∞} – термоактивационная проводимость; σ_0 – металлическая проводимость; T – температура; α – ТКС металлической фазы.

Анализ приведенного соотношения дает основания полагать, что возможно получение ТКС, близкого к нулю. Однако, учитывая неуправляемость процесса вакуумного напыления и большое количество режимов формирования резистивной пленки, не удается сформировать технологические критерии управляемого синтеза тонких пленок, ТКС которых был бы близким к нулю в рабочем диапазоне температур в результате уравновешивания металлической (положительной) и термоактивационной (отрицательной) составляющих.

На практике для стабильного получения ТКС резисторов на основе K-20C и K-30C и линейной характеристики изменения сопротивления от температуры напыление керметных пленок K-20C и K-30C должно длиться до 5 минут с уровнем вакуума не выше $4 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

В качестве резистивных пленок на основе нихрома зарекомендовал себя сплав X20H75Ю. Формирование высокостабильных тонкопленочных резисторов из этого сплава, легированного алюминием, осуществляется термическим испарением с вольфрамового испарителя [8]. Однако фракционирование X20H75Ю по тугоплавкости его компонентов создает трудности получения таких резисторов. В процессе напыления алюминий из навески испаряется в первую очередь (справедливо для больших токов), осаждаясь на заслонку, или легко растворяется в приповерхностном слое вольфрамового испарителя до полного испарения хрома и никеля. По данным источника [8, 9] представлено распределение элементов по толщине TПР вследствие фракционирования сплава (рис. 1). Анализ проводился методом вторично-ионной времяпролетной масс-спектрометрии.



Рис. 1. Распределение элементов из Х20Н75Ю по толщине резистора

Результаты исследований электрофизических характеристик ТПР из сплава X20H75Ю и керметов K-20C и K-30C, подтверждают возможность комбинирования резистивными пленками из указанных материалов, содержащих слои с противоположными по знаку ТКС, т. к. «свежеосажденные» пленки на основе керметов имеют отрицательный ТКС, а «свежеосажденные» пленки из сплава X20H75Ю с соблюдением подобранных режимов имеют положительный ТКС. Выбирая соотношения толщин слоев с положительным и отрицательным ТКС в двухслойной тонкопленочной структуре, можно добиться ТКС, близкий к нулевому значению.

Резистивным слоем выступает структура из двух слоев, полученная в едином технологическом цикле в вакууме из двух материалов с положительным и отрицательным ТКС, являющихся высокостабильными материалами. При изготовлении таким методом и контролем поверхностного сопротивления по образцу-свидетелю сопротивление такого ТПР определяется по формуле:

$$R = \frac{\rho_{S1} \cdot \rho_{S2}}{\rho_{S1} + \rho_{S2}} \cdot N = \frac{n}{1+n} \cdot \rho_{S1} N, \qquad (2)$$

где ρ_{S1} – поверхностное сопротивление нижнего слоя; ρ_{S2} – поверхностное сопротивление верхнего слоя; N – число квадратов резистивного слоя; $n = \rho_{S2}/\rho_{S1}$ – соотношение поверхностных сопротивлений верхнего и нижнего слоев.

Соотношение поверхностных сопротивлений нижнего (положительного) и верхнего (отрицательного) слоев в зависимости от температуры ($R(T) = R_0 (1 + \alpha_R \Delta T)$) при условии, что такая двухслойная структура (рис. 2) должна иметь ТКС близкий к нулю ($\alpha_R \sim 0$), определяется как:

$$n = \frac{\rho_{S2}}{\rho_{S1}} = \frac{d_1}{d_2} = \left| \frac{-\alpha_2}{\alpha_1} \right| = \frac{\rho_2}{\rho_1} \cdot \frac{d_1}{d_2},$$
(3)

где α_1 – ТКС Х20Н75Ю нижнего слоя двухслойной структуры; α_2 – ТКС К20-С, К-30С, К-50С верхнего слоя двухслойной структуры; d_1 – толщина Х20Н75Ю нижнего слоя двухслойной структуры; d_2 – толщина К20-С, К-30С, К-50С верхнего слоя двухслойной структуры.



Рис. 2. Структура многослойного ТПР

Имея данные о фактических значениях ТКС (α_1 и α_2) резистивных слоев из конкретных резистивных материалов по формуле (3), определяется величина соотношения *n*, при котором ТКС двухслойного ТПР будет иметь значение, близкое к нулевому. Если ТКС обоих слоев равны по модулю и если равны удельные поверхностные сопротивления этой двухслойной структуры, то компенсация ТКС будет успешна. Однако, толщины слоев будут отличаться за счет того, что пленки на основе X20H75Ю и керметов К-20С и К-30С обладают разными электрофизическими характеристиками.

3. Методика эксперимента

На начальном этапе разработки технологии предварительно рассчитали требуемое сопротивление двухслойного ТПР.

Рассмотрим пример расчета параметров получения резистора с сопротивлением 100 Ом и технологию его изготовления. Общее сопротивление двухслойного ТПР из выражения для параллельного соединения резисторов:

$$R = \frac{R_{\text{HUX}} \cdot R_{\text{Bepx}}}{R_{\text{HUX}} + R_{\text{gepx}}} \,. \tag{4}$$

Топология такого ТПР имеет полосковую форму, при этом длина больше ширины и составляет два квадрата с коэффициентом формы $K_{\phi}=1$. Чтобы получить R=100 Ом, сопротивление квадрата должно быть порядка 50 Ом/ \Box . Образец-свидетель для контроля удельного поверхностного сопротивления пленки – диэлектрическая полоска из ситалла с напыленными контактами из алюминия Al. Длина между контактами – 12 квадратов. Тогда для того, чтобы получить заданное сопротивления квадрата, сопротивление образца-свидетеля после напыления верхнего слоя из керметов K-20C, K-30C и K-50C должно быть порядка 600 Ом. Сопротивление нижнего слоя по показаниям образца-свидетеля должно составлять 1200 Ом/ \Box . Полученное сопротивление нижнего ние верхнего слоя можно выразить из формулы (2), получим:

$$50 = 100 \cdot X/100 + X, \tag{5}$$

где 50 – это общее сопротивление 1-го квадрата двухслойной структуры; 100 – это сопротивление 1-го квадрата нижнего слоя на основе сплава никеля Ni и хрома Cr; X – это искомое сопротивление верхнего слоя из керметов К-20С, К-30С и К-50С.

В результате алгебраических преобразований:

$$X(2-1) = 100. (6)$$

Следовательно, сопротивление Х верхнего слоя также будет равняться 100 Ом.

Величины удельного поверхностного сопротивления для обоих слоев определяются условием компенсации ТКС согласно математическому выражению, требуемого «номинала» и исходя из экспериментальных данных.

Были запущены 2 партии по 3 подложки. В качестве диэлектрической пластины использовался ситалл СТ50-1. В целях обеспечения необходимой адгезии перед напылением подложки обезжирили в смеси из хрома и паров изопропилового спирта. Далее осуществлялся отжиг в муфтельной печи на протяжении 3 часов.

Первый (нижний) слой, имеющий после напыления положительный ТКС, формировали посредством метода термовакуумного напыления навесок из X20H80 – сплава никеля Ni и хрома Cr. Разряжение в камере перед напылением составляло порядка $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст., ток на испарителе регулировали в пределах от 300 до 400 A, добиваясь равномерного кипения сплава и отсутствия брызг испаряемого материала. Распыление на заслонку перед ее открытием проводили в течение 65–75 сек. Сопротивление на образце-свидетеле после завершения составило 1,174 кОм.

При этом недостатком пленки из нихрома является ее чувствительность к влаге. Он проявляется в том, что приводит к вытравливанию резистивных дорожек, обусловленному электрохимической коррозией. Ниже представлено растворение резистивного слоя за счет электролитической коррозии в области положительного контакта с образованием электроизолирующих продуктов (рис. 3).



Рис. 3. Последствия влаги и загрязнений на поверхности схемы

Для решения этой проблемы пленки из нихрома пассивируют. Такие защитные покрытия выполняют из стекла (свинцово-боросиликатной стеклянной пленки), SiO, SiO₂, Si₃N₄, полимеров. Именно поэтому TПР из X20H75Ю наносили нижним слоем.

Второй (верхний) слой, имеющий после напыления отрицательный знак ТКС, формировали посредством метода «взрывного» испарения в вакууме с ленточного вольфрамового испарителя керметов К-20С, К-30С и К-50С (резистивный сплав РС-4800 / стекло С44-1 в виде диспергированного порошка). Разряжение в камере перед напылением составляло порядка 5·10⁻⁶ мм рт. ст., ток на испарителе регулировали в пределах от 400 до 550 А. Напыление заканчивали при достижении сопротивления на образце-свидетеле в пределах 0,63–0,67 кОм. Следует отметить, что термостабилизация в вакууме непосредственно после напыления пленок не осуществляется. Это необходимо для невозможности диффузии материалов контактных площадок в «тело» резистора и его «подтрава» на этапе фотолитографии при травлении материала контактных площадок.

Режимы напыления опытных образцов ТПР указаны в табл. 1.

Средние значения ТКС тонкопленочной структуры на основе никеля Ni и хрома Cr, согласно полученным экспериментальным данным лежат в диапазоне от (5...50)·10⁻⁶ 1/°C. Средние зна-

чения ТКС тонкопленочной структуры на основе керметов К-20С, К-30С и К-50С, согласно полученным экспериментальным данным лежат в диапазоне от –(15…80)·10⁻⁶ 1/°С.

	-		
Слой	Ток испарителя	Начальное остаточное	Конечное остаточное
	$I_{\mu c \pi a p}, A$	давление в камере	давление в камере
	p >	<i>Р</i> _{ост нач} , мм рт.ст.	<i>P</i> _{ост кон} , мм рт.ст.
Х20Н75Ю	280-350	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$
K-20C	480-500	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$

Табл.	1.	Режимы	напыления	нижнего	слоя Х2	0Н75Ю	и верхнег	о слоя	К-20С
]	многосло	йного Т	ПР			

Полученные средние значения ТКС говорят о том, что верхний и нижний слой не будут равны друг другу по модулю. Было решено получать пленки с равными удельными поверхностными сопротивлениями в связи с тем, что длительное воздействие высоких температур в ходе стабилизации, подгонки и старения в любом случае приведет к смещению ТКС в положительную сторону и у X20H75Ю, и у керметов К-20С, К-30С и К-50С. Это позволяет получить ТКС двухслойного ТПР до проведения всех операций по подгонке и старению порядка –(30..15)·10⁻⁶ ppm.

Затем получали рисунок тонкоплёночного резистора и формировали схему методами фотолитографии. По окончании формирования схемы выборочно проводили измерение сопротивлений полученных тонкопленочных резисторов, необходимое для определения ТКС на каждой подложке в трех точках по диагонали. Измеряли в двух условиях: при нормальных и при температуре 150 °C. Установка для измерения представлена на рис. 4.



Рис. 4. ДИНАР

3. Испытания полученных образцов

Для исследования температурных характеристик, резистор на основе полученной многослойной тонкопленочной структуры, был разварен тонкой проволокой в чип-корпус и помещен в установку типа «ДИНАР» (рис. 4–5). Результаты приведены в табл. 2.



Рис. 5. Чип-резистор

Табл. 2. Значения сопротивления и ТКС ТПР до операций по стабилизации входных параметров

№ резистора	R при нормаль- ных условиях, Ом	R при 150 °C, Ом	TKC, ppm
R_{1T1}	103,764	103,588	-16,9
R_{3T1}	112,386	112,179	-18,4
R_{1T2}	105,620	105,508	-10,6
R_{2T2}	104,451	104,328	-11,7
R_{3T2}	107, 389	107,199	-17,7
R _{1T3}	100,462	100,272	-18,9
R_{2T3}	103,771	103,489	-27,1
R_{3T3}	105,288	105,074	-10,2
R_{1T4}	110,454	110,273	-16,3
$R_{2\tau4}$	111,049	110,822	-20,4
R_{3T4}	107,433	107,278	-14,4
R ₁₁₅	100,527	100,328	-19,8
R_{2T5}	99,897	99,765	-13,2
R_{3T5}	101,338	101,104	-23,1
R _{1т6}	106,733	106,521	-19,7
R_{2T6}	104,288	104,089	-19,1
R_{3r6}	102,554	102,388	-16,1

Из таблицы видно, что рассчитанные значения сопротивлений и ТКС до высокотемпературных операций термостабилизации, подгонки и старения верны. Предварительные значения ТКС тонкопленочных резисторов лежат в диапазоне –(30..15)·10⁻⁶ ppm

В целях стабилизации выходных параметров полученных ТПР была проведена операция термоциклирования в вакууме до температуры 350...450 °C (2 цикла). Провели термический отжиг в воздухе 220...360 °C в течение 4..12 ч. Далее в целях получения нужных «номиналов» резисторов и возможности последующей лазерной подгонки следовала высокотемпературная подгонка сопротивлений резисторов в воздухе при высоких температурах 380...550 °C (при этом сопротивление ТПР должно быть не хуже –15 % от требуемого в сторону уменьшения). Последней технологической операцией было старение резисторов в течение не менее 24 ч в воздухе при температурах 140...260 °C.

После всех операций по стабилизации параметров провели расчет ТКС ТПР по формуле:

$$\alpha_R = \frac{R_t - R_0}{\Delta T \cdot R_0},\tag{7}$$

где α_R – ТКС; R_t – сопротивление тонкопленочного резистора при 150 °С; R_0 – сопротивление тонкопленочного резистора при 0 °С.

Полученные результаты ТКС ТПР после лазерной секционной подгонки в диапазоне рабочих температур (0...150) °С лежат в пределах $\pm 1 \times 10^{-6}$ 1/°С.

Значения параметров тонкопленочных резисторов после проведенных операций представлены в табл. 3.

Табл. 3. Значения сопротивления и ТКС ТПР после операций по стабилизации выходных параметров

№ резистора	R при нормальных	R при 150 °C, Ом	TKC, ppm
	условиях, Ом		
R_{1T1}	92,789	92,777	-1,3
R_{2T1}	93,077	93,076	-0,1
R_{3T1}	93,489	93,471	-1,9
R_{1T2}	92,457	92,445	-1,3
R_{2T2}	92,963	92,959	-0,35
R_{3T2}	95,367	95,345	-2,3
R_{1T3}	95,359	95,351	-0,84
$R_{2\tau 3}$	95,260	95,250	-1,05
R_{3T3}	95,035	95,022	-1,4
R_{1T4}	98,421	98,418	-0,3
R_{2T4}	98,071	98,059	-1,2
R_{3T4}	97,786	97,772	-1,4
R_{1T5}	93,168	93,164	-0,43
R_{2T5}	93,121	93,107	-1,5
R_{3T5}	93,112	93,111	-0,1
R_{1T6}	90,197	90,189	-0,9
R ₂₁₆	92,627	92,620	-0,8

Так, значения сопротивлений резисторов не превышают 15 % от требуемого (100 Ом), а их ТКС не хуже $\pm 1,5$ ppm.

4. Заключение

Согласно полученным результатам проведенной работы, способ изготовления тонкопленочного резистора, отличающийся тем, что резистивный слой получают в виде двухслойной структуры (X20H75Ю и K-20C) в едином технологическом цикле в вакууме из двух высокостабильных материалов с положительным и отрицательным ТКС, позволяет реализовать возможность самокомпенсации ТКС. Разработана технология, позволяющая исключить диффузию материалов контактных площадок в «тело» тонкопленочного многослойного резистора и последующего его «подтрава» посредством исключения термостабилизации в вакууме на этапе фотолитографии при травлении материала контактных площадок после напыления пленок. После операций термостабилизации, подгонки и «старения» происходит «уход» сопротивлений резисторов в сторону уменьшения для возможности лазерной подгонки и компенсация ТКС, приближающая его к нулю. ТКС полученных образцов ТПР не превышают величины $\pm 1 \times 10^{-6}$. Допускаемое отклонение и нестабильность сопротивления лежат в диапазоне не более $\pm (0,01...0,02)$ %.

Литература

[1] Печерская Р М, Волохов И В, Гурин С А и др. 2016 Nano- and Microsystems Techology **18** 12 767–72

- [2] Гурин С А 2016 Исследование и разработка тонкопленочных гетерогенных структур чувствительных элементов датчиков давлений с экстремальными условиями эксплуатации: дисс. на соиск. уч. степ. канд. техн. наук: 05.27.01 (Санкт-Петербург) 157
- [3] Лугин А Н 2009 Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов (Пенза: ИИЦ ПГУ) 287
- [4] Тихоненков В А 2008 Минимизация температурных погрешностей тензорезисторных и виброчастотных датчиков механических величин: учебное пособие (Ульяновск: Ул-ГТУ) 276
- [5] Мокров Е А, Волохов И В, Герасимов О Н и др. 2007 Проектирование датчиков на основе тонкопленочных технологий (Пенза: ПГУ) 79
- [6] Миллер Ю Г 1976 *Физические основы надежности интегральных схем* (Москва, Сов. Радио) 318
- [7] Волохов И В 2008 Технологические методики повышения стабильности параметров тонкопленочных тензорезисторных датчиков давления: дисс. на соиск. уч. степ. канд. тех. наук: 05.11.14 (Пенза) 137
- [8] Аверин И А 2008 Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки **2** 123–7
- [9] Зеленцов Ю А, Зеленцов В Ю 2007 Датчики и системы 2 10-3

Магнетрон с двухслойной мишенью для осаждения пленок бинарного сплава Ta_xTi_{1-x}

Н. М. Иванов, В. И. Шаповалов, Д. С. Шарковский

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Цель данной работы состоит в демонстрации возможности осаждения пленки сплава Ta_xTi_{1-x} с помощью цилиндрического сбалансированного магнетрона, оснащенного новым двухслойным распыляемым узлом. Внутренняя пластина узла, изготовленная из титана, эффективно охлаждается проточной водой и распыляется через прорези во внешней танталовой пластине. Две прорези, расположенные симметрично в кольцевой зоне распыления внешней пластины, имеют форму секторов кольца. Внешняя пластина работает в горячем режиме, подвергаясь нагреванию током разряда до температуры более 2000 К при токе разряда 6 А. Показано, что при таком тепловом режиме поток испаренных атомов тантала более, чем на два порядка меньше распыленного потока. Установлена связь между характерным размером прорезей и составом пленки.

Ключевые слова: пленка; магнетрон; распыление, сплав; тантал; титан; сэндвич мишень

В современной технике пленки и покрытия играют огромную роль [1]–[3]. Их многочисленные применения основаны на богатстве физико-химических свойств. Легче назвать области деятельности, где пленки и покрытия еще не нашли применения. Например, к ним можно отнести черную и цветную металлургию. Но, если обратить внимание на любую машиностроительную отрасль, авиа- и судостроение, строительство зданий и сооружений, то в них обязательно найдется место, где используют материалы в пленочном исполнении толщиною от долей до сотен микрометров. Очень популярным для осаждения пленок в силу своей гибкости обладает метод магнетронного распыления, который имеет несколько разновидностей, определяемых типом газового разряда (на постоянном или переменном токе, импульсный и др.) [4]. В зависимости от количества компонентов в пленке для ее осаждения используют магнетроны, оснащенные разными распыляемыми узлами. Для пленок бинарных сплавов применяют сплавную мишень или со-распыление, при котором в процессе участвуют два или более магнетронов, оснащенных мишенями из разных металлов [5]. Задача усложняется при увеличении числа компонентов сплава.

Одним из новых путей развития технологии магнетронного распыления является многослойный распыляемый узел [6]–[8]. Он содержит несколько соосных пластин, количество которых определяется составом сплава. В каждой из них, за исключением внутренней, выполнены прорези, через которые распыляется нижележащая пластина. В этой конструкции только внутренняя пластина работает в холодном режиме, остальные подвержены нагреванию за счет ионного тока. Наиболее эффективно такое устройство при осаждении пленок бинарных и тройных сплавов. Оценим возможности предложенного варианта узла для осаждения пленок сплава Ta_xTi_{1-x}.

Внимание, уделяемое этому материалу, обусловлено его привлекательными свойствами [9]– [14], такими как хорошая механическая прочность (1056–1251 МПа) и пониженный модуль упругости (74–84 ГПа) [9], превосходная коррозионная стойкость и биосовместимость. Сплав в бинарной системе Ti-Ta является потенциальным кандидатом на материалы для имплантатов [10]. Тем более, что спрос на биомедицинские имплантационные материалы в настоящее время значительно возрастает. Традиционные материалы для имплантатов, такие как нержавеющая сталь, сплавы Co–Cr, титан и его сплавы, уже много лет широко используются в медицинской сфере. Однако эти материалы потенциально могут вызвать некоторые проблемы со здоровьем пациентов из-за выделения токсичных ионов металлов и привести к резорбции прилегающих костных тканей из-за большой разницы в модуле упругости между имплантатом и прилегающими костными тканями.

Этим не исчерпываются возможности обсуждаемых сплавов. Так в [12] наблюдали его мартенситное превращение при температуре 225–250°С, что делает материал полезным для изготовления высокотемпературных приводов в микроэлектромеханических системах. Много внимания уделено исследованию пленок твердых растворов оксидов, нитридов и оксинитридов титана и тантала [15]–[18].

Возвращаясь к предложенному методу осаждения пленок Ta_xTi_{1-x} с помощью магнетрона, оснащенного двухслойной мишенью, отметим, что желаемым его свойством является широкий диапазон изменения х. Оно не должно зависеть от порядка расположения пластин. Хотя более предпочтительно танталовую пластину сделать внешней, поскольку она, работая в горячем режиме, может быть нагрета без разрушения до 2500 К и выше. Получивший развитие распыляемый узел с прорезями в форме отверстий во внешней (танталовой) пластине [8], [19] не дает возможности осаждать пленки с x < 0.5. Это связано с тем, что прорези размещены в кольцевой распыляемой области внешней пластины, поэтому их диаметр не может превышать величину ширины кольца. К чему это приводит поясним на примере цилиндрического сбалансированного магнетрона, который использован в наших экспериментах. Он имеет диаметр 130 мм и ширину кольцевой зоны распыления 20 мм. Технически в этом случае можно изготовить восемь отверстий диаметром не более 18 мм, что ограничивает величину относительной суммарной площади прорезей значением не более 0.56. Это ограничение приводит к тому, что достигаемое соотношение компонентов x в пленке бинарного сплава Ta_xTi_{1-x} , для осаждения которой может быть использован этот магнетрон, не может быть менее 0.44. Рассмотрим особенности распыляемого узла другого типа (рис. 1, *a*).



Рис. 1. Распыляемый узел (*a*): 1 – болты; 2 – внешняя пластина (б); 3 – прижимное кольцо; 4 – внутренняя пластина; 5 – распыляемая область; 6 – прорези

Он содержит две пластины (2 и 4), но во внешней 2 (рис. 1, δ) прорези выполнены в форме секторов кольца с углом $\alpha_{\text{град}}$, расположенных симметрично в зоне распыления 5. Суммарная площадь прорезей s_{Ta} задает область эрозии нижней титановой пластины 6. Для танталовой пластины площадь аналогичной области равна $s - s_{\text{Ta}}$. Величина s_{Ta} , наряду с током разряда, является независимым параметром процесса распыления, который влияет на состав пленки $\text{Ta}_x \text{Ti}_{1-x}$.

Примем в качестве независимой переменной относительную суммарную площадь прорезей во внешней пластине:

$$\delta = \frac{s_{\text{Ta}}}{s},\tag{1}$$

где *s*– полная площадь зоны эрозии 5 внешней пластины 2 (см. рис. 1). Определим влияние величины δ на стехиометрический коэффициент *x*.

При распылении пластины становятся источниками потоков металлов $Q_{\text{Тi}_{\text{pacn}}}$ и $Q_{\text{Ta}_{\text{pacn}}}$. Кроме этого нагревание внешней пластины может привести к появлению значимого потока испаренного тантала $Q_{\text{Ta}_{\text{исп}}}$. Полный поток от внешней пластины состоят из распыленного и испаренного потоков $Q_{\text{Ta}_{\text{полн}}} = Q_{\text{Ta}_{\text{pacn}}} + Q_{\text{Ta}_{\text{исп}}}$. Для определения величин $Q_{\text{Ta}_{\text{исп}}}$ была использована оценка зависимости температуры внешней пластины от тока разряда в форме экспоненты:

$$T_{\rm Ta}(I) = 2830 - 2490e^{-0.264I} \,. \tag{2}$$

Зависимость (2) показана на рис. 2, *а*. Соотношение компонентов в пленке Ta_xTi_{1-x} зададим величиной:

$$x = \frac{Q_{\text{Таполн}}}{Q_{\text{Таполн}} + Q_{\text{Тіполн}}}.$$
(3)



Рис. 2. Температура внешней пластины (а) и потоки тантала (б)

Одновременно с этим каждый из компонентов в (3) известным образом зависит от величины (1). В нашем случае, например, полный поток тантала равен:

$$Q_{\text{Таполн}} = Q_{\text{Тарасп}} + Q_{\text{Таисп}} = (1 - \delta)s \left[\frac{jS_{\text{Ta}}}{e(1 + \gamma_{\text{Ta}})} + \frac{10^{A_{\text{Ta}} - B_{\text{Ta}}/T_{\text{Ta}}}}{\sqrt{2\pi m_{\text{Ta}}kT_{\text{Ta}}}} \right], \tag{4}$$

где *j* – плотность тока разряда, А/см²; $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона и для тантала: $S_{\text{Ta}} = 0.6$ – коэффициент распыления; $\gamma_{\text{Ta}} = 0.082$ – коэффициент ионно-электронной эмиссии; $A_{\text{Ta}} = 12.27$ и $B_{\text{Ta}} = 40550$ К – постоянные, задающие давление насыщенного пара; m_{Ta} – масса атома; T_{Ta} – температура платины; $k = 1.38 \times 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана. Рис. 2, *б* иллюстрирует соотношение между распыленным и испаренным потоками тантала. Из него видно, что различие между ними составляет величину в несколько порядков, поэтому испарением внешней пластины мишени можно пренебречь. Поток титана, который генерирует внутренняя пластина, работающая в холодном режиме, по аналогии с (4) зададим выражением:

$$Q_{\text{Тіполн}} = Q_{\text{Тірасп}} = \delta s \frac{J S_{\text{Ti}}}{e(1 + \gamma_{\text{Ti}})},$$
(5)

где для титана: $S_{Ti} = 0.32$ – коэффициент распыления; $\gamma_{Ti} = 0.115$ – коэффициент ионно-электронной эмиссии.

В качестве независимой переменной в рассматриваемой задаче в связи с формой прорезей удобнее принять угол $\alpha_{\text{град}}$ в градусах, соответствующий сектору кольца (см. рис. 1, δ). Связь между величинами $\alpha_{\text{град}}$ и δ легко установить с помощью известных соотношений геометрии. Площадь двух прорезей в кольце, имеющем внутренний r_1 и внешний r_2 радиусы, равна:

$$s_{\rm Ta} = 2 \frac{\pi \alpha_{\rm rpa\pi}}{360} \left(r_2^2 - r_1^2 \right). \tag{6}$$

С учетом (6) будет справедливо соотношение

$$\delta = \frac{s_{\mathrm{Ta}}}{s} = \frac{\alpha_{\mathrm{rpad}}}{180} \,. \tag{7}$$

Из (7) видно, что при изменении угла от 0 до 180 градусов относительная площадь прорезей формально может изменяться от 0 до 1. Оценим далее, как такое изменение $\alpha_{\text{град}}$ повлияет на состав пленки сплава.



Рис. 3. Потоки атомов металлов, распыляемых с пластин, при токах разряда 1.0-6.0 А (титан – сплошные линии, тантал – штриховые

На рис. 3 даны зависимости потоков Ta (штриховые линии) и Ti (сплошные линии) от тока разряда, полученные с помощью выражений (4) и (5), соответственно. Из рис. 3 видно, что увеличение площади прорезей за счет увеличения угла сектора кольца способствует увеличению потока титана и уменьшению потока тантала, что приводит к уменьшению величины x в формуле Ta_xTi_{1-x}. Зависимости на рис. 3 с учетом (3) и (7) были использованы для изучения влияния величины $\alpha_{\text{град}}$ на состав пленки сплава Ta_xTi_{1-x}. Результат в виде кривой $x = f(\alpha_{\text{град}})$ представлена на рис. 4, из которого видно, что за счет изменения угла $\alpha_{\text{град}}$ прорези в форме сектора кольца можно изменять состав пленки Ta_xTi_{1-x} в широких пределах.

Литература

- [1] Kumar A, Singh G 2024 J. Alloys Comp. 989 174418
- [2] Cui Y-W, Wang L, Zhang L-C 2024 Progr. Mater. Sci. 144 101277
- [3] Sivaperuman K, Thomas A, Thangavel R, et al. 2024 Progr. Mater. Sci. 142 101222
- [4] Wang K, Liu Y, Katagiri J et al. 2024 Surf. Coat. Technol. 477 130405
- [5] Li J, An Q, Fang H 2024 Appl. Surf. Sci. 646 158914
- [6] Shapovalov V I, Minzhulina E A 2019 Vacuum 161 324–7
- [7] Babinova R V, Smirnov V V, Shapovalov V I et al. 2019 Surf. Coat. Technol. 359 451-8
- [8] Kozin A A, Shapovalov V I 2019 Surf. Coat. Technol. 359 451-8
- [9] Thampi V V A, Ramanathan S 2023 Corrosion Sci. 219 111233
- [10] Kadletz P M, Motemani Y, Iannotta J et al. 2018 ACS Combin. Sci. 20 137–50
- [11] Barbos S, Novac A, Sprincenatu R et al. 2016 Solid State Phenom. 254 97-101
- [12] Bahrami A, Alvarez J P, Depablos-Rivera O et al. 2017 Adv. Engin. Mater. 20 1700687
- [13] Motemani Y, Khare C, Savan A et al. 2016 Nanotechnol. 27 495604
- [14] Motemani Y, Kadletz P M, Maier B et al. 2015 Adv. Engin. Mater. 17 1425–33
- [15] Abadias G, Koutsokeras L E, Guerin P et al. 2009 Thin Solid Films 518 1532-7
- [16] Rui C, Haichao C, Hang L et al. 2024 Opt. Mater. 147 114680
- [17] Zhang L, Qiu J, Cheng H et al. 2024 Energy Mater. Solar Cells. 266 112703
- [18] Thapliyal P, Panwar N S, Rao G M 2021 Ceram. Intern. 47 16746–51
- [19] Barybin A, Shapovalov V 2011 J. Appl. Phys. 109 034303-9
- [20] Shapovalov V I, Ahmedov H, Kozin A A et al. 2021 Vacuum 192 110421

Особенности реализации контролируемого процесса получения полупрозрачных тонких пленок алюминия методом электронно-лучевого испарения

А. Н. Исамов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Ю. Буднев, В. А. Смольянинов

АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. Представлены технологические решения для реализации контролируемого процесса получения полупрозрачных тонких пленок алюминия методом электроннолучевого испарения. Получены полупрозрачные тонкие пленки алюминия различной толщины. Исследованы оптические постоянные полученных пленок. Проведен анализ влияния температуры процесса нанесения и толщины полученных покрытий на оптические свойства пленок.

Ключевые слова: полупрозрачные пленки алюминия; система контроля; тонкая пленка; интерференционный светофильтр; оптическое покрытие; вакуумное испарение; электрический разряд; жидкий электрод; источник излучения

1. Введение

В настоящее время тонкопленочные покрытия играют ключевую роль в современной оптической промышленности. Современная номенклатура производимых покрытий крайне широка и позволяет решать самые разные научно-технические задачи. Сегодня, широкое распространение получили тонкие пленки алюминия, которые широко применяются для получения металлдиэлектрических покрытий, архитектурных покрытий и особенно в области оптоэлектроники [1]–[3]. В то же время, характеристики оптических элементов, имеющих в своем составе тонкопленочные покрытия, включающие в себя слои металлов, существенным образом зависят от оптических постоянных тонких металлических слоев (показатель преломления, коэффициент поглощения, толщина). Оценка значений этих величин и определение их связи с параметрами технологического процесса позволяет получать светофильтры с характеристиками, близкими к теоретическим [4].

2. Особенности получения прозрачных пленок алюминия

Получение тонких прозрачных пленок алюминия – задача крайне нетривиальная. Известно, что металлические пленки, полученные при малой скорости напыления, интенсивно поглощают остаточные газы в вакуумной камере, что приводит к ухудшению спектральной характеристики покрытия [5]. Установлено, что для получения высококачественных пленок алюминия, необходимо следовать правилу «быстро и холодно» [6].

При испарении алюминия из тигля при применении метода ЭЛИ возникает две ключевых проблемы. Первая заключается в том, что существующие оптические константы рассчитаны для толстых непрозрачных пленок. Это означает, что для правильного расчета оптических констант пленки необходимо изготовить ряд прекурсоров. На основании полученных данных становится возможным осуществить корректный расчет оптической конструкции металлдиэлектрического покрытия.

Другой, не менее важной проблемой, является тот факт, что имеющаяся система прямого широкополосного контроля производит измерения 1 раз в 2 секунды. Учитывая тот факт, что для получения прозрачной пленки алюминия, его толщина должна быть крайне малой (в представленной работе до 25 нм), а скорость испарения материала из тигля должна быть как можно более высокой – точный контроль толщины тонких слоев становится крайне трудным. Без технологического решения данных проблем, получить качественный результат – практически недостижимая задача.

Для решения второй проблемы нами предложен метод получения тонких прозрачных пленок алюминия, основанный на применении специального экрана собственной разработки, который позволяет существенно снизить скорость нанесения материала на подложку, при высокой скорости испарения материала из тигля. Схема экрана представлена на рис. 1.



Рис. 1. Технологический экран

Рис. 2. Структурная схема вакуумной напылительной установки

Кроме того, разработанный экран обеспечивает осаждение алюминия на подложку под углом, близким к нормали. Это обеспечивает однородную структуру покрытия, что, как известно, положительно влияет на оптические свойства алюминия.

3. Получение прозрачных пленок алюминия методом ЭЛИ

Для реализации предложенного метода была выбрана вакуумная напылительная установка электронно-лучевого типа на основе камеры ВАК-760. Структурная схема установки приведена на рис. 2. Данная установка имеет в своем составе систему прямого широкополосного контроля толщины наносимых оптических покрытий ВВОМ. Данная система позволяет вести контроль непосредственно на напыляемом образце. Кроме того, система обладает возможностью реоптимизации оптической конструкции непосредственно во время ее нанесения, что существенным образом повышает воспроизводимость покрытия от процесса к процессу. Структурная схема используемой системы контроля приведена на рис. 3 [5].

Кроме того, в нашей лаборатории применяется универсальное устройство – чейнджер. Применение подобного устройства позволяет провести несколько экспериментов за один процесс вакуумирования камеры, что позволяет снизить как временные затраты, так и продлить ресурс работы оборудования. Устройство приведено на рис. 4.

При помощи ранее перечисленного оборудования был проведен ряд экспериментов, в результате которых были получены тонкие пленки алюминия спектральный коэффициент пропускания на длине волны 500 нм составил 10 %. На основании полученных прекурсоров спектральные характеристики и оптические константы пленок были проанализированы при помощи САПР OptiLayer расчетная физическая толщина составила 23 нм.

В ходе проведенного анализа было установлено, что оптические константы спустя сутки после проведения процесса нанесения покрытия изменились. Известно, что в атмосфере на поверхности пленки алюминия образуется тонкая оксидная пленка Al_xO_y [6]. На рис. 5 приведены оптические константы полученных пленок, измеренные непосредственно после процесса нанесения и спустя сутки в спектральном диапазоне от 380 до 850 нм.



Рис. 3. Структурная схема системы прямого широкополосного контроля толщины наносимых оптических покрытий



Рис. 4. Общий вид чейнджера



Рис. 5. Сравнение оптических констант для пленки непосредственно после процесса нанесения и спустя сутки

Поэтому, нами было принято решение нанести тонкую (порядка 20 нм) пленку оксида кремния SiO₂, с известными оптическими константами, которые имеются в нашей технологической библиотеке. Это позволит сохранить оптические свойства покрытия спустя длительное время. Для снижения физических ошибок, возникающих вследствие сильных флуктуаций скорости напыления оксида кремния, была выбрана фракция материала, близкая к размеру гранул 6 мм [7]. Полученные оптические константы приведены на рис. 6.

Как можно видеть из рис. 6, даже в случае запаковки материала есть незначительное изменение оптических констант алюминия. Данный эффект происходит предположительно из-за того, что на границе раздела среды алюминий реагирует с оксидом кремния SiO₂.

В ходе проведенных исследований было установлено, что температура внутри камеры оказывает существенное влияние на оптические постоянные тонких пленок алюминия. На рис. 7 приведены оптические постоянные для пленок с расчетной толщиной 23 нм при температурах 28 °C, 36 °C и 48 °C.

Как видно из рис. 7 повышение температуры приводит к существенному изменению оптических констант ввиду изменения структуры роста пленки алюминия.







Рис. 7. Оптические константы для пленок алюминия с расчетной толщиной 23 нм, полученных при различной температуре

Также, в ходе эксперимента было установлено, что толщина покрытия оказывает существенное влияние на оптические константы. В табл. 1 приведены расчетные толщины полученных пленок и соответствующие им коэффициенты пропускания.

Табл. 1. Расчетные толщины полученных пленок и соответствующие им коэффициенты пропускания

Толщина покрытия	Спектральный коэффициент пропускания на λ = 500 нм
3 нм	50 %
6,5 нм	35 %
14 нм	25 %
23 нм	10 %

В ходе расчета покрытий, указанных в табл. 1, было установлено, что пленки, имеющие толщину менее 14 нм не поддаются корректному анализу, ввиду того что пленка алюминия в данном случае не является плотной, а имеет островковую структуру. Оптические константы покрытий с толщиной более 14 приведены на рис. 8. Как видно из рис. 8, минимальная толщина, при которой пленку алюминия можно считать плотной составляет ориентировочно 14 нм.



Рис. 8. Оптические константы для различных толщин пленок алюминия

5. Выводы

Таким образом, в рамках данной работы были получены тонкие полупрозрачные пленки алюминия и исследованы их оптические константы. Установлено, что для пленок толщиной менее 14 нм присуща островковая структура, что не позволяет рассматривать данные конденсаты как закрытые и соответственно корректно определять оптические постоянные. Кроме того, выявлено предельное значение температуры процесса осаждения полупрозрачных пленок алюминия методом электронно-лучевого испарения (не более 36 °C). Произведен расчет светоделительного покрытия для длин волн 532, 633 со спектральным коэффициентом отражения 80 %. Результаты расчета указаны на рис. 9.



Рис. 9. Результаты расчета светоделительного покрытия

Литература

- [1] Степанов А А, Смирнов А Г 2012 Доклады БГУИР 5 (67)
- [2] Gläser H J 1999 Dünnfilmtechnologie auf Flachhlas (Schorndorf, Hofmann-Verlag) 164–248
- [3] Macleod H A 2010 Thin-Film Optical Filters (Boca Raton, CRC Press)
- [4] Исамов А Н, Просовский О Ф, Гвоздев А Б и др. 2019 Сб. тез. докл. XXII Междунар. науч.-тех. конф. «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов» (Обнинск) 351
- [5] Андреев С В, Губанова Л А, Путилин Э С 2006 Оптические покрытия. Учебное пособие по курсу «Оптические покрытия» (Санкт-Петербург, Изд-во СПбГУ ИТМО) 152
- [6] Wilbrandt S, Stenzel O, Liaf A et al. 2022 Coatings 12 1278
- [7] Исамов А Н, Буднев А Ю, Просовский О Ф и др. 2022 Сб. 29-й Всеросс. науч.-тех. конф. с междунар. участ. «Вакуумная техника и технологии – 2022» (Санкт-Петербург) 204–13

Магнетронное нанесение антиотражающего покрытия нитрида алюминия на экраны электронно-оптических преобразователей

Р. А. Каракулов^{1,2}, А. А. Акопян¹, Р. И. Нуртдинов¹, А. Ю. Соколов¹, П. И. Коновалов¹, Е. Н. Фёдоров^{1,2}, А. Р. Ибрагимов²

¹ ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова», 127030, Москва, Россия ² ФГБОУ ВО «МГТУ им. Н. Э. Баумана», 105005, Москва, Россия

E-mail: ruslankarakulov@yandex.ru

Аннотация. В работе представлен способ снижения коэффициента отражения экранов электронно-оптических преобразователей (ЭОП) путём нанесения антиотражающего покрытия нитрида алюминия (AlN). Описана методика выбора диапазона варьирования толщины покрытия при проведении полнофакторного эксперимента. Благодаря серии наблюдений, проведённой на установке магнетронного нанесения «VSE-PVD-DESK-PRO», получена модель зависимости изменения коэффициента отражения от напряжения разряда и толщины антиотражающего покрытия. В результате анализа экспериментальных данных сформулированы рекомендации по формированию AlN на экране ЭОП с целью получения наименьшего коэффициента отражения.

Ключевые слова: магнетронное нанесение; антиотражающие покрытия; электроннооптические преобразователи

1. Введение

Для исследований, связанных с быстропротекающими процессами, применяют электроннооптические преобразователи (ЭОП) в составе аппаратуры, обеспечивающей высокоскоростную съёмку с временами экспозиции до единиц наносекунд [1].

Наибольший интерес представляют ЭОП с прямым переносом изображения, преимуществами которых являются малые габаритные размеры, высокое и однородное по полю пространственное разрешение, устойчивость к внешним электромагнитным помехам. В случаях, когда требуется высокое отношение сигнал/шум при усилении яркости не более 20 отн. ед., предпочтение отдаётся ЭОП без микроканальной пластины (МКП). Однако отсутствие МКП усиливает влияние паразитной фотоэлектронной эмиссии из-за отражённого от экрана света, что приводит к ухудшению пространственного разрешения и частотно-контрастной характеристики.

Известны работы по формированию методом магнетронного нанесения антиотражающего покрытия нитрида алюминия (AlN) на поверхности экрана ЭОП для подавления данного негативного фактора [2]. Такое покрытие при определённых условиях приобретает столбчатую структуру и способствует поглощению падающего видимого света.

Анализ результатов патентного исследования и существующих технологий в области формирования AlN выявил противоречия по режимам процессов, воспроизводимости выходных параметров. Для конкретного технологического оборудования в зависимости от конструктивных особенностей реактивный процесс осаждения покрытия имеет уникальный характер. Поэтому в настоящее время нет универсального рецепта для нанесения AlN с минимальным коэффициентом отражения, повторяющимся от процесса к процессу.

В работе [3] представлена серия опытов по получению AlN на экранах ЭОП в установке магнетронного распыления «VSE-PVD-DESK-PRO». Благодаря варьированию напряжения разряда удалось оценить рабочий диапазон значений данного фактора и снизить коэффициент отражения покрытия в несколько раз. Однако, на структуру тонкой плёнки влияет не только энер-

гия осаждаемых частиц, но и толщина покрытия. Поэтому цель данной работы - определение степени влияния указанных входных параметров на коэффициент отражения AlN на экране ЭОП с помощью полнофакторного эксперимента (ПФЭ).

2. Расчет требуемой толщины AIN

Удельная потеря энергии электронов – это количество энергии, которое теряет каждый электрон при прохождении через вещество на единицу длины пути. Для корректной работы прибора необходимо, чтобы первоначальной энергии электронов было достаточно для прохождения через слой нитрида алюминия. Ниже представлено схематичное представление изменения энергии электронов при движении к люминофору (рис. 1), где E₀ – начальная энергия электронов после прохождения через слой AlN, E_{AI} – энергия электронов после прохождения через слой AlN, E_{AI} – энергия электронов после прохождения (Al).



Рис. 1. Схема прохождения электронов (слева) и светового потока (справа) в экране ЭОП

Для определения наибольшей допустимой толщины покрытия проведен расчет удельной потери энергии электронов в процессе прохождения через AlN, которая, согласно формуле Бете-Блоха, является суммой ионизационных и радиационных потерь:

$$\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\Pi O T E P M} = \left(\frac{dE}{dx}\right)_{W O H} + \left(\frac{dE}{dx}\right)_{P A M} \left[\frac{\Im B}{M}\right].$$
(1)

Ионизационные потери энергии при прохождении через слой материала толщиной dx:

$$\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{HOH}} = -\frac{2\pi}{\beta^2} n_e r_0^2 m_e c^2 \left[\ln\left(\frac{m_e c^2 T_e}{\bar{l}^2} \frac{\beta^2}{2(1-\beta^2)}\right) - \left(2\sqrt{1-\beta^2} - 1 + \beta^2\right) \ln(2) + 1 - \beta^2 \right] \left[\frac{3B}{M}\right], \quad (2)$$

где T_e – кинетическая энергия электрона [эВ]; с – скорость света [м/с]; m_ec² – энергия покоя электрона [эВ]; $\beta = v/c$, где v – скорость частицы [м/с]; n_e – плотность электронов вещества [м⁻³]; \overline{I} – средний ионизационный потенциал атомов вещества среды, через которую проходит частица [эВ]; r₀ – классический радиус электрона [м].

Удельные радиационные потери энергии электронов для $E < m_e c^2 = 511$ кэВ и Z = 20:

$$\left(\frac{\mathrm{dE}}{\mathrm{dx}}\right)_{\mathrm{pag}} = -\frac{16}{3} n_{\mathrm{e}} E \frac{\mathrm{Zr}_{0}^{2}}{137} \left[\frac{\mathrm{sB}}{\mathrm{M}}\right]. \tag{3}$$

Энергия электронов при прохождении через слой AlN:

F

$$A_{\rm AlN} = E_0 - E_{\rm потери AlN} \ [9B], \tag{4}$$

где суммарная потеря энергии электронов при прохождении через слой AlN толщиной х [м]:

$$E_{\text{потери AIN}} = \left[\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{ион AIN}} + \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{рад AIN}} \right] \cdot x_{\text{AIN}} \left[\Im B \right]$$
(5)

В результате расчета получено, что при толщине плёнки нитрида алюминия не более 35 нм, электроны с энергиями от 3 кэВ проходят сквозь слой AlN и попадают на поверхность алюминия. Таким образом, проведена оценка максимально допустимого значения толщины антиотражающего покрытия.

Для экрана ЭОП существует ограничение по коэффициенту пропускания, который не должен превышать $k_{max} = 0,0005$ (рис. 1). У слоя алюминия этот показатель составляет 0,002 (k_{Al}). Если обозначить световые потоки от люминофора, после прохождения через алюминий и AlN как Q_1 , Q_2 и Q_{max} соответственно, то коэффициент пропускания нитрида алюминия (k_{AIN}) не должен превышать:

$$k_{AIN} = \frac{Q_{max}}{Q_2} = \frac{k_{max} \cdot Q_1}{k_{AI} \cdot Q_1} = \frac{k_{max}}{k_{AI}} = \frac{0,0005}{0,002} = 0,25.$$
 (6)

Взаимосвязь коэффициента пропускания материала с его толщиной устанавливается законом Бугера-Ламберта-Бера:

$$k = e^{-\alpha x}, \tag{7}$$

где х-толщина слоя вещества [м]; α- натуральный показатель поглощения вещества [м⁻¹]. Из формулы (7) определяется минимальная толщина AlN для обеспечения требуемого коэффициента пропускания:

$$\mathbf{x} = -\frac{1}{2} \ln \mathbf{k}_{\text{AlN}} \,. \tag{8}$$

a Из формулы (8) следует, что нижняя граница толщины слоя AlN составляет ≈ 15 нм (рис. 2).



Puc. 2. Расчётная зависимость коэффициента пропускания от толщины AlN

В результате для ПФЭ проведена оценка диапазона толщины антиотражающего покрытия экрана ЭОП. Учитывая, что плотность, показатель поглощения и другие физические константы тонкоплёночных структур отличаются от аналогичных характеристик массивных материалов, в качестве границ промежутка варьирования толщины плёнки AlN выбран более широкий диапазон – от 10 до 40 нм.

3. Эксперименты

Серия экспериментов по отработке режимов нанесения плёнок AlN на экранах ЭОП реализована на модернизированной установке магнетронного распыления «VSE-PVD-DESK-PRO» [3].

В качестве стабилизируемых параметров процесса реактивного магнетронного распыления алюминиевой мишени в среде аргона (Ar) определены мощность разряда (150 Br), давление Ar $(2 \cdot 10^{-3} \text{ Торр})$, скорость откачки (дросселирование до определенного уровня). Варьируемые факторы – напряжение разряда и толщина получаемой плёнки. В каждом наблюдении расход азота устанавливался таким образом, чтобы получить определенный уровень напряжения разряда (табл. 1). В роли выходного параметра (функции отклика) использовано отношение коэф-фициентов отражения экрана до и после нанесения AlN, умноженное на 100 %.

Проведение наблюдений согласно матрице планирования ПФЭ (табл. 1) позволяет получить модель в виде полинома первого порядка:

$$Y = b_0 + \sum_{j=1}^{k} b_j X_j + \sum_{j \neq u}^{k} b_{ju} X_j X_u.$$
(9)

Мо	Толщина,	Напряжение,	v	v	v	V.V	Y	7	c ²
JNG	HM	В	$\mathbf{\Lambda}_0$	$\mathbf{\Lambda}_1$	Λ_2	$\mathbf{\Lambda}_1 \cdot \mathbf{\Lambda}_2$	Y_1	Y_2	- S _i
1	10	340	+1	-1	-1	+1	67,55	49,43	164,17
2	40	340	+1	+1	-1	-1	24,13	51,18	365,86
3	10	360	+1	-1	+1	-1	69,99	71,36	0,94
4	40	360	+1	+1	+1	+1	67,63	70,09	3,03

Табл. 1. Матрица планирования ПФЭ

Для линейной зависимости и двух исследуемых факторов достаточно провести $2^2 = 4$ опыта, а модель в таком случае имеет вид:

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2.$$
(10)

Для исключения влияния неучтенных систематических факторов и перевода их в категорию случайных порядок проведения эксперимента определялся при помощи рандомизации.

В опытах осуществлено по 2 параллельных наблюдения для каждой комбинации факторов с целью повышения точности. Измерение значения коэффициента отражения в каждой точке экрана ЭОП с покрытием проведено по известной схеме [3].

Рассчитанные значения среднего и выборочной дисперсии (табл. 1) позволили проверить воспроизводимость эксперимента по критерию Кохрена:

$$G_{\mathfrak{H}} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^{N} S_i^2} = \frac{147,74}{194,31} = 0,76.$$
(11)

Критическое значение критерия: $G_{\kappa p}(\beta = 0.05, N = 4, n = 2) = 0.906$, где β – уровень значимости; N – число сравниваемых дисперсий; n – число параллельных наблюдений. Так как выполнено условие $G_{\beta} < G_{\kappa p}$, то дисперсии являются однородными и эксперимент воспроизводим.

Коэффициенты полинома вычислены согласно формуле:

$$b_j = \frac{\sum_{i=1}^{N} X_{ij} \overline{Y}}{N}.$$
 (12)

Полученные значения: $b_0 = 58,92$, $b_1 = -5,66$, $b_2 = 10,85$, $b_{12} = 4,76$. Значимость коэффициентов оценена по критерию Стьюдента:

$$t_{j} = \frac{|b_{j}|}{\sqrt{S^{2}(b_{j})}},$$
(13)

где дисперсия ошибки определения коэффициента определяется через дисперсию воспроизводимости (S_{воспр}) и равна:

$$S^{2}(b_{j}) = \frac{S^{2}_{\text{BOCHP}}}{nN}.$$
(14)

$$S_{\text{BOCIIP}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{N} S_i^2}{N} = 133,50.$$
 (15)

$$S^{2}(b_{j}) = \frac{129,391}{4 \cdot 2} = 16,69$$
 (16)

По формуле (13) найдены $t_0 = 14,42, t_1 = 1,39, t_2 = 2,66, t_{12} = 1,16.$ Число степеней свободы дисперсии ошибки рассчитано следующим образом:

$$f = (n-1) \cdot N = (2-1) \cdot 4 = 4.$$
 (17)

Критическое значение критерия Стьюдента при $\beta = 0,25$ и f = 4 равно 1,34. Таким образом, в рассматриваемом случае все коэффициенты, кроме b_{12} , являются значимыми.

В результате реализации ПФЭ получена регрессионная зависимость:

$$\overline{Y} = 58,92 - 5,66X_1 + 10,85X_2 .$$
⁽¹⁸⁾

Для оценки адекватности модели проведено сравнение значений функции отклика в каждом опыте (№1–№4) согласно математической модели со средними результатов измерений (табл. 2).

$\pi < 2n$	1					
Innn / Kugueuug	MVUKIIIII	отклика	u neg	VULTATI	uzmer	าคบเหน
	функции	UIKJIMKa	npcs	yJIDIGIDI	nome	JOINT

	1	2	3	4
Расчетные значения	49,50	28,90	80,10	59,50
Результаты измерений	58,49	37,66	70,68	68,86

Значение дисперсии адекватности определено согласно выражению:

$$S_{ad}^{2} = n \frac{\sum_{i=1}^{N} (\overline{Y_{i}} - \widehat{Y_{i}})}{N - \alpha_{3H}} = 35,36 , \qquad (19)$$

где $\alpha_{_{3H}} = 3 - число значимых коэффициентов в полиноме.$

Дисперсия воспроизводимости превысила дисперсию адекватности, следовательно, полученная математическая модель адекватна.

4. Анализ полученных результатов

Расчёт граничных значений толщины плёнки AlN позволил реализовать ПФЭ по определению степени влияния на коэффициент отражения ключевых факторов. Результат измерения энергетической эффективности (ЭЭ) экранов №1...№8 до и после формирования антиотражающего слоя (рис. 3) показал, что при толщине антиотражающего покрытия 40 нм только электроны с энергиями 5 кэВ и выше проходят сквозь слой AlN и вызывают люминесценцию экрана.



Рис. 3. ЭЭ экранов с антиотражающим покрытием AlN

Коэффициент пропускания экранов после нанесения AlN не превышает 0,0003, что согласуется с теоретически обоснованным прогнозом и удовлетворяет заявленному требованию (≤ 0,0005). Некоторое различие расчётных моделей и результатов измерений объясняется целым рядом факторов: плотность тонкой плёнки и массивного материала различны; химический состав получаемого покрытия зависит от соотношения рабочего и реактивного газов; при контроле толщины AlN в процессе нанесения и получении выходных характеристик экрана суммируются погрешности измерений.

Полученная адекватная математическая модель (18) показывает, что для оценки влияния на коэффициент отражения толщины покрытия и напряжения разряда целесообразно применять методику ПФЭ. Анализ уравнения регрессии свидетельствует о том, что для магнетронного осаждения покрытия на экране ЭОП с наименьшим значением коэффициента отражения следует поддерживать пониженное напряжение разряда и увеличивать толщину наносимого слоя AlN.

Литература

- [1] Крутик М И 2002 Специальная техника 1 36–41
- [2] More-Chevalier J, Novotny M et al. 2020 The Royal Society of Chemistry 10 20765
- [3] Каракулов Р А Зыков Д Д и др. 2023 Труды 30-й Всероссийской научно-технической конф. с международным участием «Вакуумная техника и технологии 2023» (СПб: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») 271–5

Изучение влияния мощности магнетронного разряда на скорость осаждения титановых покрытий из неохлаждаемой мишени

Г. В. Качалин, К. С. Медведев, В. А. Касьяненко, А. Ф. Медников, А. Б. Тхабисимов

ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», 111250, Москва, РФ

E-mail: kachalingv@mpei.ru

Аннотация. Изучено влияние мощности магнетронного разряда в диапазоне от 2 до 11 кВт на скорость осаждения титановых покрытий из неохлаждаемой протяженной мишени. Показано, что скорость осаждения покрытий возрастает от 4 до 32 мкм/ч, а зависимость скорости от мощности имеет нелинейный характер. Полученные результаты свидетельствуют о перспективах применения подобных магнетронных систем для решения ряда актуальных прикладных задач.

Ключевые слова: магнетронное распыление; неохлаждаемая мишень; скорость осаждения

Введение

Магнетронные распылительные системы (MPC) широко применяются для формирования тонких пленок и покрытий для ряда задач в различных отраслях промышленности. Подавляющее большинство промышленных MPC имеют, так называемые, «холодные» или охлаждаемые мишени. Причем, по мнению авторов, см. также, например, [1] охлаждение мишени обусловлено в первую очередь для предотвращения перегрева магнитной системы. Возможны задачи, в которых вообще недопустим нагрев подложки, а покрытие наносится на изделия, условно, имеющие температуру окружающей среды, в частности, металлизация пластмасс.

Вместе с тем, реализация процессов магнетронного распыления формирования покрытий для машиностроительных задач, например, нанесения эрозионно-стойких покрытий на лопатки паровых турбин, жаростойких покрытий на лопатки газовых турбин, температура которых может достигать 350–400 °C и более, нагрев мишени может приводить к повышению скорости осаждения покрытий и дополнительному воздействию на структуру пленки за счет инфракрасного излучения [1], что в итоге может повысить эффективность традиционных MPC.

Настоящая работа посвящена изучению влияния мощности разряда на скорость осаждения титановых покрытий, формируемых методом магнетронного распыления с протяженной неохлаждаемой мишенью.

Оборудование и методика проведения исследований

Формирование покрытий осуществлялось в вакуумной установке «Гефест-HIPIMS» [2], которая оснащена четырьмя планарными магнетронами, штатно расположенными по парам по системе «face-to-face». При этом возможности планетарного механизма установки позволяют провести, например, ионную очистку образца только одной парой магнетронов, а затем нанести покрытие другой парой.

В рамках проведенных исследований формирование покрытий производилось из планарного магнетрона с неохлаждаемой мишенью. Габаритные размеры мишени – 710×65×6 мм, материал – титан ВТ-1-0. Покрытия наносились на образцы из нержавеющей стали. Во время проведения технологического процесса образцы закреплялись на специальной оснастке, которая вращалась непосредственно перед магнетроном. Расстояние мишень – ось вращения оснастки составляло

150 мм. Эксперименты проводились в среде аргона особой чистоты. Подача аргона в вакуумную камеру производилась регуляторам расхода газа РРГ-10.

В процессе проведения исследований производилось измерение температуры мишени с помощью хромель-алюмелевой термопары, королек которой размешался с торца мишени в отверстии диаметром 4 мм и глубиной 12 мм, так что он находился в непосредственной близости с областью горения магнетронного разряда. Температура образцов контролировалась хромелькопелевой термопарой, находящейся с ними под единым потенциалом, и установленной рядом с осью вращения оснастки.

Технологический процесс формирования покрытий включал в себя прогрев и высоковакуумную откачку вакуумной камеры до давления 5×10^{-3} Па, подачу плазмообразующего газа аргона с расходом 8,0 нл/ч (для всех экспериментов), проведение ионной очистки образцов в тлеющем разряде в течение 10 минут в области магнетронов с охлаждаемыми мишенями и одновременный разогрев неохлаждаемой мишени магнетрона при выбранной мощности разряда. Серия предварительно проведенных экспериментов показала, что 10-ти минут достаточно, чтобы температура мишени достигла стационарного состояния. Затем оснастка с образцами перемещалась непосредственно к магнетрону с уже разогретой мишенью, и проводилось нанесение покрытия, при этом образцы вращались вместе с оснасткой.

Время нанесения покрытия для всех экспериментов составляло 40 минут, напряжение смещения на образцы не подавалось.

Измерение толщины покрытия осуществлялось методом шарового истирания (шлифования) с использованием прибора Calotest Compact в соответствии с ISO 1071-2. На основании результатов измерения толщины определялась скорость осаждения покрытий.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены фотографии горения магнетронного разряда в аргоне с титановой неохлаждаемой мишенью и мишени сразу после выключения разряда.



Рис. 1. Типичные изображения неохлаждаемой протяженной титановой мишени: *a* – в момент горения разряда в среде аргона; *б* – сразу после выключения разряда

На рис. 2 приведены зависимости температур мишени и образца от мощности разряда. Температуры мишени при мощностях 9.9 кВт и 10.6 кВт получены путем аппроксимации экспериментальных данных при меньших мощностях. Также на рис. 2 приведены экспериментальные значения температур мишени, измеренные во время горения магнетронного разряда и сразу после его выключения. Практическое совпадение этих данных свидетельствует об отсутствии наводок от магнетронного разряда.



Рис. 2. Зависимости температуры мишени и образца от мощности магнетронного разряда: 1 – температура мишени во время горения разряда; 2 – температура мишени после выключения разряда; 3 – температура образца

Результаты определения толщины покрытия и рассчитанные на их основе скорости осаждения представлены в табл. 1. Зависимость скорости осаждения от мощности показана на рис. 3. Из рассмотрения представленных результатов можно сделать вывод, что для условий наших экспериментов существенное возрастание скорости имеет место для мощностей разряда более 8 кВт и температуре мишени ~1200 °C (~1500 K). Если принять, что давление насыщенных паров титана при этой температуре 10^{-6} мм. рт. ст. [3], то вкладом испарительной составляющей в общий поток атомов титана с поверхности мишени можно было бы пренебречь. Однако, реальная температура на поверхности мишени, может быть существенно (на сотни градусов) выше, и наблюдаемый нами в экспериментах нелинейный рост скорости осаждения – одно из подтверждений этому факту.

		•
Мощность, кВт	Толщина покрытия, мкм	Скорость осаждения мкм/час
2.2	2.7±0.5	4.0±0.7
3.7	3.2±0.5	4.8 ± 0.8
5.5	6.6±0.5	9.9±0.8
7.3	7.0±0.5	10.5±0.8
9.1	11.9±0.7	17.9±1.1
9.9	14.0 ± 0.8	21.0±1.2
10.6	20.8±1.2	31.2±1.8

Табл. 1. Результаты определения толщины и скорости осаждения титановых покрытий



Рис. 3. Зависимость скорости осаждения титановых покрытий от мощности разряда

Заключение

Результаты серии выполненных экспериментов свидетельствуют о имеющем место нелинейном возрастании скорости осаждения титановых покрытий с увеличением мощности магнетронного разряда на неохлаждаемой мишени.

В дальнейшем нами планируется проведение комплекса микроскопических исследований полученных образцов покрытий.

Вместе с тем, результат возрастания скорости, полученный нами на неохлаждаемой протяженной мишени, представляет большой интерес в повышении эффективности магнетронных распылительных систем для ряда актуальных практических приложений.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № FSWF-2023-0016 (Соглашение № 075-03-2023-383 от 18 января 2023 г.) в сфере научной деятельности на 2023-2025 гг.

Авторы отдельно выражают благодарность к.т.н. Парфененку М. А. за активное участие в подготовке и проведении исследований.

Литература

- [1] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T et al. 2020 Vacuum 181 109734
- [2] Качалин Г В, Медников А Ф, Медведев К С и др. 2023 Вакуумная техника и технологии 108–13
- [3] Майселл Л. и др. 1977 Технология тонких плёнок (справочник) (Москва, Сов. радио) 664

Программное обеспечение для синтеза поляризационных светоделителей

Е. Н. Котликов, Н. П. Лавровская, Ю. А. Новикова, Г. В. Терещенко

Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: gvter@yandex.ru

Аннотация. В работе описывается программное обеспечение для синтеза светоделителей поляризованного излучения, работающего одновременно для *s*- и *p*поляризаций падающего излучения. В нем используется функция качества на основе разности пропускания для *s*- и *p*-поляризаций падающего излучения одновременно. Приведены расчеты структуры покрытия и спектров пропускания синтезированных покрытий в SWIR диапазоне спектра 1-3 мкм.

Ключевые слова: поляризационные светоделители; программа синтеза покрытий; функция качества; SWIR диапазон спектра

Программные продукты для автоматизированного, почти автоматического синтеза, которые могут быть верифицированы посредством изготовления конечного промышленного продукта позволяют резко сократить время на разработку сложных технических решений. К такого рода сложным задачам следует отнести и синтез интерференционных оптических покрытий с заданными параметрами. При разработке таких программных решений следует сразу устанавливать ряд ограничений на физическую реализуемость синтезированных решений, такими как, например, использование реальных оптических материалов с известными спектральными характеристиками или устойчивость покрытия к ошибкам по толщине формируемых слоев. Поэтому важно не просто создать некую строгую математическую модель или цифрового двойника для реально существующего покрытия, а создать программный продукт, ориентированный не на исследование собственных свойств, а на промышленное применение. К таким решениям можно отнести и постоянно совершенствующееся функциональное программное обеспечение, разработанное в ГУАП на кафедре «Физики», и протестированное на множестве макетных образцов покрытий, в том числе изготовленных из передовых оптических материалов, которые потом прошли верификацию их пространственно-частотных свойств на вспомогательном комплексе оборудования с применением спектрофотометров по особой методике тестирования образцов. В статье дается краткое описание метода синтеза, заложенного в основу ряда алгоритмов, обеспечивающих поиск оптических структур как для s-, так и для и p-поляризации падающего излучения, оценивающих полученные функциональные свойства и технические параметры. Кроме того, описаны аспекты работы с программной оболочкой продукта и даны пример его практического применения. Примеры приведены для коротковолнового инфракрасного диапазона (SWIR диапазон спектра от 1 до 3 мкм).

Данный диапазон длин волн широко используется при проектировании и изготовлении различных приборов оптоэлектроники В этих приборах используются светоделители, в том числе с пространственным разделением поляризованного излучения. Этим вопросам посвящено достаточное количество работ [1-4].

Методика расчета спектров интенсивностей проходящего излучения описана в работе [4]. В ее основе лежит матричный метод [5]. Он базируется на рассмотрении пропускания и отражения отдельных пленок, описываемых характеристической матрицей \mathbf{M}_f с последующем нахождением матрицы покрытия \mathbf{M} .

В работе [4] проведен расчет спектров поляризованного излучения. Сначала вводятся матричные уравнения пленки \mathbf{M}_f с заданными значениями параметров поляризованного излучения. Они используются для нахождения спектров отражения и пропускания излучения с произвольной поляризацией. На следующем этапе они используются для нахождения спектров отражения и пропускания покрытий на подложке.

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{bmatrix} = \Pi_{f=1}^{N} \mathbf{M}_{f}, \qquad (1)$$

где M_f - характеристическая матрица отдельного слоя (пленки):

$$\mathbf{M}_{f} = \begin{bmatrix} \cos \varphi & \frac{i}{q_{f}} \sin \varphi \\ i q_{f} \sin \varphi & \cos \varphi \end{bmatrix},$$
(2)

где *і* – комплексная единица, фазовый набег в пленках оценивается значением:

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \tilde{N}_f \cos \gamma_f d_f,$$

где λ – длина волны падающей электромагнитной волны (ЭМВ), \tilde{N}_f и q_f - показатель преломления пленки для нормального падения и эффективный показатель преломления, зависящий от угла преломления γ_f и того типа поляризации ЭМВ, которая распространяется в пленке, d_f – высота пленочного покрытия (ее физическая толщина). Формулы для оценки показателей преломления, задействованных при расчете, даны в таблице ниже [4].

	Эффективные показатели преломления					
Поляризация ЭМВ	<i>q</i> _{air} (воздух)	$q_{ m f}$ (пленка)	$q_{ m s}$ (подлож- ка)			
<i>s</i> -поляризация	$n_{air} \cos \gamma_{air}$	$\tilde{N}_f \cos \gamma_f$	$\tilde{N}_s \cos \gamma_s$			
р-поляризация	$\frac{n_{air}}{\cos \gamma_{air}}$	$\frac{\tilde{N}_f}{\cos \gamma_f}$	$\frac{\tilde{N}_s}{\cos\gamma_s}$			

Табл. 1. Формулы для оценки показателей преломления

Углы γ_i , представленные в табл. 1, определяются в соответствии с законом Снеллиуса [7]: $n_{air} \sin \gamma_{air} = \tilde{N}_f \sin \gamma_f = \tilde{N}_{Sub} \sin \gamma_{Sub}$. Из табл. 1 следует, что получить точное значение пропускания для S и P поляризованного света невозможно, так как эффективный показатель преломления входит в числитель или знаменатель дроби. Вследствие этого мы искали приближенное значения равенство пропускания для света с разными поляризациями. Для этого использовалась модернизированная программа FilmAnalisis [6].

В структуре алгоритмов, которые использует функционально программное обеспечение FilmAnalisis для оценки значения функции качества *F* использовались разные выражения для первого варианта программного обеспечения и для модернизированного в дальнейшем. Обозначив первое представление как F_1 , по сути своей представляющую собой взвешенную функцию приближения полученных значений коэффициентов $T_{\text{расч}}(\lambda_i)$ пропускания в разных точках спектра к синтезируемым $T_{\text{эталон}}(\lambda_i)$ определялась формулой [5]:
$$F_{1} = \sum_{i=1}^{N} \left| T_{\text{pacy}}(\lambda_{i}) - T(\lambda_{i}) \right| w(\lambda_{i}),$$
(3)

где $\lambda_i = \lambda_{\min} + (i-1)\Delta\lambda$; i = 1, 2, 3, ..., N, λ_{\min} – начальное значения в интервале синтеза; $\Delta\lambda$ – минимальный интервал между точками отсчета для синтеза; N – число выборочных значений, $w(\lambda_i)$ – весовая функция, которая задается оператором программы. Описание метода при таком представлении функции качества более подробно рассматривается в [6,7]. В дальнейшем функция качества для модернизированного варианта исполнения программе использовалось значения функции качества в виде

$$F(\vec{X}) = \left\{ \sum_{i=1}^{L} w(\lambda_i) \left| T^{S(P)}(\vec{X}, \lambda_i) - T(\lambda_i) \right|^q \right\}^{1/q},$$
(4)

где $T^{S(P)}(\vec{X},\lambda_i)$ - уже многомерные матрицы для *s*- или для *p*-поляризаций ЭМВ, полученные на каждой последующей итерации процедуры синтеза, а само приближение к заданной функции может быть использовано с новым порядком приближения *q*. Результаты синтеза визуализируются, что позволяет варьировать скорость приближения при разном размере интервала синтеза (выборе шага). При наклонном падении ЭМВ с любым типом поляризации вычисление спектров реализуется для диапазона острых углов падения (в том числе по нормали), отличных от нуля.

Синтез покрытия проводился в два этапа. В начале рекомендуется реализовать быструю оценку результата синтеза с использованием грубого шага итерации и округленных до невысокой точности значений показателей преломления и толщин пленок для разного числа пленок на подложке с использованием критерия (4). Затем уже заимствовать из базы данных оптических покрытий исходные материалы, ориентированные на изготовление, и для них повторить поиск, но уже точного решения. Следует учесть, что имеется большое количество решений из-за множества локальных минимумов функции качества [5].

Анализ возможных решений на первом этапе показал, что для получения светоделителя с пропусканием около 50% достаточно трех или пятислойного покрытия. Существенным моментом являлось необходимое использование высокопреломляющей пленки. Для нее использовались пленки германия, которые для требуемого покрытия не превышали геометрических толщин в 0.5 мкм. Поглощение в таких пленках на длине волны 0.8 мкм лежало в пределах 20-40%. На первом этапе было получено решение для светоделительного покрытия со структурой:



. 2. Спектры покрытия из реальн пленок

 $\Pi(1.533; 1.126)(4.000; 1.314)(1.4831; 360)(1.350; 0.113)B$ (5)

На следующем этапе пленки заменялись на реальные пленки MgF₂, Ge и PbF₂. После оптимизации по критерию (4) получена структура вида:

$$\Pi(1.126; PbF_2)(1,528944; Ge)(MgF_2; 1,83188)B$$
(6)

На рис. 1 приведены спектры пропускания этой структуры для S (кривая 1) и P (кривая 3) поляризованного излучения и неполяризованного излучения (кривая 2), где первая цифра в круглых скобках показатель преломления, а вторая определяет толщину в долях $\lambda_0/4=0.25$ мкм, П – подложка из кварца, В – воздух $\lambda_0/4=0.25$ мкм, П – подложка из кварца, В – воздух.

Полученные спектры представлены на рис. 2. Из рисунка видно, что спектры пропускания для неполяризованного света равны 50 ± 5 %, а для поляризованного света 50 ± 12 %. Спектры пропускания для *s*-поляризации во всем диапазоне спектра больше, чем для *p*-поляризации, что подтверждает справедливость расчета спектров всех поляризаций.

В заключении отметим, что в данной работе описано программное обеспечение для синтеза спектров оптических пленок с разными поляризациями. Предложена и апробирована методика нахождения спектров пропускания излучения для *p*- и *s*-поляризаций одновременно. Синтезированы такие светоделители для всех поляризаций в диапазоне 0.9-3.0 мкм с пропусканием 50±12%.

- [1] Тарасов В В, Торшина И П, Якушенков Ю Г 2011 Инфракрасные системы 3-го поколения (Москва: Логос) 240
- [2] Aron Y, Gronau Y 2005 Proceedings of SPIE 5783 653-61
- [3] Тихонравов А В, Трубецков М К 2007 Оптический журнал 74 12 66-73
- [4] Furman Sh A, Tikhonravov A V 1992 *Basics of Optics of Multilayer Systems* (Gif-sur-Yvette: Edition Frontieres) 103
- [5] Борн М, Вольф Э 1973 Основы оптики (Москва: Наука) 720
- [6] Котликов Е Н 2015 Информационно-управляющие системы 3 51-9
- [7] Novikova Y A, Tereshchenko G V, Ryzhikov M B 2024 AIP Conference Proceedings 2969 060040

Масс-спектрометрические исследования состава газовой фазы в процессе роста SiC на Si методом согласованного замещения атомов

А. Г. Кузьмин¹, Ю. А. Титов¹, О. И. Коньков², М. Г. Воробьев³, С. В. Разумов³, С. А. Кукушкин³

¹ Институт аналитического приборостроения РАН (ИАП РАН) Санкт-Петербург, Россия ² Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН (ФТИ РАН) Санкт-Петербург, Россия ³ Институт проблем машиноведения РАН (ИПМаш РАН) Санкт-Петербург, Россия

E-mail: sergey.a.kukushkin@gmail.com

Аннотация. В работе, впервые, при помощи масс-спектрометрического анализа проведено прямое (in-situ) наблюдение эволюции химического состава газовой среды в процессе синтеза эпитаксиальных пленок карбида кремния на поверхности кремния методом согласованного замещения атомов. Было обнаружено выделение газообразного SiO, что однозначно подтверждает механизм взаимодействия CO с кремнием. В результате исследований были уточнены температурные интервалы протекания ряда химических реакций, в частности, была уточнена температура начала разложения силана.

Ключевые слова: масс-спектрометрия, карбид кремния на кремнии; метод замещения атомов; наноструктуры

В работе, впервые, при помощи масс-спектрометрического анализа проведено прямое (in-situ) наблюдение эволюции химического состава газовой среды в процессе синтеза эпитаксиальных пленок карбида кремния на поверхности кремния методом согласованного замещения атомов [1]–[3]. Масс-спектрометрические исследования газовыделения в процессе роста слоя SiC на Si проводились на квадрупольным масс-спектрометре MC7-200 с ионизацией электронным ударом и прямым вводом пробы, разработанном в институте аналитического приборостроения (ИАП) РАН [4], [5]. Масс-спектрометр имел диапазон масс 2÷200 Да и разрешающую способность 1 Да.

Согласно данным, полученным в работах [1]–[3] синтез SiC осуществляется в результате химической реакции

$$2\operatorname{Si}(cr) + \operatorname{CO}(gas) = \operatorname{SiC}(cr) + \operatorname{SiO}(gas) \uparrow.$$
(1)

Согласно теоретическим расчетам [1]–[3] реакция (1) протекает в две стадии. На первой стадии реакции молекула СО, взаимодействует с поверхностью кремниевой подложки и распадается на атом углерода и атом кислорода. Атом кислорода вступает в химическую реакцию с атомом Si, в результате которой образуется газ SiO. Газ SiO удаляется из системы, а на месте атома кремния подложки, превратившегося в газ SiO, образуется кремниевая вакансия (V_{si}). Освободившийся в результате химической реакции из молекулы СО активный (энергетически возбужденный) углерод (С) смещается в междоузельную позицию в решетке кремния. На этой стадии образуется промежуточное состояние в кремнии – «кремниевая вакансия – атом углерода — матрица кремния» (С–V_{si}). Атомы углерода на этой стадии располагаются в межузельных позициях кремниевой матрицы, образуя метастабильную упорядоченную структуру (сверхрешет-

ку) вблизи кремниевой поверхности. На втором этапе реакции атомы углерода сдвигаются в сторону вакансий и соединяются с ними. В результате образуется карбид кремния. Процесс смещения углерода по направлению к V_{Si} является термически активационным процессом, т.е. этот процесс есть ничто иное как фазовое превращение первого рода, при котором образуются зародыши новой фазы, в данном случае это зародыши SiC. Для того, чтобы такое образовании произошло, необходимо разорвать ряд химических связей с Si. При этом происходит разрыв части химических связей между подложкой Si и насыщенным диполями верхним слоем Si. В результате происходит усадка или «схопывание» верхнего слоя материала, при которой образуется SiC и усадочные поры в Si под слоем SiC. В процессе усадки происходит выброс атомов Si из SiC [6]. В результате SiC обогащается кремниевыми вакансиями. Для «залечивания» этих вакансии и в газовую смесь добавляется силан (SiH₄). Поступая на поверхность подложки, SiH₄ увеличивает общий объем кремния и, тем самым, уменьшает вероятность образования кремниевых вакансий в приповерхностных слоях кремния. Согласно результатам, обобщённым в обзорах [1]–[3], подачу SiH₄ в камеру реактора необходимо осуществлять при температуре 525-550°С. Причина, по которой была выбрана данная температура заключатся в том, что поверхность кремниевой подложки, на которой осуществляется синтез SiC для защиты от окисления покрыта гидридными группами [7]. При температуре 525–550°С гидридные группы разлагается и водород десорбируется с поверхности Si. В работах [1]-[3] было установлено, что в момент десорбции водорода на поверхность Si необходимо подавать и кремний, и водород, для ее предохранения от структурных перестроек. Для реализации этой функции был выбран газообразный SiH₄. Сам же синтез SiC происходит при температурах от 870°C до температуры 1390°С, которая лишь незначительно ниже температуры плавления кремния. Столь широкий выпор температур синтеза обусловлен необходимостью выращиванию слоев SiC с теми или иными свойствами. Подачу газа CO в зону реакции осуществляют при температуре 870°C, поскольку, согласно расчетам [1], при этой температуре начинается процесс образования SiC (1).

Отметим, что температура начала десорбции водорода и температура начала разложения силана, и температура начала синтеза SiC были в начале рассчитаны теоретически. Затем, взяв эти расчеты за основу, эти температуры побирались экспериментально, поэтому о точности этих данных можно говорить лишь с некоторой осторожностью. Это касается начала процесса протекания реакции (1), константа которой была рассчитана в работе [8].

В связи с этим целью данной работы являлось экспериментальное повреждение основных этапов протекания процесса замещения (1) при помощи прямого контроля методом массспектрометрического анализа за составом газов в процесс сиутеза SiC.

Процедура термического разложения газообразных образцов была реализована в камере реактора из кварцевого стекла объемом 10 л, в которой была установлена графитовая реакционная ячейка объемом 10 мл. Исследовались четыре типа газообразных веществ, участвующих или образующихся: оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO₂), смесь 5 % силана (SiH₄) в CO. Напуск образцов в камеру реактора производился через специальный натекатель, который поддерживал постоянный поток. Давление в камере реактора поддерживалось на уровне 2 мбар. С помощью индукционного нагревателя спирального типа мощностью 3 кВт осуществлялся постепенный нагрев газа в реакторе от комнатной температуры до 1350°С. Прямой отбор продуктов разложения производился непосредственно из графитовой реакционной ячейки через керамическую трубку длиной 100 мм с диаметром внутреннего канала 1 мм. Затем продукты поступали через специальную систему ввода непосредственно в квадрупольный массспектрометр МС7-200 с ионизацией электронным ударом и прямым вводом пробы, разработанный в ИАП РАН [4], [5]. Масс-спектрометр имел диапазон масс 2÷200 Да и разрешающую способность 0.5 Да.

В результате проведённых масс-спектрометрических исследований был подтверждён механизм протекания реакции (1), лежащей в основе синтеза эпитаксиальных слоев SiC на Si методом согласованного замещения атомов [1]–[3]. Масс-спектрометрические измерения подтвердили образования газа SiO при температурах выше 870°C (синтез SiC на Si по методу [1.2] осуществляется при температурах $870-1390^{\circ}$ С). В результате масс-спектрометрических исследований был определен температурный интервал десорбции водорода с поверхности подложки Si, покрытой гидридными группами, что позволило точно определить температуру напуска в реактор SiH₄ необходимого для защиты поверхности пластины Si от травления и изъявления и, тем самым ее сохранения до времени подачи в реакционную камеру газа CO. Экспериментально была установлена температура начала разложения SiH₄, что позволило точно определить температура начала разложения SiH₄, что позволило точно определить температуру начала его подачи силана в реакционную камеру синтеза. В работе приводятся результаты масс-спектрометрических измерений, графики зависимостей концентраций исходных веществ и продуктов реакции в газообразной фазе, в зависимости от температуры в зоне реактора и времени нагрева. В качестве примера на рис. 1 приведен график зависимости разложения силана.



Рис. 1. График зависимости концентрации (в условных единицах) силана и водорода от температуры нагрева подложки Si

Из данных, приведённых на рис. 1 видно, что разложение силана начинается при температуре 450°С, а максимум концентрации водорода достигается при 525–550°С, что полностью соответствует расчетным значениям [1]–[3].

На рис. 2 приведен график зависимости давления газообразного SiO, выделяющегося в результате реакции (1) от температуры положки.



Рис. 2. График зависимости давления газообразного SiO, выделяющегося в результате реакции (1) от температуры подложки. Запуск СО производился при температуре 870°С

Из рис. 2 следует, что при нагреве подложки до 870°С в камеру реактора вводимтся монооксид углерода. В этот же момент происходит резкий всплек даления SiO, концентрация которого со временем падает, поскольку на поврехности Si образуется слой SiC и реакция, в полном соотвествии с теорией роста SiC на Si [1]–[3] замедляется.

Таким образом, впервые был проведен масс-спектрометрический анализ процесса превращения кремния в карбид кремния. Было обнаружено выделение газообразного SiO, что однозначно подтверждает предложенный в [1], [2] механизм реакции (1). В результате исследований были уточнены температуреные интервалы протекания ряда химических реакций, в частности, была уточнена температура начала разложения силана.

Благодарности

А. Г. Кузьмин и Ю. А. Титов выполняли свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ИАП РАН. В рамках темы FFZM-2022-0009 (номер гос. регистрации 122040600002-3) государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ № 075-01157-23-00. О. И. Коньков выполнял свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Ф № 075-01157-23-00. О. И. Коньков выполнял свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ № 075-01157-23-00. О. И. Коньков выполнял свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Регистрационный номер темы: FFUG-2024-0027». Воробъев М. Г., Кукушкин С. А., Разумов С. В. выполняли свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ИПМаш РАН. Номер учредителя № FFNF-2021-0001. Регистрационный номер темы: 121112500383.

- [1] Kukushkin S A and Osipov A V 2014 J. of Phys. D: Appl. Phys 47 313001-41
- [2] Кукушкин С А, Осипов А В 2022 Конденсированные среды и межфазные границы 24 407-58
- [3] Кукушкин С А, Осипов А В 2022 Журнал общей химии 92 547-77
- [4] Кузьмин А Г Квадрупольный масс-спектрометр Патент РФ 94763
- [5] URL: http://iairas.ru/mc7_aroma.php
- [6] Кукушкин С А, Осипов А В 2017 Письма в журнал технической физики 43 81-8
- [7] Калинкин И П, Кукушкин С А, Осипов А В 2018 *Физика и техника полупроводников* **52** 656–63
- [8] Кукушкин С А, Осипов А В 2008 Физика твердого тела 50 1188-95

Наномасштабный монокристаллический карбид кремния на кремнии и его уникальные свойства

С. А. Кукушкин, А. В. Осипов

Институт проблем машиноведения РАН (ИПМаш РАН), Санкт-Петербург, Россия E-mail: sergey.a.kukushkin@gmail.com

Аннотация. Приводится обзор последних достижений в области роста эпитаксиальных пленок SiC на Si методом согласованного замещения атомов. Кратко излагаются основные положения нового метода синтеза эпитаксиальных пленок SiC на Si. Показано, что на границе раздела SiC/Si при данном методе роста возникает интерфейсный слой с нестандартными оптическими и электрофизическими свойствами. Необычные свойства вызваны схлопыванием (усадкой) материала, при котором карбид кремния, как новая фаза, отделяется от кремниевой матрицы. Кремний подвергается аномально сильному механическому сжатию. В результате подобной усадки каждая пятая химическая связь SiC полностью согласуется с каждой четвертой связью Si, остальные связи деформируются. Показано, что давления сжатия, возникающие тонком приграничном слое толщиной порядка нескольких нанометров, могут достигать величин порядка 100-150 GPa. Давления подобной величины приводят к образованию особых, ранее неизвестных, свойств границы раздела SiC(111)/Si(111). В результате усадки в пленках SiC, синтезированных данным методом, является образование в нем избыточной концентрации кремниевых вакансий, в то время как в SiC, выращиваемом по стандартным методикам, присутствуют в основном вакансии углерода. Обнаружено, что благодаря присутствию углеродно-вакансионных структур в SiC, при комнатной температуре в слабых магнитных полях возникает гистерезис статической магнитной восприимчивости. Впервые обнаружено электролюминесцентное излучение в среднем и дальнем ИК-диапазоне излучающееся из наноструктур SiC на Si. Приводятся данные о росте гетероструктур нитрида алюминия и галлия на подложках SiC/Si.

Ключевые слова: карбид кремния на кремнии; метод замещения атомов; нитрид алюминия; нитрид галлия; терагерцовое излучение; наноструктура

В работе излагаются основные принципы нового метода роста эпитаксиальных пленок SiC на Si, основанного на согласованном замещении части атомов кремния в кристаллической решетке Si на атомы углерода [1]-[4]. Существующие способы получения пленок SiC на Si приводят к образованию трещин и дислокаций, а также к искривлению подложки ввиду высоких механических напряжений. Разработанный метод заключается в замене части атомов Si на C прямо внутри матрицы кремния, а не при помощи нанесения атомов на поверхность подложки, что существенно отличает его от классических схем роста тонких плёнок. По сути дела, впервые в мировой практике реализован метод согласованной замены атомов одного сорта другими прямо внутри исходного кристалла без разрушения его кристаллической структуры. Метод основан на открытии нового механизма релаксации упругих механических напряжений при росте эпитаксиальных пленок за счет предварительного внедрения в решетку подложки ансамбля нанообъектов — дилатационных диполей — устойчивых комплексов, состоящих из притягивающихся центров дилатации — атома углерода в межузельной позиции кремния и кремниевой вакансии. По сути дела, впервые в мировой практике реализован метод согласованной замены атомов одного сорта другими прямо внутри исходного кристалла без разрушения его кристаллической структуры. Метод напоминает "генетический синтез" белковых структур в биологии. Метод позволяет решить одну из основных проблем гетероэпитаксии, а именно, осуществить

синтез низкодефектных, ненапряженных эпитаксиальных пленок при большом различии между параметрами решетки пленки и подложки [1]-[4]. Качество структуры слоев, полученных данным методом, значительно превосходит качество пленок карбида кремния, выращенных на кремниевых подложках ведущими мировыми компаниями. Открытие данного метода позволяет прямо на кремниевой подложке синтезировать широкий спектр широкозонных материалов, что открывает беспрецедентные условия для создания нового типа приборов [5]. Приведено сравнение нового метода роста с классическими методами роста тонких пленок. Изложен термодинамический и кинетический анализ процесса замещения атомов в твердой фазе [1]-[6]. На примере химического взаимодействия газообразного моноксида углерода (СО) с монокристаллической матрицей кремния (Si) вскрыт механизм протекания широкого класса гетерогенных химических реакций между газовой фазой и твердым телом и построена теория фазовых переходов первого рода в системах, где прямое образование зародышей новой фазы по каким-либо причинам затруднено, например, из-за огромной упругой энергии [1]-[3]. Показано, что в этом случае фазовый переход осуществляется через определенное промежуточное состояние, сильно облегчающее образование зародышей новой фазы. Для фазового перехода кремний – карбид кремния (SiC) таким промежуточным состоянием является «пред-карбидное» состояние кремния, насыщенное дилатационными диполями, т.е. парами атом углерода – кремниевая вакансия, сильно притягивающимися друг к другу [1]-[3]. Теоретически описан новый вид фазовых переходов, при которых одна из фаз стимулирует появление другой фазы. В данном, конкретном случае, образование зародыша SiC стимулирует зарождение усадочных пор [1]. Зарождение усадочных пор связано с изменением плотности первоначальной твердой фазы кремния в процессе химической обработки газом СО и последующим ее химическим превращением в карбид кремния. Вычислена работа образования и все основные термодинамические и кинетические характеристики двухфазных фазовых переходов с учетом протекающих химических реакций. Вычислена критическая толщина слоя кремния с дилатационными диполями, начиная с которой происходит процесс необратимого превращения слоя кремния в слой карбида кремния. Получено уравнение, описывающее одновременную нуклеацию двух связанных фаз. Это уравнение существенно обобщает известное уравнение Зельдовича в кинетике фазовых переходов первого рода [1]. Оно может быть использована для объяснения и описания широкого круга задач, связанных с взаимодействием химически активных сред с поверхностью твердых тел, в которых одновременно с химическим превращениями происходят фазовые переходы с изменением агрегатного состояния. Показано, что ключевую роль при таких фазовых превращениях играет промежуточное состояние, которое реализуется на одной из сталий химического взаимодействия. В случае превращения кремния в карбид кремния таким промежуточным, метастабильным состоянием является кремний, насыщенный дилатационными диполями. Проведены эксперименты, в которых напрямую (in site) наблюдались процессы фазовых превращений, образования пор и процессы их "залечивания".

Показано, что на границе раздела SiC/Si при данном методе роста возникает интерфейсный слой с нестандартными оптическими и электрофизическими свойствами [3], [6]. На рис. 1 приведено изображение торцевого скола слоя SiC/Si (рис. 1a) и его границы раздела в увеличенном масштабе (рис. 1b). На этом же рисунке (рис. 1c) приведена плотность электронных состояний границы раздела SiC-Si. Вид зонной структуры определялся как на основании экспериментальных, так и расчетных данных. Как видно из рис. 1с, зонная структура границы раздела SiC-Si соответствует полуметаллу.

Необычные свойства вызваны схлопыванием (усадкой) материала, при котором карбид кремния, как новая фаза, отделяется от кремниевой матрицы. Кремний подвергается аномально сильному механическому сжатию. В результате подобной усадки каждая пятая химическая связь SiC полностью согласуется с каждой четвертой связью Si, остальные связи деформируются. Показано, что давления сжатия, возникающие тонком приграничном слое толщиной порядка нескольких нанометров, могут достигать величин порядка 200–250 GPa. Давления подобной величины приводят к образованию особых, ранее неизвестных, свойств границы раздела SiC(111)/Si(111).



Рис. 1. Граница раздела SiC/Si и ее зонная структура: (а) – микрофотография торцевого скола слоя SiC/Si, полученная при помощи сканирующего электронного микроскопа; (b) – микрофотография границы раздела SiC-Si, полученная при помощи высокоразрешающей туннельной микроскопии; (c) – плотность электронных состояний границы раздела SiC-Si

Необычные свойства вызваны схлопыванием (усадкой) материала, при котором карбид кремния, как новая фаза, отделяется от кремниевой матрицы. Кремний подвергается аномально сильному механическому сжатию. В результате подобной усадки каждая пятая химическая связь SiC полностью согласуется с каждой четвертой связью Si, остальные связи деформируются. Показано, что давления сжатия, возникающие тонком приграничном слое толщиной порядка нескольких нанометров, могут достигать величин порядка 200–250 GPa. Давления подобной величины приводят к образованию особых, ранее неизвестных, свойств границы раздела SiC(111)/Si(111).

Основным отличительным свойством пленок SiC, синтезированных данным методом, является образование в нем избыточной концентрации кремниевых вакансий, в то время как в SiC, выращиваемом по стандартным методикам, присутствуют в основном вакансии углерода. Взаимодействие углеродных атомов и кремниевых вакансий приводит к образованию слоях SiC, упорядоченных ансамблей углеродно-вакансионных структур [2]–[4], [6]. Подобные структуры образуются как вследствие химической реакции замещения, так и вследствие усадки кристаллической ячейки Si при ее превращении в кристаллическую ячейку SiC. Присутствие углеродно-вакансионных структур в SiC приводит к образованию в нем целого ряда новых уникальных оптических, электрических и магнитных свойств. Приводится описание обнаруженного явления фазового перехода носителей заряда в когерентное состояние с одновременным возникновением гигантского значения диамагнетизма порядка ($1/4\pi$), в слабых магнитных полях, что связывается с возникновением сверхпроводящего состояния [7], [8].

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ИПМаш РАН. Номер учредителя № FFNF-2021-0001. Регистрационный номер темы: 121112500383-9.

- [1] Kukushkin S A and Osipov A V 2014 J. of Phys. D: Appl. Phys. 47 313001-41
- [2] Кукушкин С А, Осипов А В 2022 Конденсированные среды и межфазные границы 24 407–58
- [3] Кукушкин С А, Осипов А В 2022 Журнал общей химии 92 547-77
- [4] Grashchenko A S, Kukushkin S A, Osipov A V et al. 2022 Catal. Today 397–399 375–8
- [5] Kukushkin S A, Markov L K, Pavlyuchenko A S et al. Coatings 2023 13 1142–17
- [6] Баграев Н Т, Кукушкин С А, Осипов А В и др. 2021 Физика и техника полупроводников **55** 103–11
- [7] Баграев Н Т, Кукушкин С А, Осипов А В и др. 2022 *Физика и техника полупроводников* **56** 715–8

Разработка методики контроля толщины ультратонких плёнок методом спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса в процессе вакуумного напыления

С. А. Лобастов, А. В. Анисимов, И. Ш. Хасанов

Научно-технологический центр уникального приборостроения, Москва, РФ

E-mail: khasanov@ntcup.ru

Аннотация. В работе представлена разработка новой методики контроля толщины ультратонких плёнок в процессе вакуумного напыления с использованием спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса (ППР). Основное внимание уделено преимуществам метода ППР, который позволяет измерять оптические характеристики тонких слоёв с высокой точностью и чувствительностью. Приведены результаты численных и экспериментальных исследований, демонстрирующие высокую точность и чувствительность предлагаемой методики, а также её способность осуществлять непрерывный контроль параметров плёнок в реальном времени. Также рассмотрена возможность использования метода ППР для дополнения оптического контроля в напылительных установках. Полученные результаты показывают, что точность измерений оптической толщины для пленок толщиной до 50 нм для метода ППР на порядок превосходят стандартный спектрофотометрический контроль.

Ключевые слова: поверхностный плазмонный резонанс; ультратонкие пленки; оптический контроль; спектроскопия; нанотехнологии; вакуумные измерения

1. Введение

Тонкоплёночные оптические покрытия широко используются в различных областях науки и техники, таких как оптоэлектроника, нанотехнологии и фотоника. Ключевым параметром, определяющим свойства этих покрытий, является их толщина. Точное измерение толщины особенно важно для многослойных структур, где малейшие отклонения могут существенно изменить оптические свойства всей структуры [1]. Однако существующие методы измерения имеют ряд ограничений и недостатков. Например, методы, использующие рентгеновское излучение, применимы только для кристаллических плёнок высокого качества с известной ориентацией толщиной не более 60 нм [2]. Кроме того, сложность оборудования и требования к обеспечению безопасности затрудняют использование этих методов в вакуумных установках для контроля толщины плёнок во время их роста. Современные задачи требуют методов, обеспечивающих получение данных в режиме реального времени. Контроль во время напыления имеет ряд ключевых преимуществ: он позволяет оперативно корректировать параметры процесса, снижая количество брака и затраты на материалы; повышает производительность за счёт сокращения времени на отбраковку; обеспечивает более предсказуемые параметры плёнки даже при нестабильном технологическом процессе; предотвращает риск контаминации при извлечении плёнки из вакуумной установки, обеспечивая её высокое качество и чистоту. В частности, одним из наиболее популярных методов контроля во время напыления является радиочастотный метод, основанный на регистрации изменений частоты колебаний кварцевого кристалла в процессе осаждения плёнки. Сдвиг частоты колебаний кварцевого резонатора пропорционален изменению его массы, что позволяет определять толщину плёнки по изменению частоты при известной плотности и площади плёнки. Тем не менее, данный метод обладает низкой чувствительностью при нанесении материалов из кварца, а также чувствителен к нестабильной температуре в вакуумной камере, что приводит к непредсказуемому сдвигу частоты [3]. Современные вакуумные установки как правило оснащены оптическим контролем с помощью спектрофотометра, который, хотя и не обеспечивает высокой точности для ультратонких плёнок из-за низкой чувствительности метода, является надёжным методом неразрушающего контроля в режиме реального времени [4]. Для измерения ультратонких плёнок было предложено усовершенствовать данный метод, дополнив спектральные измерения эллипсометрией, что позволяет повысить чувствительность до 2.5 нм [5]. Однако эллипсометр не позволяет проводить измерения внутри вакуумной установки в режиме реального времени. Ранее было предложено использовать оптический контроль методом поверхностного плазмонного резонанса в режиме углового сканирования [6], чтобы повысить чувствительность измерений для тонких плёнок. В данном докладе представлена новая методика контроля оптической толщины тонких и ультратонких плёнок методом спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса (ППР) непосредственно в процессе вакуумного напыления, для чего вакуумная установка дополняется измерительным блоком, используя спектрофотометр для измерений совместно с существующим оптическим контролем.

2. Методика спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса

Поверхностный плазмонный резонанс (ППР) является одним из наиболее чувствительных методов для оптической характеризации тонких плёнок, толщина которых значительно меньше длины волны. Метод основывается на возбуждении поверхностных плазмон-поляритонов (ППП), которые представляют собой частный случай поверхностных электромагнитных волн (ПЭВ), распространяющихся вдоль границы раздела «металл-диэлектрик». Интенсивность поля ПЭВ экспоненциально возрастает при приближении к границе раздела «металл-диэлектрик», что обуславливает высокую чувствительность метода к слоям вещества, прилегающим к поверхности возбуждения ПЭВ. Глубина проникновения поля ПЭВ нелинейно зависит от длины волны, что позволяет извлекать дополнительную полезную информацию из резонансных кривых, измеренных на разных длинах волн, и даёт возможность использовать спектроскопию ППР для определения зависимости оптических констант от глубины тонкого слоя [7]. Несмотря на хорошо известную эффективность ППР в различных приложениях, его использование в процессе вакуумного напыления для измерения оптических толщин ультратонких покрытий ранее не рассматривалось, поскольку большинство исследований было сосредоточено на разработке сенсорных устройств для биомедицинских применений.

Самой распространённой схемой возбуждения ППП является призменный ввод в геометрии Кречмана-Райтера [8]. В данной конфигурации световой пучок направляется через призму с высоким показателем преломления на тонкий (~50 нм) металлический слой, нанесённый на её поверхность. При определённом угле падения, соответствующем резонансному условию, происходит возбуждение поверхностных плазмон-поляритонов на границе «металл-диэлектрик». Это сопровождается резким уменьшением отражённого света, что наблюдается как минимум на кривой зависимости интенсивности отражённого света от угла падения или длины волны.

Применение данной схемы в условиях вакуумного напыления требует специальной модификации напылительной установки для обеспечения непрерывного контроля параметров плёнки в реальном времени, как указано на рис. 1.

Измерительный блок оптического контроля толщины (рис. 2) методом спектроскопии ППР состоит из призмы (П) прямого угла, на гипотенузу которой напыляется исследуемый материал (в случае измерения диэлектрической плёнки на гипотенузу призмы предварительно наносится тонкая плёнка металла), двух объективов — подающего (О-1) и принимающего (О-2), расположенных на станине под прямым углом и площадки для размещения призмы (П). На объектив О-1 установлен поляризатор.

3. Оценка погрешности метода спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса

Для оценки погрешности метода были проведены численные эксперименты согласно методу Монте-Карло [9]. В ходе этих экспериментов к смоделированной резонансной кривой для заданной многослойной структуры, приближенной к реальным экспериментальным условиям, добавлялся фоновый шум. Затем проводилось измерение оптической толщины с использованием алгоритма на основе метода оптимизации [10] (рис. 3). Результаты моделирования показали, что в оптическом диапазоне ожидаемая погрешность метода ППР ниже, чем у спектрофотометрии, до 19 раз для плёнок толщиной до 50 нм, а точность определения оптической толщины выше до 68 раз.



Рис. 1. Схема измерительного блока спектроскопии ППР в вакуумной камере (**BK**) напылительной установки, оснащенной электронно-лучевой пушкой (ЭЛП), состоит из ввода излучения (**O**-1), объектива приёмника излучения (**O**-2), призмы с тонкой плёнкой (**П**), кварцевого резонатора (**КР**), измерителя толщины (**ИТК**) Inficon IC6000, оптических вводов **OB1** и **OB2** с фокусирующими линзами для излучения галогеновой лампы (**ИС**), плоскопараллельного измерительного образца (свидетеля, **2**) и спектрофотометра фирмы Авеста (**СФ**). Данные со спектрофотометра поступают в компьютер (**ПК**).



Puc. 2. Макет измерительного блока для спектроскопии ППР

Рис. 3. Пример спектральной резонансной кривой ППР для структуры: призма из стекла n = 1.51, слой золота толщиной 50 нм, слой кварца: 1 -смоделированный профиль коэффициента отражения без шума; 2 -профиль с добавлением шума 5 %; 3 -коэффициент отражения с восстановленным значением оптической толщины исследуемого слоя

4. Заключение

В работе была разработана и экспериментально проверена методика контроля толщины ультратонких пленок методом спектроскопии поверхностного плазмонного резонанса (ППР) в про-

цессе вакуумного напыления. Представленная методика показала высокую чувствительность и точность, превосходящую стандартный спектрофотометрический контроль. Результаты численного моделирования и экспериментальные данные доказывают перспективность данного метода для использования в современных вакуумных технологиях. Дополнение разработанным измерительным блоком существующих систем оптического контроля, применяющихся в напылительных установках, обеспечит повышение качества и предсказуемости характеристик тонкопленочных оптических покрытий.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках Государственного задания FFNS-2022-0009. Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования Научно-технологического центра уникального приборостроения РАН (НТЦ УП РАН).

- [1] Amotchkina T Trubetskov M, Pervak V 2017 Opt. Express 25 12675-88
- [2] Baker J L et al. 2010 *Langmuir* **26** 9146–51
- [3] Magni M, Scaccabarozzi D, Saggin B 2022 Sensors 23 24
- [4] Konstantinov I, Babeva T, Kitova S 1998 Appl. Opt. 37 4260
- [5] Zhu Z et al. 2020 Rigorous vase data fitting for ultrathin films *Optical Microlithography XXXIII* ed Owa S, Phillips M C (San Jose, United States: SPIE) 16
- [6] Komlev A E, Dyukin R V, Shutova E S 2017 J. Phys.: Conf. Ser. 872 012042
- [7] Khasanov I Sh, Lobastov S A, Anisimov A V 2022 2022 International Conference on Information, Control, and Communication Technologies (ICCT) 1–3
- [8] Климов В В 2010 Наноплазмоника (Москва: Физматлит) 480
- [9] Анисимов А В, Лобастов С А, Хасанов И Ш 2023 Ученые записки физического факультета Московского университета 6 2360401
- [10] Harris P M, Cox M G 2014 Metrologia 51 S176

Получение порошков тройной системы ZrO₂ - CaO - Al₂O₃ методом индукционного переплава в «холодном» тигле

А. Л. Митрофанов, А. А. Лозован, С. Я. Бецофен

ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», Москва, Россия 125993

E-mail: and rewmitrq@gmail.ru

Аннотация. Получены порошки тройной системы ZrO₂-Al₂O₃-CaO методом индукционного переплава в «холодном» тигле, в которых наблюдается многофазный состав. Проведено сравнение с ранее полученными сплавами, которое позволяет сделать предположение, что в полученной тройной системе в реакции изначально участвуют CaO и Al₂O₃ из-за чего образовались различные соединения на их основе.

Ключевые слова: диоксид циркония; установка Кристалл-401; метод индукционного переплава в «холодном» тигле

Введение

Актуальной задачей остается разработка жаростойкого покрытия, способного работать при термоциклическом нагружении от 1400 до 1500 °C. Особенностью подобных покрытии является многослойная структура, обеспечивающая градиентный переход с учётом термических коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) от материала к теплозащитному слою. Теплозащитным слоем, как правило, является диоксид циркония (ZrO₂), стабилизированный оксидами редкоземельных или щелочных металлов. Наиболее широкое распространение получили стабилизаторы MgO, CaO, Y_2O_3 , Yb_2O_3 и др. Для повышения термоциклических характеристик необходимо решить задачу из нескольких этапов, а именно разработать состав теплозащитного слоя с ТКЛР близкими к основному материалу, а также с обеспечением окислительной стойкости.

Оксид алюминия (Al₂O₃) многие годы применяется в качестве керамики или огнеупорного материала. В жаростойких покрытиях его применение обусловлено плотной структурой, блокирующей диффузию кислорода в основной материал вплоть до температуры 1400 °C. При повышении рабочей температуры до 1500 °C у Al₂O₃ проявляется эффект ползучести, что ограничивает его применение в качестве жаростойкого покрытия. Для повышения рабочих температур и термоциклических характеристик целесообразно использовать гибридный состав со стабилизированным ZrO_2 . Одними из параметров, влияющих на термоциклические свойства, является наличие термостабильных фаз и отсутствие фазовых переходов при температуре с изменением объема.

Проведен анализ технологий получения порошков оксидов, применительно для жаростойких покрытий, и выбран метод индукционного переплава в «холодном» тигле (ИПХТ) с последующим дроблением и размолом [1]. Данный метод является достаточно перспективным в получении различных порошков не только двойных, но и тройных оксидных систем [2].

Ранее в работах [3], [4] проводили эксперименты по получению сплава, стабилизированного ZrO₂ с Al₂O₃. Исследования полученных покрытий показали равномерное распределение элементов и наличие многофазного состава с содержанием промежуточных фаз, которые при плазменном напылении изменяются и могут привести к расслоению в условиях термоциклирования.

Для решения подобной задачи необходимо подобрать соотношение компонентов ZrO₂, CaO и Al₂O₃, которое после сплавления и последующего плазменного напыления обеспечит образование стабильных соединений.

В данной работе проведен эксперимент по получению порошков с определением фазового состава и анализом в сравнении с ранее полученными сплавами.

Экспериментальная часть

Для синтеза тройной системы ZrO₂-Al₂O₃-CaO методом ИПХТ выбрано соотношение 20-70-10 вес. % оксидов соответственно. Предварительно подготовленная исходная шихта расплавляется и путем перемещения тигля относительно индуктора понижается температура в нижней точке расплава, начиная его кристаллизацию. Полученный слиток подвергается дроблению и размолу, очистке от металлических примесей при измельчении и отсеву необходимой фракции.

Текучесть полученных порошков определяли с помощью воронки «Холла» по ГОСТ 20899.

Качественный анализ фазового состава нанесённых покрытий проводили на рентгеновском дифрактометре Empyrean ("PANalytical B.V.", Нидерланды). Идентификацию фаз проводили с помощью специализированной компьютерной программы HighScore Plus для фазового анализа со встроенной базой справочных стандартов PAN-ICSD (inorganic Crystal Structure Database).

Результаты и обсуждения

Слиток стабилизированного диоксида циркония, полученный методом ИПХТ, измельчили до фракции 40-63 мкм.

Текучесть полученных порошков составила ~ 60 секунд, что удовлетворяет предъявленным требованиям.

Согласно результатам исследования фазового состава количество фаз в полученном образце 3 достигает шести (табл. 1). Это связано с тем, что содержания в системе CaO было недостаточно для полного перехода Al₂O₃ в CaAl₁₂O₁₉ [5] и максимальной стабилизации ZrO₂.

	V	I <i>(</i>	Содержание, %			
Соединение	формула	система	Образец 1 ^а [3]	Образец 2 ⁶ [4]	Образец Зв	
Бадделеит	ZrO_2	Monoclinic (P 1 21/c 1)	12	67	30	
Диоксид циркония	ZrO_2	Tetragonal (P 42/n m c)	-	11	4	
Аркелит	ZrO _{2.12}	Cubic (F m -3 m)	< 1	9	5	
Корунд (а-Al ₂ O ₃)	Al_2O_3	Hexagonal (R -3 c)	80	-	31	
Гроссит	CaAl ₄ O ₇	Monoclinic (C 1 2/c 1)	< 1	-	21	
Хибонит	CaAl ₁₂ O ₁₉	Hexagonal (P 63/m m c)	6	13	9	
Гидроксид алюминия	$H_{3.58}Al_{22}O_{34.79}$	Hexagonal (P 63/m m c)	1	-	-	

Табл. 1. Результат индентификации полученных порошков на рентгеновском дифрактометре Empyrean

^а Образец 1 – ZrO₂(CaO)-Al₂O₃ (30-70 вес. %) [3]

^б Образец 2 – ZrO₂(CaO)-Al₂O₃ (80-20 вес. %) [4]

^в Образец 3 – ZrO₂-Al₂O₃-CaO (20-70-10 вес. %)

Также из полученных результатов можно предположить, что CaO в первую очередь начинает вступать в реакцию с Al_2O_3 , из-за чего образуются различные соединения на их основе, а фазовое содержание ZrO_2 преобладает в моноклинной фазе.

Согласно предыдущим экспериментам, где одним из исходных материалов является ZrO_2 стабилизированный CaO наблюдалась такая же реакция. При получении данных образцов методом ИПХТ содержащийся в ZrO_2 как стабилизатор CaO вышел из кристаллической решетки и начал вступать в реакцию с Al_2O_3 из-за чего и образовались различные соединения на их основе.

В образце 2 наблюдается только 4 фазы. В данном образце весь Al_2O_3 прореагировал с CaO и перешел в стабильную фазу Ca $Al_{12}O_{19}$, которая при напылении уже не должна претерпевать изменений в отличии от других образцов, где имеется соединение Ca Al_4O_7 .

Взаимодействие CaO и Al_2O_3 образовало кальциевый двухалюминат CaAl₄O₇ = CaO·2Al₂O₃ (CA₂), который является гидравлически инертным соединением и переходной фазой в образовании β- Al_2O_3 , а именно CaAl₁₂O₁₉ = CaO·6Al₂O₃ (CA₆) [6].

Данные соединения гексаалюминатного состава используются как синтетические огнеупорные заполнители. Синтетический заполнитель известен как бонит (CA₆) и обладает рядом уникальных свойств, таких как высокая огнеупорность, низкая растворимость в железосодержащем шлаке, повышенная стабильность в восстановительной атмосфере, высокая химическая устойчивость в щелочной среде, низкая смачиваемость расплавами как в черных, так и цветных металлов. Такое сочетание свойств делает гексаалюминат кальция очень перспективным для испольования в качестве сырьевого материала в технологии огнеупоров для черной металлургии, цементной и алюминиевой промышленности.

Состав Сс	Содержание, %		Фазовый состав	Кристаллическая	Orway manual of
	CaO	Al_2O_3	(коэффициент светопреломления)	решетка	Огнеупорность, с
CA ₆	9,90	90,16	β-Al ₂ O ₃ (N=1,75), (Al ₂ O ₃ и CA ₂ – примеси)	Гексагональная Р 63/mmc	> 2000
CA_2	22,09	77,93	CA ₂ (N= 1,617)	Моноклинная С 2/с	1780

Табл. 2. Химический и фазовый составы соединений системы CaO-Al₂O₃ [7]

В дальнейших работах планируется из полученных систем получить образцы с жаростойким покрытием методом атмосферного плазменного напыления, провести исследование фазового состава после напыления и провести испытания как при термоциклировании, так и выдержке при температуре с целью оценки влияния фаз на жаростойкие свойства.

Заключение

Методом ИПХТ получены порошки фракцией 40–63 мкм и состава: 70 вес. % Al_2O_3 , 20 вес. % ZrO_2 и 10 вес. % CaO. Проведена оценка текучести полученных порошков. Результаты фазового состава позволяют сделать предположение, что в полученной тройной системе в реакции изначально участвуют CaO и Al_2O_3 из-за чего образовались различные соединения на их основе, а фазовое содержание ZrO_2 преобладает в моноклинной фазе. Для определения механизмов фазовых переходов в выбранной системе планируется провести серию экспериментов с различным соотношением компонентов и различными стабилизаторами.

- [1] Шамов А П, Иофис Н А, Осико В В и др. 1986 *Научно-технический прогресс: проблемы* ускорения **6** 31–6
- [2] Федоров П П, Яроцкая Е Г 2021 Конденсированные среды и межфазные границы 23 169–87
- [3] Митрофанов А Л, Лозован А А, Иванов Н А и др. 2022 Вакуумная техника и технологии **29** 236–9
- [4] Митрофанов А Л, Лозован А А, Самохин Д Б 2023 Быстрозакаленные материалы и покрытия **20** 48–52
- [5] Перепелицын В А 2000 Вестник УГТУ **1** 84
- [6] Paglia G 2004 *PhD Thesis* (Curtin University of Technology)
- [7] Соколов А Н, Ашимов У Б, Болотов А В и др. 1988 Плавленые огнеупорные оксиды (Металлургия) 232

Анализ свойств алмазоподобных углеродных покрытий, полученных методом импульсного магнетронного распыления

Мьо Ти Ха, Лю Хаоцэ, Ли Чунцун, Л. Л. Колесник

Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: kolesnik@bmstu.ru

Аннотация. Проанализированы образования аморфных алмазоподобных углеродных покрытий и условие содержание sp^3 -гибридной фракции углерода в алмазоподобных углеродных пленках (DLC) методом ионно-плазменного распыления графитовой мишени. Приведены сравнения с результатами покрытий полученных образов с помощью магнетронного распыления постоянной мощности при импульсном режиме с различными режимами в вакуумной камере. Методами сканирующей туннельной микроскопии и спектроскопии изучено строение полученных покрытий. Установлена зависимость характеристик углеродных покрытий от основных параметров, определяющих режимы осаждения.

Ключевые слова: алмазоподобные углеродные покрытия; импульсное магнетронное распыление (HiPIMS); sp², sp³ гибридизация; высокий и сверхвысокий вакуум; напряжение разрядное; графит

1. Введение

В настоящее время алмазоподобные углеродные покрытия (DLC) имеют огромный потенциал промышленного применения в качестве защитных покрытий в таких областях, как оптические окна, жесткие магнитные диски, автомобильные детали, биомедицинские покрытия и микроэлектромеханические устройства для повышения прочности материалов и улучшения антикоррозионных свойств [1]. Важной характеристикой DLC покрытий является соотношение содержания в них доли sp^3 (алмазной) и sp^2 (графитовой) связей углерода. Чем выше доля sp^3 , тем лучше качество покрытий DLC. Характеристики получаемой углеродной плазмы, и соответственно свойства аморфных углеродных покрытий зависят от метода и технологических параметров процесса [2].

В данной работе рассмотрено нанесение алмазоподобных углеродосодержащих покрытий методом высокоимпульсного магнетронного распыления с целю увеличения доли sp³ связей углерода в пленках путем управления параметрами в применяемых режимах.

Гидрогенизированные углеродные (а–C:H) пленки были изготовлены с использованием различных методов химического осаждения из паровой фазы (CVD) [3-4]. Гидрогенизированные углеродные (а–C:H) покрытия могут иметь высокую твердость, химическую инертность, низкий коэффициент трения в вакууме и некоторых атмосферах [5, 6] и хорошие адгезионные свойства. С другой стороны, негидрогенизированные (без водорода) углеродные пленки были получены методами физического осаждения из паровой фазы (PVD). Негидрогенизированные углеродные пленки с большим количеством доли sp^3 связей углерода могут иметь очень высокую твердость и хорошие характеристики износостойкости.

Алмазные и алмазоподобные углеродные пленки обладают повышенной химической инертностью, твердостью и износостойкостью. В зависимости от состава DLC могут обладать как высокой твердостью и являются диэлектриками, так и иметь низкий коэффициент трения в сочетании с проводимостью. Степенью гибридизации углерода в пленках можно управлять, меняя условия осаждения [6-7].

Модель субплантации предсказывает, что образование sp^3 связей углерода в DLC-пленках достигается за счет субплантации энергичных ионов углерода в подповерхностную часть растущей пленки, но низкоэнергетические ионы углерода могут усиливать аморфные sp^2 связи углерода на поверхности [7,8]. Содержание sp^3 фаз и, следовательно, плотность стандартным образом зависят от энергии ионов. Максимальное содержание sp^3 достигается при энергии иона 100 эВ [9]. Меньшая энергия ионов приводит к тому, что большая часть не вытесняется, а прилипает к другой поверхности в виде sp^2 . Более высокая энергия ионов также приводит к более низкому содержанию sp^3 . Это происходит потому, что избыточная энергия ионов обеспечивает атомную релаксацию вокруг имплантированного атома и возврат некоторых участков sp^3 в основное состояние sp^2 . Точная природа этого процесса до конца не изучена. Он включает в себя тепловой всплеск, который приводит к диффузии избыточных атомов С на поверхность. Однако моделирование молекулярной динамики показывает, что реальный процесс является более сложным, чем это простое непрерывное описание [10].



Рис. 1. Схематическое изменение фракционного алмазоподобного характера (а) а-С и (б) а-С:Н в зависимости от энергии ионов осаждения

Материал	Доля sp ³ (%)	Содержание водорода (%)	Твердость (ГПа)	Плотность
Алмаз	100	0	100	3,515
Графит	0	0	-	2,267
стеклоуглерод С	0	0	3	
ta-C	80-88	0	80	3,1
а-С:Н твердрый	40	30-40	10-20	1,6-2,2
а-С:Н мягкий	60	40-50	<10	1,2-1,6
ta-C:H	70	30	50	2,4
полиэтилен	100	67	0,01	

Табл. 1. Характеристики DLC-пленок и других углеродных материалов [7]

2. Методы исследования

Для проведения экспериментальных исследований и технологических процессов была использована лабораторная установка, в комплект которой входят магнетронная распылительная система и источник питания, позволяющий подавать высокоэнергетические импульсы на катод (HiPIMPS). Мишень выполнена из графита. В качестве подложек использовались пластины монокристаллического кремния. Покрытия синтезированы путем распыления мишени графита ионами Ar+.

Напряжение на катоде варьировалось от 800 до 1000 Вольт. Камеру вакуумировали до давления 10⁻² мбар. Ионная очистка позволяет удалить загрязняющие вещества и оксиды, находящиеся на поверхности образца.

Использованы различные условия источника питания и давления во время процесса нанесения для изучения того, как технологические режимы влияют на нанесение упрочняющих тон-копленочных углеродных покрытий на образцы.

Импульсные режимы нанесения алмазоподобных углеродных покрытий методом магнетронной распылительной системой приведены в (табл. 2).

Но- мер	Подача газа (Q, sccm)	Ммощность (Р, Вт)	Давление в камере (Р, мбар)	Напряжение (U, B)	Ток (I, мА)	Время осаждения (t, мин)
1	20	1000	$4,0 \times 10^{-2}$	От 975 до 975	От 510 до 490	30
2	20	1000	6,3×10 ⁻²	От 892 до 902	От1130 до 1120	30
3	20	1000	$4,7 \times 10^{-2}$	От 966 до 953	От 680 до 520	30

Табл. 2. Режимы осаждения углеродной пленки при стабилизации мощности

Проведены комплексные эксперименты по исследованию нанесения аморфной углеродной пленки на образцы монокристаллического кремния на этих режимах.

В рамках работ по нанесению DLC покрытий в импульсном напылении для получения тетраздрического аморфного углеродного покрытия (ta-C), на начальном этапе, одной из задач являлся выбор оптимального технического режима используемых параметров для реализации процесса магнетронного нанесения пленки на образах подложки. Таким образом, для выбора оптимального режима по нанесению алмазоподобных углеродных покрытий требовалось исследование с различными высокочастотами (F) и коэффициентами заполнения (D). Были рассмотрены разные частоты и коэффициенты заполнения в импульсном режиме магнетронной распылительной системы [(1). F=50 кГц D=25%, (2). F=50 кГц D=70% и (3) F=100 кГц D=25%]. Результаты исследования по режимам представлены на (рис. 2, 3, 4).



Рис. 2. Электронные микрофотография (SEM) пленок углерода на подложке из монокристаллического кремния, полученные при режиме F=50 кГц D=25% (а) (б) (в) (г) и спектральные характеристики покрытий (д)



Рис. 3. Электронные микрофотография (SEM) пленок углерода на подложке из монокристаллического кремния полученные при режиме F=50 кГц D=70% (а) (б) (в) (г) и спектральные характеристики покрытий (д)



Рис. 4. Электронные микрофотография (SEM) пленок углерода на подложке из монокристаллического кремния полученные при режиме F=100 кГц D=25% (а) (б) (в) (г) и спектральные характеристики покрытий (д)

3. Результаты и их обсуждение

Толщина пленки была измерена на сканирующем электронном микроскопе SEM. Время нанесения составляло 1800 с для каждого из образцов. Полученные пленки были однородными, гладкими и обладали хорошей адгезией к образам монокристаллического кремния (рис. 4).

При частоте 100 кГц и коэффициенте заполнения 25% получены пленки с высокой равномерностью и однородной структурой.

Следует отметить, что варьирование частоты и коэффициента заполнения влияет на степени гибридизации углерода в DLC. Это связано с увеличением концентрации ионов и радикалов в плазме по мере роста рабочего давления и расхода аргона.

4. Заключение и выводы

Нанесение наноструктурированных тонкопленочных углеродных покрытий методом импульсного магнетронного распыления графитовой мишени (рис.2,3,4) обеспечивает образование DLC пленок со высокой концентрации доли sp^3 фазы. Покрытия имеют достаточно равномерную поверхность, количество дефектов незначительно. Найдено, что углерод в полученных покрытиях представляет собой неупорядоченную смесь областей с тетраэдрической (sp^3) и гексагональной (sp^2) координацией углеродных атомов.

Наиболее актуальной задачей в области упрочняющих углеродных покрытий на сегодняшний день является получение тетраэдрического аморфного углерода (ta-C), содержащего значительную долю sp^3 связей, что должно обеспечить очень высокие показатели твердости – до 60 – 80 Гпа [11].

HiPIMS имеет преимущества над другими методами, обладая достаточной энергией осаждаемых частиц для образования высокой концентрации sp³-фазы и технологичностью.

Согласно литературным данным содержание sp^3 легированных пленок, увеличивается с напряжением смещения, приложенным к образцам в процессе импульсного сильноточного магнетронного распыления. Еще Структура пленки зависит от энергии осаждаемых частиц, имея максимум концентрации sp^3 -фазы в диапазоне энергий 30-100 эВ.

- [1] Robertson J 2002 Mater. Sci. Eng. R 37 129–281
- [2] Колесник Л Л, Мьо Ти Ха 2023 Тезисы докладов XVII международной научно-технической конференции Вакуумная техника, материалы и технология (Москва) 47–51
- [3] Peter S, Graupner K, Grambole D et al. 2007 J. Appl. Phys. 102 053304
- [4] Cicala G, Bruno P, Losacco A M et al. 2004 Surf. Coatings Technol 180–181 222–6
- [5] Le Huu T, Zaidi H, Paulmier D et al. 1996 Thin Solid Films 290–291 126–30
- [6] Andersson J, Erck R A, Erdemir A 2003 Wear 254 1070–5
- [7] Robertson J 2002 Materials Science and Engineering R 37 129–281
- [8] Lifshitz Y 1996 Diam. Relat. Mater. 5 388–400
- [9] Robertson J 2010 Classification of diamond-like carbons in: C. Donnet, A. Erdemir (Eds.), Tribology of Diamond-Like Carbon Films (Fundamentals and Applications, Springer Boston) 13–24
- [10] Robertson J 1994 Diamond and Related Materials 361-8
- [11] Панфилов Ю В 2020 Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов Вакуумная наука и техника (Крым) 147–53

Анализ методов нанесения тонких пленок в вакууме по критерию максимума скорости осаждения

Ю. В. Панфилов, Ван Ифань

Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, 105005, г. Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. Проанализированы методы нанесения тонких пленок в вакууме, обладающие наибольшей интенсивностью генерации потока атомов и молекул. Показано влияние температуры мишени на коэффициент ионного распыления материала.

Ключевые слова: нанесение тонких пленок в вакууме; коэффициент ионного распыления; метод горячей мишени

В основу классификации методов нанесения тонких пленок в вакууме [1] положены физические принципы генерации и переноса потоков атомов или молекул от источника до подложки или детали. Основными факторами, влияющими на быстродействие процесса и показатели качества тонкопленочных покрытий, являются скорость осаждения пленки V_o , энергия осаждающихся атомов, молекул или ионов и кластеров E и температура подложки T_n . Скорость генерации потока пленкообразующих частиц и их энергия определяют величину энергомассопереноса, которая позволяет анализировать и выбирать метод нанесения тонких пленок в вакууме по заданному критерию.

Целью статьи является выбор методов нанесения тонких пленок в вакууме с максимально возможной скоростью осаждения, что актуально при нанесении пленок толщиной 20 – 50 мкм и более.

Так, наибольшей скоростью осаждения тонких пленок обладают методы осаждения дуговым разрядом, высокоинтенсивное импульсное осаждение и осаждение тонкой пленки из потока ионов. К достоинствам метода осаждения тонких пленок дуговым разрядом в вакууме относятся практически неограниченная электрическая мощность и высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц, а максимально возможная скорость осаждения материала на подложку ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации. Основным недостатком метода является наличие в потоке осаждаемого вещества капельной фазы, что исключает этот метод из дальнейшего рассмотрения.

Основными достоинствами методов высокоинтенсивного импульсного осаждения и осаждения тонких пленок из потока ионов являются регулируемая в широких пределах энергия осаждаемых частиц E (оптимальной считается энергия $E_{onm} = 100$ эВ) и высокая скорость осаждения V_o , а главными недостатками - сложность реализации и распыление конструкционных материалов, а, следовательно, и загрязнение плазмы и получаемой пленки, что также исключает эти методы из дальнейшего рассмотрения.

Наиболее распространенными методами нанесения тонких пленок в вакууме принято считать термическое испарение и ионное распыление. Эти методы позволяют наносить пленки толщиной от единиц нанометров до десятков микрометров с помощью изменения в широком диапазоне режимов генерации пленкообразующих частиц.

При термическом испарении сложно регулировать скорость испарения V_u и энергию осаждаемых частиц *E*. Скорость испарения, зависящая от температуры нагрева материала T_u , которая определяет давление насыщенного пара $p_{\text{нас}}$, рассчитывается по следующей формуле:

$$V_u = 5,83 \cdot 10^{-3} p_{\mu ac} \sqrt{\frac{M}{T_u}}.$$

где М – молекулярная масса испаряемого материала.

Скорость испарения, например, для тантала, может составлять

$$V_{u} = 5,83 \cdot 10^{-3} \cdot 1\sqrt{\frac{181}{3330}} = 1,36 \cdot 10^{-3} \frac{\kappa^{2}}{m^{2}c}.$$

При площади испарителя $S_u=10^{-3}$ м² и расстоянии от испарителя до подложки r=0,1 м скорость осаждения V_o равна

$$V_o = \frac{V_u S_u}{4\pi r^2} = \frac{1,36 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{-3}}{4 \cdot 3,14 \cdot 0,1^2} = 1,08 \cdot 10^{-5} \frac{\kappa^2}{M^2 c}$$

$$V_o = \frac{V_u S_u \cdot 10^6}{4\pi r^2 \cdot \rho} = \frac{1,36 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{-3} \cdot 10^6}{4 \cdot 3,14 \cdot 0,1^2 \cdot 16650} = 6,5 \cdot 10^{-4} \frac{M \kappa M}{c}$$

где ρ - плотность испаряемого материала, кг/м³.

Таким образом, пленку толщиной, например, 50 мкм можно нанести за 76923 с (21,4 час.). Если принять максимально возможной скорость осаждения равной скорости испарения, то при заданных условиях пленку толщиной 50 мкм можно нанести за 625 с (10,4 мин.).

Скорость ионного распыления материала можно регулировать изменением плотности ионного тока и ускоряющего напряжения на мишени, т.е. мощности источника. Скорость ионного распыления, которая зависит от коэффициента распыления S и плотности ионного тока j_i , можно рассчитать по формуле:

$$V_p = S \frac{j_i M}{q_e N_A}$$

где *М* – молекулярная масса распыляемого вещества; *q_e* – заряд электрона; *N_A* – число Авогадро. Для магнетронного распыления, например, тантала скорость распыления составляет:

$$V_p = 0.7 \frac{1}{1.6 \cdot 10^{-19} \cdot 6.02 \cdot 10^{26}} = 6.5 \cdot 10^{-4} \frac{\kappa^2}{M^2 c}$$

При площади мишени $F_p=3.10^{-3}$ м² и расстоянии от мишени до подложки r=0,05 м скорость осаждения равна

$$V_o = \frac{V_p F_p}{\pi r^2} = \frac{6.5 \cdot 10^{-4} \cdot 3 \cdot 10^{-3}}{3.14 \cdot 0.05^2} = 2.5 \cdot 10^{-4} \frac{\kappa^2}{m^2 c}$$
$$V_o = \frac{V_p F_p 10^6}{\pi r^2 \rho} = \frac{6.5 \cdot 10^{-4} \cdot 3 \cdot 10^{-3} \cdot 10^6}{3.14 \cdot 0.05^2 \cdot 16650} = 1.5 \cdot 10^{-2} \frac{M \kappa M}{c}$$

Таким образом, пленку толщиной, например, 50 мкм можно нанести за 3333 с (55,5 мин). Если принять максимально возможной скорость осаждения равной скорости ионного распыления, то при заданных условиях пленку толщиной 50 мкм можно нанести за 1250 с (20,8 мин.).

Для получения относительно толстых пленок можно использовать, например, комбинацию магнетронного распыления с термическим испарением в одном источнике, так называемое жидкофазное магнетронное распыление [2]. Пароструйное осаждение Jet Vapor Deposition (JVD) также можно использовать для нанесения относительно толстых пленок [3]. Эти методы также не будут рассматриваться в данной статье, т.к. в силу специфичной конструкции они имеют ограничения по размерам источника.

Для существенного повышения скорости осаждения пленок магнетронным распылением используются дополнительные механизмы эрозии мишени, например, её нагрев без доведения до расплавления (жидкой фазы) [4]. Есть работы, посвященные изучению зависимости коэффициента распыления от температуры [5], было обнаружено, что наряду с распылением может происходить сублимация поверхности мишени, особенно у металлов с высоким давлением насыщенных паров, например, хрома и титана [6]. Вопрос о соотношении распыленных и испаренных (сублимированных) атомов при формировании потока из горячей мишени остается открытым.

Пороговая энергия ионного распыления U₀, т.е. минимальная энергия иона, которая приводит к выбиванию атома мишени приблизительно равна 4H, где H – теплота сублимации [7]. Коэффициент распыления атомов мишени имеет следующую зависимость от энергии иона:

$$S(E) = \frac{3}{4\pi^2} \alpha \frac{E_{max}}{U_0},$$

где α – коэффициент, зависящий от отношения молекулярной массы иона и атома мишени, E_{max} – максимальная энергия, передаваемая ионом атому мишени при их столкновении.

Т.е. коэффициент распыления изменяется обратно-пропорционально U₀, а, следовательно, и теплоте сублимации H, которая зависит от энергии поверхностной связи. Можно предположить, что увеличение скорости распыления горячей мишени идет за счет уменьшения пороговой энергии ионного распыления U₀, а, следовательно, увеличения коэффициента распыления.

Экспериментальное подтверждение этому предположению можно найти в статье [8], в которой показана зависимость скорости распыления от температуры поверхности мишени при бомбардировке ионами ксенона (рис. 1).



Рис. 1. Зависимость скорости распыления (потери веса) мишени из различных материалов от её температуры Т

Из рис. 1 следует, что до определенной температуры скорость распыления практически не меняется при повышении температуры. Когда поверхность нагревается выше этой температуры, то в некотором диапазоне температур скорость распыления начинает резко возрастать, что отражено в табл. 1. Если допустить, что рост скорости распыления связан только с уменьшением пороговой энергии распыления U_0 , то величина этого уменьшения отражена в правом столбце табл. 1.

Материал	Диапазон тем-	Увеличение скорости	Изменение энер-
	ператур, °С	распыления, разы	гии связи U ₀
Bi	100 - 200	2,5	0,4 U ₀
Zn	200 - 300	5,9	0,17 U ₀
Ag	500 - 700	4,5	0,22 U ₀ (3,74 eV)
Au	500 - 1000	2,3	0,44 U ₀ (7,92 eV)
Cu	600 - 900	9,1	0,11 U ₀ (1,65 eV)
Ge	600 - 1000	7,8	0,13 U ₀

Табл. 1. Результаты анализа данных, представленных на рис. 1

Чтобы определить истинную причину увеличения скорости распыления, было проведено сравнение скорости испарения (сублимации) веществ при максимальной температуре из указанного диапазона. Средняя скорость магнетронного распыления, рассчитывалась при одинаковой плотности ионного тока и коэффициенте распыления. Скорости испарения и распыления, а также их отношения приведены в табл. 2.

Табл. 2. Результаты расчета скоростей испарения и ионного распыления

Материал	Температура,	Скорость	Средняя скорость	Отношение
	К	испарения V _и ,	распыления V _p ,	V_{μ} / V_{p}
		кг/(м ² с)	кг/(м ² с)	
Bi	473	3,9.10-12	1,1.10-3	3,5 ⁻ 10 ⁻⁹
Zn	573	$2^{-10^{-4}}$	3,4.10-4	0,6
Ag	973	1,9.10-7	5,6'10'4	3,4.10-4
Au	1173	$2,4.10^{-8}$	1.10-3	2,4.10-5
Cu	1173	6,7 ⁻ 10 ⁻⁷	3,3.10-4	2.10^{-3}
Ge	1173	$1,5^{-1}10^{-8}$	3,8.10-4	4.10^{-5}

Из таблиц следует, что экспериментальные данные по увеличению скорости распыления горячей мишени на несколько порядков превосходят (кроме цинка) расчетные значения увеличения скорости распыления за счет испарения (сублимации). Это подтверждается также статьей [9], в которой приведено сравнение скоростей распыления и испарения титана при магнетронном распылении горячей мишени (рис. 2).



Рис. 2. Сравнение скоростей ионного распыления и испарения никеля

Так, при мощности магнетрона 150 Вт поток распыленных атомов составил 10^{17} атомов/(см²с), а испаренных – $6 \cdot 10^{14}$ атомов/(см²с), т.е. распыляется материал мишени более, чем на два порядка быстрее, чем испаряется. Т.е. можно предположить, что увеличение скорости распыления горячей мишени идет за счет уменьшения пороговой энергии ионного распыления U₀, а, следовательно, увеличения коэффициента распыления, зависящего от U₀.

Теоретически обосновать это пока не удалось, т.к. сама энергия связи атомов в твердом теле от температуры зависит мало, но с повышением температуры увеличивается амплитуда фононных колебаний, т.е. периодически меняется расстояние между атомами, что может сказываться на увеличении коэффициента ионного распыления материала.

- [1] Машиностроение. Энциклопедия под ред. К В Фролов (пред.) и др. (М., Машиностроение) Панфилов Ю В, Ковалев Л К, Блохин В Г и др. 2000 Технология, оборудование и системы управления в электронном машиностроении 744
- [2] Юрьева А В 2015 Современные научные исследования и инновации 4 1
- [3] Zhang J-Z, Golz J W, Johnson D L et al. 1992 MRS Proceedings 286
- [4] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T et al. 2020 Vacuum 181 109734
- [5] Behrisch R, Eckstein W 1993 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 82 255-8
- [6] Сиделёв Д В Осаждение покрытий из хрома и никеля с помощью магнетронного диода с «горячей» мишенью (диссертация на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния)
- [7] Майссел Л, Глэнг Р 1977 Технология тонких пленок. Справочник. 1 (М., Сов. Радио) 664
- [8] Bangchao Y, Wensheng W 1994 *Thin Film Physics and Technology* (Chengdu, University of Electronic Science and Technology of China Press) 73
- [9] Caillard A, l'Mokh M, Lecas T et al. 2018 Vacuum 147 82–91

Синтез оксида титана вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом

Н. А. Прокопенко, Н. Н. Коваль, М. С. Воробьёв, Е. А. Петрикова, Ю. Ф. Иванов, В. В. Шугуров

Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, Россия

E-mail: prokopenko@opee.hcei.tsc.ru

Аннотация. В исследовании изучается влияние ионно-плазменного асситирования на состав и свойства оксидных покрытий на основе оксида титана. Получено покрытие оксида титана толщиной ≈ 3 мкм. Показано что увеличение ионизации газовой смеси приводит увеличению содержания оксида титана в получаемом покрытии.

Ключевые слова: вакуумно-дуговое напыление; плазменное ассистирование; оксид титана; биосовместимые покрытия

Разработка новых биосовместимых материалов с улучшенными функциональными свойствами является мультидисциплинарной задачей и требует взаимодействия специалистов из разных научных областей (физика, химия, биология, медицина). Функциональная надежность и широкое использование этих материалов зависит от их биохимической, клеточной, тканевой и биомеханической совместимости [1]. Среди всех биомедицинских имплантатов металлические материалы являются наиболее широко используемой группой материалов в клинической практике. В качестве таких материалов широко используют титан и его сплавы.

Поскольку традиционные металлические материалы для имплантатов не очень хорошо совместимы с организмом человека [2], необходимо срочно разработать современные материалы с превосходными механическими, трибологическими, коррозионными и т. д. свойствами и надлежащей биосовместимостью, чтобы устранить любые побочные реакции, вызванные длительной имплантацией.

Целью исследования является изучение влияния ионно-плазменного асситирования на состав и свойства оксидных покрытий на основе оксида титана.

Формирование оксидных покрытий осуществляли с помощью вакуумно-дугового плазменноассистированного осаждения на установке «КВИНТА» [3] которая входит в комплекс уникальных электрофизических установок для модификации поверхности УНИКУУМ (https://ckprf.ru/catalog/usu/434216/). Осаждение проводилось из газометаллической плазмы, созданной вакуумно-дуговым испарителем «ДИ-80» с катодом из титана марки ВТ1-0. В качестве источника газовой плазмы для ионно-плазменной очистки и нагрева поверхности образцов, а также ассистирования во время нанесения покрытия использовался генератор газовой плазмы на основе несамостоятельного разряда с накалённым и полым катодом «ПИНК-П». В качестве подложек использовались титан ВТ6 и твёрдый сплав ВК-8 для последующего контроля толщины покрытия.

После очистки образцов в ультразвуковой ванне со спиртом, образцы крепились на подложкодержатель и располагались напротив дугового испарителя на расстоянии 16 см. Затем вакуумная камера откачивалась турбомолекулярным насосом до предельного давления $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Затем происходил напуск аргона до давления газа р = 0,3 Па, включался протяженный генератор газовой плазмы «ПИНК-П» с выходной апертурой (40×400) мм и происходила ионноплазменная очистка и нагрев поверхности образцов плазмой аргона на протяжении 20 минут. Ток разряда плазмогенератора «ПИНК-П» во время ионно-плазменной очистки составлял I_П = 50 A, напряжение импульсно периодического смещения U_{см} = -900 B с коэффициентом заполнения импульса Q = 50 %.



Рис. 1. Схема эксперимента по нанесению покрытия оксида титана: 1 – подложкодержатель; 2 – дуговой испаритель ДИ80 с титановымым катодом; 3 – вакуумная камера; 4 – протяженный генератор газовой плазмы ПИНК-П; 5 – накалённые катоды

После и достижения 350 °C включался электродуговой испаритель с титановым катодом, с током разряда дугового испарителя I_{a} варьировался в зависимости от режима нанесения. Следующим этапом нанесения было создание очагов роста дальнейшего покрытия на поверхности образцов. Для этого поверхность подложек бомбардировалась высокоэнергетическими ионами металлов в течении 2-х минут, напряжение смещения оставалось неизменным. Далее наносился металлический слой титана, для лучшей адгезии между подложкой и оксидным слоем, для этого напряжение смещения уменьшалось до $U_{cm} = -35$ В, а коэффициент заполнения импульса увеличивался до Q = 85 %. При нанесении оксидного слоя TiO₂ напряжение смещения U_{см} и коэффициент заполнения импульса Q оставались неизменными. Соотношение рабочих газов, подаваемых в камеру также было различным в зависимости от режима нанесения. После окончания напыления образцы охлаждались в вакуумной камере до температуры ниже 100 °C и извлекались для исследования. В результате получалось покрытие оксида титана толщиной \approx 3 мкм. Режимы нанесения покрытия представлены в табл. 1.

№ режима	$I_{\Pi И H K}, A$	Ι _Д , А	р, Па	Соотношение газов Ar/O ₂	Uсм, В
1	70	70	0,3	5/95	35
2	50	125	0,3	50/50	35

Табл. 1. Режимы нанесения оксид титановых покрытий

Таким образов в режиме №1 увеличено содержание кислорода в газовой смеси, и ток вспомогательного генератора газовой плазмы І_{пинк}, что увеличивает содержание ионной компоненты кислорода в разрядном промежутке. Одновременно с этим снижен ток разряда дугового испарителя, что значительно снижает количество микрокапель вылетающих с катода. Совокупность этих мер увеличивает содержание кислорода в получаемом оксидном покрытии, что подтверждается рентгенофазовым и микрорентгеноспектральным анализом.

В режиме 1 наблюдается формирование большого количества диоксида титана, рентгенофазовый анализ показывает наличие 84,36 % фазы TiO2_141, помимо этого присутствует ещё 2 модификации диоксида титана в небольшом количестве (табл. 2). Напыление в режиме №2 также приводит к формированию на поверхности оксида титана, но в гораздо более меньшем количестве, основной фазой (96.8 mass%) является титан (табл. 2).

№ режима	Фазовый состав	Содержание	Параметры	Размар ОКР, нм
-		фаз, mass %	решетки, Å	
1	TIO2_141	84,36	a = 3,7035	143
			c = 9,5555	
	TIO2_PBCN	3,12	a = 4,4160	23
			b = 5,5970	
			c = 5,0390	
	TiO2(P42_MNM)	1,16	a = 4,6933	
			c = 3,0580	
2	TIO05	3,12	a = 4.0405	76
	TIO2_141	0,08	a = 5.3595	18
	Ti(P6_MMM)	96,80	a = 4.6316	
			c = 2.7217	

Табл. 2. Режимы нанесения оксид титановых покрытий

Микрорентгеноспектральный анализ, проведённый на сканирующем электронном микроскопе с приставкой для определения элементного состава также показывает наличие оксида титана на поверхности. Характерное изображение поверхности с покрытием и элементный анализ приведены на рис. 2.



Рис. 2. Характерное изображение структуры поверхности образца ВК8 с покрытие TiO₂ и элементный анализ покрытия, нанесённого в режиме 1. Неподписанные пики относятся к подложке ВК8

Таким образом показано, что увеличение содержания кислорода в газовой смеси, и тока вспомогательного генератора газовой плазмы І_{ПИНК}, что увеличивает содержание ионной компоненты кислорода в разрядном промежутке. Одновременно с этим, снижен ток разряда дугового испарителя, что значительно снижает количество микрокапель в получаемом покрытии. Совокупность этих мер увеличивает содержание кислорода в получаемом оксидном покрытии, что подтверждается рентгенофазовым и микрорентгеноспектральным анализом.

Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 24-69-00074).

- [1] Shao L, Du Y, Dai K et al. 2021 Coatings 11 (12) 1446
- [2] Attarilar S, Yang J, Ebrahimi M et al. 2020 Front Bioeng. Biotechnol. 8:822
- [3] Shugurov V V, Koval N N, Krysina O V et al. 2019 J. Phys.: Conf. Ser. 1393 (1) 012131

Картины каналирования электронов на перовскитовых сферолитах в тонких пленках ЦТС

В. П. Пронин¹, М. В. Старицын², И. П. Пронин³, И. И. Хинич¹

 ¹ РГПУ им. А. И. Герцена, 191186, Санкт-Петербург, Россия
 ² НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», 191015, Санкт-Петербург, Россия
 ³ Физико-технический институт имени А. Ф. Иоффе, 194021, Санкт-Петербург

E-mail: pronin.v.p@yandex.ru

Аннотация. При исследовании сферолитовых структур цирконата титаната свинца обнаружено аномальное явление каналирования электронов. Сформулированы представления о обнаруженном явлении.

Ключевые слова: цирконат титанат свинца; сферолиты; каналирование электронов

В настоящее время тонкопленочные сегнетоэлектрики на основе ЦТС находят широкое применение в радиоэлектронной промышленности, однако до настоящего времени однозначной трактовки аномально высоких электрофизических параметров в зоне МФГ не выработано, недостаточно исследованы фазовое состояние и связь микроструктуры и полярных свойств с технологическими параметрами приготовления тонких пленок.

В частности, малоизучена связь структуры и свойств тонких пленок ЦТС, отличающихся сферолитовой микроструктурой.

В ходе изучения в растровом электронном миикроскопе тонких пленок цирконата-титаната свинца со сферолитовой структурой на различных подложках, в границах фазы перовскита замечены картины электронного каналирования в виде системы пересекающихся полос (рис. 1, а), которые регистрируются как в обратно рассеянных, так и во вторичных электронах. Картины электронного каналирования отличаются от характерного вида структуры радиальнолучистых сферолитов (рис. 1, б).





Явление каналирования заряженных частиц на плоскостях кристаллических решеток хорошо известно и подробно описано в литературе [1]. Наблюдение картин электронного каналирова-

ния является электронно-оптическим эффектом, реализующимся на макроскопических образцах монокристаллов. Необходимым условием наблюдения каждой полосы картины каналирования служит движение электронных пучков вдоль соответствующих плоскостей кристаллической решетки монокристалла. Сканируя поверхность монокристалла, пучки электронов, таким образом должны падать на решетку монокристалла под значительно-отличающимися углами (разница углов падения порядка нескольких десятков градусов).

Однако условия наблюдения картин, подобных приведенной на рисунке 1а далеки от вышеупомянутых, что позволяет говорить об аномалии.

С целью прояснения условий реализации аномальных картин электронного каналирования, проведено локальное исследование структуры фазы перовскита в тонкой пленке ЦТС методом дифракции обратно рассеянных электронов с субмикронным пространственным разрешением.

В результате анализа распределения кристаллографических ориентаций, выявлена специфика структуры фазы перовскита в тонкой пленке ЦТС и выработана модель наблюдения аномальных картин электронного каналирования.

Литература

[1] Goldstein J I 2003 Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis (Boston, Springer) 247–56

Разработка прецизионного метода монохроматического контроля толщины наносимых оптических покрытий

Ю. О. Просовский¹, О. Ф. Просовский¹, Д. Г. Денисов², А. Н. Исамов¹, А. Ю. Буднев¹, Д. Н. Петрачков¹, А. И. Опарин¹, В. А. Смольянинов¹

¹ АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия ² МГТУ им. Н. Э. Баумана (НИУ), 105005, Москва, Россия

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. В работе проанализированы существующие методы контроля толщины наносимых оптических покрытий. По результатам проведенного анализа был разработан прецизионный метод монохроматического контроля. Были созданы основные элементы метода и выполнена апробация на производственной площадке АО «ОНПП» «Технология им. А. Г. Ромашина».

Ключевые слова: система контроля; интерференционный светофильтр; оптическое покрытие; тонкая пленка; вакуумное испарение

1. Введение

В настоящее время оптические покрытия занимают особое место в современной мировой оптической промышленности. Невозможно представить какое бы то ни было оптическое изделие без тонкопленочного оптического покрытия, будь то: линзы, объективы, окуляры, светофильтры, экраны телефонов, автомобильные, авиационные и железнодорожные стекла. С уверенностью можно утверждать, что оптические покрытия, на сегодняшний день, применяются абсолютно во всех сферах нашей жизни: как в гражданских, так и в военных (рис. 1).



Рис. 1. Области применения оптических покрытий

Любое оптическое покрытие формируется благодаря совокупности множества факторов. Ключевыми из них являются: оптические постоянные подложки (спектральный коэффициент пропускания, отражения и поглощения) и пленкообразующих материалов, применяемые методы нанесения и контроля оптических покрытий, оптическая конструкция (число и толщина слоев) наносимого покрытия. Совокупность всех этих факторов формирует современную номенклатуру оптических покрытий.

2. Основные аспекты технологии нанесения покрытий для обеспечения максимального качества

Процесс получения оптических покрытий очень трудоемкий и требующий, как комплексного подхода, так и глубокого анализа, чтобы получать ту или иную оптическую конструкцию, удовлетворяющую поставленной задаче. Условно, технологию получения оптических покрытий можно разделить на 3 основных компонента (рис. 2): расчет конструкции оптического покрытия и оптических констант средствами САПР, контроль оптического покрытия в процессе нанесения и способы минимизации погрешностей для обеспечения максимальной воспроизводимости от процесса к процессу.



Рис. 2. Технология получения многослойных интерференционных покрытий

Расчет оптических констант подложки и пленкообразующих материалов является первым этапом для получения качественной оптической конструкции, поскольку при неправильном расчете будет невозможно точно рассчитать и, соответственно, получить планируемое многослойное оптической покрытие. Для расчета многослойных интерференционных структур активно используются средства САПР.

При расчете оптических покрытий важно руководствоваться не только техническим заданием, но и возможностью практического применения оптического покрытия. В этом активно помогает оптимизация оптических покрытий при помощи САПР. Оптимизация включает в себя не только подбор оптической конструкции по числу наносимых оптических слоев, но также и по толщине каждого слоя оптической конструкции в отдельности; расположение слоев различных пленкообразующих материалов (при использовании 3 и более) в оптической конструкции, а также регулирует общую толщину моделируемого оптического покрытия, при условии максимального приближения к целевой функции.

Также, не менее важным компонентом является также воспроизводимость покрытий от процесса к процессу. Чем больше слоев необходимо напылить – тем сложнее обеспечить заданную точность, даже с учетом возможной реоптимизации покрытия.

3. Сравнительный анализ существующих методов контроля толщины наносимых оптических покрытий

Независимо от технологии получения оптического покрытия, ключевым элементом является наличие качественной системы контроля толщины наносимого покрытия. Каким бы ни было совершенным технологическое оборудование, оснастки, пленкообразующие материалы – без качественной системы контроля толщины оптического покрытия невозможно будет получить хорошее оптическое покрытие. Основная задача систем контроля толщины наносимых оптических покрытий – обеспечить получение заданного оптического покрытия с высокой точностью и позволить получать данное покрытие стабильно от процесса к процессу.

На сегодняшний день, существуют 2 основных класса систем контроля: системы прямого и косвенного контролей [1]–[3]. Каждый из этих методов имеет свои ключевые особенности. В рамках данной работы был проведен сравнительный анализ систем, результаты которого приведены на рис. 3.

Контроль Характеристика	Прямой Широкополосный	Прямой монохроматический	Косвенный оптический	Косвенный неоптический
Диапазон работы	Видимый, ИК, УФ	Видимый, ИК, УФ	Видимый, ИК, УФ	Любой
Точность (по толщине слоя)	±0,5 нм	±0,05 нм	±1,5 нм	±3,5 нм
Минимальная толщина слоя	3 – 5 нм	0,5 — 1 нм	4 – 5 нм	0,5 — 1 нм
Воспроизводимость покрытий	Высокая (разброс не более 2-3 нм)	Крайне высокая (разброс до 1 нм)	Низкая (разброс более 10 нм)	Низкая (разброс более 10 нм)
Чувствительность (по пропусканию)	0,1%	0,01%	0,5%	-

Рис. 3. Сравнительный анализ характеристик систем контроля

В ходе проведенного исследования, были проанализированы ключевые характеристики каждого из методов. Для оценки возможностей каждого типа систем контроля, исследовались такие характеристики, как минимальная толщина слоя и точность нанесения отдельного слоя. Первой характеристикой, которая была рассмотрена, являлось значение минимально регистрируемой толщины слоя оптической конструкции. Графическая зависимость минимальной толщины покрытия от числа слоев оптической конструкции приведена на рис. 4.

Было установлено, что система косвенного неоптического контроля и система прямого монохроматического контроля обладают самыми низкими значениями данного параметра. Это означает, что данные методы позволят наносить как более сложные оптические конструкции, в том числе со сверхтонкими слоями, так и значение критической толщины наносимого покрытия, при котором система перестанет выполнять свои функции будет достигнуто существенно позже.



Рис. 4. Зависимость минимальной толщины оптического покрытия от числа слоев напыляемой конструкции: тип 1 – прямой широкополосный оптический контроль; тип 2 – прямой монохроматический оптический контроль; тип 3 – косвенный оптический контроль; тип 4 – косвенный неоптический контроль

Однако, с учетом возросших требований к характеристикам оптических деталей, возросла и сложность оптических конструкций. Теперь активно применяются сложные оптические конструкции, имеющие в своем составе большое число слоев маленькой толщины, требующие крайне высокой точности при нанесении на подложку. В таких конструкциях ошибка по толщине слоя даже на 1 % в конечном итоге может привести к браку изделия. Детальный анализ процента воспроизводимости подобного рода покрытий показан на рис. 5.



Рис. 5. Процент воспроизводимости оптических конструкций при напылении сложного узкополосного светофильтра: тип 1 – прямой широкополосный оптический контроль; тип 2 – прямой монохроматический оптический контроль; тип 3 – косвенный оптический контроль; тип 4 – косвенный неоптический контроль

Анализируя гистограммы воспроизводимости каждого из методов, приведенных на рис. 5, становится заметно, что при нанесении подобных покрытий, точность нанесения отдельного слоя становится ключевой характеристикой. Видно, что по сравнению с простыми покрытиями, разброс между методом прямого монохроматического контроля и остальными стал существенно больше. При этом, необходимо отметить, что данная характеристика в сложных покрытиях играет куда более важную роль, чем минимально регистрируемая толщина слоя. В приведенном анализе отметим, что несмотря на то что система косвенного неоптического контроля обладает самой минимально регистрируемой толщиной слоя оптической конструкции, обладает, при

этом, самой низкой воспроизводимостью, ввиду крайне низкой точности нанесения отдельного слоя. Таким образом, проведенный сравнительный анализ позволяет выделить наиболее перспективные методы контроля – методы прямого монохроматического контроля.

4. Разработка прецизионного метода монохроматического контроля

Однако, в настоящее время происходит существенное повышение к рабочим характеристикам приборов, что приводит к существенному усложнению многослойных оптических конструкций. Проведенный сравнительный анализ систем контроля показал, что существующие методы контроля не всегда обеспечивают надлежащую точность нанесения отдельного слоя, особенно при напылении тонких слоев. Кроме того, активно внедряются новые алгоритмы монохроматического контроля [4]–[9], требующие осуществление максимально точных измерений с большим отношением сигнал-шум (на уровне не менее 80 дБ). Данная проблема привела нас к необходимости создания собственного метода монохроматического контроля, в котором выделение требуемой ширины спектра происходит при помощи узкополосного интерференционного светофильтра [10]. Данный фильтр, спектральная характеристика которого приведена на рисунке 6, лег в основу спроектированного монохроматора, структурная схема которого приведена на рис. 7 [11].



Рис. 6. Спектральная характеристика монохроматического фильтра



Рис. 7. Структурная схема монохроматора

Характеристики разработанной системы следующие:

- общий спектральный коэффициент пропускания 60%
- ширина излучения 0,8 нм;
- отношение сигнал/шум 85 дБ;
- чувствительность системы на уровне 0,2 нм;

• погрешность системы, не более – 0,04 %.

Наличие подобной системы позволяет напылять тонкие слои (меньше 5 нм) оптической конструкции с крайне высокой точностью (на уровне ±0,2 нм), что в ближайшей перспективе позволит наносить практически любые оптические конструкции.

5. Выводы

Таким образом, в рамках данной работы были рассмотрены основные аспекты технологии получения качественных многослойных оптических тонкопленочных покрытий. Был проведен сравнительный анализ существующих методов контроля и выделены наиболее перспективные из них.

На основании проведенного исследования разработана собственная высокоточная система контроля толщины наносимых оптических покрытий, апробация которой планируется на производственной площадке АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина».

- [1] Просовский Ю О, Просовский О Ф, Буднев А Ю и др. 2020 Светотехника 4 51-4
- [2] Tikhonravov A V, Trubetskov M K, Amotchkina T V 2018 Optical Thin Films and Coatings 65–101 (Elsevier)
- [3] Lyngnes O et al. 2015 *Optical monitoring of high throughput ion beam sputtering deposition* eds. M Lequime, H A Macleod, D Ristau (Jena, Germany) 962715
- [4] Kochikov I V, Lagutin Yu S, Lagutin A A et al. 2019 Numerical Methods and Programming 20 4 471–80
- [5] Tikhonravov A V et al. 2021 Opt. Express 29 26 44275
- [6] Zideluns J et al. 2021 *Opt. Express* **29** 21 33398
- [7] Tikhonravov A et al. 2023 Appl. Opt. 62 18 4906
- [8] Tikhonravov A, Lagutin Iu, Yagola A 2022 Appl. Opt. 61 28 8281
- [9] Lagutina A A 2022 Mosc. Univ. Phys. Bull. 77 6 818-24
- [10] Prosovskii Y O, Prosovskii O F, Denisov D G et al. 2021 Proc. of SPIE 1178300
- [11] Prosovskii Yu O, Denisov D G, Prosovskii O F et al. 2019 Proc. of SPIE 110563Z
Разработка математической модели неравномерности пленки при получении многослойной структуры методом магнетронного распыления

А. Л. Романов, Н. И. Сушенцов, Д. Е. Шашин, А. Д. Дьячков

ПГТУ, Йошкар-Ола, Россия

E-mail: romanov.tan2014@yandex.ru

Аннотация. При разработке технологии тонкопленочной многослойной структуры существует множество нюансов, которые необходимо учитывать. Один из таких – неравномерность формирования структуры при поступательно-вращательном вращении подложкодержателя, поэтому цель данной работы – построение математической модели формирования структуры при вращательном движении подложкодержателя. В ходе работы были определены оптимальные способы получения структуры без нарушения равномерности и приведены формулы, позволяющие определить данные неравномерности.

Ключевые слова: математическая модель; магнетронное распыление; тонкопленочная структура; многослойная структура

Разработка технологии получения тонкопленочных многослойных структур методом магнетронного распыления является одним из способов создания устройств и покрытий с новыми свойствами [1].

Цель данной работы – построение математической модели формирования структуры при вращательном движении подложкодержателя.

В работе [2] рассматриваются различные методы и особенности напыления многослойных тонкопленочных структур технологией магнетронного распыления. Наиболее оптимальным методом оказалось использование вращения в комбинации с заслонками при постоянного работающих магнетронах. Но вращение подложкодержателя может быть двух типов: постоянное и поступательно-вращательное.

Постоянное вращение позволяет напылять на большое количество подложек, ограниченное только их числом по всей площади подложкодержателя. Главным преимуществом данного способа является то, что подобрав скорость вращения подложкодержателя и мощность магнетронов можно получать требуемую структуру в едином технологическом цикле: за один оборот будет напыляться один структурный слой. Также постоянное равномерное вращение подложкодержателя имеет еще одно важное преимущество: повышение равномерности структуры вдоль оси вращения [3, 4]. Вследствие неравномерного потока частиц от магнетрона существуют точки, в которые попадает больше распыляемого материала по сравнению со всей площадью. Пока на статичной подложке будет образовываться горка напыляемого материала, то на динамичной подложке данная горка будет сглаживаться, и мы получим более равномерную толщину напыляемой пленки [5], а следовательно, и более высокое качество всей структуры.

В некоторых случаях, например при необходимости быстро получить многослойную структуру и/или получить малое количество образцов возможно использование поступательновращательного движения – вращение подложек от одного магнетрона к другому со сменой направления вращения (от положения №2 до положения №5 с остановкой в данных положениях для формирования структуры, рис. 1). Данный способ реализуем на установке магнетронного распыления с вращающимся подложкодержателем [6] благодаря имеющейся в ней системе прецизионного автоматического позиционирования подложек [7], а также близко расположенных между собой магнетронов. Основной недостаток данного метода – появление неравномерностей вследствие передвижения подложки к магнетрону с одной стороны и уход в эту же сторону, то есть на одну из сторон будет попадать больше материала, по сравнению с противоположной.

Рассмотрим как это будет выглядеть на примере формирования многослойной структуры из двух различных чередующихся между собой материалов (рис. 1). Примем следующие допущения:

• распыление мишени на магнетроне идет равномерно и строго перпендикулярно площади самой мишени;

- линейные размеры подложки равны линейным размерам магнетронов;
- скорость вращения подложкодержателя постоянна и не зависит от направления вращения.



Рис. 1. Схема распылительной системы установки УРМ 3.279.036: 1, 3 – магнетроны с различными материалами; 2 – вакуумная камера; 4 – подложкодержатель; 5 – подложка. Номера около подложек указывают на номер позиции

Время установки подложки напротив магнетрона (например, от позиции №4 до позиции №5, рис. 1), как и отвод от него (с позиции №5 до позиции №4, рис. 1) составляет (в с):

$$t_{ycm} = \alpha/\omega, \qquad (1)$$
$$t_{vcm} = \alpha/\omega,$$

где *а* – угол, занимаемый магнетроном, град; *ω* – угловая скорость вращения подложкодержателя, град/с.

Пусть V_1 и V_2 – скорости формирования пленки на подложке. Тогда разница толщин по краям составляет (i = 1; 2)

$$\Delta l_i = V_i \cdot 2 \cdot t_{ycm} = 2 \cdot V_i \cdot \frac{\alpha}{\omega}.$$
 (2)

Разница толщин на границах подложки Δ будет составлять

$$\Delta = |\Delta l_1 - \Delta l_2| \cdot n, \tag{3}$$

где *n* – количество бислоев.

Для того, чтобы $\Delta \to 0$ необходимо, чтобы в (3) $\Delta l_1 = \Delta l_2$, или, преобразуя по (2) и сократив, получим $V_1 = V_2$. В данной ситуации получается, что общая толщина бислоя будет увеличена на Δl_1 , но при этом сам бислой останется равномерным по толщине (рис. 2, δ). Полученное изменение толщины можно скорректировать, уменьшив время формирования структуры. Если $\Delta l_1 \neq \Delta l_2$, то бислой становится неравномерным (рис. 2, ϵ).



Рис. 2. Структура тонкопленочной многослойной пленки: a – при равномерном вращении; δ – при поступательно-вращательном движении и равной скоростью формирования ($V_1 = V_2$); e – при поступательно-вращательном движении и разной скоростью формирования ($V_1 > V_2$)

Для оценки относительного изменения толщины у бислоя (рис. 2, *б*) и у всей структуры (рис. 2, *в*) используются стандартные формулы:

$$\delta_{\delta u c \pi \sigma \pi} = \Delta l_1 / (l_1 + l_2), \tag{4}$$

$$\delta_{cmpy\kappa mypbl} = \frac{\Delta}{n \cdot (l_1 + l_2 + \Delta l_1)} = \frac{\left|\Delta l_1 - \Delta l_2\right|}{l_1 + l_2 + \Delta l_1}.$$
(5)

Также для уменьшения разницы толщины на краях можно увеличить скорость вращения подложкодержателя и/или уменьшить размеры магнетрона и подложки, но данные методы являются конструкторскими, что сложнее реализуемо, по сравнению с корректировкой технологии с учетом исследуемых в данной работе методов.

Тогда общая толщина *S* получаемой многослойной структуры будет равна:

$$S = n \cdot [V_1 \cdot (t_{Han1} + 2 \cdot t_{ycm}) + V_2 \cdot (t_{Han2} + 2 \cdot t_{ycm})],$$
(6)

где *t_{нап1}* и *t_{нап2}* – время напыления для материала 1 и 2 соответственно, с.

А время всего процесса формирования многослойной структуры составляет:

$$t_{npoyecca} = n \cdot \left(t_{\mu an1} + t_{\mu an2} + 4 \cdot t_{ycm} + 2 \cdot t_{nep} \right), \tag{7}$$

где t_{nep} – время перехода от одного магнетрона к другому, в течение которого распыляемый материал не попадает на подложку, то есть:

$$t_{nep} = \beta_1 / \omega. \tag{8}$$

Также данная методика расчета подходит при использовании заслонок: вместо времени установки подложки напротив магнетрона использовать время открытия заслонки (в случае, если заслонка открывается и закрывается с одной стороны).

Хоть данный способ и позволяет напылять быстрее на малое количество подложек, но он не лишен следующих недостатков:

1) перепад толщины всей структуры от одного края к другому при различных скоростях формирования пленки;

2) перепады толщины материалов внутри бислоя при равенстве скоростей формирования пленки;

3) выравнивание скоростей формирования пленки не всегда приводит к ускорению процесса формирования всей структуры.

Для решения данных проблем необходимо компенсировать лишнюю толщину пленки с одного края. Это можно реализовать только формированием на противоположной стороне такого же слоя. Для этого необходимо модифицировать имеющийся способ: после формирования

пленки первого материала (при вращении с положения №5 до №2, рис. 1) вращать подложкодержатель в том же направлении, в котором подложка подошла к магнетрону, пока полностью не выйдет из под потока частиц (то есть с положения №2 до №1, рис. 1), а после направление вращения сменяется на противоположное (для прохождения кратчайшего пути), проходя над 1-ым магнетроном и двигаясь в сторону 2-го магнетрона (из положения №1 до №5, рис. 1).

Вследствие компенсационного вращения профиль пленки будет выглядеть как на рис. 3, а получаемая толщина пленки составит



Рис. 3. Структура слоя при компенсационном вращении

Тогда общая толщина *S* получаемой многослойной структуры с двойным прохождением подложки у магнетрона будет равна:

$$S = n \cdot [V_1 \cdot (t_{han1} + 4 \cdot t_{ycm}) + V_2 \cdot (t_{han2} + 4 \cdot t_{ycm})].$$
(10)

А время всего процесса формирования многослойной структуры составит:

$$t_{npoyecca} = n \cdot \left(t_{\mu an1} + t_{\mu an2} + 8 \cdot t_{ycm} + 2 \cdot t_{nep} \right). \tag{11}$$

Сравнивая (6) и (10), а также (7) и (11) мы видим, что толщина структуры и время процесса формирования данной структуры во втором случае увеличиваются, но слои становится равномернее. Лишнюю толщину пленки можно компенсировать, уменьшив время напыления на подложку, что, естественно, также уменьшит время всего процесса. То есть, для коррекции толщины при распылении необходимо приравнять время, необходимое на напыление, к суммарному времени напыления и установки подложки напротив магнетрона:

$$t_{\kappa op} = t_{\mu an} + 4 \cdot t_{\nu cm}. \tag{12}$$

(9)

В случае, если магнетроны расположены диаметрально противоположно, то направление вращения для перехода от одного магнетрона к другому нужно сохранить, так как углы $\beta_1 = \beta_2$ ($\alpha_1 + \alpha_2 + \beta_1 + \beta_2 = 360^\circ$, рис. 1) равны между собой, что приведет к ускорению процесса и исключению нанесения дополнительного слоя (так как не нужно будет повторно проходить над магнетроном). Тогда толщину структуры в данном случае определяем по формуле (6), время процесса формирования по формуле (7), а корректируемое время составит

$$t_{\kappa op} = t_{Han} + 2 \cdot t_{ycm}. \tag{13}$$

Вывод. Таким образом, в ходе выполнения данной работы была разработана математическая модель для определения неравномерности толщины получаемой многослойной структуры методом магнетронного распыления при поступательно-вращательном движении. Для получения малого количества образцов с наименьшими затратами по времени, а также с высокой равно-мерностью структуры по площади наиболее оптимальным способом является поступательно-вращательное движение с компенсацией данного вращения.

Благодарности

Работа выполнена в рамках гранта Фонда содействий инноваций (договор 19272ГУ/2024).

Литература

- [1] Романов А Л 2023 Инженерные кадры будущее инновационной экономики России **1** 360– 3
- [2] Романов А Л, Шашин Д Е, Дьячков А Д и др. 2024 Вакуумная техника, материалы и технология: тезисы XVIII междунар. науч.-техн. конфер. (Москва: ООО "Электровакуумные технологии") 37–8
- [3] Голосов Д А, Достанко А П, Мельников С Н 2012 Вакуумная техника и технология 22 1 27–34
- [4] Михайлова И В Васильев Д Д 2021 Вакуумная техника и технология : Десятая Российская студенческая научно-техническая конференция: материалы конференции (Казань: КНИТУ) 120–1
- [5] Никоненко В А 2001 Математическое моделирование технологических процессов: Моделирование в среде MathCAD (Москва: МИСиС) 48
- [6] Ерошкин А А 2023 Устойчивое развитие науки и образования 4 (79) 55-8
- [7] Волков К А 2023 Наукосфера 10-1 69-74

Исследование влияния нанесенных металлических пленок на контрастность изображений, полученных методом РЭМ

Я. А. Рудометов, А. Д. Волоховский

ООО «НМ-Тех», Москва, Зеленоград, Россия

E-mail: rudiarm@mail.ru

Аннотация. В настоящей работе исследуется влияние нанесенных металлических пленок методами магнетронного распыления, а также распыления из металлосодержащего газа на контрастность изображений, получаемых с помощью метода растровой электронной микроскопии. Показано влияние на контраст пленок при исследовании торцов сколотых образцов, а также канавок, полученных методом локального травления ионным пучком. В заключении предложены решения для повышения контрастности изображений растрового электронной микроскопа для непроводящих пленок.

Ключевые слова: магнетронное распыление; электронная микроскопия; высокий вакуум; контраст

Введение

Процессы производства интегральных схем (ИС) постоянно совершенствуются, достигая в наши дни глубоко субмикронных размеров толщин покрытий и элементов топологического рисунка. Требования к контролю этих технологических процессов также ужесточаются. Помимо неразрушающих методов межоперационного контроля, входящих в производственный цикл, применяются разрушающие лабораторные методы, позволяющие детально охарактеризовать полученнын слои и элементы топологического рисунка. В условиях современного производства ИС распространены разнообразные вариации метода растровой электронной микроскопии (РЭМ) образцов ИС (фрагментов кремниевых пластин). Среди них широко применяются анализ поверхностей и поперечных сечений методами растровой (РЭМ), растрово-просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии. Для проведения анализа поперечных сечений применяется специальная подготовка образца, которая выполняется либо путем механического скалывания образца в необходимом месте, либо путем локального травления канавки в месте анализа с применением фокусированного ионного пучка (ФИП).

Подготовка образцов к исследованиям включает в себя также процесс так называемого «декорирования», который представляет собой комплекс дополнительных технологических операций, направленных на повышение разрешающей способности и контрастности получаемого изображения. Для этого, помимо химического декорирования для выявления границ разделов, применяется осаждение проводящих пленок пленок вольфрама, хрома, а также платины. Создавая границу раздела между металлом и верхним слоем топологии, а также избавляясь от известного эффекта зарядки, появляется возможность создания изображений, пригодных для дальнейшего анализа [1].

Пленки металлов в лабораторных условиях могут наноситься как с помощью локального напыления из металлосодержащих газов, так и с помощью магнетронного распыления, используя метод физического распыления мишени магнетрона. Оба способа напыления требуют создания вакуума с помощью форвакуумных и турбомолекулярных насосов. Комбинации пленок разных металлов позволяют не только увеличить контрастность изображения, но и различить остаточные слои непроводящих пленок.

Целью данной работы является повышение контрастности образцов ИС с непроводящими пленками при их анализе методом РЭМ. Для создания удовлетворительного контраста важной задачей является отработка процессов напыления. Также, в связи с тем, что типовой задачей является поиск остаточных слоев, актуально изучение контраста с применением комбинаций пленок.

Процесс магнетронного распыления

Магнетронное распыление или процесс осаждения из газовой фазы представляет собой плазменный технологический процесс, проводящийся в условиях высокого вакуума.

В процессе распыления положительно заряженные ионы газа (в данной работе, аргона) взаимодействуют с материалом мишени, создавая плазму в её области. Мишень, которая подключается к отрицательному полюсу источника, играет роль катода. Частицы с высокой энергией бомбардируют поверхность мишени, передавая ей энергию, что приводит к вылету атомов мишени и их ускорению в электрическом поле. Подложка с образцом, в свою очередь, подключается к положительному полюсу и является анодом, улавливая на себе материал мишени. Схема установки представлена на рис. 1 [2].



Рис. 1. Схема установки магнетронного распыления 1 – мишень; 2 – столик образца; 3 – вакуумный насос; 4 – газовый клапан

Для увеличения контрастности при исследовании методами РЭМ необходимо декорирование пленкой металла заметной при выбранном увеличении толщины. Чем крупнее интересующие размеры и толщины топологического рисунка, тем более высокой толщины должна быть осажденная пленка. Для типичных задач лаборатории, в которой проводился эксперимент, универсальной была сочтена пленка толщиной примерно в 50 нанометров.

Помимо удовлетворительной толщины, для исследования важны и характеристики качества нанесенного слоя, а именно отсутствие отчетливо видимой шероховатости и дефектов слоя, а также равномерность заполнения канавок.

Для проведения сравнения контрастности был подобран режим магнетронного распыления в аргоновой плазме на лабораторной установке зарубежного производителя, оснащенной форвакуумным и турбомолекулярным насосами. Перед напылением в течение 30 секунд производилась продувка камеры аргоном для обеспечения отсутствия в камере и шлангах лишних газов из воздуха, после чего с помощью турбомолекулярного насоса было достигнуто давление $9 \cdot 10^{-5}$ торр и произведена подача аргона до достижения давления $7 \cdot 10^{-3}$ торр. Скорость напыления варьировалась от 0,2 до 0,7 Å в секунду. Графики, соответствующие протеканию процесса, представлены на рис. 2.



Рис. 2. Графики, иллюстрирующие протекание процесса; Красным цветом обозначен ток источника, зеленым давление, а фиолетовым – толщина нанесенного слоя (в ангстремах), рассчитанная с помощью кварцевых микровесов

Изучение контрастности изображений РЭМ

Для обеспечения корректного проведения исследований с помощью метода растровой электронной микроскопии необходимо поддержание высокого вакуума для избегания столкновения разогнанных электронов с частицами газов. В камере используемого в эксперименте РЭМ давление составляет 5,8 · 10⁻⁷ торр.

Было проведено экспериментальное исследование торцов сколотых кремниевых пластин, а также канавок, полученных методом локального травления фокусированным ионным пучком (ФИП, ионы галлия). В силу специфики метода напыления платины из металлосодержащего газа, исследовать скол с напылением таким методом не представляется возможным. Поэтому было проведено сравнение контраста только для чистой поверхности и напылённой пленки хрома. При локальном травлении было проведено сравнение контраста образца без нанесения пленок, с нанесением пленки платины методом распыления из металлосодержащего газа, с нанесением пленки хрома методом магнетронного распыления, а также их комбинация.

Образцами послужили части кремниевой пластины с осажденной методом химического осаждения из газовой фазы (CVD) пленкой SiON (оксинитрида кремния) толщиной примерно 950 нанометров.

На рис. 3 представлены полученные методом РЭМ изображения. Видно, что при исследовании торца сколотого образца без напыления затруднительно точно определить верхнюю границу пленки. После магнетронного распыления хрома, граница слоя оксинитрида кремния видна отчетливо. Результаты проведения исследования при локальном травлении ионным пучком ионов галлия представлены на рис. 4. Была произведена оценка контрастности образцов без напыления, с напылением 50 нм хрома, с напылением 900 нм платины (с добавочным напылением 100 нм под углом к поверхности), а также с напылением 50 нм хрома и 900 нм платины (с добавочным напылением под углом к поверхности).

Отмечено, что после травления с помощью ФИП слоев без «декорирования», невозможно распознать четкую границу пленки оксинитрида кремния. При напылении хрома появляется возможность оценки толщины исследуемого слоя.



Рис. 3. Полученные РЭМ изображения; слева – без напыления; справа – с напылением хрома



Рис. 4. Полученные РЭМ изображения; слева – без напыления; справа – с напылением хрома

На рис. 5 представлены изображения после напыления платины. Видно, что локальное напыление позволяет добиться удовлетворительного контраста для определения границ слоёв. Для платины, нанесенной из металлосодержащего газа, характера зернистая структура, облегчающая ручную фокусировку. Предварительное нанесение металла под углом, позволяет улучшить контрастность изображения.

На рис. 6 продемонстрированы результаты нанесения платины и её комбинаций с хромом. Контрастность фотографий с напылением только платины, и платины и хрома (рис. 6, а, б) удовлетворительна, однако, в случае напыления хрома результат лучше. Возможно, такой вид подготовки образца к исследованиям будет приоритетным для поиска остаточных слоев (толщиной менее 10 нм) непроводящих пленок. Видно, что напыление как хрома, так и платины под углом (рис. 6, в, г) дает практически одинаковый результат. Поэтому для случаев множества локальных травлений на образец выгоднее напыление масок хрома и платины без угла.

Заключение

В настоящей работе рассмотрены способы повышения контрастности изображений, полученных с помощью вакуумного метода растровой электронной микроскопии при проведении исследования сколов и канавок, локально протравленных фокусированным ионным пучком (ФИП).

Показано, что напыление пленок металлов повышает контрастность изображения и позволяет лучше локализовать верхнюю границу раздела непроводящей пленки оксинитрида кремния. При проведении анализа сколов образцов ИС для «декорирования» поверхности применение магнетронного распыления позволяет увеличить контрастность изображения. Исследование торцов сколотых образцов в силу специфики метода локального напыления неприменимо, в отличие от магнетронного. Четкость границ слоёв образцов с металлическими пленками значительно лучше, чем без них. Локальное напыление пленок платины с предварительным напылением под углом позволяет повысить контрастность изображения, однако, при необходимости применения множества локальных травлений на одном образце удобнее применять напыление хрома на всю его площадь. Одновременное напыление хрома, платины под углом и без угла бессмысленно в силу схожести результатов.



Рис. 5. Полученные РЭМ изображения. Напыление: а – только платины; б – с хромом платины; в – платины под углом и без угла; г – хрома, платины под углом и без угла

Стоит отметить, что в связи с относительно небольшим ресурсом ионных источников, применение магнетронного распыления позволяет увеличить скор их службы..

Литература

- [1] Рау Э И, Евстафьева Е Н, Андрианов М В 2008 Механизмы зарядки диэлектриков при их облучении электронными пучками средних энергий (Москва: Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Физика твердого тела) **50** 4 9
- [2] Петухов В Ю, Гумаров Г Г 2010 Ионно-лучевые методы получения тонких пленок. Учебно-методическое пособие для студентов физического факультета (Казань) 87

Влияние содержания азота при магнетронном осаждении нитрида титана и шероховатости подложек на электрофизические свойства тонкоплёночных покрытий

Ю. И. Рукина, О. И. Обрезков, Ю. В. Мартыненко, С. Л. Шевчук, М. Ю. Нагель, С. Н. Кочетов

НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

E-mail: rukina yi@nrcki.ru

Аннотация. Проведены осаждения тонкопленочных структур на основе нитрида титана с развитой поверхностью методом реактивного магнетронного распыления при варьировании содержания азота в газовой рабочей смеси при формировании тонкопленочных слоев. Исследовались свойства покрытий методами импедансной спектроскопии и электронной микроскопии. Установлено влияние пескоструйной обработки поверхности в качестве подготовительной операции перед осаждением нитрида титана и толщины осаждаемых слоев нитрида титана на морфологию и электрохимические свойства покрытия. Исследование позволило оптимизировать процесс получения тонкоплёночного функционального развитого покрытия, перспективного для использования в качестве покрытия электродов кардиостимуляторов.

Ключевые слова: электроды кардиостимуляторов; нитрид титана; пескоструйная обработка; двойной электрический слой; импедансная спектроскопия

Введение

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» ведутся теоретические и экспериментальные работы, целью которых является разработка и создание покрытий для имплантируемых электрокардиостимуляторов нового поколения. Результаты исследований и опыт создания функциональных покрытий на деталях имплантируемых эндокардиальных электродов электрокардиостимуляторов представлен в [1].

Свойства границы раздела фаз электрод/электролит определяются в значительной степени покрытием кардиоэлектрода, которое должно обладать совокупностью свойств: биосовместимость, высокая электропроводность, химическая стойкость, высокая адгезия к материалу кардиоэлектрода, развитость поверхности. Структура, морфология, состав покрытия имеют первостепенную важность с точки зрения протекания электрохимических процессов на электродах электрокардиостимулятора [2]. В этой связи тонкопленочные слои на основе нитрида титана с развитой поверхностью представляются одними из наиболее перспективных для применения в качестве материала покрытия кардиоэлектродов, непосредственно участвующего в образовании границы электрод/электролит и обуславливающего электрохимические свойства контакта кардиоэлектрода со средой в теле человека. Влияние параметров осаждения, в том числе потока натекания азота на структуру и электрохимические свойства получаемых функциональных покрытий также изучалось в [3; 4].

В настоящей работе представлены результаты исследований тонкопленочных структур на основе нитрида титана с развитой поверхностью методами импедансной спектроскопии и электронной микроскопии. Цель исследований заключалась в оптимизации параметров процесса осаждения биосовместимого покрытия для последующего его использования в качестве покрытия для электродов электрокардиостимуляторов. С этой целью установлены зависимости элек-

трохимических свойств нитрида титана от содержания азота в газовой рабочей смеси в процессе формирования нитрида титана методом реактивного магнетронного распыления, влияния шероховатости поверхности и толщины тонкопленочного слоя нитрида титана на структуру слоя и морфологию поверхности покрытия.

Оборудование и методика эксперимента

Осаждение тестовых образцов покрытий на основе нитрида титана с развитой структурой проводилось на установке «Микромед», являющейся собственной разработкой НИЦ «Курчатовский институт». Установка предназначена для обработки в вакууме групп деталей с целью нанесения на их рабочие поверхности биосовместимых покрытий, обладающих специальными функциональными свойствами, достаточными для надежной работы этих деталей в составе имплантируемых в сердце человека эндокардиальных электродов электрокардиостимуляторов.

«Микромед» оснащена набором электрофизических устройств, таких как магнетрон на постоянном токе, источник ионов с протяженным пучком, радиочастотный генератор плазмы, импульсный дуговой испаритель, источник ионов металлов типа MEVVA, ленточный нагреватель, планетарная карусель с датчиком температуры и возможностью подачи электрического смещения, что позволяет в едином вакуумном цикле проводить процессы нанесения функциональных слоев и последующей их модификации, формируя тонкопленочные структуры со слоями значительно отличающимися по физико-химическим свойствам (состав, плотность, твердость, электропроводимость, шероховатость).

В качестве подложек для тестовых образцов использовались: пластины монокристаллического кремния марки КДБ-10 (100); титановые образцы диаметром 9 мм и толщиной 1 мм, изготовленные из листа проката. Осаждение проводилось как на подложки с исходной поверхностью (кремний – полированная, титан – прокат), так и на подложки с предварительно подготовленной поверхностью методом пескоструйной обработки.

Предварительная подготовка образцов включала промывку в ультразвуковой ванне в эфире, ацетоне и изопропиловом спирте. В вакуумной камере очистка поверхности подложек осуществлялась методом ионно-лучевой обработки пучком ионов аргона.

Осаждение тонких пленок проводилось методом магнетронного распыления. В состав магнетрона, работающего на постоянном токе, входит мишень из титана марки BT1-00, охлаждаемая водой, размер которой составляет 310×120×10 мм. Магнетрон позволяет проводить процессы распыления мишени с максимальной подводимой в разряд мощностью до 12 кВт, максимальном токе разряда до 20 А и максимальном напряжении до 2 кВ в диапазоне рабочих давлений в камере 0,01–10 Па.

Перед осаждением функционального пористого слоя нитрида титана проводят осаждение плотного адгезионного слоя титана (≈ 150–200 нм), плотного слоя нитрида титана (≈ 500 нм) для коррозионной защиты подложки от электрохимической коррозии при электрической стимуляции сокращений миокарда в агрессивном электролите, которым является кровь.

Исследование морфологии и определение толщины слоев полученных тонкопленочных структур проводилось на электронном сканирующем микроскопе Versa 3D FEG (FEI, США). Исследование электрохимических свойств выполнялось методом импедансной спектроскопии на стенде «Адмиттанс» и по методике обработки отклика на прямоугольный импульс напряжения с использованием численных методов (Патент RU 2024614302).

Для оценки электрических характеристик покрытий проводят испытания в двухэлектродной электрохимической ячейке на стенде «Адмиттанс». В качестве электролита используется раствор NaCl 0,9 %. На границе раздела фаз электрод/электролит возникает двойной электрический слой (ДЭС), обусловленный разделением зарядов у поверхности и характеризующийся ёмкостью ДЭС. От генератора электрический сигнал поступает на измерительную ячейку. С помощью компьютерного осциллографа сохраняют массив Боде (зависимости амплитуд подаваемого периодического напряжения, тока через электрод и фазы от частоты подаваемого напряжения) и проводят вычисление ёмкости ДЭС на всём диапазоне частот.

Обработка отклика на прямоугольный импульс напряжения с использованием численных методов позволяет определить ёмкость ДЭС, являющуюся непостоянной во времени величиной и зависящую от амплитуды и продолжительности сигнала. Данная методика позволяет получить более полный набор данных (ёмкость и сопротивление ДЭС, эффективная площадь поверхности электрода и исследовать нелинейные зависимости этих величин). Она является дополнением к измерениям электрических характеристик кардиоэлектродов с помощью гармонического напряжения. С одной стороны, эта методика позволяет получать более детальную информацию с учётом нелинейных зависимостей ёмкости и сопротивления ДЭС, а с другой, является более трудоёмкой.

Исследование тестовых структур и анализ полученных результатов

На рис. 1 представлены изображения поверхности образцов M34 (поток азота 0,4 л/час), M35 (поток азота 0,6 л/час), M36 (поток азота 0,9 л/час), M37 (поток азота 1,2 л/час), полученные на сканирующем электронном микроскопе.



Рис. 1. Электронная микроскопия образцов, полученных при потоке аргона 2 л/час и различных потоках азота: *а* – поток азота 1,2 л/час (М37); *б* – поток азота 0,9 л/час (М36); *в* – поток азота 0,6 л/час (М35); г – поток азота 0,4 л/час (М34)

Для образцов, полученных при потоке азота 0,4 л/час (M34), характерно наличие крупных зерен с гексагональной решеткой (размер порядка 400 нм и более), что характерно для модификации α-Ti, встроенных в нитрид титана с мелкими зернами (размер порядка не более 200 нм), имеющими кубическую гранецентрированную решетку. Полученные результаты указывают на недостаточное количество азота в рабочей смеси.

В образцах, осаждаемых при потоке азота свыше 0,6 л/час, фаза чистого титана не наблюдается. При потоке азота 0,6 л/час для морфологии поверхности характерно наличие зерен примерно равной величины порядка 100–150 нм. При повышении количества азота в рабочей смеси наблюдается увеличение доли фазы с более крупным размером зерна (порядка 200 нм и более). Ниже приведены результаты импедансной спектроскопии, проведённой на стенде «Адмиттанс» для данных образцов покрытий (табл. 1).

Несмотря на изменение морфологии и размера зерна структуры, изменение потока натекания азота не приводит к значительному изменению ёмкости ДЭС.

	M34	M35	M36	M37
Поток азота, л/час	0,4	0,6	0,9	1,2
Емкость ДЭС, мкФ	190	252	230	252

Табл. 1. Поток азота в камеру осаждения при получении слоя пористого нитрида титана и емкость ДЭС на частоте 1 Гц

На рис. 2 представлены изображения поперечных сколов тестовых образцов, полученных в одном процессе осаждения на подложках из монокристаллического кремния как с пескоструйной обработкой поверхности подложки, так и без дополнительной обработки полированной поверхности кремния.



Рис. 2. Тонкопленочная структура на поверхности кремниевой подложки КДБ-10 различной толщины и морфологии: *a* – поверхность подложки полированная, толщина пористого нитрида титана d = 1,0 мкм; *б* – поверхность подложки после пескоструйной обработки, толщина пористого нитрида титана d = 1,0 мкм; *в* – поверхность подложки после пескоструйной обработки, толщина обработки, толщина пористого нитрида титана d = 11,0 мкм;

Пескоструйная обработка поверхности приводит к существенному изменению морфологии осаждаемых слоев. На полированной кремниевой поверхности образца M37 (рис. 2, a) формируется строго упорядоченная столбчатая пористая структура нитрида титана. После пескоструйной обработки подложки значительно повышается шероховатость поверхности и формируются дефекты, которые в процессе осаждения тонкопленочных слоев становятся центрами зародышеобразования. Вследствие повышения плотности дефектов для формируемой структуры характерно нарушение строго вертикального роста столбов, образование столбов, растущих под углом к поверхности (рис. 2, δ), что приводит к остро выраженному конкурентному механизму формирования структуры слоя нитрида титана. В процессе конкурентного роста с увеличением толщины слоя происходит подавление роста «слабых» столбов и формирование фракталоподобной морфологии поверхности (рис. 2, b), что вызывает

увеличение эффективной площади контакта кардиоэлектрода и, соответственно, емкости ДЭС. В табл. 2 представлены результаты измерения толщины слоя пористого нитрида титана и

емкость ДЭС на частоте 1 Гц, полученная методом импедансной спектроскопии.

	M39	M35	M38	M49
Толщина d, мкм	0,88	1,7	7	11
Емкость ДЭС, мкФ	220	252	300	310

Табл. 2. Толщина слоя пористого нитрида титана и емкость ДЭС на частоте 1 Гц

Увеличение толщины слоя пористого нитрида титана от 1,0 мкм до 11,0 мкм приводит к увеличению емкости ДЭС от 220 мкФ до 310 мкФ, то есть увеличение толщины более чем в 10 раз приводит к увеличению емкости ДЭС при частоте подаваемого напряжения, равной 1 Гц, на 50 %. Схожий результат даёт обработка значений тока через исследуемый образец при подаче на него прямоугольных импульсов напряжения (рис. 3).



Рис. 3. Максимальная за период ёмкость ДЭС при зондировании образца в электрохимической ячейке

Полученный говорит о том, что наибольший вклад в увеличение ёмкости ДЭС даёт не толщина функционального слоя нитрида титана, а развитость поверхности, так как гидратированные ионы не проникают на максимальную глубину пористого покрытия из-за малости промежутков между столбцами покрытия.

Заключение

Установлено влияние содержания азота в рабочей газовой смеси во время осаждения тонкоплёночных покрытий нитрида титана на морфологию и электрохимические свойства покрытий. Отмечена модификация осаждаемого покрытия при использовании пескоструйной обработки поверхности в качестве подготовительной операции. Полученные результаты позволяют оптимизировать процесс получения тонкоплёночного функционального покрытия нитрида титана, перспективного для использования в качестве покрытия электродов кардиостимуляторов.

Благодарности

Выражаем особую благодарность научному сотруднику Ресурсного Центра Зондовой и электронной микроскопии НИЦ "Курчатовский институт" к.х.н. Е.В. Кукуевой за проведение исследований методом сканирующей электронной микроскопии.

Работа проведена в рамках выполнения государственного задания НИЦ «Курчатовский институт».

Литература

- [1] Обрезков О И, Рукина Ю И, Шевчук С Л и др. 2024 *51 Международная (Звенигородская)* конференция по физике плазмы и УТС (Звенигород) 229
- [2] Specht H et al. 2005 Medical Device Materials III Proceedings of the Materials and Processes for Medical Devices Conference (USA) 169–173
- [3] Achour A et al. 2015 *Journal of Power Sources* **300** 525–32
- [4] Sun N et al. 2021 Journal of Power Sources 489 229406

Способ формирования в вакууме композиционного слоя с островковыми наноструктурами

С. В. Сидорова¹, А. Д. Купцов¹, И. Е. Пименов², А. А. Фельде¹

¹ МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия ² ФГУП «НАМИ», Москва, Россия

E-mail: sidorova@bmstu.ru

Аннотация. В работе предложен вариант реализации способа формирования островкового покрытия методом магнетронного распыления из комбинированной мишени. Предложены варианты исполнения комбинированных мишеней из оксида алюминия со вставками из меди. Приведены результаты отработки скоростей нанесения оксида алюминия и меди в вакууме. Представлены результаты расчета геометрии выбранного варианта комбинированной мишени для метода магнетронного распыления.

Ключевые слова: вакуумные технологии; ионно-плазменные технологии; ионное травление; магнетронное распыление; островковые пленки

Введение

Островковые наноструктуры находят свое применение в различных областях науки и техники от медицины и биологии до электроники, оптики и фотоники. Исследованием характеристик и свойств островковых наноструктур и их массивов занимаются ученые и исследователи как в России, так и за рубежом, начиная с 80-х гг. прошлого столетия. Однако, в последние 15–20 лет актуальность разработки способов формирования островковых наноструктур и тонкопленочных покрытий возрастает год от года (рис. 1). Это связано с размерными эффектами в наноразмерных структурах, которые наряду с миниатюризацией проявляются в нанометровом масштабе.





Быстрорастущая область промышленности – микроэлектроника – требует от устройств увеличения производительности и эффективности, миниатюризации, снижения себестоимости и нового функционала. Решением становится внедрение новых технологических и конструктивных решений для разработки и создания устройств областей электроники. Внедрение островковых, в том числе и композиционных, слоев и покрытий может стать перспективой развития многих областей микроэлектроники и не только. За счет внедрения многослойной островковой пленки ферромагнетиков [1] и островковой тонкой пленки олова, серебра, алюминия [2] можно достичь повышения чувствительности для датчиков слабых магнитных полей и газовых сенсоров, соответственно. Внедрение островкового слоя в конденсаторы позволяет увеличить их емкость в 2–20 раз. Такие конденсаторы находят свое применение и в СВЧ-трактах, и в больших аккумуляторных батареях для транспорта и промышленных систем энергообеспечения.

Выбор метода получения островковых структур связан как с материалом формирования, так и с требованиями к функциональным и геометрическим параметрам островкового слоя [3]. Сравнивая дорогостоящие и, безусловно, высокопроизводительные методы литографии с более доступными методами вакуумного нанесения покрытий, требуется тщательная отработка режимов формирования островкового слоя и поиск новых способов реализации процесса нанесения. Формирование в вакууме как однослойных островковых структур, так и комплекса многослойных островковых покрытий, чередующихся тонкопленочными слоями диэлектрика, является актуальной задачей.

Цель работы – разработка способа и отработка режимов формирования композиционного покрытия с металлическими островковыми наноструктурами.

Постановка экспериментальных исследований

Исследования проводятся на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ имени Н. Э. Баумана. В качестве технологического оборудования применяется вакуумная установка МВТУ-11-1МС [4]. Предварительная подготовка подложек происходит при помощи кольцевого источника ионов в едином вакуумном цикле с нанесением функциональных слоев. Ионизированный поток аргона производит очистку поверхности кремния. Для отработки режимов формирования тонкопленочных слоев Си и Al₂O₃ осаждение магнетронным источником происходит из цельно композитных мишеней заданного стехиометрического состава Си и Al₂O₃.

Для формирования композиционного покрытия предложен метод магнетронного нанесения из комбинированной мишени. Такая мишень представляет собой каркас из Al_2O_3 и вставки из Cu. Для разработки были предложены вставки в форме цилиндров (рис. 2, а), кольца (рис. 2, б) и лепестков (рис. 2, в) для заданного диаметра мишени D и расчетных параметров геометрии мишени d, d_1 , d_2 , α .



Рис. 2. Комбинированные мишени с цилиндрическими (а), кольцевой (б) и лепестковыми (в) вставками

Использование комбинированной мишени позволит одновременно формировать островковое покрытие из Си и заполнять пространство между проводящими островками материалом диэлектрика – Al₂O₃. Также материал диэлектрика будет служить барьером для отдельных островков, так как срастание островков приведет к образованию лабиринтных пленок.

Отработка скорости осаждения тонкопленочных покрытий Си и Al₂O₃

Оценка скорости осаждения материала на подложку является фундаментальным требованием

для формирования изделий с тонкопленочными слоями толщиной менее 500 нм. Существуют различные методики измерения толщины пленки, следовательно, пересчет этого параметра в скорость осаждения: оптические [5], энергетические [6], зондовые [7] и т.д. В данной работе измеряется толщина покрытий зондовым методом при разных временах осаждения меди и оксида алюминия.

На рис. 3, а показаны результаты измерения толщины пленок в зависимости от времени осаждения и рис. 3, б зависимость скорости осаждения от времени работы магнетронного источника.



Рис. 3. Зависимости толщины пленки (а) и скорости осаждения (б) от времени работы магнетронного источника

Средние абсолютные значения скорости осаждения для меди и оксида алюминия составили 25,9 нм/мин и 0,3 нм/мин, соответственно, что необходимо учитывать при последующем цикле формирования тонких пленок с заданными параметрами по толщине слоя.

Расчет и моделирование островковой наноструктуры

Проведено моделирование островковой структуры (рис. 4) с характеристическим размером островков 100 нм, чтобы учесть граничные условия проявляющихся размерных эффектов.



Рис. 4. Структура композиционного слоя диэлектрика с островковыми наноструктурами на подложке

Для формирования данной структуры необходимо рассчитать геометрические параметры мишени. В работе [8] проведена отработка режимов формирования тонкопленочных покрытий меди и оксида алюминия. Видно, что скорость осаждения меди на порядок выше скорости осаждения оксида алюминия.

Распыление происходит не со всей поверхности мишени, а только в зоне эрозии, поэтому для расчета будет использоваться только ее площадь. Примем, что осаждение происходит равномерно по всей площади, тогда скорость роста на единицу площади (для удобства расчета используется мм²) будет равна объемной скорости роста. Наиболее плотное заполнение – это заполнение треугольником, именно оно будет учтено при расчете, так как плотность расположения островков является наиболее предпочтительным.

Объем одного островка:

$$V_{\rm oct} = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot R^3 = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot 50^3 = 261799 \,\,{\rm Hm}^3,\tag{1}$$

где *R* – радиус островка, нм.

Площадь, занимаемая одним островком с учетом пространства между островками:

$$S_{\text{oct}} = 2\sqrt{3} \cdot \left(R + \frac{r}{2}\right)^2 = 2\sqrt{3} \cdot \left(50 + \frac{3}{2}\right)^2 = 9188 \text{ HM}^2, \tag{2}$$

где *r* – расстояние между островками, нм.

Объем области с одним островком и заполняющим материалом:

 $V_{\rm o b m} = S_{\rm o c t} \cdot R = 9188 \cdot 50 = 459383 \, {\rm Hm}^3,$ (3) Объем заполняющего материала:

(4)

$$V_{\pi \mu 3 \pi} = V_{00} - V_{0CT} = 459383 - 261799 = 197584 \text{ HM}^3$$

Исходя из того, что объем осажденных материалов должен быть равен объему материала в структуре, получаем отношение площадей материала диэлектрика и проводника:

$$\frac{S_{\text{pacn.}Cu}}{\sum_{\text{pacn.}Al_2O_3}} = \frac{V_{\text{ocr}} \cdot v_{\text{oc.}Al_2O_3}}{V_{\text{диэл}} \cdot v_{\text{oc.}Cu}} = \frac{261799 \cdot 0.3}{197584 \cdot 25.6} = 0,0155$$
(5)

где $v_{oc.Cu}$ – объемная скорость осаждения меди, нм³/с; $v_{oc.Al_2O_3}$ – объемная скорость осаждения оксида алюминия, нм³/с; $S_{pacn.Cu}$ – площадь распыления меди, мм²; $S_{pacn.Al_2O_3}$ – площадь распыления меди, мм²; $S_{pacn.Al_2O_3}$ – площадь распыления оксида алюминия, мм².

Площадь зоны эрозии составляет 1178,1 мм², таким образом площадь распыления меди должна составлять 18 мм². Центральный диаметр зоны эрозии составляет 25 мм. Центральный диаметр кольцевой вставки совпадает с центральным диаметром зоны эрозии, тогда площадь вставки равна:

$$S_{\rm BCTABKH} = \frac{\pi}{4} \left((d_{\rm PO3HH} + \frac{k}{2})^2 - (d_{\rm PO3HH} - \frac{k}{2})^2 \right), \tag{6}$$

где *k* – ширина вставки, мм. Ширина кольцевой вставк

$$k = \frac{4 \cdot S_{\text{вставки}}}{\pi \cdot 2d_{\text{эрозин}}} = \frac{4 \cdot 18}{\pi \cdot 2 \cdot 25} = 0,46 \text{ мм.}$$
(7)

Получаем, что кольцевая вставка должна иметь диаметр 25 мм и ширину кольца 0,46 мм. Для определения времени осаждения композиционного покрытия необходимо найти суммарную скорость осаждения каждого материала. Скорость осаждения меди, распыленной из медной вставки:

$$v_{\text{ос.вст.}Cu} = v_{\text{ос.}Cu} \cdot \frac{S_{\text{вставки}}}{S_{\text{эр.}}} = 25,6 \cdot \frac{18}{1178,1} = 0,39 \text{ нм/мин,}$$
 (8)

где *S*_{эр} – площадь зоны эрозии.

Скорость осаждения оксида алюминия, распыленного с остаточной площади мишени:

$$v_{\text{oc.oct.}Al_2O_3} = v_{\text{oc.}Al_2O_3} \cdot \frac{S_{\text{эр.}} - S_{\text{вставки}}}{S_{\text{эр.}}} = 0,3 \cdot \frac{1178,1-18}{1178,1} = 0,295 \text{ нм/мин}$$
(9)

Суммарная скорость осаждения:

$$v_{\text{сумм}} = v_{\text{ос.ост.}Al_2O_3} + v_{\text{ос.вст.}Cu} = 0,39 + 0,295 = 0,685$$
 нм/мин (10)
Время формирования слоя толщиной 50 нм составляет:

$$t = \frac{50}{0,685} = 73$$
 мин

Для формирования заданной структуры с кольцевой комбинированной мишенью необходимо проводить осаждение 73 минуты.

Обсуждение результатов работы

Предложенный способ формирования композиционного слоя диэлектрика с металлическими островковыми наноструктурами может быть реализован методом магнетронного распыления. Для данного метода рекомендован выбор комбинированной диэлектрической мишени с металлическими вставками по типу «кольца», расположенными в зоне эрозии мишени.

Отработанные режимы скоростей роста медного слоя (25,9 нм/мин) и слоя оксида алюминия (0,3 нм/мин) позволили провести расчет геометрии комбинированной мишени с кольцевой вставкой и времени формирования покрытия.

Для формирования структуры с островками диаметром 100 нм и расстоянием между островками 3...5 нм, вставка должна иметь диаметр 25 мм и ширину 0,46 мм, формирование необходимо проводить в течение 73 минут.

Заключение

Практическое применение результатов работы позволит формировать тонкопленочные покрытия и разрабатывать устройства для изделий оптики, фотоники и микроэлектроники с лучшими функциональными параметрами и высоким уровнем надежности и качества.

Развить и повысить значимость результатов позволит исследование топологии полученных образцов на электронном микроскопе для оценки геометрии островковых структур.

В дальнейшей работе планируется оценка влияния ионной обработки на поверхности подложки и покрытий.

Литература

- [1] Kiryanov S V, Yurkin N O, Kouptsov A D et al. 2023 Proc. of the 2023 5th Intern. Youth Conf. on Radio Electronics, Electrical and Power Engineering, REEPE 2023 (Moscow)
- [2] Кирьянов С В, Щербак Е С, Наумаова А М и др. 2024 Сб. тезисов докладов НТК «Вакуумная техника, материалы и технология» (Москва)
- [3] Сидорова С В 2011 Справочник. Инженерный журнал с приложением 9 13-7
- [4] Kouptsov A D et al. 2021 J. Phys.: Conf. Ser. 1799 1 012016
- [5] Harrick N J Applied optics 1971 **10** 10 2344–9
- [6] Иевлев В М и др. 2007 Конденсированные среды и межфазные границы 9 3 209-15
- [7] Дедкова A A и др. 2020 Наноструктуры. Математическая физика и моделирование **20** 2 23–40
- [8] Купцов А Д, Сидорова С В Сб. трудов конференции «Вакуумная наука и техника» 2023

Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов

В. А. Смольянинов, Ю. О. Просовский, О. Ф. Просовский, А. Н. Исамов, А. Ю. Буднев, И. Н. Левкин

АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», Обнинск, Россия, 249030

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. Проведён сравнительный анализ адгезии кремнийорганического лака, используемого для защиты изделий тонкоплёночных покрытий на поверхности полимерных материалов, к плёнкам ITO и TiO₂.

Ключевые слова: кремнийорганический лак; оргстекло; тонкая плёнка ITO; тонкая плёнка TiO₂; адгезия

1. Введение

В настоящее время во многих отраслях промышленности наблюдается применение замещения традиционных материалов новыми. Широкое распространение нашли изделия из поликарбоната и ПММА. Органические стёкла, по сравнению с обычным силикатным стеклом, обладают рядом преимуществ: имеют меньший вес, более высокую ударную прочность. Термопластичность органических стёкол позволяет достаточно просто формовать сложнопрофильные изделия, а поликарбонат вообще является литьевым материалом и позволяет получать отливки оптических деталей.

Однако органическому стеклу присущ ряд недостатков. Одним из самых важных недостатков является низкая устойчивость к абразивному воздействию. Органические стёкла уступают силикатным стёклам по твёрдости поверхности: оргстекло более подвержено механическим повреждениям. Ввиду этого становится актуальным вопрос о модификации поверхности органических стёкол, с целью её упрочнения. Одним из способов модификации поверхности является нанесение прозрачных покрытий в виде тонких плёнок оксидов веществ и специальных лаков [1]. Современные подходы к изделиям конструкционной и приборной оптики подразумевают применение тех или других многослойных тонкоплёночных покрытий, которые придают принципиально новые свойства изделиям из полимерных материалов.

На рис. 1 представлен фрагмент остекления самолёта, поверхность которого упрочнена, и самому остеклению приданы специальные свойства.



Рис. 1. Остекление фонаря самолета с модифицированной поверхностью

Как правило, специальные свойства изделиям придают тонкоплёночные покрытия, получаемые нанесением тонких плёнок в вакууме [2]. К материалам, широко используемым в конструкциях тонкоплёночных покрытий, относятся плёнки оксид индия-олова (ITO) и диоксид титана (TiO₂). Плёнки ITO интересны своей прозрачностью и электропроводностью, что позволяет на их основе создавать различные типы функциональных покрытий [3]. Плёнки TiO₂ обладают высоким показателем преломления и позволяют создавать интерференционные структуры с широкой зоной заграждения [4].

В то же время интерференционные покрытия – удел тонких плёнок веществ, и их суммарная толщина в реальных приложениях составляет десятки-сотни нанометров и требуют применения лаковых слоёв для придания абразивной устойчивости изделиям. В реально разработанных конструкциях толщина защитного лакового слоя составляет 5–8 мкм, что в десятки раз повышает абразивную устойчивость изделий из органического стекла.

В данном ракурсе актуальным вопросом является адгезия лакового слоя к тонкоплёночному покрытию, полученному в вакууме.

2. Постановка эксперимента

Для исследования адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов были подготовлены образцы из органического стекла с покрытиями из оксида индий-олово (ITO) и диоксида титана (TiO₂). Для дальнейших испытаний разработано несколько вариантов трёхслойной (четырёхслойной) тонкопленочной конструкции, при которой слои ITO и TiO₂ отделены от полимерной подложки лаковым подслоем для обеспечения высокой адгезии плёнок оксидов металлов к подложке. Структура покрытий представлена на рис. 2.

Лак	Лак		
Грунт	SiO ₂	Лак	
ITO/TiO ₂	ITO/TiO ₂	ITO/TiO ₂	
Лак	Лак	Лак	
Подложка (ПММА)	Подложка (ПММА)	Подложка (ПММА)	

Рис. 2. Варианты структуры покрытий

Материал образцов: ПММА 8 мм, размер 100х100 мм. Исследование адгезии лакового покрытия проводилось методом решётчатых надрезов, суть которого заключалась в нанесении решётчатых надрезов на лаковое покрытие и дальнейшей оценке его состояния [5].

На расстоянии, не менее 10 мм от края образца, были нанесены режущим инструментом по линейке 6 параллельных надрезов длиной не менее 20 мм и шагом в 3 мм друг от друга. По аналогии были нанесены разрезы в перпендикулярном направлении первым. В результате на поверхности исследуемых образцов были получены решётки из квадратов одинакового размера.

После нанесения решётки, было произведено исследование отслоения покрытия с помощью клейкой ленты (скотча), плотно приклеенной к поверхности образца, затем удалённой резким движением. Адгезия лакового покрытия оценивалась с помощью цифрового микроскопа согласно табл. 1.

3. Результаты испытаний

Из всех испытанных вариантов многослойных защитных покрытий, наиболее предпочтительной является комбинация Лак + ITO + SiO₂ + Лак, показавшая удовлетворительные результаты

при исследовании и оценке адгезии лака к оксидной плёнке металла методом решётчатых надрезов (рис. 3).

Балл	Описание	Внешний вид поверхности образца с покрытием
0	Гладкие края надрезов; отсутствие отслоений квадратов решётки	
1	В местах пересечений надрезов наблюдаются отслоения мелких чешуек покрытия; площадь отслоений слегка превышает 5 % площади решётки	
2	На пересечении надрезов и (или) у краёв наблюдается отслоение покрытия по площади от 5 % до 15 % от площади решётки	
3	Частичное или полное отслоение покрытия широкими полосами вдоль краёв надрезов и (или) на различных частях квадратов по площади от 15 % до 35 % от площади решётки	
4	Отслоение покрытия широкими полосами вдоль краёв надрезов и (или) частичное или полное отде- ление квадратов решётки; площадь отслоения составляет от 35 % до 65 % от площади решётки	
5	Любая степень отслоения, не классифицируемая 4-м баллом шкалы	

Табл. 1. Шкала оценки адгезии лакового покрытия



Рис. 3. Образцы с покрытием: $a - Лак + ITO + SiO2 + Лак; <math>\delta - Лак + ITO + Лак$

Литература

- [1] Буднев А Ю, Просовский О Ф, Исамов А Н и др. 2023 Сб. тез. докл. IV Междунар. науч.тех. конф. «Современные достижения в области клеев и герметиков: материалы, сырьё, технологии» (Н. Новгород) 195–7
- [2] Мельников А А, Щур П А 2019 Электронный научный журнал «Труды ВИАМ»
- [3] Лунякина Т А 2018 Форум молодых учёных 5–2 (21)
- [4] Лунин Е А, Захарова Н В, Трифанов И В *Актуальные проблемы авиации и космонавтики* 2019
- [5] Степанов А Ю, Сотникова Л В, Владимиров А А и др. 2014 Ползуновский вестник 3

Радиационно-химический метод получения нанокомпозита диоксид церия - серебро

С. Ю. Соковнин^{1,2}, М. Е. Балезин¹, В. Г. Ильвес¹

¹ Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия ² Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия

E-mail: sokovnin@iep.uran.ru

Аннотация. Радиационно-химический метод применен для синтеза мезопористого нанокомпозита диоксид церия - серебро. В качестве прекурсора использовался водный раствор нитрата серебра. Осаждение наночастиц Ag проводилось на твердые HЧ CeO₂, предварительно подученные с использование метода импульсного электронного испарения (PEBE) в вакууме. Продукт синтеза по данным РФА и РФЭС не содержал примесей. Композит состоял из двух кристаллических фаз: CeO₂ и металлических наночастиц Ag, и имел форму трехмерных пространственных наноструктур в виде «облаков». Облака состояли из агломератов наночастиц CeO₂ размером менее 10 нм, которые были покрыты россыпями отдельных и цепочек наночастиц Ag, сферической формы размером от 10 до 200 нм, без явных признаков образования химических связей Ce-O-Ag. Удельная поверхность композита (126,5 м²/г) уменьшилась относительно удельной поверхности чистого порошка CeO₂ (190 м₂/г). РФЭС показала присутствие металлических наночастиц Ag (1,29 мас. %) в композите. Наличие металлических наночастиц Ag и полупроводниковых CeO₂ позволяет рассчитывать на появление плазмонного резонанса в таких гетерофазных структурах.

Ключевые слова: нанокомпозит; CeO2-Ag; радиационно-химический синтез

Введение

Легированный серебром диоксид церия имеет большой потенциал для использования в качестве фотокатализатора, антибактериального агента [1]–[2] и во многих других областях [3]. В данной работе нанокомпозит CeO₂-Ag получен осаждением наночастиц (HЧ) Ag радиационнохимическим (PX) методом в водном растворе нитрата серебра на поверхности НЧ диоксида церия, полученного ранее методом импульсного электронно-лучевого испарения (PEBE) в вакууме на установке НАНОБИМ-2 [4].

Описание эксперимента

Синтез нанокомпозита CeO₂-Ag проводили с использованием РХ метода. НЧ CeO₂ предварительно получали с использование метода РЕВЕ на установке НАНОБИМ-2 по методике описанной в работе [5]. Осаждение НЧ Ag проводилось в жидкой среде: смеси водного раствора AgNO₃ с водной суспензией твердых, нерастворимых в воде НЧ CeO₂ после облучения импульсным электронным пучком (энергия электронов ~500 кэВ) импульсно- периодического ускорителя URT-0,5М. Ссоотношение компонентов в смеси: $H_2O - 100$ мл, AgNO₃ (s) – 0,6 г и CeO₂ – 0,55 г.

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводился на дифрактометре D8 DISCOVER (Cu K α 1,2 λ = 1,542 Å) с графитовым монохроматором на колимированном пучке, с использованием программы TOPAS 3. Текстурный анализ проводили с использованием анализатора Micromerics TriStar 3000 V6.03 Analyzer (предварительная дегазация образца в течение 1 часа при температуре 100 °C). Исследования морфологии и химического анализа методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) проводились с помощью аналитического сканирующего электронного микроскопа Zeiss Merlin, работающего при напряжении 10–20 кВ и оснащенного энергетически дисперсионным детектором рентгеновских лучей Oxford Instruments INCA x-act. Спектры фотоэмиссии (ФЭ) измеряли с использованием полусферического анализатора в лабораторном спектрометре ESCALAB 250 Xi (Thermo Fisher Scientific, Великобритания).

Полученные результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлена рентгеновская дифрактограмма композитного нанопорошка (НП) CeO₂-Ag. По данным РФА композит содержал две кристаллические фазы:

- CeO₂, кубическая фаза, S.G.: Fm-3m (225), карточка PDF № 00-034-0394, период решетки а = 5.4113 Å, плотность ρ = 7.215 г/см³
- Ag 3с, кубическая фаза, S.G.: Fm-3m (225), карточка PDF № 03-065-2871, период решетки а = 4.0861 Å, ρ = 10. 502 г/см³.

При обработке дифрактограмм использовалась модель, что CeO₂ присутствовал в двух фракциях: крупнокристаллической и мелкодисперсной (не аморфной). Рефлексы от крупных частиц на рис. 1 обозначены зелёным цветом и условно названы Cerianite – 1, рефлексы от мелких частиц обозначены красным цветом и названы Cerianite – 2. Результаты РФА показали, что:

- Cerianite 1, содержание ≈ 12.5 wt. %, область когерентного рассеяния (ОКР) = 74±12 нм, период решетки а = 5.413±0.003 Å, р = 7.208±0.007 г/см³, R_b = 5.902;
- Cerianite 2, содержание ≈ 82.5 wt. %, OKP ≈ 4 нм, период решетки $a = 5.426\pm 3$ Å, $\rho = 7.16\pm 0.02$ г/см³, $R_b=2.896$; Silver 3с, содержание ≈ 5 wt.%, OKP = 51\pm 3 нм, период $a = 4.087\pm 0.002$ Å, $\rho = 10.50\pm 2$ г/см³, $R_b = 4.566$, $R_{exp}=13.00$, $R_{wp}=14.11$.



Рис. 1. Результаты РФА композита CeO₂-Ag

На рис. 2 приведены изотермы адсорбции–десорбции азота и распределение пор по размеру в композите CeO₂-Ag. Петля гистерезиса на изотерме десорбции адсорбции на рис. 2, *а* подтверждает наличие мезопор в композите. Композит имел широкое распределение пор по размеру в диапазоне от 8 до 38 нм, с максимумом при ~ 15 нм.



Рис. 2. . Результаты текстурного анализа для композита CeO₂-Ag: *а* – изотермы сорбции и десорбции; *б* – распределение пор по размеру

Сравнение текстурных композита CeO₂-Ag с соответствующими характеристик отдельных образцов HП чистого CeO₂ [5] (табл. 1), полученных ранее в разных режимах испарения, показало, что текстурные параметры двойного композита лишь незначительно уступали HП CeO₂ в объеме пор (V_{pore},), при одинаков порядке величины диаметра пор (D_{pore}) и удельной поверхности (УП) у всех образцов.

Табл. 1. Текстурные характеристики НП чистого CeO₂ и композита CeO₂-Ag

Образец	УП, м ² /г	$V_{pore}, cm^3/\Gamma$	D _{pore} , нм
CeO-Ag	126.5	0.111	18.6
CeO ₂ -1	158.3	0.505	17.8
CeO ₂ -2	129.3	0.350	23.8

На рис. 3 показаны СЭМ изображения поверхности нанокомпозита CeO₂-Ag, сделанные с различным увеличением. Полученный композит (рис. 3, а) имел форму трехмерных пространственных наноструктур в виде «облаков». Облака состояли из агломератов наночастиц CeO₂ размером менее 10 нм, которые были покрыты россыпями отдельных и цепочек наночастиц Ag, сферической формы размером от 10 до 200 нм (рис. 3, а, b), без явных признаков образования химических связей Ce-O-Ag. На рис. 3, с показаны отдельные сферические HЧ Ag, размером 20 и 50 нм, что согласуется с результатами РФА. НЧ Ag характеризуются гладкой поверхностью, что позволяет их легко различать на фоне агломератов оксида церия, характеризующихся шероховатой на вид поверхностью.



Рис. 3. СЭМ изображения НП СеО₂-Ад с различным увеличением: а – агломерат композита CeO₂-Ag (I) размером около 4–5 мкм с россыпью металлических НЧ Ag (красный прямоугольник) на поверхности оксидных НЧ CeO₂; b – выделенная красным прямоугольником II область агломерата на рис. 3, а при большем увеличении; с – прямоугольная область III (красный прямоугольник на рис. 3, b при большем увеличении. Хорошо видны две сферические НЧ Ag размером от 20 до 50 нм (показаны красными стрелками)

Результаты элементного анализа поверхности наночастиц композита CeO₂-Ag выполненного методом рентгеновской фотоэмиссионной спектроскопии (РФЭС), приведены в табл. 2. Содержание Ag в композите оказалось небольшим (1.29 at. %), при высокой концентрации углерода, вероятно, адсорбированного на развитой поверхности композита из окружающей атмосферы. Отношение атомов [O/Ce] = 3.22 значительно отклонялось от стехиометрического в предположении, что в конечном продукте присутствует только CeO₂. Избыток кислорода расходуется на образование CO₂, однако его недостаточно при столь высокой концентрации углерода (31.49 at. %). Можно предположить, что композит CeO₂-Ag содержит кислородные вакансии в высокой концентрации, что может скомпенсировать недостаток атомов кислорода. Это предположение подтверждает наличие кислородных вакансий в НП CeO₂, полученном методом PEBE, как было показано ранее в работе [5].

Образец	Концентрация, at. %				
	[0]	[Ce]	[C]	[Ag]	[O/Ce]
CeO ₂ -Ag	51.30	15.92	31.49	1.29	3.22

Табл. 2. Химический состав НП CeO₂-Ag по РФЭС

Заключение

Впервые, с использованием РХ метода, в водного растворе AgNO₃, в присутствии HЧ CeO₂, синтезированных предварительно методом PEBE, проведен синтез мезопористого нанокомпозита диоксид церия-серебро. Результаты анализа РФЭС и РФА подтвердил наличие Ag в композите низкой концентрации (1,29 at. % и 5,3 wt. %), что указывает на ингибирование процесса образования HЧ Ag в присутствии HЧ CeO₂ в суспензии. СЭМ изображения и высокие текстурные свойства (УП = 126,5 м²/г, V_{роге},= 0,111 см³/г и D_{роге}= 18,6 нм) подтвердили мезопористый тип полученного композита, указывая на перспективу его использования в качестве адсорбента для очистки воды от загрязнений или наноконтейнера в различных биомедицинских применениях.

Благодарности

Работа выполнена за счет проекта Российского научного фонда № 22-19-00239.

Литература

- [1] Grabchenko M V, Mikheeva N N, Mamontov G V et al. 2018 Catalysts 8(7) 285
- [2] Poornima N, Sasikumar N, Pandurangappa C 2023 Eur. Chem. Bull. 12(10) 3484
- [3] Rani S, Verma S, Sharma B et al. 2023 Ceramics International 49(23) Part A 37377
- Balezin M E, Bazarnyi V V, Karbovnichaya E A et al. 2011 Nanotechnologies in Russia 6(11–12) 757

Синтез наноразмерных пленок в нестандартных условиях

В. А. Тупик¹, В. И. Марголин¹, Д. К. Кострин¹, Б. В. Фармаковский², И. С. Шолина¹

 ¹ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия
 ² НИЦ "Курчатовский институт" – ЦНИИ КМ "Прометей" им. И. В. Горынина, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: v.margolin@mail.ru

Аннотация. В последнее время все чаще возникает необходимость наносить наноразмерные пленки на подложки разной формы или синтез пленок при нестандартных исходных требованиях. Это могут быть цилиндрические подложки, специфические подложки или нанесение пленок неоднородных по толщине и структуры. В каждом конкретном случае применяются соответствующие инженерные подходы.

Ключевые слова: наноразмерные пленки; подложки сложной формы; неоднородные пленки

Для разработки некоторых электронных приборов необходимо нанесение тонкой наноразмерной пленки на внутреннюю поверхность цилиндрических образцов. Применение для этих целей термического вакуумного распыления помещенного внутри цилиндра катода по ряду причин оказалось непригодным, также как попытка распыления помещенного внутри цилиндра металлического стержня, равномерно перемещающегося по оси цилиндра и распыляемого тонким электронным пучком соответствующей мощности и энергии, также равномерно перемещающегося по оси цилиндра синхронно с распыляемым стержнем [1], [2].

Попытка применения стержневого катода-мишени и соосно расположенного с ним цилиндрического анода-подложки, в пространстве между которыми создается низкотемпературная плазма газового разряда за счет приложения между стержневым катодом-мишенью и цилиндрическим анодом-подложкой постоянного электрического напряжения, а поле магнитной индукции, перпендикулярное электрическому, создается расположенными за пределами цилиндрического анода-подложки постоянными магнитами или соленоидами, оказалась не вполне удачной вследствие невозможности управления характеристиками постоянного поля магнитной индукции в случае применения постоянных магнитов и неоднородные характеристики поля магнитной индукции в случае применения соленоидов. Необходимость использования цельного стержневого катода-мишени, что при распылении высокочистых дорогостоящих, а иногда и уникальных материалов приводит к высокой стоимости эксплуатации устройства и неоправданным затратам [3], [4].

Необходимо исключить неоднородности магнитного поля, вызванных наличием постоянных магнитов или соленоидов за счет формирования и управления параметрами магнитного поля вследствие использования переменного тока, протекающего через катод-мишень и применения составного катода-мишени, позволяющего снижать время на переналадку устройства магнетронного распыления покрытий в случае нанесения различных по составу покрытий.

Это условие достигается тем, что на стержне катода-мишени расположена трубка из распыляемого материала, находящаяся в механическом и электрическом контакте со стержнем катода-мишени, при этом катод-мишень и анод-подложка подключены к источнику постоянного напряжения через дроссели, а катод-мишень подключен к дополнительному источнику переменного тока через конденсаторы. При включении источника переменного тока требуемое поле магнитной индукции для реализации процесса магнетронного распыления в скрещенных полях

будет создаваться за счет протекания по катоду переменного тока необходимой величины. В случае переменного тока будет обеспечена постоянная конфигурация распределения магнитного поля, так как будет исключена возможность его изменения за счет падения напряжения по длине, как это могло бы иметь место в случае применения постоянного тока [5], [6]. Применение этой технологии нанесения покрытий позволило получить на аноде-подложке пленки серебра толщиной 0.3–0.6 мкм с неоднородностью по толщине 3 % по всей длине волновода (250 мм), что подтверждается исследованиями с помощью электронной микроскопии.

Актуальной проблемой является синтез неоднородных наноразмерных пленок, причем неоднородными они могут быть по различным параметрам – по составу, по толщине, по структуре, по каким-либо свойствам и т. д. Отчасти это связано с развитием и применением фрактального подхода к технологическим процессам и последним достижениям фрактальной физики и геометрии. Более целесообразным и технологичным является использование магнетронных распылительных устройств с неоднородным управляемым магнитным полем в разрядном промежутке. Такое поле будет влиять на прохождение ионов от катода к аноду-подложке, и направлять различные части потока в соответствующие локализации подложки, формируя таким образом локальные зоны неоднородности.

Для управления магнитным полем использовалась система с дополнительным соленоидом [2], использование которого позволяло управлять соотношением ион/атом в процессе нанесения пленки. Недостатком использования соленоидов в качестве магнитов является большее, по сравнению с постоянными магнитами, искривление силовых линий, что приводит к градиенту в направлении, перпендикулярном силовым линиям и искажает траектории движения электронов. Кривизна линий вызывает такое специфическое дрейфовое движение, обусловленное изменением направления магнитного поля, как центробежный дрейф, т. е. дрейф под действием центробежной силы для частиц, движущихся вдоль силовых линий. Для повышения равномерности распыления катода-мишени целесообразно применять длинные соленоиды с однородным магнитным полем, а также специальные магнитопроводы. Однако это увеличивает массу, размеры и усложняет конструкцию установок, но не приводит к абсолютной равномерности распыления из-за ухода ионов на торцы системы и снижению их концентрации на краях MPC [7].

Для синтеза качественных наноразмерных пленок [8], [9] магнитный блок состоит из соленоидов, расположенных под катодом-мишенью ортогонально линиям электрического поля, и соленоидов, расположенных над поверхностью анода ортогонально линиям электрического поля. Соленоиды, расположенные над поверхностью анода, повернуты на 90° в своей плоскости относительно соленоидов, расположенных под катодом-мишенью. Соленоиды, ортогональные плоскостям анода и катода-мишени, расположены параллельно линиям электрического поля по периметру катода-мишени и анода. При такой схеме обеспечивается возможность управлять распределением силовых линий и напряженности магнитного поля в разрядном промежутке и реализовывать их различные конфигурации, определяющие перераспределение ионного потока наносимого материала на поверхности подложки в соответствии с требуемым распределением материала и/или его свойств по подложке [10].

Схема устройства поясняется чертежами, где на рис. 1 показана конструкция магнитного распылительного устройства – вид сбоку, а на рис. 2 – вид сверху, где 1 – катод-мишень; 2 – анод; 3 – соленоиды, расположенные под катодом-мишенью; 4 – соленоиды, расположенные над анодом, ортогонально соленоидам, расположенным под катодом-мишенью; 5 – соленоиды, ортогональные плоскостям анода и катода-мишени. Пунктиром показаны соленоиды, расположенные вне видимости. Для проверки работоспособности предлагаемого магнетронного распылительного устройства были проведены экспериментальные исследования на основе модернизированного вакуумного поста ВУП-4М, оснащенного дополнительным магнетронным устройством по предлагаемой полезной модели. Производилось распыление рафинированной меди. Подбор параметров соленоидов (напряжения и тока) позволил синтезировать на подложке неоднородную по толщине пленку меди, представляющую собой систему «холмов» высотой до 1 мкм и пленочное поле между ними толщиной 0.2–0.3 мкм.



Рис. 2. Распылительное устройство, вид сверху

 $\boxtimes -5$

3

Литература

2

3

- [1] Кузнецов Н Т, Новоторцев В М, Жабрев В А и др. 2014 Основы Нанотехнологии (Москва, Бином. Лаборатория знаний) 397
- [2] Tupik V A, Potapov A A, Margolin V I et al. 2021 *Journal of Physics: Conference Series* **1799** 012037
- [3] Каштанов П В, Смирнов Б М, Хипплер Р 2007 Успехи физических наук 177 5 473–510
- [4] Кузьмичёв А И 2008 Магнетронные распылительные системы. Введение в физику и технику магнетронного распыления (Киев, Аверс) 244
- [5] Тупик В А, Марголин В И, Кострин Д К и др. 2021 Международный симпозиум Нанофизика и Наноматериалы (Санкт-Петербург) 306–11

- [6] Бобкова Т И, Быстров Р Ю, Васильев А Ф и др. 2022 Вопросы материаловедения 1 89–95
- [7] Мельников С Н, Кундас С П, Свадковский И В 2007 Доклады БГУИР 3 80-7
- [8] Сырков А Г, Бажин В Ю, Мустафаев А С У 2019 *Нанотехнология и наноматериалы.* Физические и минерально-сырьевые аспекты (Санкт-Петербург, Политех-Пресс) 244
- [9] Сырков А Г 2017 Нанотехнология и поверхность. Элементы физики и химии конденсированного состояния (Санкт-Петербург, Изд-во Санкт-Петербургского политехнического университета) 204
- [10] Марголин В И, Тупик В А, Старобинец И М и др. 2021 Патент на полезную модель РФ № 203 823. Магнетронное распылительное устройство для синтезирования неоднородной пленки на поверхности подложки

Исследование влияния ВЧ-плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия

А. В. Фомин, Е. А. Бекетова, С. А. Крюков, С. Х. Нажметов, А. Н. Строкачук

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е. И. Забабахина», Снежинск, Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. В работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния низкотемпературной плазмы аммиака на морфологию поверхности и интенсивность фотолюминесценции арсенида галлия. В результате проведенных исследований получено локальное увеличение интенсивности в 2 раза без увеличения шероховатости поверхности. Сделаны выводы о вероятных причинах увеличения интенсивности.

Ключевые слова: плазма аммиака; арсенид галлия; фотолюминесценция

Введение

Работа посвящена экспериментальному изучению влияния низкотемпературной плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия и модификации электронных свойств его поверхности с целью отработки режимов и возможного их применения при пассивации торцов лазерных диодов. Пассивация торцов является актуальной задачей, так как она увеличивает ресурс выходного оптического покрытия и лазерного диода в целом за счет уменьшения количества центров безызлучательной рекомбинации на поверхности GaAs. При работе лазера наиболее нагретой его частью является выходной торец с нанесенным просветляющим покрытием (выходным зеркалом). Безызлучательная рекомбинация на выходном торце приводит к его дополнительному нагреву и дальнейшему лавинообразному росту безызлучательной рекомбинации. Данный цикл с положительной обратной связью в конечном итоге приводит к катастрофической деградации выходного зеркала. Одним из методов пассивации является нитридизация после очистки в плазме водорода [1], развитие данного метода и было исследовано в работе. В данной работе аммиак NH3 использовался в качестве и источника водорода, и источника азота.

Обработка в плазме аммиака

В качестве исследуемых образцов применялись пластины арсенида галлия GaAs (100) с выращенными на них гетероструктурами GaAs/Al20Ga80As/GaAs. Образцы подвергались воздействию плазмы аммиака в вакуумной камере установки плазмохимического осаждения (PECVD), оснащенной дисковыми электродами и душем для равномерной подачи в камеру газа (рис. 1). Оптимальное соотношение давления и газового потока через камеру поддерживалось системой стабилизации давления с затвором переменного сечения. Образцы располагались на прогреваемом электроде, ВЧ напряжение подавалось к верхнему электроду, который оборудован газовым душем для подачи и распределения смеси реакционных газов.

Обработка в плазме аммиака проводилась со значениями мощности ВЧ-генератора (13,56 МГц) в диапазоне от 50 до 500 Вт, остальные параметры процесса представлены в табл. 1.

На первом этапе оценивалось влияние плазмы аммиака на морфологию поверхности по изменению её шероховатости. С этой целью на поверхности образцов изготавливалась фоторезистивная защитная маска. После процесса плазменной обработки в среде аммиака фоторезистивная маска удалялась, и методами оптической и атомно-силовой микроскопии (ACM) проводилось исследование морфологии поверхности арсенида галлия на открытых и защищенных участках. Согласно полученным результатам, плазмохимическое воздействие аммиака не приводит к существенному изменению поверхности образцов, шероховатость увеличивается незначительно с 2,5 до 3,1 нм, рисунок поверхности остается неизменным (рис. 2).



Рис. 1. Схема процесса плазмохимической обработки образцов



Табл. 1. Параметры процесса плазменной обработки



Рис. 2. АСМ-изображение поверхности арсенида галлия: a – без обработки в плазме аммиака, шероховатость Rz = 2,5 нм; δ – после обработки в плазме аммиака, шероховатость Rz = 3,1 нм

Для изучения влияния плазмы аммиака на фотолюминесценцию (ФЛ) арсенида галлия формировалась карта ФЛ на скоростном фотолюминесцентном картографе для обработанных образцов. Для защиты от плазменного воздействия часть поверхности образца при обработке плазмой закрывалась маскирующим материалом – фрагментом сапфировой пластины Al_2O_3 . Маскирование позволило получить на одном образце обработанную и необработанную области, что упрощает сравнение и анализ карт фотолюминесценции. Оценка изменения концентрации центров безызлучательной рекомбинации на поверхности образцов проводилась косвенно, путём сопоставления интенсивности фотолюминесценции на участках образцов обработанных плазмой и защищённых от её воздействия (рис. 3). Наиболее значительный контраст интенсивности $ФЛ \sim 60 \%$ получен при значениях мощности ВЧ-генератора 200 Вт.

Обнаружено как увеличение интенсивности ФЛ, так и её снижение, в зависимости от области (рис. 3):

1) в области, обработанной плазмой аммиака, интенсивность ФЛ снизилась на ~10 %;

- 2) по краю области, закрытой маской, интенсивность выросла на 50-100 %;
- 3) в области, закрытой маской, интенсивность не изменилась.

Возможные причины увеличения ФЛ по периметру маски – влияние выпуклости поверхности маски. Не исключено проникновение химически активных частиц под маску в области, прилегающей к её краям, что подтверждается результатами измерений ФЛ.

Обнаружено усиление интенсивности ФЛ в узкой области под краем маски (рис. 4).







Рис. 4. Карта ФЛ образца, обработанного плазмой аммиака (*a*). Профиль интенсивности ФЛ по линии АБ (б)

Под маской изолинии карты ФЛ охватывают область пятна касания маски и образца. Для установления конкретного механизма влияния зазора под маской на интенсивность ФЛ требуется выполнение дополнительных исследований, но можно предположить, что чем меньше зазор между маской и образцом в данной точке и чем дальше эта точка от края маски, тем меньше химически активных частиц достигает данной точки.

Заключение

Исследовано влияние плазмы аммиака на характеристики поверхности арсенида галлия. Обработка плазмой аммиака при использованных параметрах не приводит к существенному травлению поверхности, шероховатость изменяется от 2,5 до 3,1 нм.

При обработке в плазме аммиака сигнал фотолюминесценции арсенида галлия увеличивается в 1,5–2 раза в узкой области под краем маски. Интенсивность фотолюминесценции зависит от зазора под маской, что вероятно обусловлено концентрацией химически активных частиц.

Литература

[1] Kauppinen Ch 2023 J. Appl. Phys. 134 235705

Моделирование неравномерности магнетронного напыления пленок при взаимном перемещении подложки и магнетрона

В. И. Черкунов

АО «НПП «ЭСТО», Зеленоград, Россия

E-mail: chvi.esto@yandex.ru

Аннотация. Системы магнетронного напыления с взаимным перемещением подложки и магнетрона требуют определенных алгоритмов движения. Такие алгоритмы должны позволять получать хорошую равномерность покрытия на изделиях определенных размеров. Моделирование и выбор алгоритма перемещения магнетрона относительно подложки являются основной целью данной работы. В качестве расчетной была выбрана система магнетронного напыления, применяемая в установке M-Ray. Данная система применяется для напыления на плоские подложки размерами до 300х300 мм. В ней плос-кая подложка вращается, а магнетрон перемещается от центра к краю подложки. Для моделирования были применены такие инструменты как CAD система Компас 3D и Microsoft Excel. В результате моделирования был подобран алгоритм перемещения магнетрона. Данный алгоритм, примененный к практической задаче напыления металлов, показал хорошую сходимость с расчетными данными по толщине полученных пленок. В целом, метод позволил определить, как необходимо перемещать магнетрон для достижения хорошей равномерности покрытия. Но следует отметить, что метод не учитывает ряд дополнительных факторов, влияющих на неравномерность напыляемой пленки.

Ключевые слова: автоматизация; магнетрон; магнетронное напыление; моделирование неравномерности напыления; управление

Введение

Технологии магнетронного напыления получили широкое распространение в производстве микроэлектроники, оптики, нанесении защитных, декоративных и иных покрытий. Такие технологии позволяют получать пленки требуемого состава с хорошей повторяемостью, равномерностью и необходимой структурой.

Конфигурации расположения магнетронов относительно изделий, на которые производится напыление, в существующих установках для магнетронного напыления [1] различны. Производители установок оптимизируют конструкцию с целью получить требуемую равномерность и скорость осаждения пленок на изделия определенных форм и размеров. В типовых схемах используются неподвижные магнетроны и перемещение изделий относительно них. Например, плоские изделия располагаются на барабане. Примеры расчета неравномерности осаждения пленок в таких системах приведены в статье [2]. В установках для нанесения оптических покрытий используют планетарное вращение изделий. Расчет систем с планетарным вращением подложек приводится в статье [3].

Для решения задачи нанесения покрытий на большие плоские изделия относительно небольшими магнетронами, магнетрон располагают под углом к изделию с разнесением оси магнетрона и оси вращения изделия [4]. Еще одним решением такой задачи является система с перемещением и изделия, и магнетрона. Например, запатентованное устройство для нанесения многослойных покрытий на изделия [5]. Такая магнетронная распылительная система включает по меньшей мере четыре магнетрона, установленных на рычагах, обеспечивающих поочередную возможность поворота в горизонтальной плоскости каждого магнетрона, при этом подложка вращается вокруг своей оси.
Такие системы позволяют наносить покрытия на большие подложки относительно небольшими магнетронами. При этом не требуется располагать изделия и магнетроны далеко друг от друга. Это позволяет экономить пространство и использовать меньшие по размерам рабочие камеры для напыления последовательно нескольких материалов. Также для напыления меньшими по размеру магнетронами требуются мишени небольшого размера, что актуально при напылении драгоценных материалов, поскольку такие мишени имеют большую стоимость.

Постановка задачи

При проектировании систем с взаимным перемещением магнетронов и подложки требуется определить, как геометрически должны быть расположены магнетрон и подложка и в какой точке подложки какое время необходимо производить напыления для достижения хорошей равномерности покрытия. То есть, необходимо определить алгоритм взаимного перемещения подложки и магнетрона. В этом и заключается основная цель проведенной работы.

Для определения оптимального алгоритма движения необходимо решить несколько задач. Во-первых, необходимо определить, как распределяется толщина покрытия при неподвижном магнетроне и подложке. Во-вторых, требуется определить, как распределяется толщина покрытия при вращении подложки в каждой позиции магнетрона. В-третьих, определить оптимальные значения времени нахождения магнетрона в нужных точках над вращающейся подложкой.

Определив при помощи моделирования оптимальный алгоритм движения, необходимо провести практический эксперимент с целью подтверждения проведенных расчетов.

Основная часть статьи

Экспериментальные работы проводились на установке M-Ray HM 1S MS (рис. 1), оснащённой системой со сканирующим магнетроном, т. е. магнетроном, положение которого можно изменять относительно пластины в горизонтальной плоскости в автоматическом режиме.



Рис. 1. Внешний вид установки (а) и внутрикамерное устройство (б)

Вакуумная установка содержит рабочую камеру, вакуум в которой создается при помощи откачки высоковакуумным турбомолекулярным насосом. Для форвакуумной откачки применяется сухой спиральный насос. Для подъема рабочей камеры установлен гидроподъемник. Также установка оснащена пневматической системой и системой охлаждения камеры, магнетронов и источника ионов.

Управление установкой автоматизированное. Технологическая программа выполняется от загрузки до разгрузки изделий. Изделия загружаются вручную.

Система магнетронного распыления со сканирующим магнетроном, для которой производилось моделирование, схематично представлена на рис. 2. Она включает в себя вращающийся вокруг своей оси подложкодержатель 1, магнетрон 3, рычаг 4, обеспечивающий поворот магнетрона, размещенные в рабочей камере 2. Также изображено положение магнетрона 6, в котором центр мишени совпадает с центром подложкодержателя. Для такой системы достаточно важно, чтобы центр вращения подложки лежал на окружности, по которой перемещается центр магнетрона. На подложкодержателе могут размещаться как носители для подложек меньше диаметра, так и подложка диаметром 300 мм. Толщина подложек, которые возможно разместить, составляет до 50 мм.





Задание положения магнетрона определяется углом поворота рычага, на котором он установлен. Угол, соответствующий определенному расстоянию между центром мишени магнетрона и центром вращения, определяется по формуле для расчета хорды окружности в зависимости от угла. Положение магнетрона изменяется при помощи привода, построенного на базе шагового двигателя. Задание положения магнетрона производится контроллером шагового двигателя, который получает команды из программного обеспечения, установленного на промышленном компьютере. Программное обеспечение позволяет задавать положение центра магнетрона относительно центра вращения пластины.

Также для контроля положения используется обратная связь по энкодеру, установленному на двигателе. Структурная схема управления шаговым двигателем представлена на рис. 3. Программное обеспечение разработано в отечественное инструментальной среде MasterScada. Оно позволяет пошагово задавать положение магнетрона и время выдержки в каждом положении.



Рис. 3. Схема управления шаговых двигателем



Для моделирования неравномерности напыления были получены эмпирические данные по распределению скоростей осаждения пленок с магнетрона расположенного стационарно над неподвижной подложкой. На основании данных по скоростям осаждения пленки была построена диаграмма в виде 3Д модели в CAD системе Компас-3D. Изображение диаграммы представлено на рис. 4.

Затем методом параметрического моделирования с применением исполнений были построены положения магнетрона кратные 5 мм перемещения от края пластины к центру. В то же время сама пластина была разбита на дорожки в виде дисков с различными радиусами. Целью построения исполнений было получение фигур пересечений дорожек с диаграммой напыления в каждом из положений магнетронов. На рис. 5 представлены фигуры, построенные пересечением диаграммы напыления с дорожками пластины при положении магнетрона, в котором ось магнетрона находится на расстоянии 145 мм от центра оси подложкодержателя.

Таким образом были построены фигуры для каждого положения магнетрона. Из МЦХ данных фигур были получены соответствующие коэффициенты, характеризующие скорость напыления на каждую дорожку подложкодержателя в каждом положении магнетрона. Эти данные были сведены в таблицу Excel для дальнейшего подбора времени нахождения магнетрона в определенных положениях, таких, чтобы неравномерность была менее 2 %. Фрагмент таблицы приведен на рис. 6. При помощи таблицы, методом подбора времени нахождения магнетрона в определенном положении, была рассчитана траектория движения магнетрона, которая позволяет получить неравномерность напыленной пленки 1,98 %. График теоретического распределения толщин пленки от центра к краю подложкодержателя приведен на рис. 7.



Рис. 5. Фигуры пересечения диаграммы напыления в положении магнетрона 145 мм от центра подложкодержателя



Рис. 6. Фрагмент таблицы коэффициентов

Полученный алгоритм движения был заложен в технологическую программу нанесения тонкопленочного покрытия из алюминия. Напыление производилось на несколько подложек установленных на разных расстояниях от центра вращения карусели.

Технологический процесс включал откачку, отпыливание мишени, напыление пленки алюминия и остывание. Все шаги технологического процесса выполнялись в автоматическом режиме, включая процесс напыления с изменением положения магнетрона. Фотография процесса напыления представлена на рис. 8.

По результатам напыления на подложках было сформировано покрытие из алюминия. Для измерения толщин покрытия применялся профилометр Dektak 3030. При помощи него были измерены толщины по ступенькам на всех подложках. Фактическая неравномерность толщин пленок от края к центру подложкодержателя составила около 3,5 %. Полученные результаты измерений показали хорошую сходимость разработанной теоретической модели и фактически полученных толщин.



Рис. 7. График теоретического распределения толщин плёнки от центра к краю подложкодержателя



Рис. 8. Фотография процесса нанесения

Обсуждение результатов

Стоит отметить, что на краях подложек были получены меньшие толщины, не учтенные моделью. Это обусловлено теневыми эффектами, созданными оснасткой для крепления подложек. Также не учтен фактор скорости вращения карусели. Для достаточной равномерности по всей пластине один оборот карусели должен занимать время гораздо меньшее, чем нахождение магнетрона на позиции.

Присутствуют также ограничения модели, не учитывающие скорость перехода магнетрона из одной позиции в другую.

Для более точных результатов необходимо произвести напыление на подложку диаметром 300 мм для исключения влияния теневых эффектов.

Выводы и заключение

В результате проведения исследования была разработана модель для получения равномерного покрытия на пластине диаметром 300 мм. Практические результаты показали хорошую сходи-

мость с теоретической моделью. В целом такой метод моделирования позволяет достаточно быстро и наглядно оценивать неравномерность напыления и корректировать до необходимых значений. Дополнительно такое моделирование позволяет разработчикам оборудования оценить необходимые геометрические параметры расположения магнетрона и подложки. При этом следует учитывать факторы, которые данный метод не учитывает, например затенения оснаст-кой краев пластины и скорость вращения подложкожержателя. Для повышения точности модели требуется более детальное построение фактической диаграммы напыления магнетрона в стационарном положении на не вращающуюся подложку.

- [1] Сагателян Г Р, Шишлов А В 2014 Наука и Образование. МГТУ им. Н. Э. Баумана 11 458–81
- [2] Голосов Д А, Завадский С М, Мельников С Н 2012 Физика и химия обработки материалов 4 28–37
- [3] Беликов А И, Алиханов О Э, Зайнулин Р И 2023 *Вестник PBO* URL: https://www.vestnikrvo.ru/issues/2023-02/5851/
- [4] Черниговский В В, Марцынюков С А, Лисенков А А и др. 2018 Известия СПбГЭТУ "ЛЭТИ" 4 5–12
- [5] Белецкий В Е 2013 Патент RU 2 490 368 Cl заявл. 21.03.2012, опубл. 20.08.2013
- [6] Boxman R L 1995 Handbook of Vacuum Arc Science and Technology: fundamentals and applications R L Boxman, R Haber, P J Martin (eds.) (Noyes Publication) 743
- [7] Исмагилов Ф Р, Максудов Д В 2011 Вестник УГАТУ 1 119–22
- [8] Рогов А В, Капустин Ю В 2019 Лабораторная техника 1 103-9
- [9] Голосов Д А, Достанко А П, Мельников С Н 2012 Вакуумная техника и технология 1 27–34

Покрытия из высокоэнтропийных сплавов

В. И. Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Данная работа представляет собой краткий обзор исследований о покрытиях из высокоэнтропийных сплавов и твердых растворов их простых соединений. Новый подход к разработке этих материалов основан на смешивании пяти и более основных элементов Периодической таблицы в эквимолярных или близких к ним соотношениях. Основным их свойством является высокая конфигурационная энтропия смешения. Вследствие этого при кристаллизации в них возникает тенденция формирования только простых фаз твердого раствора, главным образом, с кубической кристаллической структурой (гранецентрированные – ГЦК и объемноцентрированые – ОЦК). Цель работы состоит в формировании у читателя общих представлений о новом направлении материаловедения, открывающем неограниченные перспективы в поиске материалов, обладающих сверхвысокими механическими, термическими, коррозионными и другими полезными свойствами.

Ключевые слова: высокоэнтропийный сплав; энергия Гиббса, энтропия; металл; твердый раствор; покрытие; магнетронное распыление

К 70-м годам XX века были разработаны почти все традиционные сплавы, основой которых стали железо, алюминий, медь, титан и пр. [1]. Однако усложнение условий эксплуатации показало, что многие сплавы оказались неудовлетворительными в агрессивных средах, при повышенных температурах и высоких механических нагрузках. Поэтому за последние четыре десятилетия было приложено много усилий по разработке новых металлических материалов. Одним из направлений в этом развитии стали высокоэнтропийные сплавы [2]. Параллельно с изучением новых материалов в объемном исполнении проводят исследование влияния их покрытий на свойства поверхности различных материалов [3]. Несмотря на широкий фронт работ, все еще существует множество узких мест, которые необходимо преодолеть. Целью данной работы является формирование у читателя основных представлений о покрытиях из высокоэнтропийных сплавов.



Puc. 1. Публикации о высокоэнтропийных сплавах (*a*) и покрытиях из покрытиях из них (*б*) (по данным базы Scopus)

Немногим более 20 лет возникла новая концепция в конструировании сплавов [4]. Сплавы этой группы получили название «высокоэнтропийные» (ВЭС). Во многих публикациях пионерскими работами о ВЭС называют статьи 2004 года [5], [6]. Внимание, возникшее в мире к этим мате-

риалам, иллюстрирует рис. 1, *а*. Наряду с ВЭС в объемном виде, благодаря своим выдающимся свойствам в различных средах, все большее значение приобретают покрытия из них. Эти привлекательные свойства включают в себя высокую твердость, высокую вязкость разрушения, высокую прочность, стойкость к высокотемпературному окислению, стойкость к горячей коррозии. Например, в [7] приведен перечень покрытий из ВЭС, объединенный в группы по заданному свойству. К износо- и коррозионно-стойким отнесены твердые растворы нитридов (AlCrTaTiZr))N (AlCrSiTiV)N, (AlCrMoSiTi)N и (AlCrNbSiTiV)N. Среди термически стойких указаны покрытия из твердых растворов оксидов (MgCoNiCuZn)O и Ba(ZrSnTiHfNb)O₃. Кроме этого покрытия из некоторых ВЭС способны играть роль диффузионных барьеров в микро-электронике: (AlMoNbSiTaTiVZr)N (AlCrTaTiZr)N (AlCrTaTiZr)N (CrHfTiVZr)N. Другие ((HfNbTaTiZr)C (HfNbTaTiZr)N (NbSiTaTiZr)C), обладая биосовместимостью, могут стать полезными в медицинских приложениях.

За последние 20 лет интерес к покрытиям из ВЭС возрастал экспоненциально (см. рис. 1, б). При этом пять лет назад относительный рост числа публикаций о сплавах уступил место покрытиям (см. рис. 9). Это замечание не следует относить к суммарному числу статей. Как видно из рис. 1, статьи о ВЭС лидируют с огромным преимуществом.

Общепринято, что для высокоэнтропийных сплавов характерны четыре фундаментальных свойства [8]:

- высокая конфигурационная энтропия смешения;
- деформация кристаллической решетки;
- медленная диффузия;
- эффект перемешивания (эффект коктейля).

Энтропия сплава ΔS может содержать несколько компонентов. К ним относятся конфигурационная энтропия смешения $\Delta S_{\text{конф}}$, энтропия фононов $\Delta S_{\text{фон}}$, энтропия энергетического состояния электронов $\Delta S_{3\pi}$ и энтропия магнитных моментов атомов $\Delta S_{4\pi}$ [8]:

$$\Delta S = \Delta S_{\text{кон}\phi} + \Delta S_{\phi\text{oH}} + \Delta S_{_{3\Pi}} + \Delta S_{_{3\Pi}}, \qquad (1)$$

В статистической физике установлено [9], что энтропия (1) сложной системы пропорциональна натуральному логарифму числа W возможных микросостояний, соответствующих данному макроскопическому состоянию системы:

$$\Delta S = k \ln W , \qquad (2)$$

где $k = 1.38 \times 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана. Если использовать (2) для конфигурационной энтропии, то для сплава, содержащего *n* компонентов, можно получить простое выражение [10]:

$$\Delta S_{\text{конф}} = R \ln n \,, \tag{3}$$

где R = 8.314 Дж/(моль×К) – универсальная газовая постоянная. В результате величина (3), например, для эквимолярных сплавов с 2, 5 и 7 элементами составляют 0.69R, 1.61R и 1.95R, соответственно.

Ко второму типичному свойству ВЭС относят деформацию кристаллической решетки. Ее значительные искажения возникают из-за различий в размерах атомов составляющих элементов. При формировании ВЭС объединяются элементы с разными размерами атомов, энергиями связи и кристаллическими структурами, что приводит к значительной деформации и решетки. Следующим свойством ВЭС является замедленная диффузия. Установлено, что диффузия в новых сплавах происходит медленнее, чем в обычных. возможно, из-за флуктуаций химических связей внутри кристаллической решетки. Замедленная диффузия препятствует росту зерен и ограничивает фазовые превращения. Можно считать, что последний из указанных свойств, названное «коктейльный эффект», состоит в возможности управлять свойствами сплавов в широких диапазонах за счет изменения их состава.

Учитывая, что в Периодической таблице Менделеева содержится более 80 металлов, легко представить себе огромное количество возможных вариантов ВЭС. Для примера, если взять 15 элементов, смешивая их в эквимолярных соотношениях, из различных сочетаний по 5 (напри-

мер, $Cu_{0.2}Co_{0.2}Ni_{0.2}Cr_{0.2}Al_{0.2}$) и более элементов, то из них можно получить $N = \sum_{i=5}^{15} C_{15}^{i} = 30827$

сплавов. Это число показывает какой громадный простор для творчества представляет собой новая концепция конструирования сплавов.

В потоке публикаций отсутствует однозначная методика подбора состава ВЭС с заданными физическими параметрами. Однако общеприняты несколько количественных критериев для оценки способности элементов к образованию твердых растворов. Они основаны на [11]:

- различии в размерах атомов в *n*-элементном сплаве;
- конфигурационной энтропии $\Delta S_{\text{конф}}$ (3) и энтальпии смешения $\Delta H_{\text{смеш}}$.

Эксперименты, выполненные для многих сплавов, позволили оценить значения указанных величин, при которых в многокомпонентных сплавах могут формироваться различные фазы (рис. 2) [11]. В области *1* формируется ВЭС только в виде разупорядоченного эквимолярного твердого раствора замещения. В ней величина δ относительно невелика, поэтому атомы компонентов имеют одинаковую вероятность занять узлы решетки с образованием твердого раствора. В таких покрытиях существует тенденция образовывать простые фазы, главным образом, кубической кристаллической структуры (гранецентрированные – ГЦК и объемноцентрированые – ОЦК) [2]. В области *1*' в основной фазе разупорядоченного раствора появляется незначительное количество упорядоченного твердого раствора. При значениях величин (7) и (9), лежащих в областях 2, в многокомпонентных сплавах выпадают фазы интерметаллидов. Для формирования металлических стекол, которые не содержат кристаллических фаз, характерны области *3*. В литературе обсуждают и другие критерии [12].



Рис. 2. Области типичных сплавов на плоскости ($\Delta H_{\text{смеш}}$, δ): 1 - ВЭС; 1' - ВЭС с незначительным выделением фазы упорядоченного твердого раствора; 2 - интерметаллиды; 3 - металлические стекла

Можно выделить два направления исследований. К первому отнесем работы о покрытиях из металлических ВЭС. Вторую группу составляют покрытия, которые не совсем корректно в некоторых публикациях называют керамическими. К ним относят нитридные, оксидные и прочие, представляющие собой простые химические соединения металлов с азотом, кислородом, углеродом, бором и иными элементами. Для осаждения покрытий из металлических ВЭС успешно применяют методы лазерной наплавки [13], вакуумно-дугового испарения [14], магнетронного распыления и др. Последний имеет многочисленные преимущества перед другими методами. Практически для осаждения пленок металлических ВЭС используют магнетронное распыление на постоянном и переменном токе (MS dc и MS rf) [15], а также высокомощное импульсное магнетронное распыление (HiPIMS) [16].

В большинстве публикаций авторы приводят результаты исследования, следуя триаде состав-структура-свойства. При выбранном составе покрытия на вариации его стехиометрии, кристаллической структуры и свойств влияют главным образом технологические условия осаждения. В качестве примера на рис. 3 приведены зависимости из [17], отражающие влияние напряжения, приложенного к подложке на состав и твердость покрытия из тугоплавкого ВЭС ZrNbTiMo. Как видно из рис. 3, а, увеличение смещения приводит к уменьшению в составе пленок циркония и титана. При этом доли молибдена и ниобия возрастают. Как следует из рис. 3, б, при изменениях состава твердость покрытий возрастает. В их кристаллической структуре сохранялась только одна ОЦК фаза, изменялась только текстура.



Во множестве других публикаций о покрытиях из металлических ВЭС авторы сообщают о влиянии других технологических факторов на состав и свойства пленок. Что касается кристаллической структуры, то неизменным во всех случаях сохраняется ее простота.

Много статей посвящено покрытиям из ВЭС. Среди них внимание уделяют нитридам [18], оксидам [19], силицидам [20], и другим аналогичным простым соединениям. Основная масса работ на эту тему содержит сведения о покрытиям из нитридов, которые привлекают все большее внимание благодаря их высоким твердости, износостойкости и другим привлекательным физическим свойствам.



Рис. 4. Состав (a) и свойства (б) покрытий из (AlCrMoTaTiZr)Nx

Многие авторы применяют для осаждения покрытий из нитридов ВЭС методы реактивного распыления, проводимые в газовой среде Ar + N₂. Следует обратить внимание на то, что в некоторых случаях покрытия, осажденные при очень малом потоке азота или без него, имеют аморфную структуру. Такой результат, например, получен при осаждении покрытия из (AlCrTaTiZr)N [21]. При увеличении потока N₂ формируются нитридные покрытия с простой ГЦК-структурой. Установлено [22], что в них при этом увеличивается доля азота (рис. 4, *a*), что приводит к увеличению их твердости и упругости (модуля Юнга).

Другие результаты получают при осаждении покрытий из оксидов ВЭС. Например, ВЭС $(ZnSnCuTiNb)_{1-x}O_x$, осажденные методом реактивного магнетронного распыления, не содержали кристаллических фаз [23]. Электрические и оптические свойства покрытий тоже зависели от концентрации кислорода. Так, покрытие из ВЭС $(ZnSnCuTiNb)_{1-x}O_x$, содержащее 50.3 ат.% кислорода являлась непрозрачным проводником. Но когда содержание кислорода достигло в нем 59.2 ат. %, оно стало прозрачным изолятором.

Завершая краткое описание результатов, полученных за годы развития новой концепции создания ВЭС и покрытий на их основе, отметим следующее. Покрытия из ВЭС, являясь разновидностью нового класса материалов, на протяжении более двух десятилетий демонстрируют исключительные свойства. Им присущи превосходные механические свойствами, включая высокий модуль упругости, твердость и износостойкость. Кроме того, у них выявлены биосовместимость, термическая устойчивость, стойкость к окислению, уникальная коррозионная стойкость, высокая фазовая стабильность и желаемые магнитные, электрические и биосовместимые свойства. Эти покрытия имеют огромные перспективы для научного и технического развития.

- [1] Солнцев Ю П, Пряхин Е И 2007 Материаловедение (СПб.: Химиздат) 445
- [2] Yeh J W, Chen Y L, Lin S J, Chen S K 2007 Mater. Sci. Forum. 560 1–9
- [3] Kumar S 2024 Surf. Coat. Technol. 477 130327
- [4] Yeh J-W Patent US 20020159914 A1
- [5] Yeh J-W, Chen S-K, Lin S-J et al. 2004 Adv. Eng. Mater. 6 299–303
- [6] Cantor B, Chang I T H, Knight P et al. 2004 Mater. Sci. Engin.: A 375-377 213-8
- [7] Oses C, Toher C, Curtarolo S 2020 Nat. Rev. Mater. 5 295–309
- [8] Рогачев А С 2020 Физика металлов и металловед. 121 8 807–41
- [9] Барыбин А А, Томилин В И, Шаповалов В И 2011 Физико-технологические основы макро-, микро- и наноэлектроники (М.: Физматлит) 784
- [10] Zhang Y, Zuo T T, Tang Z et al. 2014 Progr. Mater. Sci. 61 1–93
- [11] Zhang Y, Zhou Y J, Lin J P et al. 2008 Alloys. Adv. Engin. Mater. 10 534-8
- [12] Zhang Y, Yang X, Liaw P K 2012 JOM 64 830-8
- [13] Feng M, Lin T, Lian G et al. 2024 J. Mater. Res. Technol. 28 3835-48
- [14] Xing Q, Ma J, Wang C et al. 2018 ACS Comb. Sci. 20 602–10
- [15] Peng H-W, Hsueh C-H 2024 Surf. Coat. Technol. 476 130206
- [16] Liu M, Chen X M, Li Y T et al. 2023 Vacuum. 217 112546
- [17] Wang J, Liu X, Zhang Y et al. 2023 Surf. Coat. Technol. 455 129214
- [18] Yan X, Zhu B, Zhang Y et al. 2024 Surf. Coat. Technol. 477 130392
- [19] Mayandi J, Finstad T G, Dahl O et al. 2022 Thin Solid Films. 744 139083
- [20] Kuang J, Zhang P, Wang Q et al. 2022 Corr. Sci. 198 110134
- [21] Lai C-H, Lin S-J, Yeh J-W et al. 2006 Surf Coat Tech. 201 3275-80
- [22] Cheng K-H, Lai C-H, Lin S-J et al. 2011 Thin Solid Films. 519 3185–90
- [23] Yu R-S, Huang C-J, Huang R-H et al. 2011 Appl. Surf. Sci. 257 6073-8

Исследование влияния элементного состава покрытий системы Al-Si-N на их механические и оптические свойства

У Шаша, С. П. Бычков

Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана Москва, Россия

E-mail: ushasha1@outlook.com, bychkov@bmstu.ru

Аннотация. В данной работе представлен литературный обзор по определению элементного состава покрытий системы Al-Si-N, имеющих максимальную твердость и прозрачность. Полученные данные о прозрачных упрочняющих покрытиях Al-Si-N сопоставлены с диаграммой состояния. Определены интересующие интервалы концентрации компонентов для экспериментов, целью которых является воспроизводимое получение качественных покрытий Al-Si-N с заданными прочностью и прозрачностью.

Ключевые слова: диаграмма состояния; покрытия системы Al-Si-N; нанокомпозитная структура; твердый раствор $Al_{1-x}Si_xN$

Покрытия системы Al-Si-N демонстрируют уникальное сочетание высокой твердости и термостойкости, оптической прозрачности и одновременно высокой отражающей способности в инфракрасном диапазоне, что обеспечивает возможность их широкого применения в различных областях, включая солнечные батареи, излучающие устройства (плоскопанельные дисплеи и светоизлучающие диоды), низко-эмиссионные прозрачные тепловые зеркала, оборудования для литографии, устойчивые к окислению и царапинам поверхности, окна автомобилей и др.

Важной задачей для получения покрытий Al-Si-N с качественными характеристиками является определение стехиометрического соотношения алюминия, кремния и азота, которое обеспечит максимальную твердость и оптическую прозрачность покрытия.

При определении требуемого соотношения химических элементов в структуре покрытия существенную помощь оказывают диаграммы состояния. Они визуализируют специфические фазы и их относительные количества, которые могут образовываться при определенных температурах и соотношениях исходных компонентов. При изучении диаграммы состояния системы Al-Si-N было обнаружено, что существуют два различных утверждения. Согласно первому подходу, на равновесной фазовой диаграмме присутствуют две несмешивающиеся смеси AlN и Si₃N₄ без каких-либо тройных соединений или твердых растворов, альтернативная точка зрения утверждает, что образуется твердый раствор Al_{1-x}Si_xN.

Hillert и Jonsson [1] с помощью модели идеального жидкофазного раствора предсказали фазовую диаграмму системы Al-Si-N на основе известных свойств чистого Si₃N₄ и AlN. Рассчитано, что эвтектическая температура системы Al-Si-N составляет 1996 °C, при этом содержание AlN 64.3 мол.%, и только при давлении газа выше 6.7 бар можно предотвратить сублимационный распад эвтектической жидкости, т. е. при атмосферном давлении не существует эвтектических жидкостей Si₃N₄-AlN, при интересующей фактической температуре и атмосферном давлении AlN и Si₃N₄ практически не смешиваются и удовлетворяют основным условиям образования нанокомпозитных материалов. Аналогичные результаты по изучению диаграммы состояния тройной системы Al-Si-N были получены Weitzer и др. [2], которые показали, что в данной системе не существует ни тройных соединений, ни твердых растворов, а при наличии достаточного количества азота образуется смесь AlN и Si₃N₄. Данные результаты согласуются с более ранней работой 1978 г. Zirinsky и Irene [3], в которой тонкие покрытия двухфазных смесей AlN и Si₃N₄ были осаждены методом CVD при температурах 600–1100 °C. Непгу и соавторы в 1993 г. в работе [4] тоже получили соосаждение AlN-Si₃N₄ методом LPCVD при температуре 980–1100 °C. Mazel и др. [5] применили схожий метод LPCVD для осаждения тонких покрытий на поверхности SiC при 1000–1320 °C и тоже обнаружили, что полученный продукт представляет собой смесь кристаллического AlN и аморфного Si₃N₄.

На рис. 1 показано изотермическое сечение диаграммы тройной системы Al-Si-N при 500 °C и диаграммы состояния каждой из бинарных систем Al-N, Al-Si и Si-N.



Рис. 1. Изотермическое сечение тройной системы Al-Si-N при 500 °C и диаграммы состояния каждых бинарных систем [1], [6], [7], [8]

Однако существуют ряд исследований, которые не согласуются с приведенной выше равновесной диаграммой состояния Al-Si-N. Pelisson и др. [9] исследовали систему Al-Si-N в виде легированного кремнием AlN и показали, что, при добавлении Si в AlN, Si постепенно замещают атомы Al в участках решетки вюрцита AlN с образованием твердого раствора $Al_{1-x}Si_xN$, который проявляет характеристики кристаллической структуры AlN и достигает предела растворимости при содержании Si до 6 ат.%, после чего атомы Si больше не легируются в решетку AlN, а сегрегируют на границах зерен с образованием аморфного слоя нитрида кремния, и тогда тонкопленочный материал проявляет себя как нанокомпозитный материал Al_{0.88}Si_{0.12}N/Si₃N₄ и постепенно трансформируется в аморфную структуру с преобладающей фазой Si₃N₄ при дальнейшем увеличении содержания Si, а условия осаждения практически не влияют на предел растворимости Si. Данный факт также подтверждается исследованием Kasu и Taniyasu [10], где легированные Si слои AlN были выращены на подложке SiC методом металлоорганической парофазной эпитаксии низкого давления. Результаты Оже-электронной спектроскопии показывают, что по сравнению с недопированным AlN содержание азота в Si-допированном AlN остается неизменным, а молярная доля Si быстро увеличивается на 4 %, в то время как содержание Al уменьшается на те же 4 %, что можно объяснить замещением атомов Si на участки Al в решетке AlN. Это подтверждает образование твердого раствора тройного сплава Al_{1-x}Si_xN, при этом предел растворимости достигается при увеличении молярной доли Si до 12 % (Si = 6 ат.%). Hermann и др. [11] также сообщили, что равномерно легированные кремнием слои AlN были получены при концентрациях до 5,4 ат.% Si в условиях роста, богатых азотом.

Таким образом, на основании проанализированных исследований представляется, что результаты образования тройных твердых растворов за счет растворения низкого содержания Si в AIN достоверны, поскольку во время реальных осаждений материалы обычно растут вдали от условий теплового равновесия, и, следовательно, могут появляться фазы, отличные от ожидаемых по опубликованной идеальной диаграмме.

С увеличением содержания Si покрытия Al-Si-N трансформируются из кристаллической структуры в рентгено-аморфную. В определенном пределе содержания Si формируется плотная нанокомпозитная структура, образованная нанокристаллическими зернами достаточно малого размера, окруженными аморфной матрицей Si₃N₄ толщиной от одного до двухатомных слоев, при этом покрытие проявляет более высокие механические свойства, чем однофазные материалы, что можно интерпретировать как упрочнение границ зерен, вызванное уменьшением размера зерна в соответствии с соотношением Холла-Петча и упрочнение нанокомпозитных структур. Однако при высоком содержании Si будут формироваться структуры с преобладанием аморфной фазы, что приведет к снижению механических свойств. Поэтому важно определить интервал концентраций Si в тройной системе Al-Si-N, эффективный для получения оптимальных свойств, и исключить неэффективные участки при более высоких и низких концентрациях. Согласно диаграмме состояния Al-Si-N (рис. 1), при увеличении содержания азота покрытие превращается из богатой Al и Si структуры в нанокомпозитную, поэтому для обеспечения полного азотирования с образованием нитридов необходимо обеспечить содержание N примерно 50 ат.% или выше в системе Al-Si-N. Однако следует иметь ввиду, что высокое содержание азота может привести к ухудшению свойств из-за деградации структуры покрытия до аморфной вследствие окислительной коррозии, поэтому следует следить за тем, чтобы не перегружать покрытие слишком большим количеством N.

В работе Рыбалко и др. [12] покрытия Al-Si-N были осаждены методом импульсного магнетронного распыления и установлено, что покрытия с высоким содержанием Al (10,7 at.% Si, 36 ат.% Al, 53,5 ат.% N) значительно повышают твердость стеклянной подложки (в 3,6 раза с 8,27 до 29,41 ГПа), в то время как покрытия с низким содержанием Al (61,2 ат.% Si, 3 ат.% Al, 35,8 ат.% N) демонстрируют меньшее повышение (16,3 ГПа), что, очевидно, связано с нанокомпозитной и аморфной структурой соответственно. Pelisson и др. [9] получили Al-Si-N покрытия с содержанием Si до 23 ат.% и постоянным содержанием азота 50 ат.% методом реактивного DCMS, при этом максимальная твердость 30 ГПа была получена в покрытиях Al-Si-N с содержанием Si порядка 10 ат.%. При более высоком Si толщина слоя Si₃N₄ увеличивается, покрытия становятся рентгено-аморфными, химические и механические свойства покрытий постепенно приближаются к свойствам чистого нитрида кремния. Lewin и др. [13] показали, что покрытия Al-Si-N приобретают максимальную твердость 27,5 ГПа при элементном составе 7,1 ат.% Si, 39,4 ат.% Al и 53,5 ат.% N. Soni и др. установили, что твердость чистого покрытия AlN составляет 14,3 ГПа, а при содержании 4,5 ат.% Si и 56,8 ат.% N твердость резко возрастает до 27,7 ГПа за счет образования нанокомпозитных структур, а затем снижается на 21 ГПа при дальнейшем увеличении Si до 6,5 ат.% [14]. В исследовании Anwar и др. [15] было показано, что оптимальная твердость 31 ГПа была получена для покрытий Al-Si-N с элементным составом 23,2 ат.% Si и 63 ат.% N, что объясняется механизмом упрочнения нанокомпозитных структур с более мелкими зернами и плотными границами зерен, которые препятствуют движению дислокаций и расширению трещин. Данное компонентное содержание находится в верхней части диаграммы состояния, что соответствует образованию композитных фаз AIN и Si₃N₄.

Таким образом, хотя предельное значение содержания Si для получения оптимальных механических свойств покрытий варьируется в разных работах, различие может быть связано с различием в способах и режимах осаждения покрытий. При этом должно быть обеспечено, чтобы структура покрытия, полученная при заданном содержании состава, представляла собой нанокомпозитную структуру, состоящую из нанокристаллической и тонкой аморфной фазы, т. е. находилась в средне-верхней части диаграммы состояния, как показано на рис. 2. Рис. 2 построен путем совмещения концентраций компонентов, обеспечивших оптимальные значения твердости в ряде работ, перечисленных в табл. 1, с диаграммой состояния Al-Si-N (рис. 1).

Истонники	Метод	Подложка	Элементный состав покрытия		_ Меуанинеские свойства
ИСТОЧНИКИ		температура	ат.%	вес.%	- тисланические своиства
2023-Anwar [15]	Реактивная RFMS	Стекло 250 °С	$Si_{23,2}Al_{13,8}N_{63}$	$Si_{34,2}Al_{19,5}N_{46,3}$	H _{max} =31 ГПа, Е=177 ГПа, We=92,5%
2020-Soni [14]	DCMS	Si и стекло 400 °C	$Si_{4,5}Al_{38,7}N_{56,8}$	$Si_{6,4}Al_{53,1}N_{40,5}$	H _{max} =27,7 ГПа, Е=317 ГПа, We=50%
2019-Panin [16]	Импульсная DCMS	Cu 77 °C	Si ₁₃ Al ₃₇ N ₅₀	$Si_{17,7}Al_{48,4}N_{33,9}$	H_{max} =24,6 ± 2,1 ΓΠa, E=228 ± 11 ΓΠa
2019-Божко [17]	PMS	Стекло 290±10 °С	$Si_{12}Al_{39}N_{49}$	$Si_{16,2}Al_{50,7}N_{33,1}$	H _{max} =30 ГПа, We=70%
2017-Sergeev [18]	PMS	Кварцевое стекло 297±10 °С	$Si_{10,6}Al_{36,6}N_{52,8}$	$Si_{14,7}Al_{48,8}N_{36,5}$	H_{max} =31,2 ± 2,4 ΓΠa, E=258,1 ± 3,2 ΓΠa, We=88%
2016-Bozhko [19]	PMS	Стекло 287±15 °С	Si ₉ Al ₂₅ N ₆₆	$Si_{13,7}Al_{36,4}N_{49,9}$	Н _{max} =30 ГПа, Е=246 ГПа, We=73%
2015-Рыбалко [12]	PMS	Кварцевое стекло 360 °C	$Si_{10,7}Al_{36}N_{53,5}$	$Si_{14,9}Al_{48,1}N_{37,1}$	H_{max} =29,41 ± 0,98 ΓΠa, E=247,01±4,25 ΓΠa, We=76%
2015-Рыбалко [20]	PMS	Кварцевое стекло 390 °С	Si ₁₃ Al ₃₄ N ₅₃	$Si_{18}Al_{45,3}N_{36,7}$	H _{max} =27,3± 0,7 ГПа, We=78%
2013-Lewin [13]	HIPIMS	Кварцевое стекло 200 °С	Si _{7,1} Al _{39,4} N _{53,5}	Si _{9,9} Al _{52,8} N _{37,3}	H_{max} =27,5 ± 1,7 ΓΠa, E=202 ± 8 ΓΠa
2007-Pelisson [9]	Реактивная DCMS	Si 200 и 500 °C	$Si_{10,4}Al_{37,5}N_{52,1}$	$Si_{14,4}Al_{49,8}N_{35,9}$	Н _{max} =30 ГПа, Е=300 ГПа
			-		

Табл. 1. Элементный состав и свойства покрытий Al-Si-N в литературных источниках

Где Н_{тах} - Максимальное значение твердости, Е - модуль упругости, We - упругое восстановление



Рис. 2. Элементный состав покрытий Al-Si-N на диаграмме состояния (по литературным источникам)

Анализ влияния элементного состава покрытий на их оптические свойства показывает, что покрытия Al-Si-N является высоко-прозрачными (>80 %) в видимом диапазоне длин волн [9], [14]. При добавлении Si светопропускание AlN-покрытия незначительно снижается. Более того, можно утверждать, что небольшие изменения содержания Si не влияют на оптические характеристики покрытия значимым образом [9], [15], т. е. состояние структуры покрытий несущественно влияет на светопропускание в широком интервале соотношений элементов. Однако, при крайне высоком содержании Si точка элементного состава покрытий уже располагается в правой части диаграммы состояния, что приводит к увеличению содержания мономеров Si в покрытии и, соответственно, к ухудшению оптических свойств [12].

Исходя из данных табл. 1 и рис. 2, в большинстве исследований оптимальные свойства покрытий были получены в составах выделенной области, обозначенной на рис. 2, которая расположена в средне-верхней части диаграммы состояния, где низкое содержание кремния и умеренно высокое количество азота достаточно для полного азотирования с формированием двухфазной композитной структуры из AlN и Si₃N₄. Напротив, при повышении содержания кремния и недостаточном количестве азота происходит образование большего количества мономеров кремния и покрытия ведут себя как аморфная структура, что ухудшает свойства покрытий.

Таким образом, для получения покрытий Al-Si-N с качественными характеристиками необходимо обеспечить низкое содержание кремния и достаточно высокое азота в составе. Для уточнения результатов предполагается провести более детальные экспериментальные исследования, взяв интервалы концентраций в пределах содержания кремния 4–23 ат.% и азота 49–66 ат.% в покрытии Al-Si-N для определения предела растворения Si в AlN при малых концентрациях кремния, воспроизводимого определения состава с максимальной прочностью образуемых покрытий, а также выяснения закономерностей изменения структуры и свойств покрытий в зависимости от элементного состава.

- [1] Hillert M, Jonsson S 1992 Calphad 16 2 199–205
- [2] Weitzer F, Remschnig K, Schuster J C et al. 1990 Journal of Materials Research 5 10 2152–59
- [3] Zirinsky S, Irene E A 1978 Journal of the Electrochemical Society 125 2 305
- [4] Henry F, Armas B, Balat M et al. 1993 Le Journal de Physique IV **3** C3 C3-519–526
- [5] Mazel A, Marti P, Henry F et al. 1997 Thin Solid Films 304 1-2 256–266
- [6] Wriedt H A 1986 Bulletin of Alloy Phase Diagrams 7 4 329–333
- [7] Ma X, Li C, Wang F et al. 2003 *Calphad* 27 4 383–8
- [8] Murray J L, McAlister A J 1984 Bulletin of alloy phase diagrams 5 1 74–84
- Pélisson A, Parlinska-Wojtan M, Hug H J et al. 2007 Surface and Coatings Technology 202 4-7 884–9
- [10] Kasu M, Taniyasu Y, Kobayashi N 2001 Japanese Journal of Applied Physics 40 10A L1048
- [11] Hermann M, Furtmayr F, Bergmaier A et al. 2005 Applied Physics Letters 86 19
- [12] Рыбалко Е В, Божко И А, Калашников М П 2015 Перспективы развития фундаментных наук: сборник научных трудов XII Международной конференции студентов и молодых ученых (Томск) 1088–90
- [13] Lewin E, Loch D, Montagne A et al. 2013 Surface and Coatings Tecnology 232 680–9
- [14] Sharma S K, Mishra S K 2020 Journal of Alloys and Compounds 831 154686
- [15] Anwar S, Sonali S, Anwar S 2023 Ceramics International 49 11 16868-78
- [16] Panin A, Shugurov A, Kazachenok M et al. 2019 Materials 12 14 2249
- [17] Божко И А, Сунгатулина Е В, Калашников М П и др. 2019 Известия высших учебных заведений. Физика **62** 3 9–14
- [18] Sergeev V, Psakhie S, Chubik P et al. 2017 Vacuum 143 454–7
- [19] Bozhko I, Rybalko E, Pershukova A et al. 2016 AIP Conference Proceedings 1772 1
- [20] Рыбалко Е В, Калашников М П, Сергеев В П 2015 Высокие технологии в современной науке и технике: сборник научных трудов IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов (Томск) 133–6

Линеаризованная модель осаждения ПХКП на внутренние поверхности ТВЭЛ в присутствии плазмы

Н. Н. Щитов

ФГУП «ВНИИА им. Н. Л. Духова», Москва 127055, ул. Сущевская, 22

E-mail: nschitov@mail.ru

Аннотация. Рассмотрена модель химического осаждения металлоорганических соединений (МОС) в присутствии плазмы (PACVD) для использования в установках атомной отрасли. В частности, речь идёт об осаждении пиролитических хром-карбидных покрытий (ПХКП) на внутренние поверхности тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ). Предлагаемый процесс представляет индуцированное плазмой атомно-слоевое осаждение (английская аббревиатура PIALD). Модель позволяет оценить наиболее эффективные технологические параметры, такие как температура, различные потенциалы и газовые потоки для оптимизации функциональных свойств покрытий.

Ключевые слова: МОС; ТВЭЛ; пиролитические хромкарбидные покрытия; плазменная активация; атомно-слоевое осаждение; Plasma Induced Atomic Layer Deposition

1. Введение

Химическое осаждение покрытий из металлоорганических соединений (MOCVD) является одним из наиболее эффективных методов нанесения функциональных покрытий, применяемых, в том числе, в атомной отрасли [1,2]. В частности, это относится к коррозионно- и теплостойким покрытиям на внутренних поверхностях ТВЭЛ, интерес к которым особенно усилился после аварии на японской АЭС «Фукусима» [3-6]. При этом нанесение покрытий – как на внешние, так и на внутренние поверхности является решением в кратко- и среднесрочной перспективе [3], т.к. позволяет использовать уже имеющиеся ТВЭЛ. В долгосрочной перспективе перечислены новые конструкции и способы создания ТВЭЛ. Помимо приведенных в библиографии к [3-6] различных способов нанесения покрытий следует упомянуть еще и работы [7,8], в которых применена плазменная очистка внутренней поверхности и лазерная абляция сменных мишеней для получения многослойных покрытий.

Достаточно подробная модель нанесения ПХКП на внутренние поверхности ТВЭЛ описана в [4]. В [9] отмечена необходимость дополнения системы уравнений [4] для оптимизации параметров многослойной структуры, возникающей в процессе нанесения ПХКП и во многом определяющей уникальные свойства покрытия. Эта оптимизация, состоящая в априорном определении количества альтернирующих слоев, их состав и толщину, предполагает использование аппарата теории оптимального управления (ТОУ). Для реализации управления предложено, в частности, ассистировать плазмой процесс нанесения без указания конкретной схемы и даже вида разряда. В этом смысле работы [7,8] являются наиболее близкими к процессу, рассматриваемому в данной работе, а предложенное конструктивное решение является прототипом, альтернативном решению [3-6].

Простейшая, но одновременно достаточно надежная теория химического осаждения из газовой фазы в присутствии плазмы (PACVD) была разработана уже более 30 лет назад [10,11]. Некоторые примеры практического использования плазменной активации применительно к MOCVD приведены в [12,13]. Если говорить об электронной компоненте плазмы, то одной из первых отечественных работ, посвященной распаду МОС под влиянием электронного удара, была, по-видимому, [14]. Если же говорить о принципиально новых конструкциях и способах, причем с применением плазмы, то следует упомянуть еще и способы, в которых использован вариант «негатива». В нем требуемое покрытие наносится на внешнюю поверхность стержня, имитирующего внутреннюю поверхность ТВЭЛ, затем на полученное покрытие наносится конструкционный слой (например, все тот же циркониевый сплав Э110), после чего внутренний стержень удаляется тем или иным способом [15]. (В [16] это осуществлялось растворением солевой оболочки стержня).

В прототипе [7,8] нанесение многокомпонентных наноструктурных покрытий осуществляется методом импульсного лазерного осаждения на внутренние поверхности труб малого диаметра при L/d_{вн} ≥100 (терминологии [3-6] AR – Aspect Ratio), включающей предварительную плазменную очистку поверхности. Очищаемая труба выполняет в разряде роль катода, а газовый разряд является разрядом с полым катодом. Очистка проводилась по схеме, названной схемой «разрядного шомпола», два варианта которой представлены на рис. 1. Разряд поджигали между двумя трубами в области, ограниченной заглушкой и пробкой. Аргон подавался по нержавеющей трубе Ø6 мм через отверстия, расположенные около заглушки, а выходил из этой области через отверстия либо в одной пробке, либо в двух, т.е. разряд горел в потоке газа. В результате происходило распыление медной трубы-изделия и осаждение атомов меди на нержавеющей трубе. (Для сравнения в [2] на рис. 5.11 приведена схема зонного нагревателя для нанесения ПХКП покрытий на внутренние поверхности труб.) Для данной схемы и приведенных выше технологических параметров получены следующие результаты: скорость нанесения Cr – 1.29мкм/час*см², Zr – 1.88мкм/час*см², Ti – 3.73мкм/час*см², Ta – 0.32мкм/час*см². Скорость роста хрома соответствует оптимальному значению, полученному в [3-6]. Очевидно, что при напуске активного газа можно было бы получить карбиды, нитриды, оксиды и т.д. В заключении сделан вывод о том, что схему цилиндрического диода с внутренним анодом следует использовать для относительно коротких труб.



Рис. 1. Слева, адаптировано из [8]. Схема разрядного шомпола. 1 – 5 – короткие секции; 6,11 – длинные секции; 7 – трубка подачи газа и тока, покрытая изолятором; 8 – анод.; 9 – разделительный изолятор; 10 – изолятор анода

Рис. 2. Справа, адаптировано из [8]. Схема процесса нанесения многослойных покрытий с предварительной очисткой разрядом: 1 – механизм перемещения транспортера, 2 – корпус вакуумной камеры, 3 – транспортер, 4 – окно для лазерного излучения, 5 – блок мишеней, 6 – разрядный анод, 7 –штанга, 8 – труба – изделие, 9 – изолятор, 10 –мишень

2. Модель нанесения ПХКП на внутренние поверхности ТВЭЛ

Авторы [4] отметили технические трудности нанесения защитных покрытий равномерной толщины на внутренние поверхности длинных труб с большим AR. В случае длинных прямых труб решение достигается перемещением зоны нагрева (см. предыдущий раздел), а для коротких труб достаточно большого диаметра (3.5см и 30см) использованием плазмы полого катода. Кроме методов с использованием перемещения рабочей зоны можно рассматривать процессы ALD (Atomic Layer Deposition), которые обеспечивают равномерное покрытие объектов сложной формы. Но метод ALD преимущественно развит для роста пленок оксидов металлов с очень маленькими скоростями, что неприемлемо для толщин порядка 10мкм. В [4] построена многокомпонентная модель массопереноса для расчета потока газа, массо- и теплопереноса с учетом химических реакций. Кинетика осаждения разработана на основе разномасштабных экспериментов по изучению истощения прекурсоров вдоль внутренней поверхности трубы. В качестве прекурсоров использовались бис-бензолхром (ВВС) и бис-этилбензол хром (ВЕВС) Модель обеспечивает хорошее совпадение с экспериментом в температурном диапазоне 400–550 °C и в диапазоне давлений от $1.3*10^2$ до $7*10^3$ Па. Показано, что давление имеет существенное значение для обеспечения приемлемой скорости осаждения и равномерности покрытий.

Определяющие уравнения включают уравнение непрерывности, импульса, энергии и баланса числа частиц. Сам процесс представлял собой пиролиз BBC или BEBC, растворенного в толуоле. Раствор испарялся в специальной камере при температуре около 180°C и импульсно вводился во внутренний объем ТВЭЛ, нагретый до температуры 400-550°C, вместе с газомносителем (азот). Частота впуска была 10 или 20 Гц, а время открытия – от 0.5 до 5мс. Поток газа составлял 500 см³/мин. Содержание BBC варьировалось от 0.1 до 0.6% при давлении от 7*10² до 7*10³Па. Термодинамический анализ кинетики процесса показал, что эффективность процесса определяется энергией диссоциации связей «металл-лиганд» порядка 160кДж/моль, что соответствует данным [1,2] (около 40 ккал/моль). В модели предполагается, что BBC распадается в газовой фазе (гомогенная реакция, описываемая законом Аррениуса) до монобензолхрома (MBC), а сам хром сорбируется на поверхность, как и бензол, что описывается коэффициентом прилипания. Тем самым из рассмотрения удаляются гетерогенные реакции, описанные в [1,2], что было отмечено в [9]. В общем случае для описания поверхностных реакций необходимо вводить *поверхностные концентрации*, которые связаны с объемными, используемыми в [4], через изотермы Ленгмюра, Генри или более сложные зависимости.

После обсуждения возможных путей образования покрытия в [4] приведены термодинамические данные для BBC и MBC в полиномиальном представлении, что позволяет вычислить термодинамические потенциалы, а значит, и скорости реакций в диапазоне от 298 до 1000К. Согласно расчетам, подтвержденным экспериментальными данными, скорость роста практически линейно зависит от молярной доли BBC, достигая при 500°C порядка 2 мкм/час при 350 ppm (рис. 3). Концентрация BBC определяется параметрами системы газонапуска – частота, длительность скважность (рис. 3).



Рис. 3. Слева, адаптировано из [5]. Влияние молярной доли ВВС на скорость роста ПХКП. Доля контролировалась параметрами инжекции – частота, время открытия и время нанесения *Рис. 4.* Справа, адаптировано из [4]. Расчетная скорость роста ПХКП вдоль реактора длиной 1 м при попеременном впуске ВВС с обеих сторон реактора (T = 450, 400 и 375 °C)

Для устранения неравномерности покрытия авторы [3-6] использовали последовательную подачу МОС с двух сторон ТВЭЛ. Даже и в этом случае вблизи концов канала образуются утолщения из-за существенной разницы в скоростях роста, что отражено на рис. 4. Наилучшие расчетные результаты получены для давления 1.3х10² Па, температуры 375°С. Скорости потоков: 4.33 sccm для прекурсора, 100 sccm для толуола и 500 sccm для азота. При этом скорость роста составляла порядка 2 мкм/час. Ясно, что предложенная модель существенно нелинейна и для своего расчета требует применения специального ПО, разработанного авторами [3-6]. Для фактической реализации процесса требуется специальная быстродействующая газораспределительная система.

3. Линеаризованная модель явлений переноса в присутствии плазмы

Линеаризованная модель явлений переноса, включая химические реакции, изложена в [17]. Линейное феноменологическое уравнение химической реакции имеет вид:

$$J = -l\frac{A}{T}, A = \sum_{i=1}^{n} \nu_{i} \mu_{i},$$
(3.1)

где J – скорость химической рекации, A – химическое сродство, v_i – стехиометрические коэффициенты реакции, а μ_i – химические потенциалы. Пределы применимости линейного приближения подробно обсуждаются в [17] (вблизи равновесного состояния), но для целей предлагаемого способа нанесения ПХКП оно вполне пригодно. Вводится параметр ξ – «степень развития» или «полнота реакции», такой что:

$$J = \rho \frac{\partial \xi}{\partial t}, \frac{\partial \xi}{\partial t} = \frac{1}{\nu_1} \frac{\partial c_1}{\partial t} = \frac{1}{\nu_2} \frac{\partial c_2}{\partial t} = \dots = \frac{1}{\nu_n} \frac{\partial c_n}{\partial t} \Rightarrow \frac{\partial \xi}{\partial t} = \frac{c_i(t) - c_i^0}{\nu_i}$$
(3.2)

Наряду с объемом и температурой (при изохорном процессе) ξ является истинной переменной состояния, поэтому и химическое сродство может быть выражено в виде производной свободной энергии Гельмгольца *f* по ξ при постоянном давлении и температуре:

$$A = \left(\frac{\partial f}{\partial \xi}\right)_{\nu T}, f = u - Ts.$$
(3.3)

Для малых отклонений от равновесия химическое сродство представляется в виде:

$$A = \left(\frac{\partial A}{\partial \xi}\right)_{\nu,T}^{\text{paBH}} \Delta \xi = \left(\frac{\partial f}{\partial \xi}\right)_{\nu,T}^{\text{paBH}} \Delta \xi \Rightarrow \frac{\partial \xi}{\partial t} = -\frac{1}{\tau_{\nu,T}} \Delta \xi, \quad \text{где } \tau_{\nu,T} = \frac{\rho T}{l} \left[\left(\frac{\partial^2 f}{\partial \xi^2}\right)_{\nu,T}^{\text{paBH}} \right]^T > 0 \tag{3.4}$$

есть время релаксации при постоянном объеме и температуре. В эксперименте – это феноменологический коэффициент, подлежащий определению. Предполагается, что все процессы смешения, диффузии закончились до начала реакции.

При выполнении условий линеаризации система уравнений переноса с участием химических реакций может быть приведена к виду n неоднородных ур-й Гельмгольца с разделенными переменными (функция $f(\vec{v})$ находится из решения уравнения Навье-Стокса) [17]:

$$\Delta \psi_i^* - \Lambda_i \psi_i^* = f(\vec{v}_i), \vec{\psi}^* = \hat{Q}^{-1} \vec{\psi}, \ \vec{\psi} = -\frac{\mu}{T} - \text{ потенциалы Планка, a } \hat{Q} -$$
(3.5)

матрица, диагонализующая конгруэнтным преобразованием матрицы феноменологических коэффициентов переноса и химических реакций, а диагональная матрица коэффициентов Λ_i получена диагонализацией матрицы коэффициентов, связывающих молярные массы и потенциалы Планка:

$$\widehat{\Lambda} = \widehat{Q}\widehat{b}\widehat{Q}, \ b_{i,k} = \sum_{j,j'=1}^{r} \nu_{i,j}l_{jj'}\nu_{kj'} \ \text{где} \ m_i = \sum_{j=1}^{r} \nu_{ij}J_j = \sum_{k=1}^{n} \psi_k$$
(3.6)

В то же время, линейное приближение *фактически предполагает отсутствие плазмохимических реакций*, которые, как показывает анализ кинетики, протекают не в изотермических, а в изоэнтальпийных условиях [12]. Максимальные концентрации целевых продуктов в этих реакциях образуются за времена порядка мс, что существенно меньше характерных времен переноса.

Приведем некоторые положения упомянутых во введении работ [10,11], в которых изложена простейшая теория химических транспортных реакций в присутствии плазмы. (Критика «Аррениусовской формы уравнений», использованной в [10,11], дана в [12].) Во введении к [10] справедливо отмечено, что: «PACVT (Plasma-Assisted Chemical Vapor Transport) отличается от (свободного от плазмы) СVT только тем, что бомбардировка ионами из плазмы увеличивает скорости гетерогенных реакций или, что то же самое, уменьшает кажущуюся энергию активации реакций». Тем самым описание PACVT практически ничем не отличается от CVT за исключением изменения соответствующих энергий активации.

Записав скорости прямой и обратной реакций в виде:

$$\alpha_0 = Z \exp(-E_{a0}/kT), \quad \alpha_+ = Z \exp(-E_{a+}/kT), \quad \beta_0 = Z \exp(-E_{b0}/kT),$$

$$\beta_+ = Z \exp(-E_{h+}/kT),$$

С.П. Заровин получает суммарные константы скоростей реакций:

 $\alpha_{\Sigma} = \alpha_0 [1 + f_A \exp(U_a/kT)], \ \beta_{\Sigma} = \beta_0 [1 + f_B \exp(U_B/kT),]$ (3.7)где $f_A = A^+/A$, $f_B = B^+/B$ – степени ионизации реагентов A и B, а $U_a = E_{a0} - E_{a+}$, $U_b = E_{b0} - E_{b+}$ – суть разности между энергиями активации нейтральных и ионных компонентов в прямой и обратной реакциях. При постоянном давлении А в предположении несущественности обратной реакции, что для случая пиролиза строго выполняется, логарифм скорости реакции может быть записан в виде:

 $\ln R = \ln \alpha_0 + \ln[A] + \ln[1 + f_A \exp(U_a/kT)] = -E_{a0}/kT + \ln[A] + \ln[1 + f_A \exp(U_a/kT)]$

Тогда суммарная константа равновесия реакции может быть записана в виде: $K_{\Sigma} = K_0 [1 + f_A \exp(U_a/kT)] / [1 + f_B \exp(U_b/kT)],$ (3.8)где $K_0 = \alpha_0/\beta_0 = exp[-(E_{a0} - E_{b0})/kT] = exp(-\Delta G/kT)$, а ΔG – свободная энергия Гиббса для нейтральной гетерогенной реакции. Когда преобладает ионный компонент, так что

$$f_A \exp(U_a/kT) >> 1$$
, $f_B \exp(U_B/kT) >> 1$:

(3.9)

 $K_{\Sigma} \approx exp\{-[\Delta G - \Delta U - kT \ln(f_A/f_B)]\} = exp\{-(\Delta G^*/kT)\},\$ где $\Delta U = U_a - U_b$ определяет эффект ионизации и ионной бомбардировки. Это делает реакцию более экзотермической на величину $[\Delta U + kT \ln(f_A/f_B)]$, так что можно ввести эффективную энергию Гиббса $\Delta G^* = \Delta G - [\Delta U + kT \ln(f_A/f_B)]$. Можно так же вместо эффективной энергии ввести эффективную температуру поверхности:

 $T^* = T/[1 - (kT \ln(f_a/f_b) + \Delta U)/\Delta G],$

(3.10)

бОльшую в случае, когда $\Delta U/kT > ln(f_a/f_b)$. Используя то же определение температуры, замечаем, что перенос так же остается от холодной к горячей поверхности в случае эндотермической реакции, какой является любой пиролиз, и наоборот для экзотермической. Это справедливо в случае, когда логарифм отношения степеней ионизации рабочего газа – A и летучего пролукта В положителен. На практике это не всегла так. Характерным примером является перенос металлов в процессе ионного травления благородными газами. Из-за большой разницы в потенциалах ионизации для рабочих газов (~16 эВ для аргона и ~ 14 eV для водорода) и металлов (~ 6 эВ для алюминия и ~7 эВ для титана, степени ионизации последних могут быть существенно выше несмотря на то, что их молярные концентрации в газовой фазе много меньше молярных концентраций рабочих газов. В этом случае логарифм становится отрицательным, и величина эффекта определяется соотношением между ΔU и $kT \ln(f_A/f_b)$.

4. Метод индуцированного плазмой атомно-слоевого осаждения

Для того чтобы реакция одновременно осуществлялась по всей длине трубы в одинаковых условиях, необходимо создание равномерных распределений концентрации и температуры в объеме при отсутствии потоков. В этом случае можно, как и в [3-6], на первой стадии технологического процесса в откачанный объем ТВЭЛ вводить порцию ВВС в потоке азота, причем откачка на этом этапе отсутствует. Объем поддерживается при температуре испарения ВВС, т.е. порядка 180°С, так что пиролиза не происходит. На второй стадии в объеме возбуждается разряд, и в результате гетерогенных реакций образуется ПХКП и бензол в газовой фазе. Водород, образующийся в результате дегидрирования бензола, можно не учитывать, т.к. результаты масс-спектрометрического исследования продуктов распада ВВС говорят о том, что почти на 90% они представлены бензолом. После почти полного разложения прекурсора за время порядка 3 $\tau_{v,T}$ и образования монослоя покрытия объем откачивается до «высокого вакуума», и процесс повторяется снова. Таким образом, рассматриваемый процесс можно было бы назвать «индуцированным плазмой атомно-слоевым осаждением» или, введя английскую аббревиатуру, PIALD (Plasma Induced Atomic Layer Deposition). При изменении полярности поверхность будет обрабатываться ионами азота, что вероятно приведет к формированию покрытия нитрида хрома. Многослойные покрытия из чередующихся слоев хрома и нитрида хрома рассмотрены в [5]. Формирование покрытия осуществлялось при 500°С, а слои из нитрида хрома получались при добавлении аммиака. Молярные концентрации BBC 66-200 ppm, C₆Cl₆/BBC=10% (добавлялся для предотвращения образования излишнего углерода), NH₃/BBC=280. В отсутствии ингибитора слои были аморфными и имели состав Cr_{0.69}C_{0.28}O_{0.03}, тогда как в присутствии – имели bcc-Cr структуру состава Cr_{0.87}C_{0.13}. Однако и аморфные слои имели многослойную структуру в силу особенностей кинетики реакции [20].

Многослойные структуры Cr_xC/CrN с периодом в несколько десятков нанометров наноструктурируют покрытие и улучшают его свойства по сравнению с монолитным. Такие покрытия демонстрируют впечатляющие механические свойства (твердость порядка 25ГПа). Межслойные границы резкие и остаются стабильными после термической обработки – отжиг в атмосфере инертного газа при 700°С. Вариант с формированием первого слоя из нитрида хрома с добавкой аммиака рассмотрен так же в [21]. Причем применительно к многослойным структурам подчеркнута важность оптимальных геометрических параметров. В случае присутствия плазмы воздействие электронов на сорбированные молекулы бензола может приводить к их полимеризации [19], тогда как обработка ионами азота, по идее должна приводить к деполимеризации.

Выбор способа возбуждения разряда, обеспечивающего равномерность потока зарядов по длине ТВЭЛ, далеко не тривиален. В 5-й главе [2] описаны распад МОС в плазме тлеющего разряда, ВЧ и СВЧ, но не применительно к осаждению ПХКП на внутренние поверхности. Даже возбуждение разряда лазерным лучом, описанное в [12], не обеспечивает равномерность изза поглощения излучения плазмой. Тлеющий разряд с полым катодом, даже при двустороннем размещении анодов, так же не обеспечивает равномерности, что и было отмечено в [8]. Однако особенности разряда с коаксиальным внутренним катодом позволяют рассмотреть его в качестве альтернативы. В [12] отмечено, что «Коронный разряд наиболее подробно изучен для цилиндрической системы электродов, представляющей обычно металлическую трубку с расположенной на ее оси тонкой цилиндрической проволокой. ...Интересной особенностью коронного разряда в цилиндрической системе является наличие очень широкой области с постоянной напряженностью поля и мощным пространственным зарядом». При этом «отрицательная корона», сильно отличается по своим свойствам от «положительной» [18]. При отрицательной короне происходит размножение лавин, ее зажигание принципиально не отличается от Таунсендовского пробоя. В электроположительном газе вне короны электроны слишком медленные, газ не светится. Газ во внешней зоне коронного разряда не ионизован, так что ток является несамостоятельным. При положительной короне размножение электронов происходит за счет вторичных фотопроцессов в зоне острия. Несмотря на различие в коэффициентах усиления в 2-3 раза для разной полярности, критическая напряженность поля отличается мало. Приведена полуэмпирическая формула Пика для отполированного внутреннего электрода в диапазоне от $r \approx 10^{-2}$ – 1 ст, $p \sim 10^{-1} - 10$ атм, в том числе для переменных полей с частотами до 1кГц:

$$E_k \approx \frac{31\delta\left(1 + \frac{0.308}{\sqrt{\delta r}}\right)kV}{cm} \,\kappa\text{B/cm} \tag{4.1}$$

Здесь δ – отношение плотности воздуха к нормальной (*p*=760Topp, T=25°C).

$$E = \frac{\sigma}{x} ln\left(\frac{\kappa}{r}\right), E_{max} = \frac{\sigma}{r} ln\left(\frac{\kappa}{r}\right)$$
(4.2)
позволяет вычислить из (4.1) критический потенциал короны, а также ВАХ (рассчитана Таун-

позволяет вычислить из (4.1) критическии потенциал короны, а также ВАХ (рассчитана Таунсендом в 1914г.):

 $i(U,p) = \frac{\mu(p)U(U-60*(\frac{p}{P}))}{0.16*3*9} * 10^{-11} [\frac{A}{cm}]$, где P – атмосферное давление, U выражено в кВ. (4.3)

Если вместо воздуха используется смесь других газов, то формула Пика может и не выполняться. Но если, как в [3-6], доминирующим газом является азот, то формулой Пика можно пользоваться. Итак, если еще уменьшить δ до значения, использованного в [3-6] 1.03*10³Па, (δ ~10⁻²), а г взять равным ~10⁻²см, то критическая напряженность поля порядка 32*0.31 кВ/см или около 10кВ/см. Т.е. из формулы (4.2) следует, что напряжение на коронирующем электроде должно быть 0.1*ln(400)кВ~0.6кВ для δ =10⁻². Для значения подвижности ионов азота в азоте можно взять оценку из [18]:

$$\mu \approx 1.5 * 10^{3} / p \text{ (Topp)}$$
 (4.4)

Что касается самого механизма распада МОС, то в [2, раздел 2.1.1] приведена общая схема осаждения из паров МОС. Отмечено, что: «Вопрос о релаксации системы МОС – подложка в какое-либо стационарное состояние не рассматривался, так же, как и вопрос о существовании стационарных состояний для такого рода систем в силу своей исключительной сложности». Поэтому далее речь будет идти об использовании феноменологических констант, которые могут быть определены экспериментально. Например, время релаксации может быть определено по соотношению потоков ВВС и бензола. Газовый (молярный) поток исходного компонента ВВС, который в обозначениях предыдущего раздела будет *A*, на входе в систему известен, а на выходе при оптимальном проведении процесса практически равен нулю. Напротив, поток бензола, равный нулю на входе, на выходе должен быть равен удвоенному потоку BBC на входе.

Расчет плотности тока позволяет вычислить и примерную скорость роста покрытия. Реакция предполагается состоящей в декомпозиции (отщеплении) бензола - сначала от BBC, а затем и от MBC. В силу постоянства связи лиганда с хромом скорости реакций для BBC и MBC одинаковы: $\dot{n}_{Bg} = k_r n_{As} n_{qs} = k_r j_{As} \tau_{As} j_{qs} \tau_{qs}$ (4.5)

Нижние индексы g и s означают «в газовой фазе» и «на поверхности». Используя правило фаз [1] и исключая из числа независимых компонентов заряды, получаем, что число независимых реакций равно 1. Для расчета поверхностной плотности сорбированных атомов BBC нужно умножить число столкновений этих атомов с поверхностью на среднее время их жизни перед реиспарением. Число столкновений равно числу Лошмидта, умноженному на отношение давления в ТВЭЛ к стандартному (750Topp) – от 10^{-3} до 10^{-1} , на среднюю скорость молекул и на молярную концентрацию BBC, деленную на 4. Молярную концентрацию естественно взять параметром управления (еще одна феноменологическая константа). Обозначим ее x_{BBC} . Тогда окончательно поток BBC будет равен:

$$j_{AS}(s) = x_{BBC} * N_L * \frac{p}{4m} * \langle v \rangle_{BBC} \approx x_{BBC} * 1.5 * 10^{21}$$
 для давления 10^{-2} атм. (4.6)

Поверхностная плотность потока зарядов равна уже рассчитанной ранее линейной, деленной на длину окружности внутренней поверхности ТВЭЛ: $(2\pi R)^{-1}=0.4$. Таким образом, плотности потоков рассчитаны, а скорость реакции зависит от трех феноменологических констант. Полагая время жизни адсорбированных молекул ВВС (прекурсора *A*) τ_{As} , а время термализации зарядов τ_{qs} , замечаем, что произведение константы скорости реакции на произведение этих величин $k_r \tau_{As} \tau_{qs} = K_r(U)$ при постоянном давлении есть только функция напряжения на коронирующем электроде. Это, очевидно, феноменологическая константа.

На рис. 5 приведен расчетный график. Поверхностная плотность зарядов при этом будет равняться поверхностной плотности атомов хрома, служащих естественными каталитическими центрами, (отмечено красным маркером) для превышения потенциала примерно на 80В. В силу значительного разбавления смеси азотом проще оценивать полноту реакции (уравнение (3.4) по смыслу аналогичное (4.5)) по масс-спектрам, подавая напряжение короткими импульсами, начиная с мс. Т.к. за один цикл предполагается нанесение 1 монослоя, который для хрома равен примерно $3*10^{-4}$ мкм, то при предполагаемой скорости роста порядка 10мкм/час монослой должен осаждаться за 1 с. Тогда молярная доля BBC в общем потоке смеси должна быть порядка 4pm, а сам поток должен быть порядка $5*10^{-7}$ моль/с или $3*10^{-6}$ моль/мин. Соответственно в кубических сантиметрах в минуту это будет порядка 670, имея в виду общее давление порядка 10^{-2} атм.

После проведения необходимых экспериментов феноменологические константы будут найдены, и появится возможность прогнозировать оптимальные технологические параметры, обеспечивающие оптимальную архитектуру ПХКП, возможно, с привлечением других соединений. Последнее предполагает исследование самих покрытий так же, как это сделано в работах [3-6]. По результатам исследования полученная численная оценка может быть существенно откорректирована, количество независимых реакций увеличено, а «временная схема процесса» изменена. Однако в любом случае, отпадает необходимость в быстродействующей газовой системе, т.к. динамика процесса определяется скоростью переключения напряжения, а скорость

роста является почти линейной функцией «надкритического напряжения» в широком диапазоне давлений.



Напряжение выше критического, В

Рис. 5. Расчетный график токов разряда, как функции «надкритического» напряжения и плотность потока зарядов на внутреннюю поверхность. В качестве параметра выбрано давление (в Торр), а красная метка соответствует поверхностной плотности атомов хрома

5. Заключение

Нанесение ПХКП на внутренние поверхности ТВЭЛ является одним из коротко и среднесрочных перспективных решений для продления их ресурса. Предложенная в работах [3-6] расчетная модель позволяет с хорошей степенью точности описать процесс, но является существенно нелинейной, требует специального ПО и автоматизированного оборудования. Оно, впрочем, не устраняет главный недостаток процесса – неравномерность покрытия из-за истощения МОС по мере движения внутри канала с большим AR. Использование плазмы для предварительной очистки внутренней поверхности ТВЭЛ, нанесения подслоя, активации процесса, снижения его температуры является весьма перспективным направлением. Выбор способа генерации плазмы далеко не тривиален, так же в силу большого AR. В этой связи коронный разряд переменной полярности в остаточной атмосфере азота при равновесной (испарению прекурсора) температуре может оказаться самым удобным. При этом может быть реализован способ индуцированного плазмой атомно-слоевого осаждения, при котором описание становится достаточно простым и линейным в силу справедливости «закона действующих масс». Отпадает необходимость в прецизионной быстродействующей газораспределительной системе, т.к. все временные параметры определяются скоростью переключения напряжения.

- [1] Разуваев Г А и др. 1972 *Металлоорганические соединения в электронике* (Москва, Наука) 479
- [2] Грибов Б Г и др. 1981 Осаждение пленок и покрытий разложением металлоорганических соединений (Москва, Наука) 322
- [3] Michau A et al. 2018 Surface and Coatings Technology 349 1048–57
- [4] Michau A et al. 2018 *Coatings* **8** 220
- [5] Maury F et al. 2009 Surface and Coatings Technology 204 (6-7) 983–7

- [6] Michau A et al. 2017 Surface and Coatings Technology 332 96–104
- [7] Lozovan A A 2003 *Vacuum* **70** (4) 477–81
- [8] Лозован А А, Франгулов С В 2008 Известия РАН. Серия физическая 72 (7) 1008–10
- [9] Щитов Н Н, Лозован А А 2020 Изв. Вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия **3** 55–64
- [10] Zarowin C B 1984 J. Vac. Sci. Technol. A2(4) 1537-47
- [11] Zarowin C B 1985 J. Appl. Phys. 57 (3) 929-42
- [12] Полак Л С и др. 1975 Теоретическая и прикладная плазмохимия (Москва, Наука) 304
- [13] Пархоменко В Д и др. 1991 Плазмохимическая технология (Новосибирск, Наука) 392
- [14] Вишняков Б А, Осипов К А. 1970 Электронно-лучевой метод получения тонких пленок из химических соединений (Москва, Наука) 144
- [15] Щитов Н Н, Лозован А А. 2020 Сварочное производство 12 43-51
- [16] Бочегов А А и др. 2011 *Труды 10-й Международной конференции «Пленки и покрытия 2011»* (СПб, Изд-во Политехнического университета) 193–5
- [17] де Гроот С, Мазур П 1964 Неравновесная термодинамика (Москва, Мир) 456
- [18] Райзер Ю П 1992 Физика газового разряда (Москва, Наука) 537
- [19] Щитов Н Н 2019 *Труды 14-й международной конференции «Пленки и покрытия 2019»* (изд-во СПб Политехнического университета) 320–4
- [20] Bryskin B et al. 2012 Advanced materials & processes 24 22-6
- [21] Щитов Н Н, Лозован А А 2020 Технология машиностроения 11 5-13

Вакуумные технологии в космической и атомной отраслях, медицине, металлургии и машиностроении, добывающих отраслях, ядерной энергетике

Особенности фазового перехода расплав – пар теллуридов сурьмы и свинца в вакууме в условиях дистилляционной переработки полиметаллических штейнов

В. Н. Володин, С. А. Требухов, К. А. Линник, А. В. Ниценко, Ф. Х. Тулеутай

Satbayev University, Институт металлургии и обогащения, 050010, г. Алматы, Казахстан

E-mail: volodinv n@mail.com

Аннотация. На основании парциальных величин давления пара теллуридов сурьмы и свинца, определенных экспериментально, рассчитаны границы полей сосуществования расплава и пара и построена полная, включающая паровую фазу, диаграмма состояния PbTe – Sb₂Te₃, при атмосферном давлении и в вакууме 2.67, 0.7 и 0.1 кПа. Особенностью фазового перехода расплав – пар является наличие азеотропной смеси – нераздельно кипящей жидкости при давлении меньше 63.97 кПа. Понижение давления, менее указанного, сдвигает состав азеотропной смеси в сторону увеличения концентрации теллурида сурьмы. Расплавы на основе Sb₂Te₃ могут быть разделены кратным реиспарением конденсата, обогащенного теллуридом сурьмы. Разделение теллуридов сурьмы и свинца в вакууме в условиях дистилляционной переработки полиметаллических штейнов не представляется возможным.

Ключевые слова: халькогениды; сурьма; теллур; термодинамика

Введение

При пирометаллургической переработке сульфидных концентратов на медных, свинцовых и сурьмяных заводах в качестве промежуточного продукта получают полиметаллические штейны Основу полиметаллических штейнов медных и свинцовых заводов составляют сульфиды меди (Cu₂S) и железа (FeS). Помимо основных составляющих в штейне присутствуют соединения цветных металлов (PbS, ZnS); редкие элементы: кадмий, сурьма, мышьяк, индий и другие в виде сульфидов, а также селен и теллур, изоморфно замещающие серу в сульфидах. Причем, наибольшее по содержанию в штейне количество после PbS и ZnS представлено сульфидами сурьмы.

Распределение сульфидов основных компонентов при дистилляционной переработке штейнов в вакууме, в том числе, сульфидов свинца и цинка изучено нами ранее. Значительно меньшее количество публикаций посвящено изучению термодинамики халькогенидов и двойных расплавов халькогенидов редких металлов [1-4] применительно к условиям переработки штейнов.

Сведения о распределении селена, теллура, сурьмы, халькогенидов некоторых одноименных цветных и редких металлов в условиях вакуум-дистилляционной переработки полиметаллических штейнов изложены нами в работе [5]. Результаты получены на основании построения полей парожидкостного равновесия на диаграммах состояния.

Однако сведений о системе PbTe–Sb₂Te₃, в доступных источниках информации не обнаружено. В этой связи проведено исследование по определению границ полей парожидкостного равновесия в указанной системе в условиях дистилляционной переработки штейнов.

Методика проведения экспериментов и выполнения расчетов

Оценивая величины давления пара теллуридов свинца и сурьмы следует отметить большие величины их давления пара над чистыми соединениями, так температура кипения жидкого PbTe равна 1633 К (1360 °C), Sb₂Te₃ – 1451 К (1178 °C) и их совместное присутствие в паровой фазе. То есть, наиболее приемлемым способом определения величин давления пара в двойной системе следует считать метод точек кипения, основанный на резком увеличении скорости испарения летучего компонента вблизи выравнивания давления насыщенного пара металла и заданного давления инертного газа. В связи с присутствием молекул обоих компонентов в паре, для каждого состава сплава определен состав паровой фазы статическим методом.

Далее произведением суммарного давления пара над расплавом на долю наиболее летучего теллурида Sb₂Te₃ определяли парциальное давление пара его в общем давлении. Парциальное давление пара теллурида свинца определяли численным интегрированием уравнения Гиббса-Дюгема с использованием поправки, предложенной Даркеном.

Границы полей сосуществования расплава и пара рассчитывались на основании величин парциального давления насыщенного пара составляющих сплава. В связи с отсутствием процесса кипения жидких халькогенидных растворов из-за высокой плотности образующих их соединений, температуру кипения определяли равной температуре, при которой сумма парциальных давлений пара теллуридов, составляющих систему, в соответствии с законом Дальтона равна атмосферному (0,1 МПа) или другому давлению, соответствующему условиям вакуумных технологий.

Состав паровой фазы (y_1 , $y_2=1-y_1$) над раствором определенного состава (x_1 , $x_2=1-x_1$) при температуре кипения определяли на основании уравнения Клапейрона-Менделеева: $P_iV=n_iRT$, откуда:

$$y_1(y_2)[mole \ fraction] = \frac{n_1(n_2)}{n_1 + n_2} = \frac{p_1(p_2)}{p_1 + p_2}$$

где: x_1 и x_2 – число молей первого и второго соединений в сплаве; n_1 и n_2 – число молей первого и второго соединения в паровой фазе; p_1 и p_2 - парциальные давления насыщенного пара первого и второго компонентов. При этом считали, что соединение $Pb_2Sb_6Te_{11}$, присутствующее в системе, испаряется инконгруэнтно.

Результаты и их обсуждение

Парциальные давления пара теллурида сурьмы($\bar{p}_{Sb_2Te_3}$) и теллурида свинца (\bar{p}_{PbTe}) над расплавами двойной системы соответствую выражениям:

$$\ln \overline{p}_{Sb_{2}Te_{3}}[\Pi a] = (16499x_{Sb_{2}Te_{3}}^{3} - 39186x_{Sb_{2}Te_{3}}^{2} + 32842x_{Sb_{2}Te_{3}} - 27622) \times T^{-1}$$

$$-9,971x_{Sb_{2}Te_{3}}^{3} + 23,023x_{Sb_{2}Te_{3}} - 18,569x_{Sb_{2}Te_{3}} + 29,08 + \ln x_{Sb_{2}Te_{3}},$$

$$\ln \overline{p}_{PbTe}[\Pi a] = (-16499x_{PbTe}^{3} + 35060x_{PbTe}^{2} - 24589x_{PbTe} - 13389 + 3967\ln x_{PbTe}) \times T^{-1}$$

$$+9,971x_{PbTe}^{3} - 21,847x_{PbTe}^{2} + 16,216x_{PbTe} + 19,078 - 1,436\ln x_{PbTe},$$

где: $x_{Sb_2Te_3}$ и x_{PbTe} - мольные доли теллурида сурьмы и теллурида свинца соответственно; T – температура, К.

На основании парциальных величин давления пара теллуридов сурьмы и свинца рассчитаны границы полей сосуществования жидкости и пара в двойной системе PbTe–Sb₂Te₃ при атмосферном давлении и в вакууме 2.67, 0.7 и 0.1 кПа. Это обусловлено тем, что из-за бурного выделения парогазовой смеси в начальный период дистилляции штейнов давление в технологическом процессе понижают медленно до указанных величин.

Границы полей сосуществования жидкости и пара (*Ж*+*П*) нанесены на диаграмму состояния (рис. 1), заимствованную из монографии [6].

Из диаграммы видно, что разделение PbTe и Sb₂Te₃ при атмосферном давлении потребует нескольких циклов «испарение – конденсация» вследствие малой ширины поля по температуре.

При понижении давления до 2.67 и 0.7 кПа появляются азеотропные смеси при концентрации теллурида сурьмы в расплаве 12.4 и 16.1 мол. % (соответственно) при температурах 981 и 886 °C (соответственно). То есть расплавленные смеси указанных теллуридов на основе PbTe нельзя разделить дистилляционным способом из-за наличия нераздельно кипящих жидкостей. Понижение давления (температуры кипения растворов) сдвигает состав азеотропа в область более высоких концентраций теллурида сурьмы. Это находится в соответствии с третьим законом Вревского: при изменении температуры раствора, кривая давления пара которого имеет минимум, состав пара раствора и состав азеотропной смеси изменяются в противоположных направлениях.

Температура кипения азеотропной смеси ($t_{\kappa}^{a_3}$) понижается с уменьшением давления в системе, линейно зависит от изменения состава азеотропа ($x_{Sb_2Te_3}^{a_3}$ -мольная доля) - $t_{\kappa}^{a_3}$ =- 2567.6 $x_{Sb_2Te_3}^{a_3}$ +1299.4°С, и пересекает ординату температуры края диаграммы состояния со стороны теллурида свинца при температуре 1299 °С Последнее соответствует давлению 63.97 кПа(~0.63 атм), ниже которого обнаружено существование нераздельно кипящей жидкости. Температура кипения теллурида свинца при атмосферном давлении (101.325 кПа) равна по нашим данным 1360°С), что лежит вне интервала погрешностей экспериментов.



Таким образом, азеотропная смесь появляется при понижении давления менее 63.97 кПа. Расплавленные смеси теллуридов свинца и сурьмы при содержании Sb₂Te₃ более 50 мол. % могут быть разделены многократным повторением процесса дистилляции конденсата, кубовый остаток при этом будет обогащаться теллуридом свинца.

Заключение

На основании определения парциальных величин давления пара теллуридов сурьмы и свинца, определенных экспериментально методом точек кипения (изотермический вариант), рассчитаны границы полей сосуществования расплава и пара на фазовой диаграмме PbTe–Sb₂Te₃. В результате установлено появление азеотропной смеси – нераздельно кипящей жидкости при давлении меньше 63.97 кПа. Понижение давления, менее указанного, сдвигает состав азеотропной смеси в сторону увеличения концентрации теллурида сурьмы. Особенностью фазового перехо-

да жидкость пар является отсутствие азеотропной смеси при атмосферном давлении и появление её менее некоторого давления – 63.97 кПа (~0.63 атм). Расплавы на основе Sb₂Te₃ могут быть разделены многократным реиспарением конденсата, обогащенного Sb₂Te.

Таким образом, разделение теллуридов сурьмы и свинца дистилляцией в вакууме в условиях дистилляционной переработки полиметаллических штейнов не представляется возможным. Результаты исследования могут быть полезны специалистам, работающим в области технологии полупроводников.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант ИРН АР 14869944).

- [1] Ильяшева Н А 1973 Неорганические материалы 9 1677–9
- [2] Ибрагимов Е Т, Шендяпин А С, Нестеров В Н и др. 1977 Тр. Института металлургии и обогащения АН Каз ССР **52** 61–5
- [3] Lee Y H, Itagaki K 1986 Trans. JIM 27 987–95
- [4] Dong Zh, Li L, Xiong H et al. 2022 *Vacuum* **20** 111067
- [5] Volodin V, Nitsenko A, Linnik X et al. 2023 Metals 13 1934
- [6] Абрикосов Н X и др. 1967 Полупроводниковые соединения, их получение и свойства (Москва, Наука) 176

Исследование воздействия пучка электронов с энергией 10 кэВ на перезарядные углеродные фольги

И. В. Гольтяев^{1,2}, Ю. С. Барышников¹, С. В. Григоренко¹, О. Л. Вересов¹, И. В. Лазарев¹, И. А. Родионов¹, З. Г. Люллин^{1,2}, Д. К. Кострин²

¹ НИИЭФА им. Д. В. Ефремова, Санкт-Петербург, Россия ² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Россия

E-mail: goltyaev@luts.niiefa.spb.su, lullin@luts.niiefa.spb.su

Аннотация. Циклотроны, ускоряющие отрицательные ионы водорода, используют углеродные фольги для перезарядки отрицательных ионов в положительные. Выведенные из ускорителей положительные ионы используются для наработки радионуклидов, которые применяют в ядерной медицине. Актуальной задачей является создание углеродных фольг с высоким сроком службы.

Ключевые слова: циклотрон; ионы водорода; перезарядная фольга; углерод

На сегодняшний день циклотроны широко используются в медицине, как для наработки радионуклидов, так и для протонной терапии. Данный вид корпускулярной терапии нуждается в высокоэнергетичном пучке протонов и используется при терапии онкологических заболеваний. С помощью изотопов проводят как радионуклидную диагностику (РНД), так и различные терапии – бор-нейтронозахватную (БНЗТ) и радионуклидную (РНТ) [1]–[2].

В НИИЭФА им. Д. В. Ефремова конструируют и собирают циклотроны, ускоряющие отрицательные ионы водорода, которые позволяют нарабатывать ряд радионуклидов для ядерной медицины [3]. Использование эффективного метода вывода ускоренного пучка путем перезарядки отрицательных ионов в положительные на тонкой углеродной фольге позволяет выводить из циклотрона до 100 % частиц. В то время как классический метод вывода при помощи электростатического дефлектора [4] позволяет выводить не более 50 % тока пучка. Помимо этого, снижение потерь пучка за счет использования углеродной фольги позволяет уменьшить радиационное загрязнение оборудования ускорителя.

Существующие преимущества использования тонких углеродных фольг для вывода частиц стимулируют развитие исследований в данной области. Для симуляции воздействия на фольгу пучка отрицательных ионов водорода с энергией 18 МэВ было предложено использовать пучок электронов с энергией 10 кэВ. Это решение обосновано тем, что при обдирке отрицательный ион водорода теряет два электрона как раз с энергией 10 кэВ, которая и рассеивается в фольге. Потерями энергии иона в фольге можно пренебречь.

В экспериментах по облучению углеродных фольг электронным пучком участвовали образцы с плотностью 100, 200, 300 и 400 мкг/см². Исследуемые фольги были получены в НИИЭФА им. Д. В. Ефремова методом осаждения из плазмы вакуумно-дугового разряда с использованием графитовых стержней. Технология изготовления углеродных фольг отработана в институте за многие годы работы. Каждый образец облучался пучком электронов с энергией 10 кэВ и мощностью 10 Вт в течение 1 часа и сохранил целостность поверхности.

В качестве источника электронов использовался плазменный источник. Отбор электронов из плазмы разряда производился при помощи извлекающего электрода. Измерение тока пучка электронов проводилось в нескольких точках по ходу пучка: на коллиматоре – медной водоохлаждаемой пластине с отверстием, расположенной перед фольгой, исследуемой углеродной фольге и на токоприемнике, расположенном за фольгой. Таким образом, можно было видеть какая часть пучка, вышедшего из источника, долетает до поверхности углеродной фольги, и какая часть дошедших частиц проходит фольгу насквозь.

Исследование влияния воздействия пучка электронов на поверхность углеродной фольги проводилось при помощи атомно-силового микроскопа. Параметр шероховатости поверхности фольги до облучения составлял 7.5 ± 1.5 нм на полях сканирования 10×10 и 30×30 мкм. Но при переходе к сканированию поля 80×80 мкм параметр шероховатости S_a вырос до 12 нм. Поверхность углеродной фольги имела мелкозернистую структуру, размер зерен ≤ 0.1 мкм. Также на поверхности были обнаружены островки диаметром до 20 мкм, высотой до 200 нм над базовой поверхностью.

Исследование поверхности фольги после облучения проводилось на различных ее участках: в центре облученного пятна, на границе между облученным пятном и необлученной областью, а также в необлученной области. Обнаружилось, что параметр шероховатости ниже всего в необлученной области, и больше всего на границе круга, разделяющей зону воздействия пучка от необлученной области.

Было проведено исследование влияния облучения поверхности фольги на такой ее параметр, как электропроводность. Установлено, что на поверхности присутствуют непроводящие крупные участки, малоразличимые на топографии, но ясно видимые по электрическому отклику. Было сделано предположение, что данные изменения связаны не только с поверхностными преобразованиями, но и с изменениями в толщине графитовой фольги.

Проведенные исследования облученных углеродных фольг позволили выявить характер влияния пучка электронов на такие параметры, как шероховатость и электропроводность поверхности фольги.

- [1] Бор-нейтронозахватная терапия онкозаболеваний ответ на глобальный вызов. Новосибирский государственный университет. URL: https://education.nsu.ru/bnzt/ (дата обращения: 16.05.2024)
- [2] Забродин Б В, Ломасов В Н и Моторный А В 2006 *Радионуклидные методы визуализации* (Санкт-Петербург, СПбГУ) 87
- [3] Богданов П В, Ворогушин М Ф, Ламзин Е А и др. 2011 Журнал технической физики 81 10 68–83
- [4] Шарков Б Ю, Мешков И Н 2021 Развитие физики и технологии ускорителей заряженных частиц (Москва, РАН) 140

Повышение чувствительности массивных фотокатодов за счет регистрации истинного фотоэмиссионного тока

П. И. Коновалов, Д. Г. Акопян, Р. И. Нуртдинов

ФГУП «ВНИИА», 127030, Москва, Россия

E-mail: david7991@mail.ru

Аннотация. В работе представлен метод регистрации фотоэмиссионного тока в процессе формирования массивного фотокатода фотоэлектронных приборов (ФЭП), позволяющий наблюдать за поведением истинного фотоэмиссионного тока. Показано, что прекращение формирования массивного фотокатода по пику истинного фотоэмиссионного тока позволяет повысить его чувствительность.

Ключевые слова: метод регистрации; фотоэмиссионный ток; массивный фотокатод

Введение

Массивные фотокатоды, работающие «на отражение», применяются в фотоэлектронных приборах, используемых в сцинтилляционных и черенковских детекторах для регистрации заряженных частиц и гамма-излучения в быстропротекающих процессах, а также в генераторах сверхширокополосного электромагнитного излучения (СШП ЭМИ) в качестве источника электронов для формирования электромагнитных импульсов. Уровень чувствительности массивных фотокатодов при использовании их в составе детекторов определяет порог регистрации последних (минимальный уровень энергии исследуемого излучения, которое детектор сможет зарегистрировать); для генераторов СШП ЭМИ чувствительность фотокатода влияет на эффективность генерации электромагнитного излучения.

Классическая технология формирования массивных фотокатодов на основе антимонидов щелочных металлов осуществляется путем проработки пленки сурьмы, нанесенной на металлическую подложку, в парах щелочных металлов при определенной температуре. Контроль изменения фототока, по достижению пика которого начинается этап отгонки щелочного металла из прибора [1], является важным этапом этой технологии, определяющим конечный химический состав фотокатода. Так как формирование массивных фотокатодов требует наличия высокого парциального давления паров щелочного металла над поверхностью подложки, что достигается применением большого количества материала и высокой температуры, в процессе формирования увеличиваются значения «паразитных» токов (ток утечки и токи ионизации), которые, как показано на рис. 1, в определенный момент на порядки превышают фотоэмиссионный ток, и тем самым не позволяют определить момент отгонки (достижение пика фотоэмиссионного тока).

О трудности определения момента отгонки щелочного металла из-за отсутствия ярко выраженного максимума регистрируемого сигнала упоминается в [2].

Регистрация фототока осуществляется путем подсветки фотокатода световым излучением и подачи на него отрицательного потенциала [3]. При этом все сформированные электроны собираются на аноде, где регистрируются внешним устройством, а в итоговом сигнале присутствуют:

- фотоэмиссионный ток – ток, создаваемый эмитированными электронами под воздействием светового излучения со стороны лампы или другого источника света;

- термоэмиссионный ток – ток, создаваемый электронами, эмитировавшими из фотокатода за счет повышения их энергии вследствие высоких температур, при которых протекают процессы формирования фотокатода; - фотоионизационный ток – ток, сформированный ионизацией молекул за счет воздействия квантов света;

- ток ударной фотоэмиссионной ионизации – ток, сформированный за счет ионизации молекул электронами фотоэмиссионного тока;

- ток ударной термоэмиссионной ионизации – ток, сформированный за счет ионизации молекул электронами термоэмиссионного тока;

- ток утечки – ток, возникающий по поверхности изолятора;

- наведенные токи от работающего рядом оборудования [4].





Для устранения проблемы контроля за фотоэмиссионным током в [5] предлагается использовать дополнительный изолированный электрод для сбора темновых токов, а в [6] предлагается контролировать процесс формирования фотокатода по интенсивности молекулярного потока с помощью квадрупольного масспектрометра и по однородности пространственного распределения атомов с помощью электронно-лучевой диагностики. Ни один из способов не позволяет определить и устранить влияние всех составляющих регистрируемого сигнала на фотоэмиссионный ток.

Метод регистрации фотоэмиссионного тока

Для обеспечения возможности контроля за изменением истинного фотоэмиссионного тока был разработан новый метод регистрации, где используются импульсная подсветка и смена полярности питания фотокатода для регистрации четырех сигналов, представляющих собой сумму различных составляющих [4]. При 4-х комбинациях подсветки и полярности питания фотокатода регистрацие сигналы:

- при подсветке фотокатода и подаче отрицательного потенциала на фотокатод относительно анода регистрируется I₁ – сумма всех составляющих;

- при выключении подсветки и подаче отрицательного потенциала на фотокатод относительно анода регистрируется I_2 – сумма термоэмиссионного тока, тока утечки, тока ударной ионизации от термоэлектронов и наведенных токов;

- при подсветке фотокатода и подаче положительного потенциала на фотокатод относительно анода регистрируется I_3 – сумма тока утечки, тока фотоионизации и наведенных токов;

- при прекращении подсветки и подаче положительного потенциала на фотокатод относительно анода регистрируется I_4 – ток утечки и наведенных токов.

В [4] приводится формула, позволяющая вычислить сумму фотоэмиссионного тока и тока ударной ионизации от фотоэлектронов:

$$I_{\phi} + I_{\text{уд.}\phi} = I_1 - I_2 - I_3 + I_4, \#(1)$$

где I_{ϕ} – фотоэмиссионный ток, $I_{\text{уд.}\phi}$ – ток ударной ионизации от фотоэлектронов.

Током ударной ионизации можно пренебречь при межэлектродных расстояниях менее 1 мм., в противном случае для определения истинного фотоэмиссионного тока необходимо воспользоваться формулой

$$I_{\phi} = \frac{I_1 - I_2 - I_3 + I_4}{1 + \sigma * \int_0^l (P_{\text{IIIM}} / kT) \, dl}, \#(2)$$

где l – межэлектродное расстояние, P_{ЩM} – парциальное давление щелочного металла, σ- коэффициент, учитывающий вероятность ионизации щелочного металла, k – постоянная Больцмана, T – температура процесса формирования фотоэмиссионного покрытия.

На основе данного метода разработано устройство регистрации [7], схема которого представлена на рис. 2.

Микроконтроллер 1 управляет частотой включения/выключения лазера 3, частотой смены полярности питания фотокатода, регистрирует сформированный сигнал с ФЭП, осуществляет вычисление и вывод на внешнее устройство значения фотоэмиссионного тока.



Рис. 2. Схема регистратора: 1 – микроконтроллер; 2 – двухполярный блок питания; 3 – лазер; 4 – фотокатод; 5 – измерительный резистор; 6 – операционный усилитель; 7 – инвертор; 8 – самописец/дисплей

Экспериментальная отработка метода формирования массивного Cs₃Sb фотокатода

С целью экспериментальной проверки возможности повышения чувствительности массивных фотокатодов за счет применения предложенных решений проводились исследования по формированию массивного фотокатода Cs_3Sb на базе фотоэлемента VD2000 (рис. 3), выпускаемого ФГУП «ВНИИА». Изменение регистрируемых сигналов в процессе формирования фотокатода представлено на рис. 4.

Из рис. 4 видно, что пик фотоэмиссионного тока достигается раньше пика темнового тока, и к моменту достижения максимума по суммарному сигналу значение фотоэмиссионного тока снижается примерно на 15 %, что приводит к более низкой итоговой чувствительности сформированного фотокатода. Удивительным результатом является то, что ток утечки при положительном потенциале на фотокатоде больше тока утечки при отрицательном потенциале. При-

чины этого явления не выявлены, однако эта разница никак не влияет на определение фотоэмиссионного тока.



Рис. 4. Графики изменения регистрируемых сигналов разработанным методом регистрации: 1 – фотоэмиссионный ток, 2 – ток утечки, 3 – термоэмиссионный ток и ток утечки, 4 – ток фотоионизации.

Полученные на экспериментальных образцах данные по чувствительности фотокатода сравнивались с партией фотоэлементов VD2000, изготовленных по стандартной технологии в тот же период. Сравнение результатов интегральной чувствительности показало, что определение момента отгонки по фотоэмиссионному току позволило повысить чувствительность формируемых фотокатодов на 22 % и снизить среднеквадратичное отклонение чувствительности в 1,5 раза. Сравнение выборок проводилось по критерию Стьюдента, и полученный уровень значимости 0,0012 позволяет утверждать, что полученные отличия статистически значимы.

Заключение

Экспериментально доказано, что предложенный способ формирования сурьмяно-цезиевого фотокатода, работающего на отражение, отличающийся тем, что момент отгонки металла определяется пиком истинного фотоэмиссионного тока, а не суммарного сигнала, позволяет повысить среднее значение интегральной чувствительности фотокатодов на 22% и снизить среднее квадратическое отклонение чувствительности в 1,5 раза.

- [1] Соммер А 1968 Фотоэмиссионные материалы (Принстон, Нью Джерси)
- [2] Способ изготовления многощелочного фотокатода: пат. 2424597 RU, МПК H01J 9/12, Багдуев Р И, патентообладатель ОАО «Катод», заявка от 04.05.2009, опубликовано 20.07.2011 Бюл. № 20
- [3] Миронов А В 1997 Прецизионная Фотометрия: Практические Основы Прецизионной Фотометрии и Спектрофотометрии звезд (Москва: Государственный Астрономический Институт им. П. К. Штернберга) 258
- [4] Способ регистрации фотоэмиссионного и термоэмиссионного токов в процессе формирования фотоэмиссионного и/или вторично-эмиссионного покрытия: пат. 2807302 RU, МПК Н01Ј 9/12, Н01Ј 40/06, Коновалов П И, Акопян Д Г, Нуртдинов Р И, Герасимчук О А, патентообладатель РФ, от имени которой выступает ГК «Росатом», ФГУП «ВНИИА», заявка от 21.08.2023, опубликовано 13.11.2023 Бюл. № 32
- [5] Photomultiplier tube having a photocurrent collector: pat: 4306188 USA: Int. Cl G01R 31/22, H01J 9/22 J L Ibaugh; assignee RCA Corporation; filed 30.10.1979; published 15.12.1981
- [6] Баланюк В В и др. 1989 *ЖТФ* **59** 161–5
- [7] Устройство регистрации фотоэмиссионного и термоэмиссионного токов в процессе формирования фотоэмиссионного и/или вторично-эмиссионного покрытия: пат. 221588 RU, МПК Н01Ј 9/12, Н01Ј 40/06, Коновалов П И, Акопян Д Г, Нуртдинов Р И, Никишин Д В, Герасимчук О А, патентообладатель РФ, от имени которой выступает ГК «Росатом», ФГУП «ВНИИА», заявка от 21.08.2023, опубликовано 13.11.2023 Бюл. № 32
Технология финишной сборки хронографических электронно-оптических преобразователей с применением метода переноса

П. И. Коновалов, А. В. Сахаровский, А. Ю. Соколов, Р. И. Нуртдинов, М. П. Викулин, А. С. Долотов, И. Г. Прянишников, А. В. Шевчик

ФГУП «ВНИИА», 127030, Москва, Россия

E-mail: ayusokolov@vniia.ru

Аннотация. В работе представлены разработанные во ФГУП «ВНИИА» установки для финишной сборки хронографических электронно-оптических преобразователей (ЭОП) с применением метода переноса. Показаны преимущества данной технологии относительно штенгельной откачки, продемонстрированы характеристики изготовленных с применением метода переноса хронографических ЭОП.

Ключевые слова: динамический диапазон; электронно-оптический преобразователь; стрик камера; хронографический ЭОП; установка финишной сборки; фотокатод

Введение

Хронографический электронно-оптический преобразователь (ЭОП) является ключевым компонентом щелевого электронно-оптического регистратора (ЭОР) – прибора, известного также как стрик камера, который позволяет регистрировать оптическое излучение с временным разрешением вплоть до 1 пс. Данные приборы используются в ядерных центрах для исследования параметров импульсов лазерного излучения и излучения плазмы [1], а также для определения скорости движения поверхности при помощи интерференционных методов регистрации [2]. Параметры хронографических ЭОП определяют характеристики ЭОР и, соответственно, эффективность методик, их использующих [3].

Информационная емкость хронограммы, полученной с помощью ЭОР, определяется ее динамическим диапазоном и пространственным разрешением, которые ограничены в том числе и аналогичными параметрами хронографического ЭОП.

Динамический диапазон хронографических ЭОП

Динамический диапазон (далее – ДД) ЭОП– это диапазон изменения интенсивности светового излучения, который возможно регистрировать с помощью хронографического ЭОП в составе ЭОР [1, 4].

Верхняя граница ДД хронографического ЭОП определяется максимальным фототоком, который может сниматься с фотокатода без искажения изображения на экране [4], которые обусловлены влиянием на траектории фотоэлектронов их пространственного заряда при движении в электронно-оптической системе ЭОП, а также нарушением эквипотенциальности электрического поля на поверхности фотокатода, возникающей во время эмиссии фотокатодом локализованного импульсного тока большой плотности.

Нижняя граница ДД хронографического ЭОП зависит от отношения сигнал/шум хронографического ЭОП. Фактор шума ЭОП F_{STTUBE} , являющийся квадратом отношений сигнал/шум на входе и выходе ЭОП, может быть рассчитан на основе зависимостей Мандела [5]:

$$F_{STTUBE} = \frac{\left(1 + \frac{1}{\overline{g_3}}\right)}{\overline{g}_2 \,\overline{g}_1} \left(1 + \frac{\overline{\varphi_N}}{\overline{g}_1 \,q_0}\right),\tag{1}$$

где \bar{g}_1 , \bar{g}_2 , \bar{g}_3 - квантовый выход фотокатода, коэффициент прохождения фотоэлектронами электронно-оптической системы (ЭОС) и эффективность катодолюминесцентного экрана (количество фотонов на один электрон) соответственно; q_0 , $\overline{\varphi_N}$ – количество фотонов в регистрируемом сигнале и количество шумовых электронов, появившихся в результате процессов термоэмиссии, автоэлектронной эмиссии, работы паразитных фотокатодов и пр.

В соответствии с (1) фактор шума хронографического ЭОП можно снизить повышением чувствительности его фотокатода, повышением проходимости его ЭОС и светоотдачи экрана. Для снижения количества паразитных источников электронов в вакуумном объеме ЭОП (свободного цезия, паразитных фотокатодов на электродах катодной камеры, автоэмиссионных точек и т.п.) необходимо находить новые конструктивные и технологические решения в части финишной сборки ЭОП.

Метод переноса для финишной сборки ЭОП

Традиционная штенгельная технология изготовления хронографических ЭОП включает в себя вакуумирование ЭОП и формирование его фотокатода через штенгель на откачном посту. При этом в объем прибора вводят пары щелочных металлов (цезия, калия, натрия), которые оказывают необратимое воздействие на характеристики приборов в результате адсорбции на изоляторах и электродах ЭОП. Избыток щелочных металлов приводит к возникновению дополнительных ионов, бомбардирующих фотокатод, а также к отравлению фотокатода из-за изменения его стехиометрии в ходе миграции щелочных металлов [6]. Такая технология не позволяет совместить наиболее оптимальные режимы очистки внутренней поверхности элементов ЭОП вместе с оптимальным процессом формирования фотокатода, а также вынуждает применять в ЭОП сложные конструктивные решения для реализации процесса напыления сурьмы в ходе формирования фотокатода.

Для устранения перечисленных выше проблем была предложена технология финишной сборки фотоэлектронных приборов, применяющая метод переноса, который заключается в изготовлении фотокатода фотоэлектронных приборов в отдельном вакуумном объеме с последующим его переносом на корпус прибора и герметизацией через легкоплавкий припой [7]. При этом припой может находится либо в расплавленном (горячая герметизация), либо в твердом состоянии (холодная герметизация) [8–10]. Технология финишной сборки фотоэлектронных приборов с применением метода переноса дает возможность создания оптимальных режимов обезгаживания подложки фотокатода и других элементов конструкции прибора за счет их раздельной обработки. При этом достигается высокая чувствительность и ее равномерность по рабочему полю фотокатода, уменьшаются уровень шумов, токи утечки, интенсивность автоэмиссионных явлений, возрастают величины рабочих напряжений. Все это существенно улучшает характеристики фотоэлектронных приборов, такие как долговечность, ДД, усиление, временное и пространственное разрешение, а также повышает процент выхода годных приборов.

Метод переноса для штучного изготовления хронографических ЭОП применялся ранее в 1970-х в Физическом институте им. Лебедева АН СССР и в 1980-х в компании «Philips» [11].

Вероятно, японская фирма «Нататаtsu» также использует метод переноса для изготовления хронографических ЭОП, входящих в состав щелевых электронно-оптических регистраторов C11293-02, чувствительных к излучению в диапазоне длин волн от 1000 нм до 1650 нм [11]. Для обеспечения чувствительности в ближнем ИК-диапазоне используется хронографический ЭОП с $A^{III}B^V$ фотокатодом InP/InGaAs. «Нататаtsu» не раскрывает ни технологию изготовления, ни даже внешний вид таких ЭОП. При этом известно, что все приборы, имеющие в своем составе $A^{III}B^V$ фотокатоды, могут изготавливаться только с помощью метода переноса.

На данный момент в открытой печати практически отсутствует информация по реализации метода переноса применительно к хронографическим ЭОП на современном технологическом и вакуумном оборудовании. При этом метод переноса широко применяется для серийного выпуска современных бипланарных ЭОП усилителей яркости (далее – УЯ) для техники ночного видения. Описано множество различных установок финишной обработки таких ЭОП [9, 12–14].

Метод переноса для финишной сборки хронографических ЭОП ФГУП «ВНИИА»

Известные способы изготовления планарных ЭОП методом переноса невозможно применить к хронографическим ЭОП, так как эти приборы достаточно сильно отличаются друг от друга. Для реализации развертки электронного изображения по экрану хронографические ЭОП должны содержать в себе фокусирующую оптику и разверточные пластины, что приводит к неизбежному увеличению их габаритов и вакуумного объема по сравнению с бипланарными ЭОП. Поэтому для производства хронографических ЭОП методом переноса необходимо адаптировать конструкцию приборов, создавать специальные установки финишной сборки и отрабатывать в них технологические режимы изготовления ЭОП, что и было реализовано во ФГУП «ВНИИА» в ходе построения технологической платформы производства специальных электровакуумных приборов методом переноса. При этом были созданы вакуумные установки финишной сборки доптивной сборки хронографических ЭОП, учитывающие особенности их конструкции – перемещение экранно-корпусного узла (далее – ЭКУ) ЭОП в данных установках полностью отсутствует, все технологические операции с ним осуществляются в одном модуле, в том числе и операция электронно-стимулированного обезгаживания, адаптированная под электронную оптику хронографических ЭОП.

Установка для сборки ЭОП серии ST30 с классическими щелочными фотокатодами показана на рис. 1. На установке реализован способ горячей герметизации фотокатода с ЭКУ ЭОП. Вакуумная система, основанная на турбомолекулярном насосе, обеспечивает безмасляную вакуумную среду в рабочей камере и предельное остаточное давление 10⁻⁷ Па. Рабочая камера установки содержит два основных отсека. Центральный отсек для формирования фотокатода представляет собой патрубок, к нижней части которого крепится катодный дом, необходимый для создания замкнутого объема для формирования фотокатода на входных окнах ЭОП путем напыления сурьмы и ее обработки щелочными металлами. Модульный отсек предназначен для загрузки, обезгаживания, высоковольтной тренировки ЭКУ, герметизации и выгрузки ЭОП. Отсек представляет собой патрубок, к нижней части которого крепится модульный фланец с ЭКУ, а к верхней части - электронная пушка, предназначенная для реализации процесса электронно-стимулированного обезгаживания. В модульный фланец впаяны металлостеклянные токовводы; через них на элементы изделия в процессе обезгаживания и тренировки подаются необходимые потенциалы.



а) Фото установки



b) Рабочая камера

Рис. 1. Установка финишной сборки хронографических ЭОП серии ST30

Применение метода переноса, металлокерамического корпуса и фотокатода конденсаторного типа позволило на основе предыдущих разработок создать серию хронографических ЭОП ST30, которые абсолютно по всем параметрам превосходят предшественников (см. табл. 1 и рис. 2). Прецизионная сборка и повышение напряженности поля позволили увеличить разрешение с 15-20 штр/мм до 35-40 штр/мм. Увеличение напряженности поля, снижение темнового фона, уменьшение сопротивления фотокатода [15] и повышение его чувствительности привели к увеличению динамического диапазона хронографических ЭОП на порядок: с 1300 до 10000 (для длительности 350 пс по методу, описанному в [1]).

Дальнейшим развитием серии ST30 стала разработка хронографических ЭОП серии ST41 с $A^{III}B^{V}$ фотокатодами [16]. Во ФГУП «ВНИИА» были созданы уникальные технологии изготовления хронографического ЭОП с фотокатодом на основе эпитаксиальных гетероструктур AlGaAs/GaAs, в том числе создана установка финишной сборки таких ЭОП, отличающаяся от известных многокамерных установок для серийного изготовления ЭОП УЯ своей простой и недорогой в исполнении двухкамерной конструкцией (рис. 3).

Простран-ДД при регистрации Спектральная чувстви-Модель ЭОП, производитель, ственное длительности про-Материал тельность в максимуме цесса 350 пс и бострана разрешение, корпуса характеристики, мА/Вт штр/мм лее, отн.ед. P 820 PM, Philips Photonics, металло-25 50 нет данных Франция стекло Photonis P500 family, Philips нет дан-10-25 2500 50 Photonics, Франция ных ЭОП в streak camera C13410-01, нет дан-18 7000 60 Hamamatsu, Япония ных ST3001, ФГУП «ВНИИА», металло-35-40 10000 60 Россия керамика ST4100, ФГУП «ВНИИА», металло-35-40 24000 120 Россия керамика

Табл. 1. Сравнение ключевых характеристик хронографических ЭОП





а) ST3001 (мультищелочной фотокатод) b) ST4100 (AlGaAs/GaAs фотокатод) *Рис.* 2. Хронографические ЭОП, изготавливаемые методом переноса во ФГУП «ВНИИА»



Рис. 3. Установка финишной сборки хронографических ЭОП серии ST41

Откачная система данной установки содержит предварительную ступень откачки турбомолекулярным и форвакуумным насосами, основную ступень на магниторазрядных насосах и дополнительные средства ускорения откачки реактивных газов: нераспыляемый геттерный и титановый сублимационный насосы, а также заливную криоловушку. Достигнутое предельное остаточное давление в данной установке составляет менее 10⁻⁹ Па. Камеры герметизации и активирования отсекаются друг от друга шиберным затвором. Для перемещения ФКУ между камерами используется линейный магнитный манипулятор. В камере герметизации совмещены операции загрузки ЭКУ и ФКУ, термического и электронно-стимулированного обезгаживания ЭКУ, высоковольтной тренировки ЭКУ, холодной герметизации и последующей выгрузки ЭОП. В камере активировки реализуются операции финишной очистки поверхности гетероструктуры и формирования на ней слоя оксида цезия, формирующего отрицательное электронное сродство фотокатода.

Заключение

Разработанные во ФГУП «ВНИИА» технология и оборудование финишной сборки хронографических ЭОП с применением метода переноса позволили получить существенное увеличение основных технических характеристик, в том числе увеличить более, чем на порядок динамический диапазон приборов. Использование таких ЭОП в ЭОР позволяет на порядки увеличить эффективность методик регистрации лазерного и плазменного излучения [3, 17].

- [1] Корниенко Д С и др. 2014 Приборы и техника эксперимента 2 78-89
- [2] Bloomquist D D, Sheffield S A 1983 J. Appl. Phys. 54 1717
- [3] Sokolov A Yu et al. 2016 J. Phys.: Conf. Series 747
- [4] Lerche R A et al. 2004 *Livermore: Lawrence Livermore National Laboratory* 15
- [5] Manel L 1959 British J. Appl. Phys. **10** 223
- [6] Соколов А Ю, Коновалов П И 2016 Приборы и техника эксперимента 5 83–6
- [7] Бутслов М М 1978 Электронно-оптические преобразователи и их применение в научных исследованиях ред. Бутслов М М, Степанов Б М, Фанченко С Д (Москва, Наука) 432
- [8] Dolizy P, Legoux R 1969 Advances in Electronics and Electron Phys. A 28 367–73
- [9] Патент РФ 2210833С2 С1. Способ изготовления ЭОП 3-го поколения методом переноса и устройство для его осуществления Асмодьяров Р Р, Багдуев Р И, Локтионов В И, Сахно В И Заявл. 07.05.2001. Опубл. 20.08.2003
- [10] Патент Германия 2641880C2. Making vacuum-tight seals Lind J, Опубл. 29.09.1975
- [11] Rebuffie J-C, Mens A 1990 19th International Congress on High-Speed Photography and Photonics vol 1358 (Cambridge, SPIE) 511–23
- [12] Патент РФ 2372684. Способ изготовления электронно-оптического преобразователя и устройство для его реализации Аксенов В А Заявл. 27.05.2008. Опубл. 10.11.2009
- [13] Патент США 5487689. High throughput assembly station and method for image intensifier tubes Floryan R F, Frisch D D Опубл. 30.01.1996
- [14] Патент РФ 2624910. Способ изготовления фотоэлектронного прибора Долотов А С и др. Заявл. 27.11.15. Опубл. 10.07.17
- [15] Патент РФ RU185547U1. Фотокатод для импульсных фотоэлектронных приборов Соколов А Ю и др. Заявл. 20.02.2017. Опубл. 14.12.2018
- [16] Сахаровский А В и др. Лазерные, плазменные исследования и технологии ЛАПЛАЗ-2019 V Международная конференция 2 (Москва, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ») 254–5
- [17] Соколов А Ю, Коновалов П И, Каменев В Г 2023 Молодежь в науке. Сборник докладов 20-й научно-технической конференции (Саров) 392–8

Вакуумные технологии обработки поверхности металлов катодными пятнами вакуумно-дугового разряда

В. Г. Кузнецов

ФГБУН Институт проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: kvgipme@gmail.com

Аннотация. Представлены установки для очистки поверхности металлопроката (проволока и лента) от окалины и технологической смазки со шлюзовыми системами открытого типа. Выполнен расчет шлюзовых устройств, обоснован оптимальный выбор откачных систем. Решена задача о распределении температуры под катодным пятном с учетом плавления и испарения металла, доведенного до температуры кипения на поверхности катодного пятна. Аналогичным образом решена задача о распределении температуры при наличии поры в приповерхностном слое металла. Показана возможность с помощью обработки поверхности изделий катодными пятнами вакуумно-дугового разряда продлевать срок службы изделий и повышать их эксплуатационные свойства.

Ключевые слова: вакуумная дуга; катодное пятно; очистка; дефектоскопия; закалка; пассивация; микрорельеф; восстановление формы; сварка; нанесение покрытий

Технологии обработки поверхности металлов катодными пятнами вакуумно-дугового разряда начали развиваться и осваивались практически одновременно с технологиями вакуумнодугового нанесения покрытий. Первоначально данные технологии использовались в основном для очистки поверхности металлов (катанка, проволока, лента, листовой прокат и т.д.) от окалины, ржавчины, масляных пленок и других поверхностных загрязнений. При реализации технологий необходимо учитывать характер движения катодных пятен, их размеры и скорости перемещения при наличии поверхностных загрязнений, а также влияние температурного воздействия катодного пятна на поверхностные свойства обрабатываемого металла. Существенный вклад в развитие данного научного и технологического направления внесли Булат В.Е., Эстерлис М.Х., Терехов В.П., Сенокосов Е.С., К. Таkeda, Демиденко В.В., сотрудники ИПМаш РАН, ЦНИИ технологии судостроения и многие другие [1-7]. На рис. 1 представлены фотографии результатов воздействия катодных пятен вакуумной дуги на поверхность обрабатываемого металла.





Благодаря высокой плотности энергии и температуре в каждом катодном пятне происходит испарение поверхностных пленок и в ряде случаев их взрывообразное отделение (например, окалины). В результате этого обнажается чистая поверхность металла. Испаряя поверхностные пленки и другие загрязнения, эти многочисленные дуги создают благоприятную среду для своего горения и, концентрируясь на поверхностных загрязнениях, перемещаясь по ним, осуществляют процесс очистки. Локализация катодных пятен на микровыступах или заусеницах поверхности приводит к их оплавлению, испарению и к сглаживанию поверхностного слоя. Принципиально новые области использования вакуумно-дугового разряда, осваиваемые в последние годы, потребовали изучения поведения катодных пятен (КП) вакуумной дуги на движущихся поверхностях и, в ряде случаев, покрытых пленками другого материала, на крупноразмерных поверхностях плоской, цилиндрической и сложной геометрической формы. На рис. 2 представлены установки для очистки поверхности катанки диаметром 6,5 мм от окалины (рис. 2а) и металлической ленты шириной 12 см для порогов автомобилей от технологической смазки (рис. 2б) с результатами очистки (рис. 2в), в разработке и модернизации которых принимали участие сотрудники ИПМаш РАН.



Рис. 2. Вакуумно-дуговая установка для очистки катанки от окалины (а) и металлической ленты от технологической смазки (б), результаты очистки (в)

Основными направлениями повышения надежности, производительности, эффективности технологии и оборудования вакуумно-дуговой очистки являются совершенствование систем управления катодными пятнами, оптимизация конструкции и геометрии катодно-анодных узлов и шлюзовых систем, оптимальный выбор вакуумных насосов, решение проблем, связанных с удалением продуктов очистки из вакуумной системы, оптимизация тепловых процессов на электродах и др.

При оптимальном конструировании шлюзовой системы обычно принимается критерий минимума суммарной быстроты откачки всех откачных средств, применяемых в системе. Этот критерий пропорционален в первом приближении стоимости изготовления шлюзовой системы.

Для любой промежуточной камеры i-го шлюза установки можно записать уравнение материального баланса

$$Q_i = Q_{i\mu} + Q_{i+1}, (1)$$

где Q_i – суммарный поток натекания и газоотделения в і-ю камеру; Q_{i+1} – поток газа, уходящий в следующую i+1 камеру; Q_{in} – поток газа, откачиваемый насосом из i-й камеры. Это уравнение можно переписать в другом виде

$$O_i = S_i p_i + U_{i+1} (p_i - p_{i+1}), \tag{2}$$

где S_i — эффективная быстрота откачки насоса в камере; p_i — давление в *i*-й камере; p_{i+1} — давление в (i+1)-й камере; U_{i+1} — проводимость трубопровода, соединяющего *i* и *i*+1 камеры. Для трехступенчатой шлюзовой системы выполнен расчет шлюзовых устройств, обоснован оптимальный выбор откачных систем. Для трех ступеней шлюзования получены оптимальные давления и относительные длины шлюзовых каналов [8]:

$$p_1 = 0.5\sqrt[7]{p_0^6 p_3}$$
, $p_2 = 0.4\sqrt[7]{p_0^4 p_3^3}$, $l_1 = 4/7L$, $l_2 = 2/7L$, $l_3 = 1/7L$, (3)

где p_0 – давление на входе в шлюзовую систему (атмосферное), p_3 – давление на выходе из шлюзовой системы (в камере), p_1 – давление в первой ступени шлюза, p_2 – давление во второй ступени шлюза.

Решена задача о распределении температуры под катодным пятном с учетом плавления и испарения металла, доведенного до температуры кипения на поверхности катодного пятна. При этом учитывали, что движение катодного пятна носит прерывистый характер: некоторое время пятно остается на одном месте, а затем перемещается на новый участок поверхности, отстоящий от первоначального на один-два радиуса пятна. Численно решалась задача теплопроводности. Процесс переноса тепла в металле описывается трехмерным нестационарным уравнением теплопроводности в декартовой системе координат в виде:

$$\rho c_{p} \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \left(\frac{\partial^{2} T}{\partial x^{2}} + \frac{\partial^{2} T}{\partial y^{2}} + \frac{\partial^{2} T}{\partial z^{2}} \right), \tag{4}$$

где ρ – плотность материала, λ - коэффициент теплопроводности, c_p – теплоемкость, T – температура, x, y, z – координаты.

Воздействие катодного пятна было учтено в виде теплового потока в поверхность металла на участке поверхности. Тепловой поток пропорционален напряжению U на вакуумной дуге, силе тока I и коэффициенту катодной мощности h_k тогда:

$$\left. \lambda \frac{\partial T}{\partial s} \right|_{S} = \sigma \varepsilon (T_{\infty}^{4} - T^{4}) + \frac{U \ln_{k}}{s}, \tag{5}$$

где S - площадь катодного пятна, T_{∞} - температура окружающей среды, σ - постоянная Стефана-Больцмана, ϵ - интегральный коэффициент излучения.

При решении задачи были учтены плавление и испарение металла под действием катодного пятна. Решение уравнений производилось численно. Расчетная область разбивалась равномерной трехмерной разностной сеткой в направлениях x, y и z. Для решения поставленной задачи использовался численный метод конечных разностей и переменных направлений. На рис. 3 представлена картина теплового поля, окружающего кратер катодного пятна, при токе дугового разряда I = 100A, радиусе катодного пятна r = $5 \cdot 10^{-5}$ м, скорости движения катодного пятна V = 1 м/с. Рассчитанные распределения температуры от поверхности под катодным пятном представлены на рис. 4. Поверхностью в данном случае считается самая глубокая точка расплавленной лунки.







Рис. 4. Распределение температуры от поверхности под катодным пятном

Катодное пятно вакуумно-дугового разряда, перемещаясь по поверхности катода, воздействует на нее как локализованный, высококонцентрированный источник энергии. Расчеты показывают, что распределение температуры от поверхности под катодным пятном является

резко падающим и на расстоянии, равном радиусу пятна, температура приближается к температуре основной массы металла. При наличии на поверхности катода толстых оксидных пленок в виде, например, окалины или ржавчины, когда катодное пятно используется для очистки данных пленок, скорость движения пятен существенно падает, и может составлять единицы сантиметров в секунду. При этом зона теплового воздействия на металл значительно увеличивается. При наличии в приповерхностных слоях металла полостей в виде пор, раковин, трещин и т.д. теплоотвод из зоны катодного пятна в массу металла ухудшается, катодное пятно может проплавить тонкую поверхностную стенку и вскрыть приповерхностную полость. Такие ситуации, например, возникают при вакуумно-дуговой очистке поверхности различных изделий, например, при плохом качестве литья (рис. 5). На рис. 6 представлен пример расчета полей температур и глубины проплавления металла под катодным пятном.



а)
Рис. 5. Вскрытая приповерхностная пора (а)
в результате вакуумно-дуговой очистки корпуса
буксы железнодорожного вагона
на разработанной установке (б)

Рис. 6. Пример расчетов полей температур и глубины проплавления металла под катодным пятном до полости

Выполненные расчеты параметров катодного пятна и имеющийся большой объем экспериментальных данных свидетельствуют о возможности использования катодных пятен вакуумной дуги для поверхностной закалки материалов. Предлагаемый способ был реализован для закалки стальной проволоки (катанки) диаметром 6,5 мм.

T	1	11					~	
гаол Г		Изменение мик	потверлости	проволоки	OT HOBE	эхности	BUILVOP	метаппа
1	•	115menenne min	ротвердоети	проволоки	or nobel	JAHOUTH	DINYOD	me rusisiu

Материал образца,	Состояние образцов	Среднее значение микротвердости (МПа) на расстоянии от поверхности, мкм					
размеры, мм		5	10	20	50	Центр	
Проволока сталь 65Г	Исходное	2820	2810	2820	2800	2770	
диаметр 0,5 мм	После обработки	3360	3150	2970	2920	2770	

Теоретически и экспериментально исследованы тепловые процессы при модификации внутренней поверхности цилиндрической полости с помощью катодных пятен вакуумного дугового разряда [9]. В качестве анода использовался неохлаждаемый графитовый электрод в виде наполовину срезанного по диаметру цилиндрического стержня (рис. 7). При моделировании тепловых процессов был учтен процесс нагрева поверхности цилиндра излучением от горячей поверхности анода (Рис. 7). Процесс теплопередачи в цилиндре описывается трехмерным нестационарным уравнением теплопроводности в цилиндрических координатах в виде:

$$\rho c_{p} \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial^{2} T}{\partial z^{2}} + \frac{1}{r^{2}} \frac{\partial^{2} T}{\partial \phi^{2}} \right)$$
(6)









При запуске программы в режиме реального времени отображается температурное поле на всех поверхностях цилиндрического изделия в виде контурных линий разного цвета.

Показана возможность с помощью обработки поверхности изделий катодными пятнами вакуумно-дугового разряда продлевать срок службы изделий и повышать их эксплуатационные свойства. Математическим и экспериментальным моделированием подтвержден эффект восстановления пластически деформированной формы при обработке поверхности катодными пятнами вакуумной дуги, как источником локально концентрированной энергии. Эффект восстановления формы пластически деформированной поверхности катодными пятнами вакуумной дуги, как источником деформированной поверхности катодными пятнами вакуумной дуги был обнаружен при вакуумно-дуговой очистке внутренней поверхности стального цилиндра (рис. 9).



Рис. 9. Изменение внутреннего диаметра для 190 цилиндров после вакуумно-дуговой очистки их поверхности (D – внутренний диаметр цилиндра, № - идентификационный номер)

Впервые показана возможность дезактивации металлической поверхности сухим способом путем обработки катодными пятнами вакуумно-дугового разряда [10]. Высокий коэффициент дезактивации достигается за счет выдавливания жидкой фазы металла из катодного пятна высоким давлением, создаваемым потоком плазмы у основания катодной струи.

Показаны некоторые принципы управления перемещением катодных пятен вакуумной дуги по поверхности. Исследования показали, что при времени обработки разрядом в 4 секунды средний коэффициент дезактивации К_d составил приблизительно 20000. Дополнительная обработка поверхности в течение еще 2 секунд привела к полному удалению радионуклида с

Перед решением задачи на компьютере в таблицу (рис. 8) вносятся исходные данные.

поверхности (K_d >100000). Когда поверхность образцов была деактивирована в течение 2 секунд, средний коэффициент деактивации находился на уровне 15000.

Показано, что вакуумно-дуговая обработка поверхности металлов катодными пятнами вакуумно-дугового разряда является высокоэффективным инструментом для подготовки поверхности под нанесение лакокрасочных покрытий и подготовки поверхности под сварку. При этом создание заданной шероховатости поверхности обеспечивается изменением тока вакуумно-дугового разряда и изменением давления в вакуумной камере.

Взаимодействие плазмы испаренного металла с остаточной атмосферой воздуха и взаимодействие воздуха с металлом в катодном пятне, находящемся при высокой температуре, способствуют формированию на поверхности изделия тонкой пассивирующей пленки (рис. 10). Наличие на поверхности таких пассивирующих пленок обеспечивает защиту металла от коррозионного разрушения.



Рис. 10. Пассивирующая пленка: а) глубина профилирования (нм), б) химический состав

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации для ИПМаш РАН (тема № 124041500009-8).

- [1] Стешенкова Н А, Шумилов В П и др. 2005 Вестник технологии судостроения 13 43-50
- [2] Демиденко В В, Потёмкин Г В, Ремнёв Г Е 2010 Физика и химия обработки материалов **5** 43–9
- [3] Сенокосов Е С, Сенокосов А Е 2005 Металлург 4 25–9
- [4] Takeda K, Takeuchi S 1997 Materials Transactions, JIM 38 636
- [5] Petasch W 1997 Surf. Coat. Technol. 97 176
- [6] Takahashi H, Sugimoto M, Takeda K 2006 Thin Solid Films 506-507 346-9
- [7] Boxman R L 2001 IEEE Trans. Plasma Sci. 29 5 762
- [8] Kuznetsov V G, Babushkina E S 2016 Journal of Physics: Conference Series 729 012003
- Kuznetsov V G, Babushkina E S, Kurbanov T A 2017 Journal of Physics: Conference Series 857 012026
- [10] Kuznetsov V G 2020 Journal of Physics: Conference Series 1713 012024

Вакуумные технологии при измерениях состава вещества

В. А. Полянский¹, А. М. Полянский², Ю. А. Яковлев¹

¹ ИПМаш РАН, Санкт-Петербург, Россия ² ООО «НПК ЭПТ», Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vapol@mail.ru

Аннотация. В течение всего двадцатого века вакуумные методы измерения состава вещества конкурировали с газовыми (измерения в газе-носителе) и атмосферными. Вакуумная техника «проиграла» из-за соображений экономии. В настоящий момент подавляющая часть измерительных приборов работают при атмосферном давлении в аналитической системе. Опыт применения измерительных приборов показывает кратные расхождения в результатах измерения концентраций малых газовых компонент в металлах. Для этого есть фундаментальные, неустранимые без вакуума причины. Вместе с тем, изза роста удельной прочности, коррозионной стойкости и других характеристик материалов, влияние малых компонент критически увеличивается в современных технологиях. Вакуумные методы лишены большинства увеличивающих погрешность измерения недостатков. Хотя они и являются более затратными в применении, но дают адекватный результат. Технической проблемой является 100 % укомплектованность заводских лабораторий и лабораторий научных институтов приборами, работающими при атмосферном давлении. Необходимо проведение широкого обсуждения сложившейся ситуации в метрологии газовых примесей, которое поможет выбраться из лавины несоответствий, а также, - сделать вакуумные методы арбитражными во всех видах измерений состава вещества.

Ключевые слова: вакуумные методы анализа состава твердого вещества; анализаторы водорода; анализаторы кислорода

Измерения состава вещества являются важнейшим компонентом контроля качества в современных технологиях. Практически везде, начиная от полупроводников, металлов и заканчивая полимерами, велико влияние малых примесей на качество продукции из этих материалов.

Рассмотрим водород в качестве малой примеси в металлах. Если в начале 20 века критическим считалось содержание растворенного водорода в сталях на уровне 10 ppm, то сейчас это 0,04–0,13 ppm. Аналогичным образом возрастают требования к чистоте кремния, присутствию вредных загрязняющих веществ в полиэтилене и других пластмассах.

Условно можно разделить методы измерения концентраций малых компонент на две группы: атмосферные и вакуумные.

Важными преимуществами атмосферных методов является относительная простота измерительного оборудования и высокая скорость проведения измерений, так как они происходят при атмосферном давлении. Исключается вакуумная откачка измерительной системы с испытуемым образцом.

Эти преимущества и обеспечили массовое использование атмосферных методов в промышленности и в научных лабораториях.

Вместе с тем, у атмосферных методов существуют принципиальные недостатки, которые являются источниками значительных систематических погрешностей измерений, оказывающих все большее влияние на производимые продукты по мере ужесточения требований к ПДК при разработке и производстве новых материалов [1].

Первой причиной появления значительных погрешностей является малый объём газовых примесей, которые содержатся в образцах массой от 1 до 10 г, чаще всего используемых для проведения измерений. Например, в алюминии и его сплавах критическому значению концентрации водорода соответствует объём в несколько нормальных миллиметров кубических. Похожая ситуация с кислородом и азотом в сталях.

Объем в несколько миллиметров кубических чрезвычайно трудно измерить, так как он значительно меньше или сопоставим с объемом клапанов и других частей аналитической системы приборов. Косвенные измерения, например, с помощью кондуктометрической ячейки, связаны с дополнительными систематическими погрешностями, так как разница температур на сопротивлениях ячейки составляет всего от десятых до сотых долей градуса. На таком уровне результат измерения зависит даже от цвета тигля (черный-графитовый или белый-керамический [2, 3]), в котором производится нагревание образца при экстракции из него газовых компонент.

Второй принципиальной проблемой является вода, адсорбированная на поверхности образцов. Удалить ее при атмосферном давлении, например с помощь небольшого нагревания образцов или с помощью продувки осушенными газами – практически невозможно. Пары воды искажают показания сенсоров при измерениях. При газовом разряде в спектральных методах молекулы воды диссоциируют с образованием водорода и кислорода, что существенно искажает результаты измерений водорода в твёрдой пробе. Аналогичные процессы происходят при быстром (от 40 до 50 сек) СВЧ нагреве пробы до температуры плавления с использованием мощных высокочастотных генераторов (от 3,5 до 22 кВт).

Третьим и самым существенным недостатком атмосферных и газовых приборов является малое время анализа от 2 до 5 мин, которое сокращено для увеличения потока газов из образца, что необходимо для повышения чувствительности и ускорения процесса измерений. Например, при использовании метода быстрого плавления пробы в потоке инертного газаносителя, образец нагревается и плавится всего за десятки секунд за счет использования мощного СВЧ нагревателя. Ещё меньше время анализа растворённых газов в спектральных методах. В этом случае время нагрева и испарения пробы меньше 1 сек. Известно, что атомы и молекулы газов, растворённых в твёрдом теле, имеют различные энергии связи (энергию активации) с матрицей. Для водорода и кислорода величина энергии связи может достигать значений от 0,7 до 2,2 эВ, что составляет примерно половину энергии химической связи водорода или кислорода с основным материалом матрицы твердого тела. Для азота энергия связи с железом ещё больше и достигает значения 2,96 эВ. Для сравнения, средняя энергия хаотического теплового движения атомов и молекул при температуре плавления сталей составляет всего 0,15 эВ, что почти на два порядка ниже значений энергии связи частиц газовых компонент с матрицей. По этой причине время полной экстракции водорода и других газов из твёрдой пробы не может быть «малым».

Наш опыт исследований водорода в пробах металлов и полупроводников показывает, что при уменьшении расстояния диффузии водорода из пробы в вакуум от 4 мм до 2–4 нм (в миллион раз!) время экстракции существенно не изменилось. При быстром прогреве газовые компоненты экстрагируются из металла не полностью. Как показывают наши данные, доля оставшегося газа может составлять 60 %, что гарантирует кратные ошибки при измерении концентрации в твердой пробе.

Важным фактором и источником ошибок является недостаточная чистота газов, используемых в качестве атмосферы для проведения измерений. И вопрос не в качестве, а в высоких требованиях к измерениям. На первом месте стоит вода. Ее допускаемая техническими условиями концентрация, даже в особо чистых газах (марки ОСЧ), больше концентрации водорода и кислорода после их экстракции и разбавлении в объеме газа-носителя в аналитической системе измерительных приборов.

Несмотря на очевидные проблемы с достоверностью результатов «атмосферных» измерений, вакуумные методы измерения состава веществ практически не находят применения из-за относительно большей сложности оборудования и длительного времени проведения анализа по сравнению с атмосферными методами. Вместе с тем, во второй половине 20 века именно вакуумные методы широко использовались в промышленности. Вероятно, 50 лет назад вопросы качества и надёжности результатов измерений стояли на первом месте. В 21 веке возобладала тенденция к ускорению и оптимизации производственных процессов. Это привело к тому, что даже базовые институты Росстандарта используют атмосферные методики и калибруют с их помощью Государственные эталоны (ГСО) в течение последних 5–10 лет.

Вместе с тем, требования к качеству измерений возрастают, проблемы обостряются, возникают дополнительные вопросы. Например, в случае измерения концентрации водорода в металлах, в 2013, 2014 и 2022 годах опубликованы материалы зарубежных и отечественных исследований, показывающие расхождение результатов в одной серии измерений концентрации водорода в пробах одного и того же калибровочного эталона от 9 до 93 раз [2, 3]. Такие расхождения получены при исследовании для проведения измерений проб признанных в мире калибровочных образцов с аттестованными значениями от 0,6 до 6,0 млн⁻¹. Высокопрочные метизы имеют диапазон допускаемых значений содержания водорода от 0,04 до 0,13 млн⁻¹. Диапазон значений массовой доли водорода в корпусных сталях атомных реакторов составляет от 0,1 до 3,0 млн⁻¹ [2]. Очевидно, что полученные расхождения следует признать сверхкритичными для практики. Проведенные в различных лабораториях экспериментальные исследования показывают, что надёжное измерение таких величин доступно только вакуумным методам.

Необходимо проведение широкого обсуждения сложившейся ситуации в метрологии газов, которое поможет выбраться из лавины несоответствий. Также необходимо сделать вакуумные методы арбитражными во всех видах измерений состава [3].

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (№ 124041100005-4)

- [1] Конопелько Л А и др. 2017 Измерительная техника 12 46–50
- [2] Пронин А Н 2022 Современная метрология физико-химических измерений (Москва) 560
- [3] Hassel A et. al. 2013 *Methodology of hydrogen measurements in coated steels* (Luxembourg: Publications Office of the European Union) URL: http://dx.doi.org/10.2777/10253

Оптимизация параметров аддитивного получения образцов из стали 316L методом экструзионной печати

Е. Е. Рюмин, М. Г. Криницын

ИФПМ СО РАН, г. Томск, Россия

E-mail: ryuminee@ispms.ru

Аннотация. В настоящее время, разработаны десятки технологий АП, но одним из перспективных направлений является экструзионная аддитивная технология. Существует ряд эмпирических подходов к определению оптимальных параметров экструзионной печати. В работе рассматривался материал для экструзионной печати на основе стали 316L. Целью данной работы является оптимизация параметров печати сталью 316L методом экструзионной печати с помощью калибровочных тестов. Результатом данной работы является эмпирически подобранные параметры печати (температура печати, коэффициент экструзии), благодаря чему, увеличивается плотности образцов, что положительно сказывается на их физико-механические свойствах.

Ключевые слова: аддитивное производство; 3д печать, нержавеющая сталь 316L; экструзионный множитель; температура печати

Аддитивное производство (АП) – процесс изготовления деталей, основанный на создании физического объекта по электронной модели путем добавления материала «слой за слоем». Первые аддитивные системы производства работали главным образом с полимерными материалами, но на сегодняшний день номенклатура используемых материалов значительно увеличилась (композитные порошки с различными типами металлов и керамикой).

В настоящее время, разработаны десятки технологий АП, но одним из перспективных направлений является экструзионная аддитивная технология.

Существует ряд эмпирических подходов к определению оптимальных параметров экструзионной печати. В основном параметры задаются в специализированном ПО – слайсере. В настоящей работе использовался наиболее современный на сегодняшний момент слайсер – Orcaslicer, который позволяет провести ряд калибровочных сеансов печати, позволяющих выявить и оптимизировать параметры печати [1]. В работе рассматривался материал для экструзионной печати на основе стали 316L [2,3].

Вкратце процедуру подбора оптимальных параметров, использованной в работе, можно описать следующим образом: сначала подбирается температура печати, поскольку она зависит от используемого полимерного связующего. Затем подбирается коэффициент экструзии, то есть величина экструзии, при которой диаметр экструдируемой линии будет совпадать с диаметром, задаваемым в слайсере. И последним регулируется поток, то есть объемная скорость печати. Поток включает в себя и скорость перемещения головки, скорость экструдирования, ширину экструзии, а также другие параметры, отвечающие за качество печати.

Если подобрана правильно температура и коэффициент экструзии, то оптимальный объемный поток материала может быть вычислен с достаточной точностью. Выбор правильной температуры осуществлялся на этапе разработки фидстока на первом году выполнения проекта. Оптимальная рабочая температура определяется свойствами полимерного связующего. Значение рабочей температуры и предельная температура полимерного связующего определена производителем. В нашем случае при определении ПТР использовалась температура 150 °C. При проведении экспериментов по печати эта температура также показала себя как оптимальная. Коэффициент экструзии вычисляется на образцах, которые автоматически генерируются в OrcaSlicer (Рис. 1). Образцы – прямоугольные пластины, в которых изменяется коэффициент экструзии. Необходимо выбрать такой коэффициент экструзии, при котором отсутствуют внутренние макродефекты и достигается соответствие внешней геометрии детали (отсутствует существенная переэкструзия).



Рис. 1. Образцы для проверки коэффициента экструзии

На образцах, сгенерированных слайсером, написаны отклонения от заданного значения коэффициента экструзии в процентах. В работе коэффициент 1.3 использовался в качестве исходного. Таким образом, коэффициент варьировался от 1.04 до 1.56 с шагом 0.065. Было установлено, что при значении коэффициента 1.43 (образец +10) образуется наиболее плотная структура в поперечном сечении (Рис. 2). Дальнейшее увеличении экструзии приводит к существенному провисанию боковых граней, а также к ухудшению качества верхней поверхности образцов.



Рис. 2. Поперечное сечение образцов, полученных при разных значениях коэффициента экструзии

Для определения оптимального потока использовался стандартный тест OrcaSlicer, в ходе которого печаталась калибровочная деталь, в которой на каждом слое изменялся объемный поток материала. При подготовке теста задается начальный поток f0, конечный поток f1, и шаг по потоку Δf . После осуществления печати визуально находится наиболее гладкий слой, в котором отсутствуют дефекты печати, в частности недоэкструзии или переэктрузии.

Вычисляется высота h от подложки до слоя в миллиметрах и оптимальный поток f вычисляется по формуле $f = f_0 + h\Delta f$. Для калибровки потока использовались параметры $f_0 = 1 \text{ мм3/c}$, $f_1 = 10 \text{ мм3/c}$, $\Delta f = 0.25 \text{ мм3/c}$. Проведенный тест показал, что пропуски начинаются на высоте 18 мм, что дает значения потока f = 5.5 мм3/c. В работе использовался запас 10% по потоку, таким образом использовался поток f = 5.0 мм3/c. Задать коэффициент экструзии и поток достаточно для слайсера чтобы сформировать остальные параметры печати. При необходимости высокоточной печати образцов необходимо дополнительно проводить калибровку Pressure advance, Tolerance test и других, однако они не оказывают влияния на структуру bulk образцов и в этой работе не исследовались. В работе использовались следующие фиксированные параметры печати: диаметр сопла 0.8 мм, толщина слоя 0.2 мм, подогрев стола не использовался.

- [1] Bhagat V et al. 2023 Int. Conf. on Prod. and Ind. Eng (Singapore : Springer Nature Singapore) 137–45
- [2] Quarto M, Carminati M, D'Urso G 2021 Mat. and Man. Proc. 36 13 1535-43
- [3] Carminati M. et al. 2022 Key Eng. Mat. **926** 46–55

Рафинирование некондиционного селена методом вакуумной дистилляции

С. А. Требухов¹, Б. К. Кенжалиев¹, В. Н. Володин¹, Е. А. Оспанов², А. А. Шахалов², А. А. Требухов¹

 ¹ АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University (Алматы, Республика Казахстан)
² ТОО «Каzakhmys Progress (Казахмыс Прогресс)» (Балхаш, Республика Казахстан)

E-mail: s.trebukhov@satbayev.university

Аннотация. В работе приведены результаты практического использования теоретических изысканий в области вакуумной металлургии, в частности, получения марочного селена. Разработана технология вакуум-дистилляционного рафинирования чернового селена и создано вакуумное оборудование, реализованное в промышленном масштабе. Технологическая схема позволяет получить селен с содержанием более 99,5% основного компонента наиболее дешёвым, безреагентным способом. При этом ценные компоненты в виде драгметаллов (Au и Ag), содержащиеся в исходном черновом селене, полностью возвращаются в производство, исключая их потери. Предложенная технологическая схема и созданное оборудование позволяет извлекать селен из других селенсодержащих промпродуктов, в частности из пылей рукавных фильтров, получаемых при переработке медеэлектролитных шламов в печи Калдо, и шламов сернокислотного производства.

Ключевые слова: вакуум; селен; дистилляция; рафинирование; технология; давление пара; экология; производство

Селен относится к редким элементам, был открыт в 1817 г. шведским химиком Берцелиус И.Я. при обжиге медного колчедана CuFeS₂ с целью получения SO₂ для производства серной кислоты [1]. Данное открытие обусловлено тем, что селен изоморфно замещает серу в сульфидах цветных металлах (от 7 до 110 г/т) [2], поэтому может извлекаться на всех предприятиях цветной металлургии [3]. Селен используется при производстве полупроводников, в стекольной промышленности, фотопреобразователях, фармацевтике, сталелитейной промышленности и ряде других отраслей [4]. Одним из критериев использования селена в различных технологических циклах является содержание основного компонента в материале. [5]. В соответствии с ГОСТ 10298-2018 содержание основного компонента в металле, поставляемого на мировые рынки металлов должно быть не менее 99,5% [6].

Основным источником получения селена является обжиг отходов сернокислотного, целлюлозно-бумажного производства, а также анодных шламов медеэлектролитных заводов. При этом образующийся диоксид селена (SeO₂) восстанавливают с помощью сернистого газа (SO₂) до элементного селена, который доводят до марочного состояния перекристаллизацией, перегонкой в вакууме, гидридным и другими методами [7-11].

В представленной работе приведены результаты исследований по рафинированию чернового селена с получением марочного металла методом вакуумной дистилляции с применением метода фильтрации пара. Технология [12] и вакуумное оборудование [13] разработано в лаборатории вакуумных процессов АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University (г. Алматы, Республика Казахстан) и реализована в промышленном масштабе на производственных мощностях ТОО «Kazakhmys Progress (Казахмыс Прогресс)» (Республика Казахстан, г. Балхаш) [14]. В исходном черновом селене, получаемом при переработке медеэлектролитных шламов Балхашского медеплавильного завода в печи Калдо, рентгено-флуоресцентным методом анализа определено следующее содержание элементов, масс. %: Se - 87,421; O - 6,748; Na - 0,873; Mg - 0,821; Al - 0,286; Si - 0,078; S - 1,862; Cl - 0,831; K - 0,014; Ni - 0,019; Cu - 0,021; Ag - 0,221; Te - 0,404; Pb - 0,401. Содержание Si, P, Au, Ca, Ni и As составляет от тысячных до сотых долей процента. Рентгено-фазовым методом анализа определены следующие основные фазы: Se (Selenium); AsSe₉Cu_{0.05} (Copper Arsenic Selenide); CSe₂ (Carbon Selenide).

На рис. 1 приведена технологическая схема получения марочного селена из чернового, используемая на производственных мощностях ТОО «Kazakhmys Progress (Казахмыс Прогресс)» в г. Балхаш (Республика Казахстан) [14].



Рис. 1. Технологическая схема получения технического селена из чернового методом вакуумной дистилляции

Материал, поступающий в цех на переработку, подвергается стадии отмывки водой от остаточного содержания кислоты. Затем материал направляется в вакуумный сушильный шкаф для удаления влаги до остаточного содержания её не более 3%. Промывные растворы нейтрализуются и сбрасываются в канализацию. Отмытый таким образом черновой селен направляется в одну из двух параллельно установленных печей приёмной плавки, работающих поочерёдно. Загрузка исходного материала осуществляется в специальные загрузочные баки на нулевой отметке. Загрузочные баки одновременно выполняют функцию «ложного дна» в процессе зейгерования исходного материала в печи приёмной плавки.

Процесс приёмной плавки осуществляется при температуре 450-480°С и атмосферном давлении для удаления остаточной влаги в черновом селене и предварительной очистки материала от интерметаллических нерастворимых соединений с использованием принципа фильтрации расплава через металлическую сетку из легированной стали (12X18H9T) с размером ячеек 0,5x0,5 мм. Кроме того, в процессе приёмной плавки (зейгерования материала) происходит удаление возможных органических соединений, присутствующих в черновом селене. Выход переплавленного селена составляет ~ 80%, выход шлака до 20 %. В получаемых продуктах от зейгерования в печи приёмной плавки содержание селена составляет 94,9÷96,8 масс. %, в шлаках – 53,4÷61,2 масс. %. При этом содержание серебра в шлаках увеличивается до 1,28%. Таким образом, 92% находящегося в исходном материале серебра переходит в шлак при плавке исходного чернового селена в печи приёмной плавки. Получаемые в печи приёмной плавки шлаки направляются в голову процесса получения чернового селенав печь Калдо на переработку и извлечение драгметаллов.

Предварительно переплавленный в печи приёмной плавки исходный черновой селен направляется на вакуумную дистилляцию. Такой материал в среднем имеет следующий состав, масс. %: Se - 94,9÷96,8; Na - 0,03÷0,04; Mg - 0,12÷0,13; Al - 0,33÷0,38; Si - 0,06÷0,17; S - 0,02÷0,04; Cl - 0,015÷0,018; K - 0,009÷0,011; Ca - 0,05÷0,06; Fe - 0,03÷0,06; Ni - 0,019÷0,024; Cu - 0,002÷0,005; Ag - 0,022÷0,023; Te - 0,372÷0,389; Pb - 0,298÷0,315.

В виду того, что давление насыщенного пара селена при температуре 390°С составляет 0,39 кПа [1], а при температуре 430°С – 1,33 кПа [1], процесс дистилляции селена проводится при температуре в испарителе 410-440°С и остаточном давлении в системе менее 0,13 кПа при работающем вакуумном насосе, создающим направленный газовый поток. Для исключения механического выноса нелетучих компонентов с паром селена при интенсивном переводе его в паровую фазу в процессе дистилляции, в паропровод, соединяющий испаритель и конденсатор вакуум-дистилляционного аппарата, установлен фильтр специальной конструкции. Получаемый сконденсированный селен разливается в изложницы через обогреваемый игольчатый клапан на дне конденсатора. Технологические газы в процессе дистилляции на выходе из конденсатора подвергаются санитарной очистке в рукавном фильтре, установленном перед входом в вакуумный насос. Основная задача рукавного фильтра состоит в очистке от тонкодисперстного селена, образующегося в результате объёмной конденсации его пара.

Полученный рафинированный селен разливается в изложницы, которые устанавливаются на разделочный стол с водяным охлаждением поверхности (столешницы) для максимально быстрого отвода тепла. Эта операция позволяет получить блестящую поверхность селена в слитке (αмодификации) [1]. При остывании селена в изложнице естественным путём без отвода тепла происходит перекристаллизация селена, в результате получается β-модификация серого цвета [1]. На рис. 2 приведены фотографии технологического оборудования и получаемой продукции.

В результате вакуумной дистилляции чернового селена по разработанной технологии получен селен, содержащий, масс. %: Se – 99,7; Cu - 0,002; S - 0,01; Al - 0,002; As - 0,0034; Fe - 0,0023; Pb - 0,01; Hg - 0,0024; Te - 0,2.





Рис. 2. Фотографии технологического оборудования для рафинирования чернового селена и слитки готовой продукции (Se)

Таким образом, разработанная в АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University безреагентная, экологически безопасная, вакуум-термическая технология реализована в промышленном масштабе на производственных мощностях TOO «Kazakhmys Progress (Kaзахмыс Прогресс)», позволяющая перерабатывать весь годовой объём производимого технического селена Балхашским медеплавильным заводом [15]. Конструкция оборудования имеет 100% запас мощности по перерабатываемому сырью.

Предложенная технологическая схема и созданное оборудование позволяет извлекать селен из других селенсодержащих промпродуктов, в частности из пылей рукавных фильтров, получаемых при переработке медеэлектролитных шламов в печи Калдо, и шламов сернокислотного производства [16].

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и образования Республики Казахстан (грант АР19676703).

- [1] Кудрявцев А А 1961 Химия и технология селена и теллура (М.: Высшая школа) 286
- [2] Enghag P 2004 Selenium and Tellurium. In Encyclopedia of the Elements (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co) 1311
- [3] Zhang J, Sun X, Deng J, Li G, Li Z, Jiang J, Wu Q 2022 Journal of Hazardous Materials Idpaper 127311
- [4] Аналитическое исследование 2020 *Рынок селена 2020, прогноз 2025* MetalResearch, Группа аналитиков по изучению рынков сырья International Metallurgical Research Group 55 <u>https://metalresearch.ru/selenium_market.html.</u>
- [5] Лебедь А Б, Набойченко А А, Шунин В А 2015 *Производство селена и теллура на ОАО «Уралэлектромедь»* (Екатеринбург: Уральский Университет) 112
- [6] ГОСТ 10298-2018. Селен технический. Технические условия. Введен: 01.02.2019.
- [7] Nielsen S, Heritage R J 1959 Journal of the Electrochemical Society 106 1 39–43
- [8] Patent USA US2476989A 1947 Selenium rectifiers and method of manufacturing the same Martinet J, Deshavs M Application FR56725T. Publication 26.07.1949.
- [9] Patent USA US3433596A 1969 *Process for obtaining pure selenium* Wagenmann R, Wehle G Application US488735A Publication 18.03.1969.
- [10] Patent EU 0157514 A2 1985 Reclamation of high purity selenium Timothy J et al. Application 85301733.3 Publication 09.10.1985.
- [11] Патент RU 2706611 2019 Способ получения особо чистого селена Чурбанов М Ф, Снопатин Г Е, Суханов М В. Заявка № 2019109560. Опубликован 19.11.2019.
- [12] Инновационный патент КZ 28695 2014 Способ извлечения селена из селенсодержащих продуктов Храпунов В Е, Марки И А, Адылканова М А и др. Заявка № 2013/0624.1. Опубликован 15.07.2014.
- [13] Инновационный патент КZ 27273 2013 Установка для рафинирования чернового селена Храпунов В Е, Марки И А, Абишева З С и др. Заявка №2012/1248.1. Опубликован. 15.08.2013.
- [14] Смагулова Л 2023 Уникальный цех открылся в Балхаше. URL: <u>https://www.kazakhmys.kz/</u> <u>ru/news/item-selen-start-progress</u>.
- [15] Володин В Н, Требухов С А 2017 Дистилляционные процессы извлечения и рафинирования селена (Алматы: Tengri Ltd.) 220
- [16] Кенжалиев Б К, Требухов С А, Володин В Н и др. 2018 Комплексное использование минерального сырья **4** (307) 56–64