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 Институт проблем машиноведения РАН Российское вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого Еuro-Asian Cooperation of National Metrology Institutions (Евро-Азиатская кооперация национальных метрологических институтов – KOOMET) TÜBITAK UME – National Metrology Institute, Turkey (Национальный метрологический институт, Турция)

> 27–29 октября 2020 Санкт-Петербург, Россия

October 27–29, 2020 St. Petersburg, Russia 27th All-Russian Conference with International Participation «VACUUM TECHNIQUE AND TECHNOLOGY – 2020»



Труды 27-й Всероссийской научно-технической

конференции с международным участием

«ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА

и ТЕХНОЛОГИИ – 2020»

27–29 октября 2020 г. Санкт-Петербург Вакуумная техника и технологии – 2020. Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 27–29 октября 2020 г./ под ред. Д. К. Кострина и С. А. Марцынюкова. – СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2020. – 190 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 27-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

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

Программный комитет

проф. Шелудько В. Н., ректор СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, С.-Петербург – председатель проф. Нестеров С. Б., Председатель Российского вакуумного общества, Россия, Москва - сопредседатель проф. Розанов Л. Н., СПбПУ Петра Великого, Россия, С.-Петербург – сопредседатель проф. Полянский В. А., ИПМаш РАН, Россия, Санкт-Петербург – сопредседатель Чернышенко А. А., ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева", Россия, Санкт-Петербург- сопредседатель д-р Кузнецов В. Г., ИПМаш РАН, Россия, С.-Петербург – сопредседатель проф. Шаповалов В. И., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, С.-Петербург – сопредседатель проф. Ahmedov Haci, TÜBITAK UME - National Metrology Institute, Turkey, Gebze проф. Белянин А. Ф., ЦНИТИ «Техномаш», Россия, Москва проф. Бурмистров А. В., КНИТУ, Россия, г. Казань Горобей В. Н., рук. лаборатории ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Россия, С.-Петербург доц. Зарвин А. Е., НГУ, Россия, г. Новосибирск д-р Капустин Е. Н., ген. директор АО «Вакууммаш», Россия, г. Казань проф. Коваль Н. Н., ИСЭ СО РАН, Россия, г. Томск доц. Колесник Л. Л., Российское вакуумное общество, Россия, Москва д-р Колозинская И. А., КООМЕТ, ННЦ «Институт метрологии», Украина, г. Харьков проф. Лозован А. А., МАИ, Россия, Москва проф. Лучинин В. В., СПбГЭТУ «ЛЭТИ», Россия, С.-Петербург проф. Мигранов М. Ш., УГАТУ, Россия, г. Уфа проф. Миронов С. Г., ИТПМ СО РАН, Россия, г. Новосибирск; проф. Новопашин Сергей Андреевич, Институт теплофизики СО РАН, г. Новосибирск; проф. Одиноков В. В., ОАО НИИТМ, Россия, Москва проф. Панфилов Ю. В., МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, Москва Пронин А. Н., и.о. директора ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Россия, С.-Петербург Ринкевич А. Б., член корр. РАН, ИФМ УрО РАН, Екатеринбург доц. Сушенцов Н. И., ПГТУ «ВОЛГАТЕХ», Россия, г. Йошкар-Ола

ISBN 978-5-7629-2727-7

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

Содержание

Секция «Вакуумная техника»

1.	Трансформация системы метрологического обеспечения в области измерений давлений и вакуума	
	А. А. Чернышенко	8
2.	Повышение эффективности рабочего процесса бесконтактных вакуумных насосов А. В. Бурмистров, А. А. Райков, А. А. Исаев, С. И. Саликеев	11
3.	Полевая ионная микроскопия радиационных повреждений на атомно чистой поверхности материалов	
4.	В. А. Ивченко Идентификация дефектной структуры Pt после нейтронного и ионного облучения	16 20
5.	В. А. Ивченко Эталонные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э для вакуумной техники	20
	Ю. А. Васьков, Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников	24
6.	Испытания современных вакуумметров, датчиков вакуумных и установок вакуумметрических с целью утверждения типа за последние 5 лет	
	В. Н. Горобей, И. И. Родинов, А. А. Чернышенко	28
7.	Испытания современных течеискателей, потокометрической установки	
	и гелиевых течей с целью утверждения типа за последние 5 лет В. Н. Горобей, И. И. Родинов, Д. М. Фомин, А. А. Чернышенко	33
8.	Некоторые вопросы совершенствования установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1	
	Д. Е. Сенатов, А. А. Чернышенко	36
9.	Моделирование сверхзвуковых струй космических аппаратов в вакууме на малогабаритных лабораторных установках	
	А. Е. Зарвин, К. А. Дубровин, А. С. Яскин, В. В. Каляда, В. Э. Художитков	40
10.	Влияние больших кластеров на газодинамику сверхзвуковых потоков в разреженной среде	
	К. А. Дубровин, А. Е. Зарвин, А. С. Яскин, В. В. Каляда	45
11.	Иммобилизация радиоактивного вакуумного масла в открытопористый стеклоуглеродный материал	
	А. Ю. Возлеева, Н. Т. Казаковский, В. А. Королев	49
	Секция «Контроль герметичности»	
12.	Актуализация локальной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме	
	А. И. Анцукова, А. А. Пименова, А. А. Чернышенко	54
13.	Теоретические и экспериментальные исследования молекулярного (атомного) обмена на установке измерения и анализа остаточной газовой среды УИД-2	
	С. А. Бушин, С. Б. Нестеров	57
14.	Новый взгляд на масс-спектрометрический контроль герметичности способом накопления при атмосферном давлении (НАД)	
	В. И. Барышников, Е. Ю. Кульков	67

15.	Аргоновое течеискание сегодня и завтра	
	В. И. Барышников, Е. Ю. Кульков	72
16.	Водородная диагностика для целей течеискания и технологического контроля растрескивания	
	В. А. Полянский, А. М. Полянский, Ю. А. Яковлев	74
	Секция «Вакуумная технология»	
17.	Тонкопленочные биоинертные вакуумные ионно-плазменные покрытия для медицинских имплантатов	
	С. Р. Шехтман, Н. А. Сухова, М. Ш. Мигранов	76
18.	Износостойкость покрытий на режущем инструменте после комбинированной обработки	
	М. Ш. Мигранов, А. М. Мигранов, С. Р. Шехтман	80
19.	Низкочастотные колебания плазмы на переходных режимах ускорителя с анодным слоем	
	Со Ту Аунг, М. К. Марахтанов, Ю. А. Хохлов	83
20.	Влияние никеля на высокотемпературные свойства многослойных керамических покрытий	
	А. В. Черногор, И. В. Блинков, А. О. Волхонский, В. С. Сергевнин	88
21.	Установление режимов модифицирования ПЛГА скаффолдов методом магнетронного со-распыления Си и Ті мишеней	
	А. Д. Бадараев, Д. В. Сиделёв, Ю.Н. Юрьев, В. Р. Букал, С. И. Твердохлебов	93
22.	Разработка конструкции малогабаритного источника жидкофазного магнетронного распыления для вакуумной установки МВТУ-11-1МС	
	А. Д. Купцов, Д. Д. Васильев, С. В. Сидорова, К. М. Моисеев	97
23.	Металлические сверхрешетки (CoFe)/Cu с рекордным микроволновым гигантским магниторезистивным эффектом	
	А. Б. Ринкевич, М. А. Миляев	102
24.	Длительность эксперимента при изучении тепловых процессов на подложке в процессе магнетронного распыления титановой мишени	
	В. А. Павлов, В. И. Шаповалов, Д. С. Шестаков, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин	106
25.	Разряд магнетрона с молибденовой мишенью в аргоне	
26	Д. С. Шестаков, В. И. Шаповалов, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин, В А Павлов	110
26.	Магнетрон с сэндвич мишенью для осаждения твердых композиционных пленок MoxCr1–хN	
	А. А. Козин, В. И. Шаповалов, Д. С. Шестаков, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин, В. А. Павлов	115
27.	Влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанопорошков	
	оксидов, полученных методом испарения импульсным электронным пучком	118
28	С. 10. Соковнин, Д. 1. Иловес, 10. 1. Уусв Трибологические сройства CrAlSiC покрытий осажденных в различных условиях	110
20.	генерирования углеродной плазмы	
	А. П. Рубштейн, В. А. Завалишин, А. Б. Владимиров, С. А. Плотников	123
29.	Ионно-плазменные вакуумно-дуговые покрытия Zr-B-Si-C-Ti-(N)	
	И. В. Блинков, Д. С. Белов, В. М. Шестакова, А. В. Черногор, Б. Ю. Кузнецов, А. И. Лаптев	127

30.	Структура и особенности граничного трения покрытий ta-C, полученных плазменным импульсно-дуговым напылением	
	В. Д. Самусенко, И. А. Завидовский, О. А. Стрелецкий, И. А. Буяновский, М. М. Хрущов, М. И. Петржик, Ю. И. Щербаков	131
31.	Гибридный вакуумно-полупроводниковый матричный фотоприемник	
	для ИК-области спектра	
	Д. Е. Миронов, А. А. Егоренков, В. И. Зубков, А. В. Пашук, М. Р. Айнбунд, А. В. Соломонов	135
32.	Исследование деградации квантового выхода InGaAs фотокатодов во времени в гибридных приборах для ближнего ИК-диапазона	
	А. А. Егоренков, В. И. Зубков	139
33.	Повышение качества нанопленок, получаемых магнетронным распылением	
	В. А. Тупик, А. А. Потапов, В. И. Марголин	143
34.	Расчет и проектирование технологического модуля для формирования в вакууме островковых тонких пленок и наноструктур	
	А. А. Исаева, О. Г. Андреасян	147
35.	Стойкость адаптивных ионно-плазменных покрытий Ti-Al-Mo-Ni-N в условиях	
	ударного нагружения и гидроабразивного изнашивания	
	В. С. Сергевнин, И. В. Блинков, А. О. Волхонский, Д. С. Белов, Н. И. Смирнов	151
36.	Вакуумно-плазменное оборудование для производства ЭКБ на пластинах диаметром 200 мм с уровнем технологии 180-65 нм	
	М. Г. Бирюков, В. М. Варакин, В. М. Долгополов, П. А. Иракин, В. В. Одиноков, В. В. Панин, А. В. Шубников	156
37.	Уменьшение локальных повреждений поверхности кварцевых стекол от ударов высокоскоростных микрочастиц с помощью нанесения защитных пленок	
	Ha UCHOBE SIAIN II I ain $B \prod Cenzege M \prod Karauuuwoe O B Cenzege A B Bonouoe$	
• •	В. П. Сергеев, М. П. Калишников, О. Б. Сергеев, А. Б. Боронов, В. В. Нейфельд, Ю. Н. Параев	164
38.	Исследование влияния уровня генерации на электрические и динамические	
	характеристики разряда в смесях на основе углекислого газа	169
20	А. С. Киселев, Е. А. Смирнов	100
39.	стенд для исследования тепловых режимов фотоприемных устроиств космического применения	
	А. Н. Соколов, Л. Н. Розанов, М. З. Щедринский, М. П. Ларин, К. В. Рыбас, М. Г. Воробьев, В. А. Синькова, А. И. Колдыба	173
40.	Многофункциональный высоковакуумный агрегат для криовакуумных систем космического применения	
	А. Н. Соколов, Л. Н. Розанов, М. З. Щедринский, В. М. Бебяков, К. Н. Сухарев, В. А. Синькова, А. И. Колдыба	179
41.	Исследование парциальных давлений газов в вакуумном объеме с применением	
	многофункционального высоковакуумного откачного агрегата	
	А. Н. Соколов, Л. Н. Розанов, М. З. Щедринский, В. М. Бебяков, М. Г. Воробьев, В. А. Синькова, К. Н. Сухарев	184
42.	Памяти товарища – Барышников Валентин Иванович	190

Вакуумная техника

Трансформация системы метрологического обеспечения в области измерений давлений и вакуума

А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vacuum@vniim.ru

Аннотация. Статья посвящена исследованиям системы метрологического обеспечения РФ в области измерений давлений и вакуума с целью выбора вектора ее дальнейшего развития в рамках переопределения основных единиц СИ.

В настоящий момент времени в системе метрологического обеспечения происходят изменения, связанные с переопределением основных единиц системы СИ, таких, как метр, килограмм и других. Новые определения основных единиц теперь опираются на основные фундаментальные константы.

С целями оценки изменений, которые могут произойти в ближайшее время в области измерений давлений, и выбора вектора дальнейшего развития данной области измерений во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» был проведен ряд исследований [1], направленный на изучение составов первичных эталонов ведущих стран в области измерений давлений и вакуума, таких, как США, Германия и других. Целями исследований были:

- формирование состава комплекса первичных эталонов передовых стран в области измерений давлений;
- выявление работ по совершенствованию комплексов первичных эталонов в области измерений давлений, ведущихся в рамках переопределения основных единиц СИ;
- сопоставления состава комплекса первичных эталонов в области измерений давлений РФ и работ по их совершенствованию, ведущихся в рамках переопределения основных единиц с аналогичными зарубежными комплексами и работами.

Результаты проведенных исследований были изложены в виде структурно-иерархической схемы комплекса первичных эталонов давления передовых стран. Данная схема с некоторыми дополнениями приведена на рис. 1.

Согласно полученным результатам среди существующих классических эталонов давлений появляются новейшие эталоны давления [2–5]. Это такие эталоны, как средства измерений давлений на основе рефракции света, которые опираются на зависимость коэффициента преломления газов от давления; средства измерений давлений, опирающиеся на измерения диэлектрической проницаемости, в основе которых лежит зависимость диэлектрической проницаемости, в основе которых лежит зависимость диэлектрической проницаемости газов от давления; средства измерений низких абсолютных давлений на основе холодных атомов, в основу метода измерений которых положена зависимость скорости релаксации холодных атомов при столкновении с молекулами газа, а также термодинамические методы воспроизведения давлений и др.

Существенными отличиями этих эталонов от классических являются:

• методы и принципы воспроизведения единицы давления новейших эталонов опираются непосредственно на фундаментальные физические константы;

• мировое сообщество метрологов, инициировавшее переопределение основных единиц СИ, направляет свои усилия на разработку и создание новейших эталонов, которые помимо прочего будут компактными, транспортируемыми и универсальными приборами. Можно сказать, провозглашен принцип «Эталон на столе»;

• разрабатываемые новейшие эталоны давлений охватывают практически весь диапазон давлений от сверхвысокого вакуума до избыточного давления: от 10⁻¹⁰ Па до 10 МПа.





Рис. 1. Структурно-иерархическая схема комплекса первичных эталонов давления передовых стран

Таблица 1. Р	езультаты сравнения	диапазонов изме	ерений клас	сических э	талонов и	методов
BOCI	произведения давлени	й с диапазонами	и измерений	і новейших	х эталонов	

Диапазон измерений давлений	Классические методы	Методы, опирающиеся на фундаментальные физические константы	
Абсолютное давление 10 ⁻¹¹ -10 ⁻⁶ Па	Ионизационные методы	Холодные атомы	
Абсолютное давление 10 ⁻⁷ -10 ² Па	Методы динамического и статического расширения	-	
Абсолютное давление 10 ² -10 ⁵ Па	Жидкостные манометры, методы статического расширения, грузопоршневые манометры	Методы на основе измерения рефракции света	
Абсолютное и избыточное давление до 10 ⁷ Па	Грузопоршневые манометры	Методы на основе измерения диэлектрической проницаемости	

Кроме того, что новейшие эталоны охватывают практически весь диапазон измеряемых давлений, следует отметить, что суть переопределения основных единиц заключается в том, что вся система единиц СИ теперь опирается на фундаментальные константы. Это в свою очередь означает, что эталоны и средства измерений, которые опираются на фундаментальные константы, становятся предпочтительными, а на языке метрологов – первичными, в том числе и эталоны производных единиц системы СИ. Таким образом, построенная в [1] схема не отражает возможную иерархию эталонов в будущем, а по-прежнему изображает классическую схему воспроизведения и передачи размера единицы давления Па. На основании этого построена структурно-иерархическая схема комплекса первичных эталонов давления,

создаваемая передовыми странами в рамках переопределения основных единиц СИ, учитывающая изменения иерархии эталонов, которая представлена на рис. 2.





Построенная иерархическая схема существенно отличается от классической прежде всего тем, что ряд первичных эталонов, таких как грузопоршневые манометры, U-образные манометры, деформационные средства измерений и другие из статуса первичных переходят в статус вторичных эталонов. И наоборот, ряд эталонов, которые имели в классической схеме статус вторичных, приобретают статус первичных, например, емкостные манометры (вакуумметры), эталоны потока газа в вакууме.

Таким образом, можно сказать, что переопределение основных единиц системы СИ может кардинально изменить систему метрологического обеспечения в области измерений давлений, причём в области измерений абсолютных давлений эти изменения следует ожидать уже в ближайшее время.

Литература

- [1] Чернышенко A A 2019 Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2019» (Санкт-Петербург: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») с 5
- [2] Scherschligt J, Fedchak J A, Barker D S, Eckel S, Klimov N, Makrides C and Tiesinga E 2017 Development of a new UHV/XHV pressure standard (Cold Atom Vacuum Standard) *Metrologia* 54(6) 125-32
- [3] Jousten K, Hendricks J, Barker D, Douglas K, Eckel S, Egan P, Fedchak J, Flügge J, Gaiser C, Olson D, Ricker J, Rubin T, Sabuga W, Scherschligt J, Schödel R, Sterr U, Stone J and Strouse G 2017 Perspectives for a new realization of the pascal by optical methods *Metrologia* 54(6) 146-61
- [4] Moldover M R 1998 Can a Pressure Standard be Based on Capacitance Measurements? J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 103(2) 167-75
- [5] Gaiser C, Fellmuth B and Sabuga W 2020 Primary gas-pressure standard from electrical measurements and thermophysical ab initio calculations *Nature Physics* **16** 177–80

Повышение эффективности рабочего процесса бесконтактных вакуумных насосов

А. В. Бурмистров, А. А. Райков, А. А. Исаев, С. И. Саликеев

Казанский национальный исследовательский технологический университет, Россия, Республика Татарстан, 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68

E-mail: <u>burm@kstu.ru</u>

Аннотация. Рассматриваются три типа профилей роторов двухроторного вакуумного насоса типа Рутс – эллиптический, окружной и эвольвентный. Профили роторов построены в одном корпусе и анализируются с точки зрения минимизации обратных перетеканий через межроторный канал и повышения геометрической быстроты действия. Показано, что коэффициент использования рабочего объема больше для эвольвентного профиля, однако совсем незначительно – на 3 %. Минимальная проводимость каналов роторного механизма характерна для эллиптического профиля роторов. Она на 14% меньше чем для эвольвентного. Представленный подход позволяет выбрать оптимальный профиль роторов ДВН под решение конкретных задач.

1. Введение

В XX веке для получения безмасляного среднего и низкого вакуума равноправно использовались два способа: первый – применение вакуумных насосов с масляным уплотнением (ВНМУ) с установкой на них различных, чаще всего криогенных, ловушек и второй – использование «сухих» вакуумных насосов, не имеющих рабочей жидкости в рабочих объемах. «Сухие» насосы были в разы и даже десятки раз дороже своих масляных «оппонентов». Однако в связи с развитием технологий изготовления профилированных роторов, налаживанием производства высокоточных подшипников и прочих комплектующих, удалось существенно снизить цену безмасляного вакуума и теперь ВНМУ, даже в комплекте с ловушками, для получения безмасляного вакуума практически не используются. А вот задача повышения эффективности рабочего процесса безмасляных насосов стала еще более актуальной.

Безмасляные форвакуумные насосы низкого и среднего вакуума могут быть разделены на две основные группы: насосы бесконтактного типа (спиральные, винтовые, кулачковозубчатые, двухроторные) и насосы контактного типа (поршневые, мембранные, пластинчатороторные, пластинчато-статорные).

Контактные насосы обладают большой степенью сжатия, мало зависящей от выпускного давления, и работают с выхлопом в атмосферу. Однако из-за наличия трущихся поверхностей контактные насосы не допускают большой частоты вращения и имеют ограниченный ресурс. Наличие трущихся деталей определяет еще один крупный недостаток контактных машин - вынос микрочастиц в вакуумные камеры.

Бесконтактные насосы за счет наличия гарантированных зазоров в роторном механизме обладают высокими частотами вращения, но имеют за счет обратных перетеканий через зазоры низкую степень повышения давления.

Рассмотрим влияние профиля роторов на параметры бесконтактной машины на примере одного из самых распространенных вакуумных насосов – двухроторного вакуумного насоса типа Рутс (ДВН).

2. Сопоставляемые профили роторов ДВН. Параметры оптимизации

Существует большое количество различных типов профилей роторов ДВН: эллиптический, окружной, циклоидальный, эвольвентный, с прямолинейными участками, комбинированный.

При выборе типа профиля и его геометрических параметров нужно стремиться к увеличению величины отсеченного объема, переносимого роторами, т.е. к увеличению геометрической быстроты действия и к снижению обратных перетеканий (проводимости) щелевых каналов. Анализ проведем для эллиптического, эвольвентного и окружного профилей, которые построим для единого корпуса (рис. 1).



Рис. 1. Геометрия анализируемых профилей роторов ДВН: сплошная линия – эллиптический при *b/a* = 0,86, *r/a* = 0,62; штриховая – окружной при *b/a* = 0,77, *r/a* = 0,71; штрихпунктирная – эвольвентный при *rb/a* = 0,646, *rr/a* = 0,627 (*rb* – радиус базовой окружности эвольвенты, *rr* – радиус головки ротора)

Как известно, эллиптический профиль роторов ДВН является наиболее общим случаем для ДВН [2]. Так окружной профиль – частный случай эллиптического при r/d = 1. Основные геометрические размеры роторов *a*, *b*, *d*, *r*, необходимые для построения эллиптического профиля представлены на рис. 2.



Рис. 2. Эллиптический профиль ДВН

Из четырех параметров независимо могут быть заданы три, что свидетельствует о большой степени свободы выбора формы эллиптического профиля. В работе [2] показано, что для эллиптического профиля минимум обратных перетеканий через межроторный канал достигается при $b/a \approx 0.84 \div 0.86$ и $r/a = 0.610 \div 0.64$. Поэтому ротор с эллиптическим профиле возьмем при b/a = 0.86, r/a = 0.62.

Геометрическая быстрота ДВН определяется по формуле [3]

$$S_{\Gamma} = 2\pi R^2 Ln \chi \,, \qquad (1)$$

где *R* и *L* – радиус и длина ротора; *n* – частота вращения роторов; χ – коэффициент использования рабочего объема, определяемый из соотношения

$$\chi = 1 - f_P / \pi R^2, \qquad (2)$$

где f_P – площадь поперечного сечения ротора.

Таким образом, при заданных R и L необходимо стремиться к увеличению коэффициента χ . Этот коэффициент может изменяться в широком диапазоне и для его нахождения для каждого конкретного насоса находятся площади поперечного сечения ротора и цилиндрической расточки корпуса насоса.

Расчеты показали, что для рассмотренных профилей коэффициент использования рабочего объема равен: 0,4912 – для эллиптического; 0,4972 – для окружного; 0,5061 – для эвольвентного. Таким образом, эвольвентный профиль выигрывает по геометрической быстроте действия, хотя выигрыш незначителен – в пределах 3 %.

Как известно, перетекания через каналы роторного механизма оказывают определяющее влияние на характеристики бесконтактных насосов и основной путь повышения эффективности рабочего процесса – снижение обратных перетеканий. Величина обратных перетеканий, в свою очередь, связана с совершенством профиля ротора. Рассмотрим, как влияет профиль роторов на обратные перетекания в ДВН типа Рутс. Вывод о том, что характеристики машины Рутса очень слабо зависят от типа профиля [1], справедлив для воздуходувок Рутса, поскольку здесь степень повышения давления не превышает 1,5–2. Однако, для машин, работающих в вакуумном режиме, отношение давлений выхода и входа может достигать 50–60, а поскольку, например, в молекулярном режиме обратный поток пропорционален произведению отношения давлений на проводимость, то даже незначительное снижение проводимости щелевых каналов приводит к улучшению характеристик ДВН.

В ДВН перетекания происходят через несколько параллельно включенных каналов: межроторный, радиальные и торцевые. Наибольший вклад в перетекания (до 60–80 %) дает межроторный канал. Кроме того, профиль роторов слабо влияет на перетекания через радиальный и торцевой каналы. Для них проводимость в основном зависит от размеров насоса, поэтому оптимизацию профиля, в первую очередь, следует проводить, минимизируя обратные перетекания через межроторный канал.

Профиль роторов задается координатами или уравнениями. Проводимости каналов в вязкостном режиме рассчитываются с помощью методики, названной в работах [4, 5] универсальным методом расчета проводимости щелевых каналов. Метод основан на том, что межроторный и радиальный каналы ДВН представляют собой щели переменного в направлении перетекания газа сечения и имеют в некотором месте минимальный зазор. Для таких каналов проводимость с достаточной точностью определяется участком в окрестности минимального зазора. Следовательно, участок, дающий основное сопротивление потоку газа, имеет небольшую протяженность и стенки канала практически с любым профилем на данном участке могут быть аппроксимированы выпуклыми или вогнутыми дугами окружности с радиусами R_1 и R_2 . Тогда для нахождения проводимости канала в зависимости от режима течения и геометрии можно использовать уравнения, представленные в работе [5]. Проводимости межроторного канала находились для различных углов поворота роторов а с учетом изменения радиусов кривизны стенок на входе в канала. В качестве примера в табл. 1 представлены радиусы кривизны стенок канала и коэффициенты проводимости K_3 для

молекулярного режима течения газа. Коэффициент проводимости определялся методом Монте-Карло в специально разработанной программе в пакете Wolfram Mathematica [6].

	,			1	
a°	R_{A1}	R_{B1}	R_{A2}	R_{B2}	K_3
0	-136,76	57,87	-137,85	57,97	0,1020
3	-125,55	56,78	-134,90	57,70	0,1008
6	-107,23	54,52	-120,84	56,26	0,0976
9	-88,49	51,28	-101,40	53,64	0,0927
12	-73,01	47,38	-82,93	50,05	0,0870
15	-62,21	43,32	-68,64	45,94	0,0826
18	-57,30	39,77	-59,75	42,01	0,0831
21	-62,50	37,32	-57,36	38,96	0,0936
24	-107,50	36,05	-64,72	37,08	0,1168
27	261,06	35,60	-99,81	36,11	0,1492
30	50,38	35,60	-928,05	35,68	0,1799
33	31,56	35,82	97,51	35,56	0,2017
36	27,41	36,16	46,37	35,62	0,2142
39	27,46	36,57	33,03	35,78	0,2201
42	29,14	37,00	28,39	36,01	0,2216
45	31,06	37,42	27,14	36,29	0,2209

Таблица 1. Радиусы кривизны стенок и коэффициенты проводимости межроторного канала ДВН с эллиптическим профилем роторов

Аналогичным образом найдены радиусы кривизны стенок и коэффициенты проводимости для межроторного канала ДВН с роторами с эвольвентным и окружным профилем. Сопоставить полученные результаты удобно с помощью графиков на рис. 3.



Рис.3. Коэффициенты проводимости межроторного канала ДВН с роторами эвольвентного, окружного и эллиптического профиля ДВН

Можно видеть, что наименьшие обратные перетекания через межроторный канал обеспечивают ротора с эллиптическим профилем. Здесь усредненный по углу поворота роторов коэффициент проводимости $K_{3PP} = 0,1399$, для окружного профиля $K_{3PP} = 0,1471$, для эвольвентного $K_{3PP} = 0,1594$.

Отметим, что проводимость радиального канала, характеризующаяся коэффициентом проводимости K_{3PK} , также минимальна для роторов с эллиптическим профилем (эллиптический профиль – K_{3PK} =0,05712; окружной профиль K_{3PK} =0,0685; эвольвентный профиль K_{3PK} =0,1146).

Таким образом, представленный метод позволяет проводить оптимизацию профиля роторов ДВН, добиваясь снижения обратных перетеканий или повышения геометрической быстроты действия.

Литература

- [1] Ибраев А. М. Повышение эффективности работы роторных нагнетателей внешнего сжатия на основе анализа влияния геометрических параметров на их характеристики: дис...канд.техн.наук / А. М. Ибраев; КХТИ. Казань, 1987. 208 с.
- [2] Бурмистров А. В., Караблинов Д. Г., Бронштейн М. Д. Влияние геометрических параметров эллиптического профиля на характеристики двухроторных вакуумных насосов типа Рутс // Компрессорная техника и пневматика. 2004. № 6. С. 38–40.
- [3] Вакуумная техника: Справочник / К. Е. Демихов, Ю. В. Панфилов, Н. К. Никулин и др.; под общ. ред. К. Е. Демихова, Ю. В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
- [4] Salikeev S. Non-contact vacuum pumps. A general-purpose method for conductance calculation of profile slot channels / S. Salikeev, A. Burmistrov, M. Bronshtein, M. Fomina // Vakuum in Forschung und Praxis. – 2014. – Vol. 26. - Is. 1. – P. 40–44.
- [5] Бурмистров А. В., Шарафиев Л. З., Бронштейн М. Д., Саликеев С. И., Караблинов Д. Г. Расчет проводимости профильных каналов роторных бесконтактных вакуумных насосов // Вакуумная техника и технология. - 2006. – Т. 16, № 1. – С. 45–54.
- [6] Wolfram Mathematica, license file for Kazan National Research Technology University # L3543-5535.

Полевая ионная микроскопия радиационных повреждений на атомно чистой поверхности материалов

В. А. Ивченко^{1,2}

¹Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, 620016, Екатеринбург, Россия

²Уральский федеральный университет им. Б Н Ельцина, 620002, Екатеринбург, Россия

E-mail: ivchenko2008@mail.ru

Анннотация. Методом полевой ионной микроскопии исследованы индуцированные нейтронами (E > 0,1 MэB) и пучками Ar⁺ (E = 30 кэB) дефекты на атомарно чистой поверхности и в приповерхностном объеме платины. Рассмотрены экспериментальные результаты радиационного дефектообразования в поверхностных слоях материалов, инициированного нейтронной бомбардировкой (Pt, E > 0,1 MэB) и ионной имплантацией (в Cu₃Au: E = 40 кэB, F = 10^{20} ион/м², j = 10^{-3} A/см²). Получены количественные оценки размеров, формы и объемной доли каскадов атомных смещений, образующихся при различных видах облучения в указанных материалах. Показано, что средний размер в, $7 \cdot 10^{22}$ м⁻² (E > 0,1 MэB) составляет около 3,2 нм. Экспериментально установленный средний размер радиационного кластера (неупорядоченной зоны) в сплаве после ионной бомбардировки составляет 4 • 4 • 1,5 нм.

1. Введение

Данная работа посвящена экспериментальному изучению модификации поверхности и приповерхностных объемов в твердых телах, инициируемых взаимодействием пучков заряженных ионов газа (Ar⁺) и быстрых нейтронов с веществом.

Основной целью исследования был экспериментальный анализ радиационных дефектов на атомарно чистой и атомно гладкой поверхности и в объеме материалов. Для этого были использованы прямые методы изучения структуры материалов на атомном уровне – полевая ионная микроскопия (ПИМ).

Радиационные дефекты были получены бомбардировкой быстрыми нейтронами и пучками Ar^+ (E > 0,1 МэВ и E = 30 кэВ соответственно). С помощью ПИМ возможно непосредственно наблюдать изменения реальной кристаллической решетки металлов и сплавов в результате облучения в атомном масштабе. В то же время метод ПИМ позволяет анализировать структуру образца в объеме путем последовательного и контролируемого удаления поверхностных атомов электрическим полем.

2. Экспериментальная часть

Экспериментальные образцы были приготовлены в виде острий с радиусом закругления кончика вершины 30–50 нм методом электрохимической полировки.

Полевые эмиттеры, сертифицированные для ионной имплантации, имели атомно гладкую поверхность, подготовленную путем полевого испарения поверхностных атомов in situ. Для платины были использованы режимы облучения пучками заряженных частиц Ar⁺ при E = 30 кэB, F = 10^{20} ион/м². Сплав Cu₃Au облучали перпендикулярно оси образца с E = 40 кэB; при плотности ионного тока j = 10^{-3} A/см² и длительности импульса ~ 10^{-3} с, доза облучения составляла F ~ $6 \cdot 10^{20}$ ион/м². Имплантированные после предварительной сертификации образцы помещали в полевой ионный микроскоп для изучения модификации поверхности.

После нейтронной бомбардировки образцы-эмиттеры изготавливали уже из облученных заготовок. Заготовки облучали в реакторе ИББ-2М при T = 310 К в течение часа при энергиях

нейтронов E > 0,1 МэВ и флюенсах $F = 6,7 \cdot 10^{21}$ м⁻² и $F = 3,5 \cdot 10^{22}$ м⁻². Образцы-эмиттеры с радиусом кривизны 30–50 нм вершины получали методом электрохимической полировки и затем помещали в камеру ПИМ.

Структурное состояние сплава в объеме анализировали с помощью ионных изображений поверхности, полученных регистрирующим устройством (фото- или видеокамерой) при контролируемом удалении атомных слоев. Это позволяло анализировать структурное состояние сплава в объеме. Полевой ионный микроскоп был оснащен микроканальным ионно-электронным преобразователем, позволяющим увеличить яркость ионного изображения в 10^4 раза. В качестве хладагента использовали жидкий азот (T = 78 K), а в качестве визуализирующего газа служил спектрально чистый неон.

3. Результаты и обсуждение

Исходные образцы, сертифицированные в FIM перед облучением, имели атомарно гладкую поверхность почти полусферической формы. Такая поверхность была получена in situ в процессе последовательного контролируемого удаления поверхностных атомов электрическим полем. Полевые ионные изображения поверхности образцов имели четкий, почти идеальный кольцевой характер, что означало практически полное отсутствие структурных дефектов.

При исследовании структуры платины, облученной быстрыми нейтронами до флюенса $6.7 \cdot 10^{21}$ м⁻² (E > 0.1 МэВ), было обнаружено большое количество радиационных повреждений кристаллической решетки, рис.1 [1]. Были зарегистрированы вакансии, смещенные внедренные атомы и кластеры вакансий.



Рис. 1. Области последовательных полевых ионных изображений поверхности платины, после бомбардировки нейтронами, и соответствующая им схема пространственного распределения дефектов (обедненная зона, образованная в результате последовательного контролируемого удаления атомных слоев (а. сл.): (а) начальное распределение; (b) отличается от (а) на один а. сл.; (c) отличается от (b) на два а. сл.; (d) отличается от (c) на два а. сл.;
 • вакансия; ○ – внедренный атом)

Типичный ионный контраст пространственного распределения радиационных дефектов в кристаллической решетке Pt после нейтронного облучения показан на рис.1. В некоторых участках облучаемой поверхности наблюдали нарушения кольцевого ионного контраста. По изменению кольцевого ионного контраста определяют дефектность атомной структуры. Тот или иной вид дефекта в материале после определенного внешнего воздействия идентифицируется известным ионным контрастом [2]. Изменение типа ионного контраста облученной платины по сравнению с предварительно сертифицированным контрастом обусловлено радиационным повреждением. Радиационные дефекты являются результатом взаимодействия быстрых нейтронов с атомами решетки. Атомное строение дефекта в объеме

анализировали путем контролируемого удаления поверхностных атомов платины электрическим полем. Зарегистрированные радиационные дефекты представляли собой либо точечные дефекты (вакансии и внедренные атомы), либо вакансионые комплексы.

Из анализа ионного контраста исследуемой области дефекта было установлено, что это обедненная зона (область с локально увеличенной концентрацией вакансий) с "поясом" внедренных атомов, образовавшимся при увеличении флюенса до 3,5 · 10²² м⁻².

Экспериментальный анализ подтверждает эту гипотезу [3]. Следуя [3], развитие каскада в металле происходит таким образом, что большое количество атомов удаляется из центральной части каскада (наиболее поврежденной зоны) с помощью цепочек замещения. Из полученных экспериментальных данных следует, что средние концентрации вакансий и внедренных атомов в обедненных областях были равны 9 и 1,5 % соответственно. В работе [1] было уточнено пространственное расположение обедненных зон в платине после облучения нейтронами высокой и средней энергии (F > 0,1 MэB) с флюенсом $3,5 \cdot 10^{22}$ м⁻². Для определения характерной анизотропии была проанализирована форма этих обедненных зон в стандартном режиме контролируемого испарения атомных слоев электрическим полем. Анализ ионного контраста дефектных областей не выявил анизотропии формы обедненных зон. Из полученных экспериментальных данных следует, что конфигурация зон не соответствует какой-либо простой геометрической фигуре, так как вакансии их составляющие, расположены крайне нерегулярно.

Статистика большого количества отдельных обедненных зон на ионных изображениях облученной платины позволила измерить их продольные и поперечные. Расчетный средний диаметр обедненной зоны составил 3,2 HM. Ионные изображения поверхности сертифицированной платины показали почти идеальный кольцевой контраст ЛЛЯ монокристаллов чистого металла, что свидетельствует об отсутствии структурных дефектов, рис.2, а, [4]. На рис. 2, b показано неоновое изображение атомарно чистых платиновых поверхностей после облучения ионами $Ar^+ c E = 30 ext{ кэB}$ и $F = 10^{20} ext{ ион/м}^2$.



Рис. 2. Неоновые микрофотографии поверхности Pt: а – ионный контраст поверхности сертифицированного кристалла; b - ионный контраст поверхности после облучения ионами Ar⁺ c F = 10²⁰ ион/м² (T = 343 к). Выделены наноблоки

Для изучения атомной структуры дефектов, образующихся в областях одиночных каскадов смещений, упорядоченный сплав Cu₃Au облучали перпендикулярно оси образца с энергией E = 40 кэВ, при плотности ионного тока $j = 10^{-3}$ A/cm² и длительности импульса $\tau = 10^{-3}$ с, доза составляла F~ 6 • 10^{20} ион/м². Это обеспечивало в среднем попадание одного иона на площадь поверхности 4 • 4 нм. При анализе ионных микроизображений поверхности были обнаружены такие радиационные нарушения, как неупорядоченные зоны (P3) и сегрегации атомов меди, рис.3, [5].

Средний размер разупорядоченной зоны (РЗ), определенный по результатам исследования четырех образцов, составил 4 • 4 • 1,5 нм [5]. РЗ были выявлены как нарушения кольцевой картины изображения поверхности упорядоченного сплава, контраст которого аналогичен

ионному контрасту поверхности чистого металла, поскольку создается только атомами одного сорта - золота. Контраст радиационных нарушений сохранялся при полевом испарении поверхностных атомов на глубину РЗ.



Рис. 3. Неоновые изображения участков поверхности упорядоченного сплава Cu₃Au после облучения пучками Ar⁺: а – ионный контраст неупорядоченной зоны вблизи (011); b – ионный контраст сегрегации атомов Cu

Экспериментально определенный средний размер РЗ по порядку величины совпадал с расчетным значением диаметра каскада смещений (5–11 нм), которое оценивалось как средний пробег ПВА в приближении сферической формы области каскада.

4. Выводы

Получены результаты радиационно-индуцированного дефектообразования в приповерхностном объеме Pt, Cu₃Au методом ПИМ. Проведена оценка размеров, формы и объемной доли кластеров, образующихся при различных видах облучения на атомно чистой поверхности и в поверхностных слоях материалов. В атомном масштабе проанализированы различные типы дефектов, образующихся в упорядоченных твердых растворах в результате имплантации ионов газа. Проанализирована эволюция одиночных каскадов атомных смещений и радиационно стимулированных диффузионных и сегрегационных процессов, возникающая при взаимодействии металлов с пучками быстрых нейтронов. Установлено, что средний размер радиационных кластеров после облучения платины флюенсом быстрых нейтронов $6,7 \cdot 10^{22}$ м⁻² (E > 0,1 МэВ) составляет около 3,2 нм.

Литература

- [1] Ivchenko V A, Medvedeva E V, and Ovchinnikov V V 2009 Poverkhnost'. Rentgen., Sinkhrotr. *Neitron.* Issled. **8** 26
- [2] Boowkett K M and Smith D A 1970 Field Ion Microscopy Defects in Crystalline Solids (Amsterdam, London: North Holland Publishing Company)
- [3] Seeger A K 1958 Proceeding of The Second Intern. Conf. on Peaceful Uses of Atomic Energy (Geneva: United Nations)
- [4] Ivchenko V A and Medvedeva E V 2009 Izv. Vysch. Uchebn. Zaved. Fiz. 8 410
- [5] Bunkin A Yu Ivchenko V A, Kuznetsova L Yu, et al 1990 Fiz. Met. Metalloved. 7 111

Работа выполнена в рамках темы государственного задания.

Идентификация дефектной структуры Pt после нейтронного и ионного облучения

В. А. Ивченко^{1, 2}

¹Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, 620016, Екатеринбург, Россия

²Уральский федеральный университет им. Б.Н. Ельцина, 620002, Екатеринбург, Россия

E-mail: ivchenko2008@mail.ru

Аннотация. Установлена адекватность влияния радиационного воздействия разного типа на один и тот же материал (Pt). С этой целью методами полевой ионной микроскопии (ПИМ) исследованы радиационные дефекты одного сорта. Строение дефектов изучали на атомарно чистой поверхности и в приповерхностном объеме платины после бомбардировки нейтронами и ионными пучками (E > 0,1 МэВ и E = 30 кэВ соответственно). Показано, что взаимодействие быстрых нейтронов (E > 0, 1 МэВ, $F = 6,7 \cdot 10^{21}$ м⁻², $F = 3,5 \cdot 10^{22}$ м⁻²) с платиной приводит к определенным радиационным повреждениям в объеме. Такие же дефекты наблюдаются при облучении пучками ионов Ar⁺ (E = 30 кэВ, $F = 6,7 \cdot 10^{20}$ м⁻²). Последние обнаружены на глубине около 1,5–2 нм от облучаемой поверхности. Таким образом, проведено аналоговое моделирование нейтронного и ионного облучения с веществом.

1. Введение

Данная работа посвящена исследованию пространственного распределения радиационных повреждений (вакансий и их комплексов) в ГЦК-металлах (Pt) после различных видов облучения (нейтронные и ионные пучки).

Моделирование нейтронного облучения пучками положительно заряженных ионов позволяет решить задачу аналогового моделирования различных видов излучения.

Основной целью настоящей работы является экспериментальное определение адекватности радиационного воздействия различных излучений на один и тот же материал (Pt) при анализе радиационных повреждений одного и того же типа.

Для этого были исследованы радиационные дефекты, полученные в материале бомбардировкой нейтронами и ионными пучками (E > 0,1 МэВ и E = 30 кэВ соответственно) на атомарно чистой поверхности и в приповерхностном объеме платины. Для решения задачи использовали методы полевой ионной микроскопии (ПИМ).

2. Экспериментальная часть

В качестве объекта облучения использовали платину с чистотой 99,99 %. С помощью электрохимической полировки фрагментов проволоки были изготовлены игольчатые эмиттеры с радиусом кривизны вершины 30–50 нм. Полевые эмиттеры, сертифицированные для ионной имплантации, имели атомарно гладкую поверхность вершины, подготовленную полевым испарением поверхностных атомов in situ.

Облучение игольчатых образцов, сертифицированных в ПИМ, проводили пучками Ar⁺ с энергией 30 кэВ, флюенсом F = 10^{18} ион/м² и плотностью тока j = $150 \ \mu kA/cm^2$ (T = $70 \ ^{\circ}C$). Бомбардировку проводили в направлении, параллельном оси образца. Заранее сертифицированные, а затем имплантированные образцы вновь помещались в ПИМ для изучения материала.

После нейтронной бомбардировки образцы изготавливали из ранее облученных заготовок. Заготовки образцов имели форму сегментов платиновой проволоки диаметром 0,2 мм и длиной

20 мм. Заготовки облучали в реакторе ИББ-2М при T = 310 K в течение часа при энергии нейтронов E > 0,1 МэВ и флюенсах $F = 6,7 \cdot 10^{21}$ м⁻² и $F = 3,5 \cdot 10^{22}$ м⁻².

Игольчатые образцы с радиусом кривизны вершины 10–30 нм получали способом электрохимической полировки и затем помещали в камеру ПИМ. В процессе удалении атомных слоев с атомно чистой поверхности ионные изображения регистрировали фото-или видеокамерой. Это позволяло анализировать структурное состояние Pt в объеме.

Полевой ионный микроскоп был оснащен микроканальным ионно-электронным преобразователем, позволяющим увеличить яркость ионного изображения поверхности в 10⁴ раза.

В качестве хладагента использовали жидкий азот (T = 78 K), а в качестве визуализирующего газа – спектрально чистый неон.

3. Результаты и обсуждение

Исследование атомной структуры Pt после облучения нейтронами до 6,7 · 10²¹ м⁻² (E > 0,1 МэВ) выявило большое количество радиационных повреждений кристаллической решетки [1]. Были зарегистрированы изолированные точечные дефекты, вакансии, смещенные внедренные атомы и кластеры вакансий.



Рис. 1. Неоновые изображения участков поверхности платины, облученной нейтронами с F = 6,7 · 10²¹ м⁻². Стрелки показывают: а – отдельные вакансии; b – тетраэдрический кластер вакансий; с – внедренные атомы; d – тот же участок поверхности без дефектов. Соответствующие схемы дефектов показаны в правом верхнем углу: ○ – атом; • – вакансия; O – внедренный атом

При контролируемом удалении поверхностных атомов электрическим полем ионный контраст типичного пространственного распределения радиационного повреждения в кристаллической решетке Pt после облучения быстрыми нейтронами показан на рис. 1. По контрасту изображения видно, что микроизображение поверхности платины, подвергнутой воздействию быстрых нейтронов, почти аналогично изображению поверхности без облучения. Однако в некоторых участках облучаемой поверхности наблюдаются нарушения ионного контраста кольцевой картины. Радиационные повреждения кристаллической структуры определяются как нарушения ионного контраста кольцевой картины.

Тот или иной вид дефекта, возникающий в материале после облучения, идентифицируется известным типом контраста [2]. Следовательно, изменение ионного контраста облученной платины по сравнению с сертифицированным контрастом Pt обусловлено облучением. Такое радиационное повреждение возникает в результате взаимодействия нейтронов с атомами кристаллической решетки. Была проанализирована структура дефекта в объеме в процессе контролируемого удаления атомов платины электрическим полем. Радиационные повреждения обычно представляли собой отдельные точечные дефекты (вакансии и внедренные атомы) или небольшие скопления вакансий размером, соизмеримым с межатомными расстояниями.

При увеличении флюенса нейтронов до 3,5 ·10²² м⁻² были обнаружены обедненные зоны с более высокой локальной концентрацией вакансий и кольцевые зоны внедренных атомов, рис. 2. Этот результат подтверждает гипотезу [3]. Согласно [3], развитие каскада в металле происходит таким образом, что большое количество атомов удаляется из центральной части каскада (наиболее нарушенной области) с помощью цепочек замещения. Средние концентрации вакансий и внедренных атомов в обедненных областях были равны, по нашим оценкам, 9 и 1,5 % соответственно.



Рис. 2. Участок ионного контраста поверхности платины, после бомбардировки нейтронами, F = 3,5·10²² м⁻² (обедненная зона: ● - вакансия; ○ – внедренный атом) и соответствующая схема пространственного распределения дефекта

Изучение большого количества микроизображений поверхности облученной платины позволило измерить продольные и поперечные размеры отдельных зон обеднения. В результате было определено среднее значение диаметра радиационного кластера, которое составило 3,2 нм.

В результате нейтронного облучения Pt до $6.7 \cdot 10^{21}$ м⁻² ($\dot{E} > 0.1$ M₃B) структурное состояние чистого металла незначительно изменилось, о чем свидетельствуют микрофотографии, поверхность регистрирующие атомно-чистую облученной платины, рис. 1. Ha наблюдались дефектные участки поверхности, микрофотографиях где результат взаимодействия с нейтронами обнаруживался в виде смещений атомов от участков решетки. Радиационные повреждения, как правило, представляли собой отдельные вакансии, небольшие скопления вакансий, отдельные атомы и зоны атомов, смещенных из равновесных положений. Таким образом, можно утверждать, что влияние вышеуказанного флюенса нейтронов создает отдельные, неперекрывающиеся каскады атомных перемещений в платине.

Как видно, ионный контраст радиационного повреждения после ионного облучения (рис. 3) отличается от контраста радиационного повреждения после взаимодействия нейтронов с материалом (рис. 2). Дальнейшее изучение приповерхностного объема Pt после ионного облучения путем последовательного полевого испарения атомных слоев на глубине 1,5 нм от поверхности выявило радиационное повреждение, идентичное повреждению на рис. 2. Ионный контраст от такого радиационного повреждения показан на рис. 3, b.



Рис. 3. Ионный контраст участка поверхности Pt после облучения пучками Ar⁺ E=30 кэB, $F = 10^{18}$ ион/м² и j = 150 µкA/см² (T = 70°C) : а – на глубине 2 нм от облучаемой поверхности (стрелками обозначены изолированные вакансии и внедренные атомы); b – на глубине 1,5 нм от поверхности (показана обедненная зона)

Взаимодействие быстрых нейтронов (E > 0,1 MэB) F = $6,7 \cdot 10^{21}$ м⁻² приводит к образованию таких радиационных повреждений в объеме платины, которые после ионного облучения заряженными пучками Ar⁺ ионов с E = 30 кэB, F = 10^{18} ион/м² наблюдаются в Pt на глубине около 2 нм от облучаемой поверхности.

4. Выводы

Установлено, что все радиационные повреждения в объеме материала после нейтронного облучения являются дефектами решетки определенного типа, которые зависят только от флюенса и энергии нейтронов. Напротив, когда заряженные пучки ионов взаимодействуют с веществом, вид радиационного повреждения обусловлен, помимо параметров облучения, расстоянием от облучаемой поверхности. На разных глубинах материала наблюдается процесс перехода одного вида радиационного повреждения в другой. Поэтому аналог эффекта быстрых нейтронов при определенном флюенсе с эффектом ионного облучения может быть полностью смоделирован только на определенной глубине приповерхностного объема вещества, облучаемого пучками Ar⁺.

В результате было установлено, что взаимодействие быстрых нейтронов с материалом соответствует действию заряженных пучков ионов Ar^+ на определенной глубине от облучаемой поверхности. Отсюда следует, что можно моделировать эффект нейтронного облучения пучками заряженных ионов на основе возникновения определенной структуры радиационного повреждения в материале.

Литература

- [1] Ivchenko V A, Medvedeva E V, and Ovchinnikov V V 2009 *Poverkhnost'. Rentgen., Sinkhrotr. Neitron.* Issled. **8** 26
- [2] Boowkett K M and Smith D A 1970 *Field Ion Microscopy Defects in Crystalline Solids* (Amsterdam, London: North Holland Publishing Company)
- [3] Seeger A K 1958 Proceeding of The Second Intern. Conf. on Peaceful Uses of Atomic Energy (Geneva: United Nations)
- [4] Ivchenko V A and Medvedeva E V 2009 Izv. Vysch. Uchebn. Zaved. Fiz. 8 410

Работа выполнена в рамках темы государственного задания.

Эталонные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э для вакуумной техники

Ю. А. Васьков, Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников

ООО МИДАУС, Ульяновск, Россия

E-mail: mida@mv.ru, seg@midaus.com

Аннотация. Рассмотрены высокоточные цифровые (RS485/Modbus) датчики абсолютного давления на основе структур «кремний на сапфире» для вакуумной техники.

С 2019 г. в Промышленной Группе МИДА выпускаются эталонные датчики абсолютного, избыточного давления, разрежения, давления-разрежения класса 0,05 %. Для применения в вакуумной технике разработан эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцевым присоединением KF25 (рис. 1, 2).



Рис. 1. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцем КF25



Рис. 2. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с хомутом для присоединения к вакуумной системе

В эталонных датчиках используются тензопреобразователи на основе гетероэпитаксиальных структур «кремний на сапфире», что обеспечивает высокую точность, стабильность и надежность приборов [1]. Эти датчики обеспечивают суммарную погрешность < 0,05 % в диапазоне температур от +10 °C до +40 °C [2]. Коррекция нелинейности и температурной погрешности выполняется в электронном блоке датчика, при этом термочувствительным элементом является мостовая измерительная схема тензопреобразователя, что позволяет снять вопрос о равенстве температуры преобразователя и термочувствительного элемента. Настройка и последующее считывание результатов измерений осуществляется посредством интерфейсов RS-485. Для взаимодействия с датчиками используется протокол Modbus.

Следует отметить высокое быстродействие таких датчиков, достигаемое за счет применения производительного микроконтроллера и высокоскоростного АЦП. Так, минимальное время измерения (с момента получения команды датчиком и до момента выдачи сообщения с результатом) для датчиков МИДА-15 равно 25 мс. Максимальное время ответа зависит от таких настроек, как количество точек усреднения, использование аппаратного фильтра, интервал проведения измерений. Разрешающую способность датчика удалось улучшить до 0,3 Па по сравнению с разрешением около 2 Па у более ранних приборов [2].

Эти датчики внесены в реестр средств измерений РФ. В конце 2019 года произошло расширение аккредитации метрологической службы ООО МИДАУС, и теперь предприятие имеет право на самостоятельную первичную и периодическую поверку приборов давления класса 0,05 %.

В научно-исследовательской лаборатории ПГ МИДА было проведено сличение датчиков МИДА-ДА-15-Э на давление 100 кПа с эталоном 1-го разряда (манометр абсолютного давления МПА-15) - рис. 3. Типичные результаты испытаний приведены в таблице. В скобках приведена паспортная погрешность измерения МПА-15.

Измеренное давление с помощью эталона 1-го разряда МПА-15, мм.рт.ст.	Показания датчика МИДА-ДА-15-Э, мм.рт.ст.
1(±0.05)	1,07
4(±0.05)	4,07
6(±0.05)	6,01
8(±0.05)	8,07
10(±0.05)	9,98
20(±0.05)	20,06
50(±0.05)	50,04
100(±0.05)	100,06
250(±0.1)	250,01
400(±0.1)	399,96
550(±0.1)	549,96
750(±0.1)	749,93

Таблица 1.	Результаты сличения датчика давления МИДА-ДА-15-Э
	с эталоном давления МПА-15

Как видно из табл. 1, отклонение показаний датчика от данных МПА-15 фактически перекрывается погрешностью измерения давления самим эталоном. Для выявления реальных характеристик датчика МИДА-ДА-15-Э необходимо провести его сличение с эталоном более высокого класса, особенно в диапазоне низких давлений. Порог чувствительности датчика находится на уровне «шума» АЦП и составляет около 0,3 Па (2,2×10⁻³ мм.рт.ст.).



Рис. 3. Система калибровки и поверки датчиков абсолютного давления, основанная на эталоне МПА-15

Добиться таких результатов, помимо оптимизации конструкции и технологических процессов при производстве первичных тензопреобразователей для данных датчиков, помог переход на АЦП большей разрядности (24bit вместо 16bit). Полученные характеристики позволяют использовать эти датчики в качестве эталона первого разряда.

Датчики МИДА-ДА-15-Э также могут применяться в качестве цифровых манометров при подключении к компьютеру с операционной системой Windows или смартфону с операционной системой Android через адаптер USB. Управление работой датчика и регистрация показаний производится с помощью ПО MIDA [3] (рис. 4). Датчики могут быть аттестованы как эталоны 1-го или 2-го разряда.



Рис. 4. ПО МИДА [3] для настройки и работы с датчиками

На сегодняшний день датчики МИДА-ДА-15-Э успешно прошли предварительную проверку для контроля вакуума в термобарокамере и эксплуатируются у одного из наших заказчиков (ООО «СТиКС»).

Литература

- [1] Стучебников В. М. Структуры «Кремний на сапфире» как материал для тензопреобразователей механических величин // Радиотехника и электроника, 2005, т.50, №6, с.678–696.
- [2] Васьков Ю. А., Савченко Е. Г., Стучебников В. М. Высокоточные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э на основе Структур «кремний на сапфире» // «Вакуумная техника и технология – 2019». Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции, СПб. 2019. С.48–50.
- [3] http://www.midaus.com/dokumentatsiya/programmnoe-obespechenie-dlya-priborov-mida.html

Испытания современных вакуумметров, датчиков вакуумных и установок вакуумметрических с целью утверждения типа за последние 5 лет

В. Н. Горобей, И. И. Родинов, А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: V.N.Gorobey@vniim.ru, rii@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье приведены данные о современных вакуумметрах и датчиках вакуумных, предназначенных для измерения низкого абсолютного давления, и установках вакуумметрических для поверки (калибровки) вакуумметров, которые прошли испытания с целью утверждения типа с 2016 года. Проанализированы принцип действия и основные метрологические характеристики средств измерений. Сведения о приведенных средствах измерений внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

1. Введение

Согласно [1] (глава 3, статья 11) утверждение типа средств измерений (далее – СИ) является одной из форм государственного регулирования в области обеспечения единства измерений.

Решение об утверждении типа СИ принимается Федеральным органом исполнительной власти (Росстандартом) на основании положительных результатов испытаний СИ в целях утверждения типа ([1], глава 3, статья 12, пункт 2). Сведения об утвержденных СИ вносятся в ФИФ.

Утверждение типа СИ удостоверяется свидетельством об утверждении типа, выдаваемым Федеральным органом исполнительной власти. Срок действия свидетельства, как правило, составляет 5 лет.

Ниже приведены данные с 2016 года о современных вакуумметрах, датчиках вакуумных и установках вакуумметрических, которые прошли испытания с целью утверждения типа, сведения о которых внесены в ФИФ и которые могут применяться в сфере государственного регулирования. Сведения о СИ, которые прошли испытания с целью утверждения типа с 2008 по 2018 год, приведены в работе [2].

2. Вакуумметры тепловые

Принцип действия вакуумметров тепловых основан на зависимости теплопроводности разреженного газа от давления.

Метрологические характеристики тепловых вакуумметров приведены в табл. 1.

3. Вакуумметры ионизационные

Принцип действия вакуумметров ионизационных основан на зависимости тока положительных ионов, образованных в результате ионизации молекул разреженного газа, от измеряемого давления.

Метрологические характеристики ионизационных вакуумметров приведены в табл. 2.

4. Вакуумметры мембранно-емкостные

Принцип действия вакуумметров мембранно-емкостных основан на использовании зависимости между измеряемым давлением и упругой деформацией чувствительного элемента. В качестве чувствительного элемента применяется плоская газонепроницаемая мембрана.

Метрологические характеристики мембранно-емкостных вакуумметров приведены в табл. 3.

№	Типы	Диапазон показаний, Па	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ФИФ
1	THERMOVAC	от 5·10 ⁻³ до 1.5·10 ⁵	от 5·10 ⁻² до 1.5·10 ⁵	±(1050)	Фирма «Leybold GmbH», Германия	68784-17
2	ERSTEVAK	-	от 5·10 ⁻⁸ до 1·10 ⁵	±(1040)	Компания «Thyracont Vacuum Instruments GmbH» Германия	64910-16
3	TPR,TPG 201, PPT 200	от 10 ⁻² до 10 ⁵	от 10 ⁻² до 10 ³	±(3050)	Компания Pfeiffer Vacuum GmbH, Германия	63031-16

Таблица 1. Метрологические характеристики тепловых вакуумметров

Таблица 2. Метрологические характеристики ионизационных вакуумметров

N⁰	Типы	Диапазон показаний, Па	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ФИФ
1	Ionivac IE414, Ionivac IE514	-	от 2·10 ⁻⁷ до 1	±20	Компания Leybold GmbH, Германия	78832-20
2	IONIVAC	от 5·10 ⁻⁸ до 1·10 ⁵	от 1·10 ⁻⁶ до 1·10 ⁵	±(1525)	Фирма «Leybold GmbH», Германия	67723-17
3	ССМ	-	от 1.3·10 ⁻⁷ до 1.3	±30	Компания «InstruTech, Inc.», США	66042-16

Таблица 3. Метрологические характеристики мембранно-емкостных вакуумметров

N⁰	Тип	Диапазон показаний, Па	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ФИФ
1	CMR и CCR	от 10 ⁻³ до 1.33·10 ⁵	от 10 ⁻² до 1.33·10 ⁵	±(230)	Компания Pfeiffer Vacuum GmbH, Германия	63021-16

5. Вакуумметры деформационные

Принцип действия вакуумметров деформационных основан на использовании зависимости между измеряемым давлением и упругой деформацией пьезорезистивного чувствительного элемента.

Метрологические характеристики деформационных вакуумметров приведены в табл. 4.

6. Вакуумметры электронные со встроенным дисплеем

Вакуумметры электронные со встроенным дисплеем выполнены в виде единого корпуса, в котором расположены измерительные преобразователи, электронный блок и встроенный дисплей.

Метрологические характеристики таких вакуумметров приведены в табл. 5.

7. Вакуумметры электронные

Метрологические характеристики электронных вакуумметров приведены в табл. 6.

N⁰	Тип	Диапазон показаний, Па	Диапазон измерений, Па	Приведенная погрешность, % от диапазона измерений	Изготовитель	№ФИФ
1	APR и CPT 200	от 10 до 5.5·10 ⁶	от 10 до 5·10 ⁶	±(0,12)	Компания Pfeiffer Vacuum GmbH, Германия	63314-16

Таблица 4. Метрологические характеристики деформационных вакуумметров

Таблица 5. Метрологические характеристики электронных вакуумметров со встроенным дисплеем

№	Типы	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ
1	MP7ER	от 1.33·10 ⁻⁶ до 1	±(3550)	«Televac a Division of the Fredericks Company», CIIIA	66274-16
	MP7FR	от 1.33·10 ⁻⁸ до 1	±(3570)		
2	MP2AR	or $1.33 \cdot 10^{-1}$ $do 2.67 \cdot 10^3$ $\pm (20100)$ \ll or $1.33 \cdot 10^{-1}$ $do 1 \cdot 10^5$ $\pm (15100)$ \ll	«Televac a Division	65109 16	
	MP4AR, MX4A		±(15100)	Company», CIIIA	03178-10
3	CC-10	от 1.33·10 ⁻⁷ до 1·10 ⁵	±(3570)	«Televac a Division of the Fredericks Company», CIIIA	65023-16

Таблица 6. Метрологические характеристики электронных вакуумметров

N⁰	Тип	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ФИФ
1	ERSTEVAK	от 5·10 ⁻⁸ до 1·10 ⁵	±(1040)	Компания «Thyracont Vacuum Instruments GmbH», Германия	64910-16

8. Вакуумметры инверсно-магнетронные

Метрологические характеристики инверсно-магнетронных вакуумметров приведены в табл. 7.

9. Вакуумметры комбинированные

Метрологические характеристики комбинированных вакуумметров приведены в табл. 8.

10. Датчики вакуумные

Датчики вакуумные представляют собой комбинированные приборы, в которых в одном корпусе объединены два преобразователя: с использованием теплопроводности газа и ионизации газа с помощью тлеющего разряда.

Метрологические характеристики вакуумных датчиков приведены в табл. 9.

11. Установки вакуумметрические

Принцип действия установок вакуумметрических основан на передаче размера единицы давления поверяемым (калибруемым) вакуумметрам методом непосредственного сличения с показаниями эталонных вакуумметров, входящих в состав установок.

Метрологические характеристики вакуумметрических установок приведены в табл. 10.

N⁰	Тип	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ	
1	MPG400	от 5·10 ⁻⁹ до 1·10 ³	±30	Фирма INFICON, Лихтейнштейн	63642-16	
	<i>Таблица 8.</i> Метр	ологические харак	теристики комбини	рованных вакууммет	гров	
N⁰	Тип	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ	
1	PCG	от 5·10 ⁻² до 1.0·10 ⁵	±(2.550)	Компания «INFICON AG», Лихтенштейн	67379-17	
	Таблица 9. Метрологические характеристики вакуумных датчиков					
N⁰	Тип	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ	
1	Датчики вакуумные комбинированные VSM (9 модификаций)	от 5·10 ⁻⁷ до 1·10 ⁵	±(5070)	Thyracont Vacuum Instruments GmbH, Германия	78823-20	
Таблица 10. Метрологические характеристики вакуумметрических установок						
№	Типы	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ	
1	Установка вакуумметрическая эталонная 2-го разряда УВЭ-3	от 1·10 ⁻⁵ до 1.06·10 ⁵	±(1015); выше 6.65 · 10 ³ Па абсолютная погрешность ±665 Па	ООО «Оптимальный Вакуум», г. Санкт-Петербург	79069-20	
2	Установка вакуумметрическая эталонная 2-го разряда УВЭ-3 Установка	от 1·10 ⁻⁵ до 1·10 ³	±(1015)	ООО «Оптимальный Вакуум», г. Санкт-Петербург	67537-17	
3	вакуумметрическая эталонная 2-го разряда УВЭ-3	от 1·10 ⁻⁵ до 1·10 ³	±(1015)	«Оптимальный Вакуум», г. Санкт-Петербург	67536-17	
4	Установка вакуумметрическая эталонная 2-го разряда УВЭ-3	от 1·10 ⁻⁵ до 1·10 ³	±(1015)	ООО «Оптимальный Вакуум», г. Санкт-Петербург	67535-17	

Таблица 7. Метрологические характеристики инверсно-магнетронных вакуумметров

12. Выводы

Указанные выше СИ могут применяться в сфере государственного регулирования с 2016 года.

Также следует отметить, что с 2016 года, к сожалению, в основном проходили испытания СИ зарубежного производства.

В настоящее время ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» разрабатывает отечественные современные вакуумметры с преобразователями на основе технологии МЭМС.

Литература

- [1] Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (ред. от 27.12.2019)
- [2] Анцукова А И, Горобей В Н, Пименова А А, Фомин Д М и Чернышенко А А 2018 Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2018» (Санкт-Петербург: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 113-7

Испытания современных течеискателей, потокометрической установки и гелиевых течей с целью утверждения типа за последние 5 лет

В. Н. Горобей, И. И. Родинов, Д. М. Фомин, А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: <u>V.N.Gorobey@vniim.ru</u>, <u>rii@vniim.ru</u>, <u>vacuum@vniim.ru</u>

Аннотация. В статье приведены данные о современных средствах измерений, предназначенных для контроля герметичности, поверки и калибровки средств измерений потока газов в вакууме.

1. Введение

Согласно [1] (глава 3, статья 11) утверждение типа средств измерений (далее – СИ) является одной из форм государственного регулирования в области обеспечения единства измерений.

Решение об утверждении типа СИ принимается Федеральным органом исполнительной власти (Росстандартом) на основании положительных результатов испытаний СИ в целях утверждения типа ([1], глава 3, статья 12, пункт 2). Сведения об утвержденных СИ вносятся в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ).

Утвержденные типы СИ удостоверяются свидетельством об утверждении типа средств измерений. Срок действия свидетельства СИ серийного производства – 5 лет, ограничение срока не распространяется на СИ, утверждаемые как единичные образцы.

Сведения о СИ, которые прошли испытания с целью утверждения типа с 2007 по 2018 годы, приведены в [2].

2. Основная часть

На базе ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» проводились испытания течеискателей, потокометрической установки и гелиевых течей производителей из разных стран. В результате были получены метрологические характеристики испытуемых СИ. Типы СИ, диапазон измерений и пределы допускаемой относительной погрешности приведены в табл. 1.

3. Установка вакуумная потокометрическая эталонная УВПЭ

Установка УВПЭ разработана в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и является единственной в стране установкой, которая прошла испытания с целью утверждения типа СИ и внесена в ФИФ.

Установка вакуумная потокометрическая эталонная предназначена для измерения потока газа в вакууме, а также для поверки (калибровки) мер потока (гелиевых течей).

Установка представляет собой вакуумную систему с измерительным и сравнительным объемом, к которым присоединены два эталонных вакуумметра, масс-спектрометрический компаратор, эталонные меры потока газа в вакууме, являющиеся основными метрологическими узлами установки и обеспечивающие диапазон ее измерений.

Установка реализует два принципа измерений:

• принцип накопления, основанный на измерении эталонными вакуумметрами изменений абсолютного давления во времени в измерительном объеме установки;

• принцип компарирования, основанный на сравнении при помощи массспектрометрического компаратора измеряемого потока газа (гелия) от поверяемой (калибруемой) течи с известным потоком газа (гелия) от эталонной меры потока газа в вакууме.

N⁰	Типы	Диапазон измерений, Па·м ³ /с	Относительная погрешность ^а , %	Изготовитель	№ФИФ
1	Течеискатели PHOENIX модификаций Quadro, Quadro dry, Magno, Magno dry, Vario	от 1·10 ⁻¹² до 1·10 ⁻²	±(0.15+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Компания Leybold GmbH, Германия	78615-20
2	Меры потока (течи гелиевые) Гелит 1, Гелит 2	от 3·10 ⁻¹¹ до 2·10 ⁻⁸	±(1520)	Саранский филиал АО «НИИ технической физики и автоматизации», г. Саранск	78607-20
3	Течеискатели G861XX	от 1·10 ⁻¹¹ до 1·10 ⁻⁴	±(0.30+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Фирма «Agilent Technologies LDA Sdn», Малайзия	77140-19
4	Течеискатели ТИ1-50И	от 5·10 ⁻¹³ до 1·10 ⁻⁵	±(0.30+Q _{нпи/} /Q _{изм})·100	АО «Завод «Измеритель», г. Санкт-Петербург	58067-19
5	Течеискатели HELIOT 900	от 5·10 ⁻¹³ до 1·10 ⁻²	$\pm (0.15 + Q_{\text{HTIM}}/Q_{\text{M3M}}) \cdot 100$	«Ulvac, Inc.», Япония	70152-18
6	Течеискатель HLT 570	от 1·10 ⁻¹² до 1·10 ⁻⁵	±(0.15+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Фирма «Pfeiffer Vacuum GmbH», Германия	69548-17
7	Течеискатели серии MSE	от 1·10 ⁻¹² до 1·10 ⁻²	±(0.30+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Shimadzu Corporation, Япония	68915-17
8	Установка вакуумная потокометри- ческая эталонная УВПЭ	от 1·10 ⁻¹¹ до 1·10 ⁻⁵	±(510)	ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», г. Санкт-Петербург	67708-17
9	Течеискатели серии VS	от 5·10 ⁻¹³ до 1·10 ⁻⁵	±(0.30+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Фирма «Agilent Technologies Bayan Lepas Free», Малайзия	66313-16
10	Течеискатели серии PHOENIX L300i	от 5·10 ⁻¹³ до 1·10 ⁻²	±(0.15+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Leybold GmbH, Германия; Oerlikon Leybold Vacuum GmbH, Германия	65470-16
11	Течеискатели LDS3000, Modul1000	от 5·10 ⁻¹³ до 1·10 ⁻²	±(0.15+Q _{нпи} /Q _{изм})·100	Компания Inficon GmbH, Германия	63679-16

 $^{a}Q_{_{H\Pi u}}$ – значение нижнего предела измерений, $Q_{_{ИЗM}}$ – значение измеренного потока, $\Pi a \cdot M^{3}/c$

Конструктивно установка выполнена в общем металлическом передвижном корпусе. Управление установкой осуществляется с помощью органов управления, расположенных на панели ее корпуса.

Внешний вид установки приведен на рис. 1.



Рис. 1. Внешний вид установки

В настоящее время ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» ведет разработку установки вакуумной потокометрической эталонной нового поколения.

4. Выводы

Указанные выше течеискатели, потокометрическая установка и гелиевые течи могут применяться в сфере государственного регулирования.

Следует отметить, что за последние 5 лет на испытания с целью утверждения типа в большинстве случаев представлялись СИ зарубежного производства за исключением трех СИ отечественного производства.

Литература

- [1] Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (ред. от 27.12.2019)
- [2] Анцукова А И, Горобей В Н, Пименова А А, Фомин Д М и Чернышенко А А 2018 Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ 2018» (Санкт-Петербург: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 111-2

Некоторые вопросы совершенствования установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1

Д. Е. Сенатов, А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: d.e.senatov@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. Отмечен рост числа поверямых и калибруемых во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» вакуумметров. Результаты высоковакуумных ланного исследования представлены в статье в виде диаграммы. Для поверки высоковакуумных и сверхвысоковакуумных вакуумметров во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» используется установка эталонная 1-го разряда вакуумметрическая редукционная ВОУ-1 (далее – установка). В статье приведены характеристики установки и ее принципиальная схема, описываются методы измерений, которые реализуются установкой, приведены формулы расчета давления для этих методов. Представлен внешний вид установки. Приведен перечень запланированных во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» работ по совершенствованию установки. Совершенствование направлено в первую очередь на повышение точности установки и расширение ее диапазона измерений. В заключении представлены уже ведущиеся работы, направленные на совершенствование установки.

1. Введение

В настоящее время растет количество выпускаемых и используемых в промышленности высокоточных средств измерений (далее – СИ) низких абсолютных давлений – вакуумметров, – соответственно, растет и потребность в их поверке и калибровке. По данным ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в период с 2010 по 2019 годы количество поверок высоковакуумных вакуумметров увеличилось с 21 до 279 штук в год. На рис. 1 приведена диаграмма роста количества поверяемых приборов по годам.





Для большинства вакуумметров интервал между поверками составляет один год. В настоящее время в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» для поверок высоковакуумных вакуумметров используется установка эталонная 1-го разряда вакуумметрическая редукционная ВОУ-1 (далее – установка), созданная в 70-х годах прошлого века.
2. Основная часть

Установка предназначена для поверки и калибровки всех существующих типов вакуумметров в диапазоне давлений от 1.0·10⁻⁷ до 1.00·10³ Па.

Вакуумная принципиальная схема установки приведена на рис. 2.



Рис. 2. Принципиальная схема установки

На рис. 2 представлены: N1 – насос НВР-БД; P1,P9,P12 – преобразователь ПМТ-2; VП1, VП15 – клапан ДУЗМКН-II; VП2 – клапан КМУ-32; VП3, VП12, VП13 – вентиль ВЭП-26; N2 – насос H-0,5; BL1 – ловушка ЛА-160; N3 – насос ЭГИН 1,5/0,3; VП4 – вентиль ДУ100ТрУ; CV1 – камера низкого давления; P2 – преобразователь МИ-12-8; P3 – преобразователь МИ-27; P4 – преобразователь ЛМ-32; A1,A2 – диафрагма; P5, P6, P7, P8 – преобразователи ПМИ-2, МИ-27, ПММ-14М-И; CV2 – градуировочная камера; VП 9, VП10, VП17 – вентиль УРС-6НЖ; VП5 – натекатель; VП6 – вентиль ВРП2-25; VП11 – вентиль ВЭП-50; VП7 – натекатель №6005; CV3 – камера исходного давления; VП8 – кран; CV4 – объем; P10 – компрессионный манометр; P11 – микроманометр ОМ-2; BL2 – ловушка ЛА-85; N4 – насос H-1C-2; VП14 – клапан КМУ-20; N5 – насос HBM1-2; VП16, VП18, VП19, VП20 – вентили; VП21 – кран.

Установка реализует несколько принципов измерений:

• в диапазоне давлений (1.00·10³...1.33) Па применяется метод непосредственного сличения. В данном методе эталонный и поверяемый прибор устанавливают на камеру в положения, симметричные относительно откачивающего отверстия, и сравнивают их показания;

• в диапазоне давлений (1.33...1.33·10⁻²) Па применяется метод статического расширения. Метод основан на принципе изотермического расширения газа. Известный малый объем CV4 с относительно высоким давлением, измеренным по абсолютному манометру P10, соединяют с большим известным объемом CV3, давление в котором должно быть на два порядка ниже требуемого по условиям поверки. Давление рассчитывается по закону Бойля-Мариотта.

Давление после расширения определяется по формуле:

$$P_{\rm x} = P_1 \cdot \frac{V_1}{V_1 + V_2},\tag{1}$$

где P_1 – давление в объеме образцового компрессионного манометра и в камере исходного давления до расширения; V_1 – объем камеры образцового компрессионного манометра; V_2 –

объем камеры исходного давления; $V_1 + V_2 -$ объем после расширения. Рассчитанные значения P_x сопоставляются с показаниями поверяемого вакуумметра.

В диапазоне давлений $(1.33 \cdot 10^{-2} ... 1.0 \cdot 10^{-7})$ Па применяется динамический метод редукции. Метод основан на понижении давления газа, происходящем при установившемся течении газа через отверстия с известными проводимостями. В камере исходного давления CV3 устанавливается давление P_0 при помощи натекателя VП7 и насоса N3, откачивающего камеру через диафрагму A2, камеру CV2 через диафрагму A1. Одновременно работает механический насос N5. В градуировочной камере CV2 к которой подсоединен поверяемый вакуумметр, давление P рассчитывается по формуле:

$$P = K_{\rm yct.} \cdot P_0 + P_{\rm H},\tag{2}$$

где *К*_{уст.} – постоянная установки, рассчитываемая по формуле:

$$K_{\rm yct.} = U_0 / U, \tag{3}$$

где U_0 , U – проводимости диафрагм A2 и A1; $P_{\rm H}$ – давление в камере CV1.

Данный метод реализуется при постоянной температуре и при условии молекулярного режима течения газа.

Рассчитанные значения *P*_x сопоставляются с показаниями поверяемого прибора.

Технические характеристики установки приведены в табл. 1.

Общий вид установки приведен на рис. 3.

Таблица .	1.	T	ехнические	харан	стерис	тики	уста	IHOBH	٢И
-----------	----	---	------------	-------	--------	------	------	-------	----

Наименование характеристики	Значение		
Предельное остаточное давление, Па	5·10 ⁻⁸		
Пределы измерений давления, Па	$1.0 \cdot 10^{-7} - 1.00 \cdot 10^{3}$		
Пределы допускаемой относительной погрешности	±(73) %		
Питание установки:			
напряжение, В	380/220		
частота, Гц	50		
Потребляемая мощность, кВт	4		
Габаритные размеры установки, мм	1600; 800; 1850		
Масса, кг, не более	550		
Ресурс установки, ч	40000		



Рис. 3. Общий вид установки

3. Перечень работ по совершенствованию

В целом в настоящее время существует необходимость в совершенствовании и разработке новых поверочных установок 1 разряда для обеспечения поверочных работ для растущего числа высокоточных СИ низких абсолютных давлений.

В рамках совершенствования запланированы следующие работы:

• заменить вакуумный диффузионный паромасляный насос НВДМ-160 турбомолекулярным. Благодаря этому решится проблема с загрязнением парами масла;

• оснастить установку собственными эталонными приборами 1 и 2 разряда, так как компрессионный манометр (на рис.1 Р10) и микроманометр ОМ-2 (на рис.1 Р11) морально и физически устарели;

• заменить устаревшие клапаны и фланцевые соединения на современные. Это снизит предельное остаточное давление за счет уменьшения числа соединений, вследствие чего расширится диапазон измерений и снизится погрешность измерений, а также упростит работу с установкой и снимет необходимость изготовления переходников;

• оснастить установку системой контроля температуры. Это позволит учитывать влияние изменений температуры при расчетах и, соответственно, повысит точность измерений;

• реализовать метод статического расширения на новой компонентной базе с автоматической задачей давления.

Следует отметить, что в ведущих метрологических институтах, таких как Physikalisch-Technische Bundesanstalt (РТВ, Германия) и The National Institute of Standards and Technology (NIST, США) в аналогичных установках вместо диафрагм используют потокомеры. Такие установки имеют более высокую точность измерений. Реализация этого принципа также запланирована в ходе совершенствования.

По итогу совершенствования улучшатся метрологические характеристики установки, а также снизится сложность ее эксплуатации.

4. Выводы

Исследование современного состояния установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1 позволило инициировать следующие работы по совершенствованию эталонной базы ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в области вакуумных измерений:

- обзор-анализ существующих СИ и средств откачки;
- теоретические исследования и расчеты метрологических характеристик установки после совершенствования;
- подготовка документации для инициирования работ по совершенствованию.

Литература

- [1] РМГ 29-2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения
- [2] Фомин Д М и Чернышенко А А 2017 Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XII международной научно-технической конференции, ред Нестеров С Б сс 67-71
- [3] Розанов Л Н 1990 Вакуумная техника изд 2 (Москва: Высшая школа)

Моделирование сверхзвуковых струй космических аппаратов в вакууме на малогабаритных лабораторных установках

А. Е. Зарвин, К. А. Дубровин, А. С. Яскин, В. В. Каляда, В. Э. Художитков

Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: <u>zarvin@phys.nsu.ru</u>

Аннотация. Представлен опыт моделирования сверхзвуковых струй разреженных газов, истекающих в вакуум или сильно разреженную среду любого заданного газового состава, а также взаимодействующих потоков из блоков сопел на разработанных в Новосибирском государственном университете экспериментальных установках. Приведены примеры визуализации сложных разреженных течений, результатов измерений методами электронно-пучковой спектроскопии и молекулярно-пучковой масс-спектрометрии плотности и состава потоков при разных условиях истечения. Обсуждены проблемы валидации полученных экспериментальных данных, проблемы и возможности моделирования натурных условий на малогабаритных лабораторных установках, условия и параметры подобия модельных и реальных течений.

1. Введение

Перспективы развития аэрокосмической техники в настоящее время связаны с разработкой нового поколения космических аппаратов. Это касается как транспортных кораблей для достижения планет, так и микроаппаратов формата SmallSat и CubeSat. Активно обсуждается проблема создания новых типов двигателей управления и ориентации. Создание таких аппаратов невозможно без решения ряда фундаментальных научных задач газовой динамики высокоскоростных потоков, которые являются критически важными для создания будущих образцов аэрокосмической техники. Лабораторное моделирование в этой области позволит воспроизвести и изучить распределение течений, газодинамическое взаимодействие струй между собой и с элементами конструкции космических аппаратов.

Экспериментальное исследование работы реальных двигателей космических аппаратов в условиях вакуума требует огромных материальных и финансовых затрат. Для моделирования распределения натурных струйных течений от двигателей и исследования обтекания аппаратов разреженными газами во второй половине прошлого столетия в Новосибирске под руководством Алексея Кузьмича Реброва были созданы крупные высокопроизводительные вакуумные установки и комплексы [1–2]. Еще ранее подобные работы начались в Ленинграде под руководством Сергея Васильевича Валландера [3]. Однако сложность эксплуатации таких комплексов, необходимость больших капитальных вложений для их модернизации и оснащения современными вакуумными откачными системами и средствами диагностики, высокая стоимость каждого экспериментального запуска привели к поиску более простых и дешёвых вариантов экспериментальных исследований интересующих процессов.

Нами рассмотрена возможность экспериментального моделирования истечения сверхзвуковых струй из сопел космических аппаратов в условиях вариации давлений разреженной среды и разных составов газовых атмосфер на компактных малогабаритных экспериментальных установках с ограниченной производительностью вакуумных откачных систем. В настоящей работе изложен опыт отдела прикладной физики Новосибирского государственного университета по использованию различных вариантов эксплуатации таких установок для моделирования газодинамических струй, предложены пути решения возникающих проблем, приведены методики измерений, используемые в экспериментах. Оборудование использовано для моделирования процессов, сопутствующих истечению газов

из сверхзвуковых сопел, полей течения газовых струй из одиночного сопла и многосоплового блока в вакуум или сильно разреженное пространство.

2. Экспериментальное оборудование и методики

Исследования проведены на многофункциональном газодинамическом стенде ЛЭМПУС-2 отлела прикладной физики Новосибирского государственного университета [4], предназначенном, в частности, для работы при повышенных расходах газа с сохранением высокого разрежения в рабочей камере. Установка обеспечена высоковакуумными высокопроизводительными и безмасляными насосами, позволившими достичь предельной массовой скорости вакуумной откачки по диоксиду углерода при стационарном истечении струй ~ 0.2 г/с, при импульсном – до 1 г/с при давлении окружающего пространства ниже 0.1 Па. Проведение экспериментов на установке требует на порядки меньших затрат энергии и расходуемых материалов, чем на известных крупных газодинамических установках второй половины и конца 20-го века, как в непрерывном, так и в импульсном режимах. Моделирование истечения сверхзвуковых струй газов и газовых смесей проводилось с использованием миниатюрных сопел субмиллиметрового размера. Внешний вид установки, а также части оборудования, размещенного внутри вакуумной камеры, приведены на рис. 1.





Рис. 1. Стенд ЛЭМПУС-2: (а) – вид сверху на камеру расширения; (б) – вид через открытый люк

Моделирование на экспериментальных установках требует определения условий истечения струй двигателей космических аппаратов по параметрам сверхзвуковых сопел и рабочих газов. Реальные ракетные струи являются источниками высокотемпературных продуктов горения, воспроизведение для которых отношения удельных теплоемкостей при переходе к «холодным» потокам модельного газа практически нереализуемо. Поэтому для лабораторных экспериментов необходимо найти критерии подобия, по которым можно было бы осуществить приближенное моделирование натурного процесса. Принято выбирать геометрию сопла, число Маха на срезе сопла, род газа, его температуру, давление торможения, давление в выходном сечении сопла, расход газа при истечении в вакуум или степень нерасчетности при истечении в затопленное пространство, угол раствора сопла.

Наиболее серьезные проблемы возникают при выборе моделирующего газа, отношение удельных теплоемкостей $\gamma = c_p / c_v$ которого могло бы соответствовать γ высокотемпературных продуктов сгорания. Несоответствие этого параметра натурному у модельного газа приводит к значительным погрешностям. В [5] предложен переход к интегральным параметрам подобия, дающим возможность обойти влияние γ на результаты моделирования. Показано, что параметрами подобия для струй, истекающих в вакуум или сильно разреженное пространство, являются значение относительного импульса газа на срезе сопла и характерный угол поля течения. При соблюдении предложенных параметров модельная струя воспроизводит геометрию поля течения натурной струи, т.е. реализуется подобие в распределении основных параметров течения газа.

3. Опыт Новосибирского государственного университета

Аппаратура и диагностические методы, использованные на стенде ЛЭМПУС-2, основаны на визуализации струй с фиксацией фотографического изображения, спектроскопических методах измерения параметров полей течения при электронно-пучковом возбуждении газа, истекающего из неподвижного или перемещаемого по заданной программе сопла, а также молекулярно-пучковых методах. В работе рассмотрен ряд вариантов исследования газовых потоков: фотометрия изучаемых струй; получение плоских продольных и поперечных срезов газовых потоков, а также полей плотности с помощью современной сканирующей системы с представлением полученных результатов в виде иллюстративного материала; измерение полей плотности в струях с помощью электронно-пучковой спектроскопии, измерение донного давления на стенку форкамеры сопла или соплового блока, определение скорости, поступательной температуры и массового состава исследуемых потоков молекулярно-пучковой аппаратурой.

В модельных экспериментах используются холодные газовые потоки, соответственно, не светящиеся. В то же время, при истечении в вакуум в сверхзвуковых струях быстро падает плотность, вследствие чего теневые методы исследования, широко применяемые в аэродинамических трубах при моделировании течений при давлениях, соответствующих малым высотам земной атмосферы, оказываются непригодными. Поэтому для визуализации таких потоков необходимо возбуждение излучения в струе. В качестве источника возбуждения в большинстве случаев используют высоковольтный электронный пучок [6]. Электронный луч электронно-оптической системы стенда фокусировался до диаметра менее 1 мм. Это позволило получать физически тонкие продольные и поперечные сечения струи для определения их локальной плотности. Для визуализации поля течения струй газов также разработана система диагностирования с использованием современного сканера. Такая система позволила получать развертку изображения газовой струи непосредственно в ходе экспериментов.

3.1. Фотометрия. Поскольку электронами с энергией свыше 1 кэВ в газах возбуждаются в том числе долгоживущие уровни, спонтанное излучение можно наблюдать на протяжении всей струи. Вероятность возбуждения при столкновении электронов с атомами или молекулами струи низка, поэтому для более интенсивного свечения электронный пучок максимально приближают к срезу сопла, в область более высокой плотности газа. Пример такой визуализации приведен на рис. 2 Здесь показано свечение струи азота, истекающей из одиночного сверхзвукового конического сопла. Результат получен при давлении торможения $P_0 = 200$ кПа, давлении фонового газа $P_h = 8.7$ Па. Параметры возбуждающего электронного пучка: энергия электронов $E_e = 10$ кэВ, ток пучка $I_e = 17$ мА. Электронный пучок намеренно расфокусирован для расширения области первичной засветки. В левой части фотографии хорошо видны элементы форкамеры сопла. На изображении нанесены габаритные размеры отдельных элементов. Наблюдается веретенообразная структура сверхзвуковой струи, зона смешения (более яркие полосы по бокам), Х-образная конфигурация, замыкающая первую бочку. Однако следует учитывать, что фотографирование ведется сбоку, и хотя электронный пучок пересекает струю перпендикулярно оси, оценке реальной яркости свечения на разных участках струи препятствует засветка от боковых кромок. Как показал опыт, такие фотографии дают информацию только о форме моделируемых течений, и не могут быть использованы для количественных измерений параметров струй, кроме их геометрических параметров [7].



Рис. 2. Сверхзвуковая струя азота. Засветка высоковольтным электронным пучком. L, D – продольные и поперечные размеры известной части сопла (для масштаба); X_j, Z_j – продольный и поперечный размеры первичной сверхзвуковой струи

Иную картину можно наблюдать при использовании хорошо сфокусированного электронного пучка в режиме модулированной развертки. В этом режиме электронный пучок колеблется относительно перпендикулярного к оси струи положения по программе, заданной отклоняющей системе, в пределах нескольких градусов. Фотография интенсивности излучения, возбуждаемого узким электронным лучом в продольном или поперечном сечении, при соответствующей градуировке и учете краевых эффектов дает информацию о распределении излучателей в выделенной полосе. При перемещении струи в новые положения и повторениях измерительного процесса можно получить изображение продольного или поперечного среза струи в единицах интенсивности излучения или, при градуировке, распределения плотности в струе. Пример изображения сверхзвуковой струи, полученной описываемым методом, при истечении в вакуум, приведен на рис. 3.



Рис. 3. Составное изображение струи аргона, «сшитое» из фотографий, полученных сканированием потока в продольном сечении. Минимальная ширина развертки луча 20 мм; шаг сканирования 10 мм; $P_0 = 1200 \,\mathrm{kTa}$; $P_h = 0.4 \,\mathrm{Ta}$; $T_0 = 295 \,\mathrm{K}$; $E_e = 10 \,\mathrm{ks}$; $I_e = 25 \,\mathrm{mA}$

Несмотря на достаточно грубую сшивку, по таким фотографиям можно определять соотношение интенсивностей свечения, по которому, в свою очередь, при соответствующей градуировке, соотношение плотностей в потоке.

3.2. Спектроскопия. Другой известный способ определения плотности в струях состоит в использовании спектральных измерений интенсивности свечения на выбранной длине волны (для атомарных газов) или интегральной интенсивности колебательной полосы (для молекулярных газов). Условием, сильно ограничивающим выбор участка спектра, является отсутствие перекрытия другими полосами, либо другим газом в случае истечения смесей. Тем не менее, в ряде случаев такие измерения достаточно точны. Иллюстрацией может служить рис. 4, на котором приведены отградуированные измерения продольных профилей плотности молекулярного азота при истечении из звукового сопла при разных значениях P₀. В сравнении с изэнтропическим расчетом по эмпирической формуле [8].



Рис. 4. Влияние давления P_0 на распределение численной плотности азота на оси струи. Звуковое сопло $d_* = 0.5$ мм.

3.3. Сканирование. Фоторегистрация продольных и поперечных сечений сверхзвуковых потоков начала использоваться при исследованиях газодинамики сверхзвуковых струй вскоре после применения высоковольтных хорошо сфокусированных пучков электронов для локальных измерений плотности разреженного газа [9]. Нами предложен и осуществлен переход на современную технику регистрации. В качестве детектора излучения использован ручной сканер изображения, представляющий собой линейку фотодатчиков длиной около 200 мм, обеспечивающую разрешение до 900×900 dpi. Запись информации осуществляется на SD-карту. Формируется файл с цифровыми данными, которые могут быть представлены как в

виде изображения светящегося объекта, так и в виде графиков изменений плотности для выбранной координаты. Пример таких изображений при истечении газа через квадратную компоновку сверхзвуковых газовых источников представлен на рис. 5.



Рис. 5. Сканированные изображения продольного (а) и поперечного (b) сечений составной струи, истекающей из квадратной сборки сопел

3.4. Молекулярно-пучковые методы. Корректное скиммирование молекулярного пучка из сверхзвукового потока позволяет регистрировать функцию распределения скоростей молекул и, соответственно, скорость и поступательную температуру [10], а с помощью массспектрометра – и массовый состав [11] в исследуемой струе. В докладе рассмотрены примеры измерений сверхзвуковых потоков различного состава с помощью молекулярно-пучковой массспектрометрии в сочетании с электронно-пучковой спектроскопией.

4. Выводы

Продемонстрированы возможности использования диагностики сверхзвуковых потоков, истекающих из одиночных сопел и сопловых блоков в вакуум, сильно разреженное, а также затопленное пространство, на малогабаритной экспериментальной установке с целью моделирования разрабатываемых авиационно-космических систем нового поколения

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Прикладная физика» физического факультета НГУ при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, номер проекта FSUS-2020-0039.

Литература

- [1] Bochkarev A A, Velikanov E G, at al 1974 Experimental Methods in Dynamics of Rarefied Gases, IT AS USSR, Novosibirsk 6-23.
- [2] Yarygin V N, Gerasimov Yu I, et al 2011 Thermophys. Aeromech18 333-58
- [3] Vallander S V 1963 Aerodynamic of Rarefied Gases, Leningrad, LSU 1 7-37.
- [4] Zarvin A E, Kalyada et al 2017 IEEE Trans. Plasma Sci.45 819-27
- [5] Gerasimov Yu I and Yarygin V N 2012Physical-Chemical Kinetics in Gas Dynamics13(2) 1-21
- [6] Schumacher B W and Gadamer E O 1958 Can. J. Phys. 36 659-71
- [7] Zarvin A E, Yaskin A S et al 2015 Tech. Phys. Let.41 1103-6
- [8] Ashkenas H Z and Sherman P S 1966 RGD Proc. 4th Int. Symp. Ed J. H. De Leeuw 2 84-9
- [9] Kislyakov N I, Rebrov A K and Sharafutdinov R G 1975 *J.Appl.Mech.Tech.Phys.*16 187-95.
- [10] Zarvin A E and Sharafutdinov R G 1977 Fluid Mech. Sov. Res. 6(5) 69-82
- [11] Zarvin A E, Kalyada V V and Khudozhitkov V E 2017 Thermophys. Aeromech24 671-81

Влияние больших кластеров на газодинамику сверхзвуковых потоков в разреженной среде

К. А. Дубровин, А. Е. Зарвин, А. С. Яскин, В. В. Каляда

Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: <u>akdubr@gmail.com</u>

Аннотация. Обсуждены процессы формирования Ван-дер-Ваальсовых кластеров в сверхзвуковых газовых потоках, истекающих в разреженную среду. Рассмотрены необходимые условия формирования кластеров, методы измерения среднего размера и распределения кластеров по размерам в газовом разреженном потоке. Осуществлен разбор проблем, сопутствующих электронно-пучковой ионизации кластеров, в частности, при масс-спектрометрии кластеризованных потоков. Проиллюстрирован процесс внутрикластерного энергообмена в смесях конденсирующихся газов, приводящий, в том числе, к возможности инверсной накачки электронных уровней атомов. Продемонстрирована возможность селекции кластеров по размерам при помощи скиммирования молекулярного пучка. Показано влияние кластеров большого размера на форму и структуру сверхзвуковых потоков.

1. Введение

Ван-дер-Ваальсовые кластеры представляют собой ассоциаты газовых частиц, связанных потенциалом Леннарда-Джонса. Газовые кластеры вызывают интерес как с точки зрения их участия в физико-химических процессах, так и при использовании их в различных технологиях. Особенности свойств кластеров обусловлены прежде всего тем, что в них возрастает роль поверхностных частиц. Для кластеров малых размеров фактически все объединенные частицы оказываются поверхностными, чем объясняется их повышенная химическая активность. В технологических процессах полезным свойством является высокая удельная энергия больших кластеров, но, в то же время, малая энергия, требуемая для их диссипации. Данное свойство нашло применение в технологии гладкой полировки с использованием молекулярного пучка кластированных частиц [1]. Кластерные пучки используются также для изготовления тонких пленок, для получения новых материалов и в других подобных приложениях [2].

Формирование газовых кластеров в сверхзвуковых потоках происходит при определенных начальных параметрах истечения. Для их образования в сверхзвуковом потоке необходимы высокие давления и низкие начальные температуры. Также важным фактором является конфигурация сопла. Установлено, что наличие малой примеси легкоконденсирующегося газа в истекающей смеси может катализировать процесс кластерообразования на раннем этапе конденсации [3].

Одним из принципиально важных параметров при изучении и использовании кластеров является их средний размер или распределение по размерам. Известен ряд методик измерения размеров кластеров в газовом потоке: масс-спектрометрические [4–5], спектральные [6–8], электронно-дифракционные [9], комплексные [10]. Известны также предложения определять скоростное отношение из измерений поперечных профилей плотности молекулярного пучка, когда в предположении известной массы можно определить поступательную температуру [11], а при известной поступательной температуре – распределение масс частиц [12]. Предложенные экспериментальные методики в рамках своих ограничений позволяют определять средний размер кластеров $\langle S \rangle$. Однако, как показала практика, большинство экспериментаторов использует зависимость, предложенную О.Хагеной [13–14]. Согласно [14], зависимость среднего размера формируемых кластеров представляется в виде:

$$\langle S \rangle = b(\frac{\Gamma^*}{1000})^a,$$

где Γ^* – безразмерный параметр подобия конденсации, который является функцией параметров газа в источнике, формы сопла; *а* и *b* – константы. Для осесимметричного течения Γ^* имеет вид:

$$\Gamma^* = w P_0 d_{eq}^{\ q} T_0^{-q \frac{S-2}{4} - \frac{\gamma}{\gamma-1}},$$

где w и q – константы, зависящие от вида газа; s – число активных степеней свободы частицы. Предложенная О. Хагеной формула довольно точно описывает величину (S), а все вносимые в неё другими авторами поправки не дают существенных изменений в получаемый результат.

В настоящей работе продемонстрировано, что образование кластеров в потоке является искажающим фактором как для газодинамики, так и для энергообмена в сверхзвуковых потоках, истекающих в разреженную среду.

2. Описание экспериментального стенда

В отделе прикладной физики физического факультета Новосибирского государственного университета разработан и функционирует экспериментальный лабораторный стенд ЛЭМПУС-2 [15], предназначенный для изучения истечений газов и газовых смесей известного состава в вакуум или сильно разреженную среду. Принципиальная схема стенда представлена на рис. 1. Форкамера с соплом (1) располагается внутри камеры расширения (2) на собственном координатном устройстве. Конструкция форкамеры позволяет устанавливать сопла как звуковых, так и сверхзвуковых конфигураций. Истекающий из сопла газ образует сверхзвуковую струю (3). Вакуумная откачная система стенда включает высоковакуумные турбомолекулярные насосы на магнитном подвесе производства фирмы SHIMADZU с соответствующими форвакуумными безмасляными насосами фирм KASHIYAMA и ANEST IWATA, а также гелиевые криогенные насосы Стуо Тогт-8 фирмы HELIX TECHNOLOGY. Насосы установлены по схеме параллельного включения. Рабочий диапазон давления в фоновом пространстве вакуумной камеры: $10^{-4} - 10^2$ Па при расходе до 0,2 г/с в непрерывном и до 10 г/с в импульсном режиме истечения. При помощи источника электронов (4) в газовом потоке инициируется излучение, наблюдение за которым производится через оптическое окно (5) посредством установленной вариации оптической системы (6), которая может состоять из кварцевой линзы и спектрометра/сканера или фотоаппарата, установленного за окном.



Рис. 1. Схематическое изображение экспериментального комплекса ЛЭМПУС-2: 1 – форкамера с соплом, 2 – камера расширения, 3 – газовый поток, 4 – источник электронов, 5 – оптическое окно камеры расширения, 6 – оптическая система измерений

3. Обсуждение результатов

Ниже приведены иллюстрации эффектов, сопутствующих формированию кластеров в сверхзвуковых потоках, истекающих в разреженную среду, обнаруженные и идентифицированные авторами.

а. Снижение интенсивности излучения при применении электронно-пучковой диагностики для измерения локальной плотности в потоке конденсирующихся газов. Профили плотности сверхзвукового потока аргона, полученные из измерений интенсивности излучения частиц потока в соответствии с методикой, предложенной в [16], ложатся ниже эмпирикотеоретической зависимости [17], причем это отклонение увеличивается пропорционально росту давления P_0 . Данный эффект можно пояснить тем фактом, что, согласно [18], при столкновении с электроном в кластере возбуждается, а затем излучает лишь одна частица. Следовательно, кластер, состоящий порой из 1000 и более частиц, в данной методике воспринимается как один излучающий центр. Поскольку с ростом P_0 увеличивается доля конденсата в потоке и средний размер кластеров, это приводит к пропорциональному уменьшению интенсивности излучения.

б. Изменение структуры излучаемого спектра. В ходе проведения экспериментов было обнаружено, что при наличии в газе-носителе легко конденсирующихся примесей моносилана, метана или диоксида углерода в излучении аргона наблюдается инверсивный аномальный рост интенсивности излучения. На рис. 2 представлены зависимости интенсивности излучения, регистрируемой на длине волны 549.6 нм (нейтральный аргон – Ar-I), от величины $P_0 \cdot d_*$ в потоках аргона с добавлением примеси метана (а) и метана-моносилана (б) в газ-носитель в процентном отношении, не превышающем 5 %. Пунктирной линией обозначен линейный рост интенсивности излучения, наблюдаемый в потоке чистого аргона. Данный эффект наблюдается лишь на отдельных линиях излучения аргона.



Puc. 2. Рост интенсивности излучения (λ = 549.6 нм) в потоке аргона с добавлением примеси метана (а) и метана-моносилана (б) в сравнении с традиционным линейным

6. Искажение газодинамики потока. Эффект обнаружен при проведении фотометрических измерений диаметра веретенообразной струи аргона в её максимальном сечении Z_i при вариации начальных параметров истечения. Согласно [17] данный размер должен быть прямо пропорционален величине $d_*\sqrt{\frac{P_0}{P_h}}$. Данный факт подтверждается при вариации давления в фоновом пространстве P_h и фиксации остальных параметров истечения (см. рис. 3, а). Однако при проведении аналогичных измерений, но с вариацией давления торможения P_0 , выявляется нелинейность в данном процессе, связанная с тем, что, предположительно, коэффициент пропорциональности, предложенный в [17], не постоянен, а имеет зависимость от размеров образующихся кластеров или от доли конденсата.



Рис. 3. Аппроксимации полученных результатов по измерению диаметра традиционной струи в максимальном сечении *Z_j* при вариации *P_h* (a) и *P₀* (б)

г. Формирование вторичного кластерного потока. В условиях развитой конденсации (при формировании кластеров больших размеров) обнаружен дополнительный поток большего размера, чем традиционная «бочка». Пример визуализации обнаруженного нового эффекта в потоке аргона представлен на рис. 4. Для удобства визуализации эффекта, изображение разделено на фрагменты с сопоставимой интенсивностью излучения. Показано, что данный поток образуется за счёт кластеров большого размера, способных преодолеть боковые скачки традиционной струи и образовать собственный кластерный поток.



Рис. 4. Визуализация струи аргона, истекающей в условиях развитой конденсации

4. Заключение

В работе показано, что образование кластеров в сверхзвуковом потоке существенно влияет на газодинамику и энергообмен, что следует учитывать при работах с кластированными струями.

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Прикладная физика» физического факультета НГУ при финансовой поддержке РФФИ (грант № 20-01-00332\20).

Литература

- [1] Popok V N 2011 *Mater Sci Eng R* 72 137-57
- [2] Smirnov B M 2003 Physics Uspekhi 46 589-628
- [3] Zarvin A E, Korobeishchikov N G et al 2008 Eur Phys J D 49 101-10
- [4] Schutte S and Buck U 2002 Int J Mass Spectrom 220 183-92
- [5] Zarvin A E, Kalyada V V and Khudozhitkov V E 2017 Thermophys Aeromech 24 671-81
- [6] Chen G, Geng X, Xu H et al. 2013 AIP Adv. **3** 032133
- [7] Harnes J, Winkler M et al 2011 J Phys Chem A 115 10408-15
- [8] Bonnamy A, Georges R, Hugo E and Signorell R 2005 Phys Chem Phys 7 963–9
- [9] Danylchenko O G, Kovalenko S I et al 2015 Low Temp Phys 41 637-44
- [10] Gupta K C, Jha N, Deb P, Mishra D R and Fuloria J K 2015 J Appl Phys 118 114308
- [11] Zarvin A E and Sharafutdinov R G 1977 Fluid Mech Sov Res 6 83-9
- [12] Korobeishchikov N G, Roenko M A and Tarantsev G I 2017 J Clust Sci 28 2529-47
- [13] Hagena O F 1974 Phys Fluids 17 894-6
- [14] Hagena O F 1981 Surf Sci **106** 101-16
- [15] Zarvin A E, Kalyada V V, Madirbaev V Zh et al. 2017 IEEE Trans Pl Sci 45 819-27
- [16] Muntz E P, Marsden D J 1963 In.: Rarefied Gas Dynamics. 3rd Symposium. Ed. J A Laurmann. New York London, Acad. Press. 2 495-526
- [17] Ashkenas H Z and Sherman P S 1966 RGD Proc 4th Int Symp Ed J H De Leeuw Toronto, Acad Press 2 84-105
- [18] Haberland H 1985 Surface Science 156 305-312

Иммобилизация радиоактивного вакуумного масла в открытопористый стеклоуглеродный материал

А. Ю. Возлеева, Н. Т. Казаковский, В. А. Королев

Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский федеральный Ядерный Центр Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ»), 607188, Саров, Россия

E-mail: <u>staff@vniief.ru</u>

Аннотация. В работе рассмотрены вопросы обеспечения безопасной эксплуатации вакуумных установок при работе с радиоактивными материалами. Предложен формообразующий материал, эффективный для иммобилизации компаунда с отвержденными органическими радиоактивными отходами.

1. Введение

В современной науке и технике широко используются вакуумные технологии. Основные задачи, которые ставятся при проектировании и эксплуатации вакуумных систем – достижение высокой скорости откачки технологических линий и объемов при минимальном остаточном давлении. Однако при работе с радиоактивными материалами на первый план выдвигается обеспечение безопасности персонала и окружающей среды. Основополагающим принципом обеспечения безопасности при эксплуатации радиационно-опасных вакуумных установок является минимизация получаемых в результате их работы радиоактивных отходов (РАО) различных типов. В связи с тем, что в установках чаще всего используются масляные вакуумные насосы, ввиду их невысокой стоимости, продолжительного рабочего ресурса и ремонтопригодности, в процессе работы происходит накопление отработанного вакуумного масла, загрязненного радиоактивными компонентами. Большие проблемы при хранении создают РАО, содержащие в своем составе радиоактивный изотоп водорода (тритий) из-за высокой миграционной способности последнего: в результате изотопного обмена тритий заменяет нерадиоактивные атомы и беспрепятственно внедряется в биологические цепочки.

2. Проведенные исследования и полученные результаты

Один из принципов, который позволяет предотвратить распространение радионуклидов в окружающей среде – создание многобарьерной системы локализации РАО, которая подразумевает применение двух или более независимых барьеров для изоляции РАО от среды обитания человека. Барьерами являются: матричные материалы, контейнеры, буферные материалы, геологическая среда, в которой расположен могильник, и так далее [1]. Одним из таких барьеров, определяющих безопасность при хранении и транспортировании отходов, являются сами отвержденные РАО в виде компаундов. Требования к компаундам с РАО включают в себя, в частности, способность компаунда выдерживать тепловые и механические нагрузки, воздействие химических реагентов в течение длительного времени, а также противостоять рассеиванию радионуклида при нарушении целостности других защитных барьеров, в том числе и упаковочного контейнера.

Ранее авторами был предложен способ отверждения жидких радиоактивных отходов (ЖРО) вакуумного масла, где в качестве отвердителя используется смесь предельных углеводородов [2, 3]. Получаемый в итоге компаунд надежно фиксирует тритий и его соединения в своей структуре [4], однако обладает невысокой прочностью при механическом воздействии и низкой температурной устойчивостью.

С целью повышения данных характеристик для конечных блоков РАО, по мнению авторов, целесообразно проводить их иммобилизацию в формообразующий матричный материал, а также предусмотреть, при необходимости, дополнительное изолирующее покрытие. Компаунд, получаемый при отверждении ЖРО, является первым физическим барьером на пути распространения радионуклидов. Этот барьер должен соответствовать предъявляемым к нему законодательным требованиям по физической и химической устойчивости в процессе долгосрочного хранения, транспортировки и окончательного захоронения.

Способы иммобилизации органических ЖРО можно разделить на два направления: адсорбция сорбирующими материалами с последующей инкапсуляцией в матричный материал и закрепление радионуклидов пропиткой в предварительно подготовленной пористой матрице за счет создаваемого перепада давлений [5, 6]. В качестве сорбирующих материалов используют различные твердые материалы (глина, вермикулит, песок, земля, натуральные и синтетические волокна и т. д.). Для пропитки применяют капиллярно-пористые природные, цементные, керамические или полимерные матрицы, как природного происхождения, так и специально созданные.

Принципы обеспечения безопасности, принятые в мировой практике и отраженные в российском законодательстве, при обращении с источниками ионизирующего излучения на всех стадиях жизненного цикла, в качестве основного критерия приемлемости РАО выдвигают необходимость соблюдения определенных норм безопасности населения и окружающей среды [7]. С этой точки зрения иммобилизация ЖРО методом пропитки заранее подготовленных пористых матриц является более безопасной, так как уменьшается время контакта персонала с РАО, сокращается количество технологических операций, расширяется номенклатура кондиционируемых отходов и появляется возможность переработки смешанных ЖРО.

Перспективным матричным материалом для иммобилизации компаунда с отвержденными органическими ЖРО, является открытопористый стеклоуглеродный материал (ОСМ) [8]. Этот материал получают путем смешивания связующего (жидкая резольная фенолоформальдегидная смола) и порообразователя (насыщенный раствор щавелевой кислоты в многоатомном спирте). После отверждения смеси порообразователь экстрагируют, полученную заготовку сушат и карбонизируют в электропечи без доступа воздуха при температуре 850-900 °C. В результате образуется химически и термически стойкий, высокопористый углеродный материал, состоящий из углеродных нанопористых микросфер диаметром от 2 до 50 мкм с развитой удельной поверхностью. Причем, изменяя соотношение исходных компонентов можно получать материал с различной пористостью. В настоящей работе использовались образцы с пористостью от 30 до 60 %.

Для оценки эффективности иммобилизации ЖРО были выбраны следующие критерии: простота технологии пропитки, минимальная скорость выщелачивания трития из компаунда при длительном нахождении в контактном растворе, максимальная температура, при которой отсутствует рассеивание радионуклида.

Для оптимизации процесса пропитки были проведены сравнительные эксперименты: в первом случае образцы ОСМ пропитывали расплавом компаунда методом контактного смачивания, во втором образцы ОСМ погружали в расплав, осуществляя иммерсионную пропитку. При контактном смачивании подача расплава происходила как через верхнюю плоскость матричного блока, так и через его основание. Средний показатель наполнения образца компаундом составил 92 % от объема порового пространства. Разброс значений наполняемости матричного материала компаундом для всех образцов не превышал 1 % от среднего значения, независимо от высоты образцов, площади контакта с расплавом, общей площади поверхности и объема образцов. Полученные результаты сопоставимы с данными, полученными при иммерсионной пропитке ОСМ погружением образцов в расплав, что указывает на равномерное распределение компаунда по поровому пространству образцов. Для определения предела термической устойчивости иммобилизованного компаунда образцы ОСМ с различной пористостью (не менее трех каждого вида) были пропитаны имитатором компаунда. Далее образцы нагревали бесконтактным галогеновым нагревателем с контролем массы в интервале температур 90...130 °C, с шагом 5 °C, и выдержкой 30 мин на каждом шаге.

Выделение свободной жидкости для всех образцов начиналось при шаговом температурном переходе 120–125 °C. Учитывая, что минимальная температура кипения чистого вакуумного масла составляет ~140 °C, выделение жидкости в данном температурном диапазоне можно объяснить повышением давления внутри образца, создаваемым легкими фракциями масла, или за счет десорбции газовых примесей с поверхности.

В рамках настоящей работы проведены исследования по выщелачиванию трития из образцов отвержденного вакуумного масла, содержащего тритий. Для приготовления образцов использовалось отработанное тритийсодержащее вакуумное масло с удельной активностью $1,25 \times 10^5$ Бк/г. Для получения компаунда радиоактивное масло отвердили в массовой пропорции 50 % масла и 50 % отвердителя. Полученным компаундом пропитали прямоугольный образец из ОСМ со сторонами 30 мм × 30 мм и высотой 5 мм. Образец поместили в герметичную стеклянную емкость и залили контактным раствором (дистиллированная вода) объемом 50 мл, где выдерживали при температуре 23 ± 2 °C, с ежедневным отбором проб воды на сцинтилляционный анализ.

Интенсивное выщелачивание трития произошло в первые трое суток, а затем процесс практически прекратился. В связи с прекращением роста удельной активности контактного раствора, после 15 суток испытания были прекращены. Эти данные говорят о том, что выщелачивание трития происходит с поверхности и из ближайших приповерхностных слоев. В тонком слое иммобилизованного компаунда, тритийсодержащий материал занимает только часть объема слоя, а другую часть объема занимает инертный по отношению к тритию стеклоуглеродный материал, не накапливающий тритий и не участвующий в процессах его массопереноса. При контактном смачивании на поверхности образца образовалась пленка радиоактивного компаунда, из которой и происходит выщелачивание трития.

Далее образец разрезали на части, что позволило увеличить площадь контакта на 50 %. Последующие сцинтилляционные измерения удельной активности контактного раствора показали увеличение содержания в нем трития на 45 %. Данный факт является экспериментальным подтверждением вывода о поверхностном выщелачивании трития.

3. Заключение

Полученный формообразующий матричный материал равномерно пропитывается расплавленным компаундом во всех направлениях при контактном смачивании за счет воздействия капиллярных сил, что существенно упрощает технологию пропитки.

Гарантированный предел термической устойчивости формообразующего матричного материала с иммобилизованным компаундом составляет 110 °C. Данные результаты удовлетворяют критериям приемлемости, предъявляемым к радиоактивному содержимому и упаковкам с отвержденными ЖРО.

Полученные данные о кинетике выщелачивания трития из иммобилизованного в ОСМ компаунда на основе смеси предельных углеводородов, свидетельствуют только о поверхностных явлениях. После обеднения поверхностных слоев миграции трития из глубины к поверхности не происходит и выщелачивание прекращается.

Иммобилизация отвержденного радиоактивного масла в ОСМ позволяет обеспечить принцип многобарьерности и существенно улучшить характеристики получаемых РАО.

Литература

- [1] Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии. «Критерии приемлемости радиоактивных отходов для захоронения». НП-093-14. Утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2014 г. № 572.
- [2] Specific of oil vacuum rumps operation in handling radioactive materials. Kazakovsky N.T., Korolev V.A., IOP Conference series: Materials science and engineering, Institute of Physics Publishing. 2018.
- [3] New technologies of liquid radioactive waste conditioning. Kazakovsky N.T., Korolev V.A., Yukhimchuk A.A., Fusion science and technology, vol.76, April 2020.

- [4] Пат. 2165110 РФ. Способ отверждения органических жидких радиоактивных отходов. Казаковский Н.Т., Королев В.А., опубл. 21.05.2018.
- [5] Пат. 2654542 РФ. Керамическая губка для концентрирования и отверждения жидких особоопасных отходов и способ ее получения. Аншиц А.Г., Верещагина Т.А., Павлов В.Ф., Шаронова О.М., опубл. 10.04.2001.
- [6] Пат. 2197763 РФ. Способ отверждения жидких радиоактивных отходов и керамический материал для его осуществления. Орлов С.В., Куляко Ю.М., Мясоедов Б.Ф., Коломина М.В., Андрианов Н.Т., опубл. 27.01.2003.
- [7] Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии, «Сбор, переработка, хранение и кондиционирование жидких радиоактивных отходов. Требования безопасности», НП-019-15 от 10.08.2015г.
- [8] Пат. 2291103 РФ. Способ получения открытопористого стеклоуглеродного материала. Щучкин М.Н., Малинов В.И., Возлеева А.Ю., Морозова Е.В., опубл. 10.01.2004.

Контроль герметичности

Актуализация локальной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме

А. И. Анцукова, А. А. Пименова, А. А. Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: a.i.antsukova@vniim.ru, a.a.pimenova@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. Приведен проект актуализированной локальной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме.

1. Введение

Одним из актуальных разделов в области вакуумных измерений является область измерений потока газа в вакууме. В первую очередь это определяется требованиями безопасности эксплуатации технических объектов, создаваемых в высокотехнологичных отраслях науки и техники, таких, как авиакосмическая промышленность и атомная энергетика. Сегодня безопасность эксплуатации технических объектов в этих и многих других отраслях и технологиях во многом зависит от точности измерений потоков газов в вакууме. Создание, развитие и совершенствование новых технологий также требует повышения уровня метрологического обеспечения измерений потока газа в вакууме; в первую очередь – в части совершенствования и разработки эталонных средств обеспечения единства и требуемой точности измерений, а также разработки и актуализации необходимых правил и методик выполнения измерений. Одним из наиболее важных документов в области измерений потока газа является локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме, которая устанавливает средства, методы и точность при проведении поверки в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в Научно-исследовательском отделе государственных эталонов в области измерений давления. Данная поверочная схема регламентирует передачу размера единицы потока газа в вакууме от государственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме в диапазоне $10^{-12} - 1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВЭТ 49-2-2006), регистрационный номер эталона в ФГИС «Аршин» 2.1.ZZB.0032.2014 (далее по тексту – ГВЭТ 49-2-2006) рабочим средствам измерений, таким, как меры потока газа в вакууме и течеискатели масс-спектрометрические.

2. Основная часть

Для обеспечения прослеживаемости исходного эталона ГВЭТ 49-2-2006 к государственному первичному специальному эталону единицы давления для области низких абсолютных давлений в диапазоне 1,0·10⁻⁶...1,00·10³ Па в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» была разработана и утверждения Локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне 10⁻¹³–1 Па·м³/с.

Локальная поверочная схема (далее по тексту – ЛПС) оформляется в случае необходимости регламентировать передачу единицы величины от эталонов к средствам измерений и должна обеспечивать прослеживаемость исходных эталонов к государственным первичным эталонам единицы величины или к национальным первичным эталонам иностранных государств. ЛПС не должна противоречить требованиям государственной поверочной схемы тех же величин, по передаче единицы величины от исходного эталона средствам измерений, установленным требованиям по точности.

Содержание и построение ЛПС должны предусматривать:

- порядок передачи единицы от исходного эталона средствам измерений, имеющим более низкие показатели точности;
- обязательные требования к эталонам, включая показатели точности эталонов;



Рис. 1. Локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне 10⁻¹³–1 Па·м³/с

- метрологические характеристики средств измерений;
- методы и показатели точности этих методов.

Разработка ЛПС организуется в добровольном порядке владельцем исходных эталонов, эталонами и средствами измерений, на которые распространяются требования ЛПС. Необходимость оформления ЛПС определяется владельцем исходных эталонов, эталонов и средств измерений, может быть обусловлено не охваченной областью измерений государственными поверочными схемами.

Порядок утверждения ЛПС регламентируется положениями [1] в зависимости от области распространения. ЛПС согласуются с государственными научными метрологическими институтами или государственными региональными центрами метрологии, осуществляющими аттестацию исходного эталона данной ЛПС, или юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, осуществляющими поверку средства измерений, применяемого в качестве исходного эталона данной ЛПС.

Изменения ЛПС осуществляются организациями, их утвердившими.

В 2020 году была проведена актуализация Локальной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне 10⁻¹³–1 Па·м³/с. Актуализация проведена в соответствии с положениями [1].

Проект графической части ЛПС для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне 10⁻¹³–1 Па·м³/с приведен на рис. 1.

4. Выводы

Проект актуализированной ЛПС представлен для рассмотрения специалистами в области контроля герметичности. Авторы доклада будут благодарны за конструктивные замечания и предложения по содержанию и построению локальной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме.

Литература

[1] Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 11.02.2020 № 456 «Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины, формы извещения о непригодности эталона единицы величины к его применению»

Теоретические и экспериментальные исследования молекулярного (атомного) обмена на установке измерения и анализа остаточной газовой среды УИД-2

С. А. Бушин¹, С. Б. Нестеров²

¹ФГУП ВНИИА им. Н.Л. Духова, 127055, Москва, Россия, ул. Сущевская, д.22, ²АО Вакууммаш, Казань, Московское отделение, Россия

E-mail: vniia4@vniia.ru, 2009-01-07@mail.ru

Аннотация. Представлены результаты исследований массообмена в измерительном контуре установки УИД-2¹, состоящим из двух параллельно расположенных вакуумных трактов, в объемах которых размещены преобразователь полного давления и монополярный масс-спектрометрический датчик, ограниченные парами входных и выходных дифрагм. С использованием метода Монте-Карло получены оценки средней плотности распределения числа молекул в пределах заданных интервалов количества столкновений последних с поверхностями характерных размеров данных объемов. Экспериментальные результаты, полученные в пределах точности эксперимента, согласуются с расчетными данными относительно защитных свойств диафрагм, препятствующих негативному влиянию накаленного катода манометрического преобразователя на газовый состав аналитической навески, при количественном и качественном анализе остаточной газовой среды в ЭВП на основе реализации разрушающего метода.

При разработке измерительной вакуумной системы установки УИД-2 [1] для решения задачи по снижению взаимного влияния манометрического (ПМИ-27) и масс-спектрометрического (МХ-7304А) датчиков при их одновременной работе, а также обеспечению нормальных рабочих условий с выходом на установленные предельно-достижимые параметры требовалось проведение теоретического и экспериментального анализа в выборе наиболее приемлемых значений величин проводимостей диафрагм и их соотношений, удовлетворяющих поставленным задачам.

Подбор проводимостей диафрагм нужной величины во многом носил противоречивый характер и основывался на возможности многофункционального их использования:

1) установка пар диафрагм на пути движения истекающей из изделия газовой среды, разделенной на два параллельных независимых потока с величинами проводимостей на уровне $10^{-7} \dots 10^{-8}$ м³/с на ее входе (количественные оценки значений проводимостей входных диафрагм определялись с учетом принимаемых значений поправки δ_8 на откачивающее действие преобразователей давления $\approx 0.01-0.001$) и $10^{-4}...10^{-5}$ м³/с на выходе (следует из условия выполнения неравенства между проводимостью выходной диафрагмы и эффективной скоростью откачки Se в сечении за ней – 10^{-4} ... $10^{-5} << Se$), соответственно должна была скачкообразно снизить давления за выходными диафрагмами и перед ними. Это давало возможность преобразователям давления обеих камер и, особенно масс-анализатора, с верхним предельным давлением 10^{-3} Па в камере вскрытия, работать в регламентированном интервале рабочих давлений, при котором еще допустима электронная эмиссия с катода и существует линейная зависимость ионного тока на коллекторе ионов от концентрации исследуемого газа. При этом, однако, требовалось обеспечить поддержание относительно низкого уровня фонового остаточного давления, что при малых величинах выходных диафрагм, а,

¹ Установка измерения давления и анализа остаточной газовой среды в ЭВП [1]

следовательно, и малой скорости откачки камер было крайне затруднительным;

2) соотношение проводимостей пары устанавливаемых диафрагм, отличных друг от друга на три порядка, по предварительному мнению, должно было иметь аналогичную пропорциональную зависимость в вероятностном отношении, т.е. вероятность числа молекул, удаляемых из объема одной из измерительных камер, через выходную диафрагму и вероятность числа молекул, возвращающихся в объем реципиента (камеры вскрытия) через входную диафрагму, должны были также отличаться на три порядка в сторону большей вероятности для молекул, оказавшихся в сечении выходных диафрагм;

отличие выходной диафрагмы камеры ионизационного манометрического 3) преобразователя от диафрагмы камеры датчика анализатора, имеющего на один порядок меньшую проводимость, а также, имея превышающую более чем в 10 раз эффективную быстроту откачки, соединяющего их тракта по сравнению со значением проводимости выходной диафрагмы манометрического датчика, определяющей эффективную быстроту откачки камеры измерения, позволяло надеяться на то, что влияние датчика вакуумметра не окажет сколь-нибудь заметного действия на состав исследуемого газа из изделия в камере анализа. Это же обстоятельство, но уже в меньшей степени относилось и к датчику газоанализатора, который в свою очередь мог оказывать влияние на измерения общего давления манометрического преобразователя вакуумметра;

4) значение проводимости выходной диафрагмы камеры измерения выбиралось также из расчета на то, что откачивающее действие ионного источника манометрического преобразователя будет приблизительно в 100 раз меньше эффективной быстроты откачки самой камеры, тем самым, добиваясь нивелирования явления обратного газового потока из высоковакуумного насоса.

На основании предварительных оценок были подобраны пары диафрагм соотношение проводимостей, которых теоретически обеспечивали выход на заданные предельные параметры.

Из числа калиброванных диафрагм, приобретенных в НПО "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева" [2], с учетом полученных предварительных соотношений были выбраны следующие пары диафрагм: *D*1.1 – 3.0E-5; *D*1.2 – 3.13E-8; *D*1.3 – 6.86E-4; *D*1.4 – 2.91E-7 м³/с.

Однако сразу же пришлось столкнуться с рядом трудностей:

1) проводимость диафрагмы D1.2 оказалось в заметной степени непостоянной, что проявилось в изменении ее величины после нескольких прогревов высоковакуумной камеры вскрытия. По всей видимости, причиной являлась загрязненность очень малого ($\approx 6.0\text{E-O3}$ мм) сквозного отверстия диафрагмы частицами мелкодисперсной пыли, всегда присутствующей в незначительном количестве в вакуумной системе.

2) кроме того, величина проводимости выходной диафрагмы D1.1 обуславливала повышенное фоновое давление к камере измерения A1.1, что препятствовало выполнению условия принятого допущения в виде неравенства: $P_{pa} << P_{kvs}$.

3) в свою очередь величина проводимости D1.3 обеспечивала приемлемый уровень фона парциальных давлений, но в то же время за счет постоянной откачки равной ≈ 1.5 с приводила к нерациональному расходованию исследуемой порции газа.

По совокупности данных обстоятельств требовалась замена указанных диафрагм на диафрагмы большей проводимости для *D*1.1, *D*1.2 и меньшего значения для *D*1.3. Исходя из возможностей, имеющихся в наличии диафрагм, в результате выбора была организована новая линейка из значений проводимостей, а именно:

D1.1 - 1.0Е-4 м³/с; D1.2-5.75Е-7 м³/с; D1.3 - 9.14Е-5 м³/с; D1.4-2.91Е-7 м³/с.

При этом для Se=1E-3 м³/с оценки вероятностей, полученные по расчетным зависимостям, имели следующие значения:

 $A_{2-4} = 2.91\text{E-3}; A_{4-2} = 6.29\text{E-3}; A_{1-3} = 1\text{E-1}; A_{3-1} = 9.14\text{E-2}.$

В дополнение к этому, потребовалась, также и более углубленная теоретическая проработка вопросов, связанных с массообменом, при этом необходимо было выяснить ряд важных

моментов: во-первых, в условиях молекулярного режима, как наиболее вероятного, требовалось определить, какова вероятность обратной миграции молекул, уже побывавших в измерительных камерах, а также насколько вероятен факт их присутствия в камерах, где они прежде не были. Здесь принимаются во внимание случаи взаимопроникновения молекул, как со стороны входных, так и выходных диафрагм; во-вторых, требовалось определить, каковы вероятности прямого пролета молекул со стороны отверстий входных диафрагм на сторону выходных и в обратных направлениях; в-третьих, требовалось определить, насколько эффективна совместная откачка газа откачными средствами.

В связи с этим, опираясь на существующую мощную базу методов по моделированию и имитации процессов, происходящих в условиях разряженного пространства, в качестве действенного инструмента был использован метод статистических испытаний, так называемый метод Монте-Карло [3, 4].

На основании этого метода были разработаны четыре упрощенных плоских геометрических модели различных участков измерительной вакуумной системы с внесением поправки на их линейные размеры, как того требует закон косинусов, взятый за основу.

Алгоритм построения каждой такой модели был программно реализован с помощью алгоритмического языка высокого уровня Borland Pascal 7.0.

Для того, чтобы обеспечить высокую степень достоверности получаемых результатов, значение доверительной вероятности принималось равной P = 0.95.

На рис. 1 изображены геометрия профилей каждой из четырех моделей; размеры, представленные в табл. 1, указаны в мм.



Рис. 1. Плоские модели коллекторов A1.3, A1.1, A1.6, A1.5

Таблица 1

d	D1	D2	L	<i>H</i> 1	H2	h	S
10	50	45	175	550	310	129	300

Ниже приводятся вероятностные значения возможного события с характерной погрешностью по каждой расчетной модели в отдельности.

Проведенные расчеты показали сходимость с полученными предварительными оценками. Для случая с взаимообменом молекулярными потоками между смежными камерами со стороны выходных диафрагм D1.1 и D1.3 расчеты показали, что в целом полученные данные отражают правильность выбранного подхода к этому вопросу. Действительно, процентное соотношение между числом молекул, проникших со стороны измерительной камеры в камеру анализа и наоборот подтверждает ожидаемый характер распределения. Из 10000 прослеженных молекул, запущенных через сечение диафрагмы D1.1, только 502 окажутся в объеме камеры анализа через диафрагму D1.3, что составляет 5 %-ную вероятность A_{1-3} вместо ожидаемых 10 %. Аналогичный результат получен и для камеры анализа: 471 молекула из 10000, запущенных через сечение D1.3, попадет в камеру измерения через сечение диафрагмы D1.1, что составляет 4.7 % вероятности обмена A_{3-1} также вместо 10 %, исходя из оценки. Относительная погрешность результатов при заданном уровне достоверности составила около 1 %. На рис. 2 и 3 показаны кривые статистического распределения результатов наблюдений в виде полигона (гистограммы) частот и относительной суммарной частоты от числа возможных столкновений со стенками.

Было установлено также, что часть молекул, возвращающихся из камер с размещенными манометрическим и масс-спектрометрическими преобразователями, несмотря на малые значения проводимостей входных диафрагм $5.75 \cdot 10^{-7}$, $2.91 \cdot 10^{-7}$ м³/с соответственно, может мигрировать из камеры измерения в камеру анализа и, наоборот, в следующих пропорциях: для входной диафрагмы D1.2 число молекул, из числа вернувшихся и оказавшихся в сечении диафрагмы D1.4, составит 101 (N = 10000), для входной диафрагмы D1.4 число молекул, которые окажутся в сечении D1.2, равно 89 (N = 10000). Относительная погрешность расчетов не превышает 0.5 %.

Приводя эти значения к величинам соответствующих вероятностей можно констатировать, что вероятность миграции на сторону камеры анализа молекулы, вылетевшей из камеры измерения в камеру вскрытия, составляет 0.0051, а вероятность миграции молекулы на сторону камеры измерения, из числа вернувшихся из камеры анализа равно 0.0044, что в целом несущественно.

Говоря о "прямом пролете" молекул, следует заключить, что в коллекторе A1.1 из каждых 10⁶ молекул, влетевших через сечение диафрагмы D1.2 в камеру измерения, лишь 93 уйдут из камеры беспрепятственно, а в коллекторе A1.6 только 91 молекула из миллиона останется "незамеченной", оказавшись без единого соударения со стенками, в сечении выходной диафрагмы D1.3, что в свою очередь, позволяет говорить о низкой степени "прозрачности" участков D1.2–D1.1 и D1.4–D1.3 для "прямого пролета" молекул.

Остается лишь добавить, что полученные оценки по "прямому пролету" молекул целиком согласуются с данными, полученными на этапе предварительной разработки установки еще до появления рассматриваемых выше плоских моделей с помощью метода угловых коэффициентов.

Анализируя и обобщая в целом имеющиеся положительные результаты, одним из самых болезненных вопросов, как позже подтвердили экспериментальные исследования, оставался вопрос об относительно высоком проценте "незащищенности" камер от взаимопроникновения "переработанных" молекулярных потоков со стороны выходных диафрагм. Полученные количественные характеристики такого обмена нельзя было признать удовлетворительными.

В связи с этим были предприняты шаги к поиску мер по ограничению беспрепятственного доступа значительной части молекул в камеры со стороны выходных диафрагм. В качестве заслона на пути движения молекул в модели коллектора A1.3 была установлена перегородка с таким линейным размером, который позволял полностью перекрыть сечение подходящих к коллектору трубопроводов и пространственное размещение которой разбивало общее русло тракта коллектора на две равные секции с одновременной возможностью осуществления

откачки на крионасос (см. рис.1 – сечение *NM*). Иными словами, встречные потоки были лишены возможности прямой взаимодиффузии.



Рис. 2. а) – полигон частот (гистограмма) статистического распределения столкновений молекул со стенками для коллектора *А*1.3 при рассмотрении схемы массообмена *D*1.1→*D*1.3; б) – кривая суммарной (кумулятивной) частоты для коллектора A1.3 при рассмотрении схемы массообмена *D*1.1→*D*1.3 (в процентах)



Рис. 3. а) – полигон частот (гистограмма) статистического распределения столкновений молекул со стенками для камеры измерения *А*1.1 при рассмотрении схемы массообмена *D*1.2→*D*1.1; б) - кривая суммарной (кумулятивной) частоты для камеры измерения *А*1.1 при рассмотрении схемы массообмена *D*1.2→*D*1.1 (в процентах)

Результаты установки такого барьера показали, что из 10000 молекул, точки старта которых лежали в плоскости выходной диафрагмы *D*1.1, только 184 пройдут через сечение диафрагмы *D*1.3. Соответственно при запуске молекул со стороны диафрагмы *D*1.3 сечение *D*1.1 пересекут 187 молекула. Исходя из этого, коэффициенты взаимопроникновения в камеры измерения и анализа снизились для них приблизительно в три раза.

На основании этого в конструкцию измерительной вакуумной системы было внесено дополнение в виде тонкой никелевой пластины, укрепленной с помощью контактной сварки к днищу фланца-заглушки и установленной непосредственно на коллекторе A1.3, которая тем самым ограничивала оптическую прозрачность соединительного тракта между входными диафрагмами D1.1. и D1.3 в секущей плоскости, разделяющей его на две зеркальные половины. Проведенные экспериментальные исследования с установленной перегородкой подтвердили правильность полученных расчетным путем данных о снижении взаимопроникновения молекул в камеры преобразователей.

Одновременно с проверкой защитных свойств диафрагм проводился и анализ по эффективности совместной откачки объединяющего камеры (за выходными диафрагмами) соединительного тракта коллектора A1.3.

Так при задействовании двух откачных средств – сечения *NM* и *NR* (см. рис.1) – при прослеживании 50000 молекул, "испускаемых" диафрагмой *D*1.1 с установленной перегородкой на коллекторе *A*1.3, выяснилось, что через *D*1.3 пройдет лишь 755 молекул, составляющих 1.5 % от общего числа рассмотренных молекул, где указанный процент примерно на 25 % меньше аналогичной величины при использовании одного откачного средства (*NM*).

В общем случае надо отметить, что полученные данные по эффективности совместной откачки двумя насосами [ТМН 01АБ-450-003 (*NR*), 010-ВК600-013 (*NM*)] показывают отсутствие ощутимых преимуществ перед откачкой на один криогенный насос 010-ВК600-013.

Таким образом, используя элементы запорной арматуры, имеющие невысокую пропускную способность, и, применив незначительное с точки зрения конструкции усовершенствование, установив разделительную перегородку, удалось свести значения вероятностного обмена между камерами через выходные диафрагмы практически до 1...2 % вместо 10 % прогнозируемых.

В качестве дополнительной информации будет не лишним отметить, что благодаря методу статистических испытаний оценка времени, затрачиваемого молекулой (атомом) на переход из камеры вскрытия в камеру измерения и анализа, исходя из данных по количеству столкновений со стенкой при коэффициенте прилипания равным нулю, не составляет серьезных затруднений. По имеющимся данным при эвакуации молекул из A1.5 через диафрагму D1.2 для M/e - 4 (средняя арифметическая скорость 1256 м³/с при T = 293 K) время достижения молекулами объема Vpa (характерный размер 0.01 м) составит для 3.0 % от общего числа молекул – 0.4 с; для 0.72 % – 0.08 с; для 20 M/e (средняя арифметическая скорость 559 м³/с) – время достижения молекулами объема Vpa составит для 3.0 % – 0.9 с; для 0.72 % – 0.18 с; для 44 M/e (средняя арифметическая скорость 378 м³/с) время достижения молекулами из объема Vkvs составит для 3.0 % – 1.32 с; для 0.72 % – 0.26 с.

При эвакуации молекул из A1.5 через диафрагму D1.4 для 4 *M/e* (средняя арифметическая скорость 1256 м³/с) время достижения молекул из объема Vkvs составит для 1.9 % – 0.4 с; для 0.27 % – 0.04 с; для 20 *M/e* (средняя арифметическая скорость 559 м³/с) время достижения молекул из объема Vkvs составит для 1.9 % – 0.9 с; для 0.27 % – 0.09 с; для 44 *M/e* (средняя арифметическая скорость 378 м³/с) время достижения молекул из объема Vkvs составит для 1.9 % – 0.9 с; для 0.27 % – 0.09 с; для 44 *M/e* (средняя арифметическая скорость 378 м³/с) время достижения молекул из объема Vkvs составит для 1.9 % – 0.9 с; для 0.27 % – 0.09 с; для 44 *M/e* (средняя арифметическая скорость 378 м³/с) время достижения молекул из объема Vkvs составит для 1.9 % – 1.32 с; для 0.27 % – 0.13 с.

Были проведены экспериментальные исследования по оценке влияния манометрического преобразователя ПМИ-27, на состав остаточного газа и значений парциальных давлений его составляющих в режиме включенного и выключенного катода при наличии и в отсутствии элементов малой проводимости с целью анализа защитных свойств используемых диафрагм. Изменение газового состава регистрировалось масс-спектрометром в диапазоне массовых чисел 1–45 М/е с частотой сканирования ≈ 1.4 с.

Исследования проводились в двух сериях. В первой – объемы камер манометрического и масс-спектрометрического были объединены за счет двух открытых клапанов (на рис.1 схематично не показаны; см. [1]). После предварительного обезгаживания преобразователей с проводимой одновременно высоковакуумной откачкой объединенного объема

турбомолекулярным и магниторазрядным насосами, откачку объемов A1.1 и A1.6 переводили через диафрагму D1.3 на гелиевый заливной насос.

Достигнув установления нового динамического равновесного давления, в системе производился запуск развертки анализатора, регистрирующего масс-спектры сначала при включенном катоде манометрического ионизационного преобразователя (состояние – *ON*), после чего он выключался на время около 5.5 мин., а затем на него вновь подавалось напряжение.

На рис.4 показана гистограмма, отражающая характер воздействия от выключения катода манометрического преобразователя, оказываемого на парциальные давления отдельных газовых компонентов, которые в пределах погрешности фона при проведении исследований подверглись определенному влиянию.



Рис. 4. Влияние включения манометрического преобразователя на газовый состав измерительной системы УИД-2

Эксперименты проводились при давлении на уровне $3 \cdot 10^{-5}$ Па. Первый столбец пары на гистограмме, окрашенный в монохромный красный цвет, соответствует включенному катоду; рядом располагаемый с ним столбец со штриховкой относится к выключенному катоду. Полученный остаточный фон системы характеризовался, как это обычно и бывает для высокого и сверхвысокого вакуума, доминирующей водородной составляющей 96.1 % (по объему). Кроме того, в системе присутствовали в незначительных количествах газы группы C_nH_m , а также N_2 , CO, Ar и CO₂. Полученные результаты показывают, что с выключением катода количество водорода уменьшается на 3 %, при этом снижение парциального давления H_2O составляет 9 %, по CO₂ – 26.6 %, а для CO убыль составила почти 82 %. Увеличения парциальных составляющих CH₄ и Ar не превысили +24.1 % и +13.7 %, соответственно.

На рис.5 представлена динамика изменения интенсивностей ионного тока ряда массовых чисел, претерпевших изменения при выключении и включении накаленного катода датчика общего давления. Как видно из графиков при выключении катода уменьшение ионного тока характеризуется массовыми числами 2, 18, 28, 44 и, наоборот, прирост ионного тока наблюдается с массовыми числами 16 и 40. Из представленных графиков видно, что при включении катода наиболее интенсивный всплеск проявляется для масс 2, 28 и 44 с последующим убыванием по экспоненте, приближаясь к асимптоте из первоначальных значений за время ≈ 15 мин. При этом для H₂ его относительное значение достигает 265.5 %, для CH₄ относительное приращение составило 155.3 %. Максимально полученное приращение относится к двуокиси углерода, его величина составила 11.71E+3 %, вместе с тем по CO это значение чуть меньше и достигает 5.01E+3 %.

Вторая серия экспериментов проводилась при откачке разделенных друг от друга объемов *A*1.1 и *A*1.6 соответственно через диафрагмы *D*1.1 и *D*1.3 с установленной на коллекторе *A*1.3 перегородкой; преобразователи также как и в случае с 1-й серией экспериментов предварительно обезгаживались.



Рис. 5. Динамика изменения массовых чисел 2, 12 – (а);15, 16 – (б); 28, 44 – (в) в объединенном объеме из коллекторов A1.1, A1.4 и A1.6 с откачкой через диафрагму D1.3 при выключении (*OFF*) и включении (*ON*) катода ПМИ-27



Рис. 6. Динамика изменения массовых чисел 2, 12 – (а); 15, 16 – (б); 28, 44 – (в) с разделенными объемами коллекторов *А*1.1, *А*1.6 и откачкой через диафрагмы *D*1.1, *D*1.3 при включении (*ON*) катода ПМИ-27

Откачка осуществлялась на криогенный насос 010-ВК-600-013 также как и в случае с откачкой на диафрагму *D*1.3. На рис.6 представлена динамика изменения ионного тока для ранее перечисленных массовых чисел, при этом, как видно, ожидаемых изменений при включении катода в заданном временном интервале 5 мин практически не обнаруживается.

В отличие от 1-й серии экспериментов развертка масс-спектрометра была запущена, когда манометрический преобразователь был уже на некоторое время выключен (5 мин), так как предполагалось, что соответствующие отклики через диафрагмы при отключении будут менее выражены и потому их регистрация масс-спектрометрической системой маловероятна в отличии от значительных всплесков, характерных при включении тока накала катода преобразователя.

Выводы

Для условий молекулярного режима, с помощью метода Монте-Карло теоретически определены вероятности массового обмена между камерами измерительной системы. В этой связи следует отметить, что вероятность миграции молекул, возвращающихся из камер измерения и анализа через входные диафрагмы *D*1.2 и *D*1.4 для принятых соотношений пар входных и выходных диафрагм составляет менее 0.005. При этом величина вероятности, характеризующая "прямой пролет" молекул, местом старта которых является сечение входных диафрагм, покидающих пределы отмеченных выше камер, будучи заключенными, внутри телесных углов, основанием которых являются сечения выходных диафрагм составляет менее 0.0001.

Теоретически определены условия, при которых вероятность миграции молекул газа со стороны выходных диафрагм между камерами измерения и анализа может быть снижена в 3 раза. Внеся в конструкцию коллектора A1.3 усовершенствование – установив разделительную перегородку – удалось свести значения молекулярного обмена между камерами через выходные диафрагмы практически до 1...2 %. Проведенные экспериментальные исследования подтвердили расчетные данные: при разделении объемов A1.1 и A1.6 друг от друга с откачкой через диафрагмы D1.1 и D1.3 ожидаемых изменений газового состава при включении катода манометрического датчика в заданном временном интервале и с точностью в пределах эксперимента обнаружены не были.

Определен вид функций распределения в виде полигона частот и относительной суммарной частоты от числа возможных столкновений молекул со стенками камер вскрытия, измерения и анализа, а также оценки средней плотности распределения числа молекул в пределах заданных интервалов.

Литература

- [1] Бушин С А, Папко В М 1997 *Вакуум. техн. и технол.* Методика и установка для анализа остаточной газовой среды ЭВП. **т.7**, № 3 с.22.
- [2] Результаты калибровки диафрагм по азоту при температуре 290-295 К для молекулярного течения: Свидетельство №1657,1678; Л.:НПО "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева", 1990.
- [3] Нестеров С Б, Васильев Ю К, Андросов А В 2001 Расчет сложных вакуумных систем (Москва: МЭИ) с 180
- [4] Нестеров С Б, Васильев Ю К, Андросов А В 2004 Методы расчета вакуумных систем (Москва: МЭИ) с 220

Новый взгляд на масс-спектрометрический контроль герметичности способом накопления при атмосферном давлении (НАД)

В. И. Барышников, Е. Ю. Кульков

ФГУП «НПО «Техномаш», 127018, Москва, Россия

E-mail: <u>fgup@tmnpo.ru</u>

Аннотация. В статье рассматривается контроль герметичности способом накопления при атмосферном давлении применительно к отраслевому стандарту [1]. Учитываются исторические аспекты возникновения и развития этого способа в ракетно-космической промышленности. Оцениваются возможности повышения чувствительности контроля в 20÷30 раз, с применением современных течеискателей с цифровой обработкой информации. Критически отмечается роль допускаемой загазованности испытательного помещения гелием, для получения хороших результатов течеискания. Даются рекомендации для совершенствования отечественных гепиевых массспектрометрических течеискателей и технологического оснащения. Описываются операции по настройке приборов и уменьшению погрешностей измерений течей на объекте испытаний до ± 20 %.

Первый патент на использование такого приема для оценки герметичности объектов, содержащих хорошо идентифицируемый (пробный) газ под давлением, появился в пятидесятых годах прошлого века в Германии.

В западной литературе этот способ называется «способ мешка». Данный способ может иметь множество нюансов, когда в начале поиска локальной течи определяется область нахождения утечки или даже направление для её поиска, а затем, сужая зону охвата мешка, постепенно выявляется точное место расположения течи.

Несмотря на большое число Авторских свидетельств на эту тему, современное понимание технологии контроля герметичности способом «накопления при атмосферном давлении» (НАД), не отмечает значительных преимуществ перед другими способами контроля степени герметичности или способами локализации мест течей. Это связано с тем, что закрытые в свое время для служебного пользования технологии течеискания в ракетно-космической промышленности практически не развивались, а отечественные разработчики течеискательной аппаратуры ориентировались только на копирование приборов зарубежного производства. Однако эти новые приборы не могли принести с собой развитой технологии, которая на западе до сих пор отсутствует!

Способ измерения накопленной при атмосферном давлении концентрации гелия в зоне мест расположения течей является вполне естественным. Масс-спектрометр измеряет только объемную концентрацию гелия (парциальное давление), перенесенную к области его источника ионов, которую затем пересчитывают в поток по характеристикам вакуумной системы прибора. Порог чувствительности течеискателя к концентрации может быть оценен примерно на уровне $5 \cdot 10^{-7}$ %, но реализовать такую приборную чувствительность на объекте испытаний дело весьма проблематичное. Хотелось бы, чтобы течеискатель индицировал не только текущее значение потока гелия и приборную чувствительность в данном режиме, но и значение концентрации гелия во входящем газе, а также приборную чувствительность к концентрации в реальной схеме течеискания.

Однако отечественные разработчики течеискателей не торопятся дополнить свойства своих приборов возможностью измерения микро-концентраций гелия и других полезных функций.

Только один течеискатель ASM 340 фирмы Pfeiffer Vacuum измеряет микроконцентрацию гелия в ppm (миллионная объемная доля), да и то, при строго заданном входном потоке.

Испытатели были бы благодарны разработчикам течеискателей, если бы их приборы измеряли не только поток гелия, но и общий входной поток и концентрацию гелия в нём, атмосферное давление, температуру воздуха в рабочем помещении и др. Для этого нужно сделать сущую малость, поставить датчик атмосферного давления, измеряемую температуру вывести на дисплей, регистрируемое входное давление пересчитать в поток и, поделив ионный ток на входной поток, индицировать входную концентрацию гелия. В настоящее время специалисты течеискания осуществляют множественные расчёты полученной утечки вручную: переводят концентрацию в милливольты, затем из процентов в ррт, вводят поправки по температуре и атмосферному давлению и др.

Современный течеискатель, имеющий большой резерв вычислительных мощностей, обязан решать все задачи операторов, присущие технологии контроля герметичности.

Основным документом, регламентирующим технологию проведения испытаний на герметичность в ракетно - космической отрасли, в том числе и способом накопления при атмосферном давлении, является отраслевой стандарт [1]. В нем достаточно подробно изложены технологии НАД: как конструировать объёмы накопления, отбирать пробу газа, как пользоваться эталонными концентрациями и как рассчитывать значение полученной утечки. Однако стандарт рассчитан на применение старых аналоговых течеискателей, более 25 лет не переиздавался и, соответственно, отстал от современного приборного состояния и технологий.

Историческим просчетом стандарта при реализации способа НАД является допуск большого (полуторократного) изменения фона гелия в объемах накопления за счет возможной загазованности испытательного помещения. При таком неуправляемом изменении фона гелия в объеме накопления его минимально регистрируемая прибавка за счет накопления гелия о течи, ограничивается уровнем ≥ 2.5 ppm. На современных течеискателях, при наличии стабильного фона гелия, минимально фиксируемая концентрация составляет 0.05 \div 0.1 ppm. Это зависит от величины отбираемой пробы, настройки течеискателя и других факторов, но, в любом случае, гарантирует определение течи с потоком гелия в 20 \div 30 раз меньшей, чем принято по стандарту.

Причиной такого допуска в стандарте явилось недоверие к стабильности естественного фона из-за параллельной работы с гелием в испытательном помещении методом обдува или сброса гелия в помещения, прилегающие к испытательному.

Если правильно организован дренаж (сброс) гелия в атмосферу выше крыши испытательного корпуса, способ обдува производить в другом здании, хранение рампы с баллонами гелия размещать на улице, то стабильность фона гелия на уровне 5 ppm в испытательном помещении будет обеспечена.

Известно, что минимальный регистрируемый порог концентрации гелия так же, как и порог потока, обратно пропорционален уровню регистрируемого течеискателем фона гелия: чем больше забор воздуха через щуп, тем выше уровень фона и тем выше (хуже) порог чувствительности прибора. Кроме того, на современных масс-спектрометрах график шумов электронно-оптической системы имеет минимум по величине давления в камере. Электростатические шумы максимальны при самом высоком вакууме, а шумы дрейфа и рассеяния посторонних частиц максимальны при самом низком вакууме в спектрометре. Выбор оптимального вакуума в масс-спектрометре позволяет снизить дрейф и флюктуации ионного И, таким путем, снизить минимально фиксируемую концентрацию тока ло уровня 0,03 ÷ 0,05 ppm. Такое маленькое регистрируемое изменение концентрации позволяет говорить о нахождении течей с потоками гелия порядка 10⁻¹⁰ м³·Па/с.

В стандарте [1] есть еще одна грубая ошибка. В таблице пересчета потоков из одной размерности в другую, обозначение м³·Па/с приравнено к 1 Вт. В системе СИ любые две физически разные величины не могут обозначаться одинаковыми размерностями!

Пригодность состояния течеискателя к контролю герметичности ракетно-космической техники обеспечивалась применением отраслевого стандарта [2], который рассчитан на применение аналоговых течеискателей. В 2015 году этот стандарт изъят без замены, поэтому

гарантировать пригодность течеискателей к контролю герметичности изделий РКТ нет оснований. Целесообразно выпустить новый стандарт, аналогичный [1], для контроля герметичности с применением гелиевых масс-спектрометрических течеискателей с цифровой обработкой информации. В новом стандарте необходимо гарантировать пригодность течеискателей к контролю герметичности объектов ракетно-космической техники путем проведения ведомственной аттестации приборов.

Для эффективной работы с современными течеискателями типа ТИ1-50И способом НАД, забор пробы из объема накопления или от бачка с эталонной концентрацией необходимо производить, преимущественно, нерегулируемым шупом-зондом в диапазоне натеканий из атмосферы $2,0 \div 6,0 \cdot 10^{-4}$ м³·Па/с. Чем меньше натекание, тем меньше фон гелия, но больше время получения достоверного сигнала. При большем натекании порог чувствительности к концентрации выше. Не регулируемый щуп-зонд дает большую стабильность процессу измерения, такой щуп может быть выполнен по [3] с насадкой в виде иглы Льюера, интегрированной непосредственно в щуп.

Согласно [1] объемы накопления по степени собственной негерметичности различают на 1-ю, 2-ю и 3-ю категорию. Это деление почему-то не включает в себя полностью герметичные объёмы накопления, которые можно отнести к нулевой категории. Такие объемы накопления могут применяться для прецизионных измерений, при высокой разрешающей способности течеискателя к концентрации гелия.

Объемы накопления следует изготавливать минимальной ёмкости, при максимальной площади охвата проверяемой поверхности объекта. В тоже время, даже многоразовый отбор пробы из объема накопления не должен существенно влиять на концентрацию гелия в последнем. Только работа с объемами накопления 0-ой и 1-ой категорий дает приемлемую точность измерений. Работа с объемами накопления 2-ой и 3-ей категорий не может оцениваться аналитически (по приведенным в стандарте формулам) и может рассматриваться только как пороговые испытания: по окончании времени накопления, отсутствие повышения концентрации гелия в объеме накопления свыше планируемого, гарантирует отсутствие утечки гелия свыше заданной. Объемы накопления 2-ой и 3-ей категории с точки зрения равномерности распределения гелия могут быть длинномерными или даже незамкнутыми. Типичным примером незамкнутого объема накопления является длинномерный объем, полость которого располагается над сварным швом и герметизирована по краям. Забор пробы в таком объеме накопления осуществляется с некоторым шагом по длине.

Отработка технологии контроля герметичности способом НАД может производиться только путем аттестации (моделированием) натурных испытаний с типовой оснасткой. В типовой объём накопления вводят поток гелия от контрольной течи, выдерживают расчётное время накопления и анализируют изменение концентрации гелия в объёме. Стабильность результатов контроля герметичности определяется только идентичность выполнения всех операций.

В качестве атмосферных контрольных течей можно с успехом использовать вакуумные контрольные течи «Гелит-1» и «Гелит-2». Дело в том, что количество вытекающего из диффузионной течи гелия не зависит от давления снаружи, а определяется разностью парциальных давлений гелия снаружи и изнутри. На патрубок течи типа «Гелит» через резиновый переходник насаживают иглу Льюера с диметром отверстия порядка 0.8 ÷ 1.0 мм. Контрольную течь устанавливают в вертикальное положение (иглой вниз) и выдерживают систему в течение нескольких часов. Теперь течь готова к применению и все время должна оставаться примерно в вертикальном положении. Иглу приготовленной контрольной течи «Гелит» вводят в объём накопления и закрепляют в вертикальном положении. По окончании расчетного времени накопления иглу течи выводят из объема накопления, а полученное изменение концентрации гелия в нем фиксируют течеискателем.

Определение величины потока гелия от атмосферной контрольной течи, при натекании в объем накопления нулевой категории, дает очень хорошие результаты по точности, (порядка 5÷7 %). Это связано с тем, что погрешность изготовления эталонных концентраций не превышает 3÷4 %, что значительно ниже, чем погрешности калибровки контрольных течей. Путем направления потока от течи в вакуумный объём накопления, с последующим напуском в

него азота и анализа накопленной концентрации течеискателем, можно весьма точно откалибровать любую вакуумную контрольную течь.

Для изготовления объёмов накопления лучше применять материалы, практически не пропускающие гелий за счет диффузии: металл, стекло, металлизированные плёнки, вакуумно-плотную керамику и т.п., ограниченные по площади участки герметизируются резиновыми уплотнениями или липкой лентой ПХЛ.

В качестве баллончиков для приготовления и хранения эталонных концентраций лучше всего подходят фляжки из нержавеющей стали с резьбовой пробкой. Фляжка герметизируется прокладкой, а в пробке через прокладку проделывается отверстие для забора пробы. Если емкость фляжки составляет 1 литр, то путем последовательного разбавления удобно сначала сделать концентрации +1000 ppm, а затем любую другую концентрацию, например, + 5 ppm (удвоенная воздушная концентрация).

Если по условиям испытаний время накопления превышает несколько часов, то предпочтителен дистанционный отбор пробы в небольшие специально отвакуумированные емкости до начала времени накопления и по его окончании. Обе пробы приводят к единым условиям (атмосферное давление, температура) и анализируют на одном и том же течеискателе.

Единица потока м³·Па/с привязана к температуре 20 °С и к атмосферному давлению (760 мм) 101325 Па. Это означает, что для прецизионных измерений при реализации способа НАД необходимо учитывать реальные температуру и атмосферное давление. Прецизионные условия анализа концентрации гелия можно выполнить, если хорошо подготовить течеискатель, выдержать оптимальные условия отбора и хранения проб, стандартизировать систему хранения проб. Тогда есть возможность получения разрешающей способности при измерении прибавки концентрации порядка 0.005 ppm. Такой подход позволяет говорить о высокочувствительном контроле герметичности крупных объектов в полевых условиях. порядка 10^{-8} м³·Па/с, (10^{-4} л·мкм рт. ст./с) и даже меньше.

В полевых условиях температура окружающего воздуха и атмосферное давление могут сильно отличаться от лабораторных условий. Поправочные коэффициенты определяются на момент взятия из объема накопления второй пробы (по окончанию времени накопления).

Возникновение таких потребностей определяется, как правило, нарушениями нормального жизненного цикла объекта: длительное хранение, дорожно-транспортное происшествие при транспортировке, отклонения от теоретического контура объекта при длительном нахождении под давлением, обнаружение дефектов герметичности в партии изделий.

Способ НАД применим для испытаний на герметичность любых типовых элементов систем ПГС, например, ниппельных, фланцевых и сварных соединений трубопроводов, сварных швов баков, межёмкостных пространств на собранном изделии и т.п. Если объект испытаний имеет ограниченный доступ к проверяемой поверхности, то кроме способа НАД найти место течи другим способом не предоставляется возможным.

По окончанию испытаний на степень герметичности в вакуумной камере, при обнаружении недопустимой величины утечки хорошим приёмом является: не сбрасывая рабочего давления гелиево-воздушной смеси из объекта испытаний, выкатить изделие из камеры и приступить к нахождению зон расположения течей способом НАД, а затем уточнению точного места и величины утечки способом щупа.

Ниппельные соединения иногда нельзя проверить на герметичность не вакуумными методами. Накидная гайка соединения может достаточно герметично прилегать к торцевой поверхности штуцера и, если в резьбовом соединении применена консистентная смазка, то на некоторый период, пока смазка не вытечет, соединение может казаться герметичным. Для устранения этого эффекта в одной из граней гайки делают отверстии диаметром 0.8÷1.0 мм. Перед началом времени накопления отверстие заклеивают липкой лентой и создают, таким образом, объем накопления. По окончанию времени накопления через отверстие в гайке вводят иглу Льюера от щупа-зонда течеискателя и анализируют величину концентрации гелия в объеме накопления.

Для создания объёма накопления над фланцевым соединением, достаточно оклеить его периметр липкой лентой и подсчитать полученную ёмкость объема накопления. Обычно затянутое болтовое соединение фланца служит достаточной степенью герметизации создаваемого объема накопления над фланцевым соединением.

В случае необходимости, достаточность степени герметичности объёма накопления над фланцевым соединением можно уточнить, введением на время, равное времени накопления реальной контрольной течи (например «Гелит-1»), с оценкой накопленной концентрации течеискателем.

Любые объёмы: естественные или специальные, длинномерные и сосредоточенные, замкнутые и не замкнутые; находящиеся над местом течи, можно рассматривать как объемы накопления, и использовать их для увеличения возможностей контроля герметичности и течеискания масс-спектрометрическим методом, способом накопления при атмосферном давлении.

Литература

- [1] ОСТ 92-1527-89 Методы испытаний на герметичность с применением массспектрометрических течеискателей
- [2] ОСТ 92-4655-85 Методика метрологической аттестации и поверки течеискателей типа ПТИ
- [3] ОСТ 92-3233-78 Щупы-натекатели
- [4] Бухштаб А И, Виноградов М Л и Шульженко Г В 2012 Проблемы контроля герметичности аэрокосмической техники Аэрокосмический курьер **3-4(81**)
- [5] Козлов Н И 2016 Масс-спектрометрические гелиевые течеискатели НПФ «Прогресс». Особенности, перспективы развития *www.npf-progress.ru*
- [6] Руководство по эксплуатации «Течеискатель ASM 340. Руководство по эксплуатации»
- [7] Соловьёв В Н и Барышников В И Высокочувствительный метод контроля герметичности крупных изделий в полевых условиях *Вестник Техномаш* **1** 32

Аргоновое течеискание сегодня и завтра

В. И. Барышников, Е. Ю. Кульков

ФГУП «НПО «Техномаш», 127018, Москва, Россия

E-mail: fgup@tmnpo.ru

История использования масс-спектрометрических течеискателей при контроле герметичности объектов ракетно-космической техники неразрывно связана с применением гелия в качестве пробного газа. Гелий – лёгкий инертный газ, хорошо смешивается с другими компонентами контрольной смеси, гелиевые масс-спектрометры имеют высокую избирательность и требуют меньшую напряжённость магнитного поля в сравнении с другими газами. Однако встречаются случаи, когда необходимо применить в тех же условиях другой пробный газ.

В отраслевом стандарте [1] кроме гелия в качестве пробного газа рекомендован аргон. Было много попыток конструирования аргонового течеискателя: перестройка течеискателя ПТИ-7 с более сильным магнитом (Центр им. М.В. Хруничева – 1967 г.); применение течеискателя ПТИ-10А (завод «Измеритель» – 1970 г.); разработка многогазового течеискателя (ФГУП «НПО «Техномаш» – 2015 г.) и другие работы. Следует признать, что наилучшие характеристики показывают статические масс-спектрометры: омегатроны, квадруполи и фарвитроны, имеющие достаточно высокую избирательность и низкую чувствительность с цилиндром Фарадея. Применение вакуумного электронного умножителя в таких случаях приводит к высокому уровню шумов.

Ещё в 1973 г. на базе Московского авиационного института защищена диссертация по обоснованию основных положений к применению в масс-спектрометрическом способе контроля герметичности различных пробных газов («Применение разных газов при контроле герметичности»). В работе выведены «весовые» характеристики разных пробных газов в зависимости от разных факторов: цены, содержания в атмосфере, проницаемости, наличия детекторов, физико-химических свойств и других особенностей в условиях стандартных методов контроля герметичности. В локальных методах контроля герметичности в качестве пробных газов наиболее приемлемыми оказались элегаз и закись азота, которых практически нет в атмосфере. При контроле герметичности вакуумным методом достаточно хорошие возможности выявлены у аргона.

Вакуумное аргоновое течеискание – наиболее удобный вид контроля герметичности с достаточно высокой чувствительностью взамен гелиевого. Аргоновый фон в барокамере снижается значительно быстрее, чем гелиевый, а минимальный регистрируемый течеискателем поток аргона может составлять $1 \cdot 10^{-3}$ л·мкм рт.ст./с. В случае необходимости, подключение азотных ловушек полностью нейтрализует поток аргона в схему измерений.

Вакуумный аргоновый контроль герметичности, упомянутый в отраслевых стандартах, не получил своего применения в отработанных в промышленности технологиях по нескольким причинам:

- отсутствие поставщиков серийных высокочувствительных аргоновых течеискателей;
- отсутствие предложений по поставке вакуумных аргоновых контрольных течей с диапазоном потоков 1·10⁻³÷1·10⁻¹ л·мкм рт. ст./с;
- отсутствие апробации данного метода контроля на крупных барокамерах, где это наиболее целесообразно.

Большинство барокамер в России, предназначенных для контроля герметичности, строятся как устройства для получения и поддержания вакуума, а затем на них пробуют устанавливать течеискательное оборудование. Такая практика порочна, так как системы течеискания
становятся не основополагающими и, соответственно, будут не оптимальными для любой камеры, а чувствительность контроля герметичности, как минимум, на порядок хуже.

Загазованность вакуумной системы от крупной течи по гелию в объекте испытаний, надолго выводит из строя гелиевое течеискание в большой барокамере. Поскольку остановка цикла испытаний по ряду причин невозможна, предпочтителен переход на аргоновое течеискание других полостей объекта. Можно сократить время контроля герметичности объектов с развитой пневмосистемой за счёт одновременного испытания различных полостей разными пробными газами. Контроль герметичности полостей, в которые ранее закачивался гелий, из-за длительного присутствия высокого уровня фона, лучше проводить с применением аргона, если позволяют реальная чувствительность и другие факторы.

Если в конструкции герметизируемых полостей применены углепластики и другие гелиевопроницаемые материалы, то аргоновому течеисканию просто нет альтернативы, поскольку неметаллические материалы рано или поздно начнут пропускать гелий.

Современные аргоновые течеискатели могут быть поставлены по первому требованию потребителя. Примером служит деятельность научно-производственной фирмы «Прогресс» (г. Санкт-Петербург), выпускающей гелиевые течеискатели, и способной легко перестроить свой серийный течеискатель на регистрацию аргона.

Таким образом, технология аргонового контроля герметичности вакуумным методом в современных условиях может быть реализована достаточно просто, при наличии соответствующих аргоновых контрольных течей.

Одновременно со всем вышесказанным существуют и проблемы с выпуском аргоновых контрольных течей:

• отсутствие типов эталонных аргоновых контрольных течей, поверяемых во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»;

• для простых (дешёвых) контрольных течей с потоком аргона более 1·10⁻² л·мкм рт.ст./с период перекалибровки составляет порядка одного месяца, а гарантийный срок – не более одного года;

• отсутствие апробированных способов калибровки контрольных течей в диапазоне потоков аргона $1 \cdot 10^{-3} \div 1 \cdot 10^{-2}$ л·мкм рт.ст./с и с основной относительной погрешностью, не превышающей ±10 %.

ФГУП «НПО «Техномаш» успешно разрешило наиболее серьёзные противоречия этих технологий и получило контрольные течи с потоками аргона 1·10⁻³÷1·10⁻¹ л·мкм рт.ст./с и основной относительной погрешностью не более ±10 %. Аргоновые контрольные течи возможно выпускать двух видов: для калибровки течеискателей в типоразмерах течей типа «Гелит» и в более крупном типоразмере для калибровки схем течеискания барокамеры. Перекалибровка таких контрольных течей возможна самим потребителем.

Возможно совместить технологии контроля герметичности по гелию и аргону одновременно в одной барокамере. Для каждой крупной барокамеры необходимо разработать методические материалы по вакуумному контролю герметичности гелиевым и аргоновым методами течеискания в пределах использования существующего оборудования.

Предварительная оценка чувствительности на новые барокамеры или камеры, для которых созрела необходимость оптимизации схем течеискания, позволяет предположить возможность оптимизации таких схем с доведением минимального регистрируемого потока на пустой барокамере по гелию до $1 \cdot 10^{-5}$ л·мкм рт.ст./с, а по потоку аргона – до $1 \cdot 10^{-3}$ л·мкм рт.ст./с с основной относительной погрешностью, не превышающей ±15 %.

Литература

[1] ОСТ 92-1527-89 Методы испытаний на герметичность с применением массспектрометрических течеискателей

Водородная диагностика для целей течеискания и технологического контроля растрескивания

В. А. Полянский¹, А. М. Полянский², Ю. А. Яковлев¹

¹ ФГБУН Институт Проблем Машиноведения Российской Академии Наук (ИПМаш РАН)

² ООО «НПК Электронные и Пучковые Технологии»

Приложения технологий течеискания уже давно вышли за рамки поиска течей в вакуумных системах. Можно констатировать, что сферой применения этих технологий стал контроль качества в широком смысле этого слова. Например, течеисканияе широко применяется при контроле качества литых колесных дисков, которые выпускаются промышленностью миллионами штук в год.

Вместе с тем встречаются задачи, которые сложно или вообще невозможно решить стандартными методами течеискания. Например, прогнозирование холодного растрескивания слитков и сварного шва, поиск диффузных течей, поиск течей в малых изолированных объемах, без возможности подключения к ним откачки и т. д. Те же колесные диски дают разный результат при обычном гелиевом течеискании до и после окраски, что позволяет «ремонтировать» производственный брак.

Вместе с тем, имеется разработанная технология детектирования растрескивания слитков на микроуровне, микрорастрескивания стальных образцов и растрескивания сварного шва и зоны термического влияния сварного шва. Это – водородная диагностика, сферой применения которой в настоящий момент является только контроль металлических полуфабрикатов и сварного шва.

Метод основан на измерении микропотоков водорода, источником которых являются различные дефекты металла.

В докладе приводятся данные, которые показывают, что водородная диагностика является эффективным инструментом для технологического контроля и поиска зон микроратрескивания и образования холодных трещин. Описаны результаты исследований различных сплавов на основании матрицы алюминия, железа титана.

Предлагаются основные схемы водородного контроля микрорастрескивания и описаны примеры их применения, в том числе для контроля технологий снижения влияния микротрещин на холодное растрескивание и прочность сварных соединений.

Сделаны предложения по организации новой системы контроля течей.

Вакуумная технология

Тонкопленочные биоинертные вакуумные ионноплазменные покрытия для медицинских имплантатов

С. Р. Шехтман, Н. А. Сухова, М. Ш. Мигранов

Уфимский государственный авиационный технический университет

E-mail: <u>shex@inbox.ru</u>

Аннотация. В статье рассматриваются биоинертные покрытия применяемые для защиты поверхности имплантатов от агрессивного воздействия. Приведены исследования на адгезионную прочность, коррозионную и износостойкость, показывающие, что наноструктурированное покрытие, полученное по разработанной технологии обладает повышенными эксплуатационными свойствами. Исследования были проведены с использованием современных методик оценки свойств материала с покрытием. Описаны основные этапы технологии вакуумного ионно-плазменного осаждения покрытий.

В современной травматологии при лечении травм костей применяются имплантанты, изготовленные из таких материалов как титан и его сплавы, специальные легированные стали и сплавы на основе легированных сталей. Все они разрешены для применения в качестве современных материалов для травматологии. Они обладают способностью выдерживать значительные механические нагрузки. К сожалению, эти материалы подвергаются негативному воздействию со стороны биологической жидкости вызывая коррозионное разрушение. Продукты коррозионного воздействия попадают в расположенный рядом биоматериал, способствуя возникновению металлоза. Это приводит к образованию вокруг имплантированного материала фиброзной капсулы, а также вызывает расшатывание имплантата, воспаление тканей. Результатом такого процесса может стать различные осложнения, которые снижают эффективность лечения. И хотя в целом, применяемые в современной медицине имплантаты обладают высокой механической совместимостью с биотканью, хотя и имеют недостаточно удовлетворительную биосовместимость.

Актуальной и остается проблема повышения биологической совместимости имплантатов. применяемых в травматологии, ортопедии, восстановительной хирургии. В западных странах, например, США, Японии, Германии, а также других развитых странах проблема решается как правило в двух направлениях. Первое – создание новых конструкционных биоматериалов. На первом этапе, складывается необходимость изучения физико-механических свойств внедряемого материала, определения как влияет продукты износа на организм, не разрушается имплантат, определить закономерности воздействия химических веществ, ли сам составляющих организм человека на материал имплантата, а также других внешних факторов, выполнить целый ряд других физических, химических, биологических исследований. То есть направление, связанное с разработкой новых медицинских материалов требует значительных материальных, финансовых и временных затрат. Вторым направлением исследований модифицирование поверхности материалов с целью увеличения их биологической совместимости и активности, что может быть достигнуто синтезом различного рода покрытий. Использование высокоэнергетичных ионных потоков при формирования таких поверхностных слоев позволяет управлять составом, микрогеометрией, структурой и физикохимическими свойствами.

Описанное направление бесспорно является более актуальным, потому что оно предполагает использование сталей и сплавов, которые имеют неоднократно подтвержденные характеристики, такие как прочность, долговечность, биосовместимость и другие. Вследствие

чего, исследования проводятся только для определения физико-химико-механических свойств, трибологических и медико-биологических свойств модифицированной поверхности.

Эффективным способом формирования на различных деталях, выполненных из металлов и сплавов биоинертных наноструктурированных вакуумно-плазменных покрытий, которые характеризуются высокими механическими свойствами. Кроме того, необходимо учитывать и медико-биологические факторы, такие как условия приживляемости имплантата.

К биосовместимым материалам предъявляются следующие требования [1]:

 использование таких материалов не вызывают воспалительной реакции в месте контакта;

- отсутствие токсического и аллергического действия на организм человека;
- обладание не канцерогенным действием;
- исключается возможность развития инфекции;
- сохранение функциональных свойств весь срок эксплуатации.

Излелие. изготовленное ИЗ представленных материалов перел синтезом наноструктурированного защитного покрытия Ti-TiN подвергаются целому комплексу мероприятий: первым этапом подготовки поверхности служит механическая очистка, во время которой деталь подвергается полировке до необходимой шероховатости, затем изделие очищается ультразвуковой обработкой, подвергается химической очистке. Очищенное изделие загружается в вакуумную камеру, откачивается воздух и при определенном давлении осуществляется обработка разрядом, реализуемым плазмогенератором «ПИНК». Воздействуя на поверхность обрабатываемой детали несамостоятельным сильноточным диффузионным разрядом, позволяет практически очистить на молекулярном уровне. Затем перед нанесение покрытия осуществляется нагрев ионами катода [2].

Полученное наноструктурированное покрытие, обладающее высокой адгезионной прочностью, хорошей износостойкостью и коррозионной стойкостью, повышенной прочностью и твердостью было синтезировано в плазме дугового разряда на модернизированной установке ННВ 6.6–И1 (рис. 1).



Рис. 1. Схема модернизированной вакуумной ионно-плазменной установки: 1 – камера вакуумная; 2 – охлаждающийся анод; 3 – катод, выполненный из осаждаемого материала; 4 – подложка; 5 – источник питания ЭДУ; 6 – источник питания напряжения смещения; 7 – стол с приспособлениями; 8 – соленоид

Синтезированное покрытие представляет собой композит h = 5-7 мкм. Процесс синтеза реализуется в условиях высокого вакуума. Это исключает практически полностью посторонние примеси. Для формирования переходного слоя, на первом этапе процесса осаждения, идет нанесение технически чистого титана. Сформированный слой, предназначен для согласования термомеханических свойств основного наноструктурированного слоя многослойного покрытия и обрабатываемой детали. Он, кроме того, участвует в формировании микроструктуры, а также защищает подложку от некоторых видов коррозии.

Предлагаемая технология позволяет гарантировать получение качественных защитных покрытий. При ее использовании синтезируется наноструктурированное покрытие на

имплантатах, формируя на их поверхности слои с определенной морфологией, удовлетворительными адгезионными свойствами, максимально приближая материал имплантата по функциональным свойствам к биоинертным материалам с повышенными свойствами [3].

Одним из важнейших параметров биопокрытий является адгезионная прочность покрытий к металлической поверхности имплантата. От него зависит долговечность имплантата и эффективность лечения в целом. Адгезия многослойных Ti-NiN покрытий, нанесенных на титановый сплав, измерялась методом склерометрии (скрэтч-тест) [3]. Исследование отпечатка алмазной пирамидки при увеличении с помощью оптического микроскопа показало отсутствие растрескивания материала покрытия вблизи зоны воздействия, что косвенно свидетельствует о высокой адгезии покрытия. На рисунке 2 приведена фотография начала разрушения покрытия Ti-TiN при увеличении нагрузки на индентор в процессе царапания.



Рис. 2. Оценка адгезионной прочности наноструктурированного покрытия Ti-TiN на образце методом царапания

Анализ результатов исследования коррозионной стойкости деталей с различными видами покрытий показал, что скорость коррозии у наноструктурированного покрытия на 15 % меньше, чем у образцов с многослойным покрытием, на 25 %, чем у образца с однослойным покрытием и на 30 %, чем у образца без покрытия. Таким образом, можно сделать вывод о том, что образец с наноструктурированным покрытием Ti-TiN является наиболее коррозионностойким по сравнению с исследуемыми.

Были проведены исследования вида осажденного покрытия на износостойкость. Износостойкость покрытий оценивают на машинах трения (международные стандарты DIN и проведении исследования осуществляется непрерывная ASTM). При регистрация коэффициента трения по схеме «шарик-вращающийся диск». Кроме того, возможно провести фрактологическое исследование дорожки износа покрытия и площадки износа шарика. Коэффициент трения скорость износа покрытия и контртела И измеряли на автоматизированной машине трения (Tribometer, CSM Instruments, Швейцария), управляемой компьютером по стандартной схеме испытания «шарик-диск».

Сравнение результатов трибологических испытаний образцов (рис. 3, 4) без покрытия и наноструктурированным покрытием приведены в табл. 1.

Таблица 1

Наименование	Коэффициент трения, μ		Интенсивность износа статистического	Интенсивность износа	
	Начальный	При испытании	партнера, г·10 ³	ооразца, г·10 ³	
Без покрытия	0.142	0.489	0,224	0,038	
Наноструктурированное покрытие	0.106	0.576	0,105	0,015	



Рис. 3. Результаты трибологических испытаний образца без покрытия



Рис. 4. Результаты трибологических испытаний образца с наноструктурированным покрытием типа Ti-TiN

Проведенные исследования показали, что образцы с наноструктурированным покрытием обладают более высокой износостойкостью по сравнению с образцами без покрытия и оказывают существенное влияние на перераспределение теплового потока в зоне контакта.

- [1] Алимпиев С. С., Антонов Е. Н., Баграташвили В. Н. и др. 1996. Стоматология, №5. С. 64–67.
- [2] Безъязычный В. Ф., Замятин В. Ю., Замятин А. Ю. и др. 2005. М.: Машиностроение, 608 с.
- [3] Suhova N A, Shekhtman S R, Migranov M S 2019 *Lecture Notes in Mechanical Engineering*. C. 1393–1399.

Износостойкость покрытий на режущем инструменте после комбинированной обработки

М. Ш. Мигранов, А. М. Мигранов, С. Р. Шехтман

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет», 450008, Уфа, Россия

E-mail: <u>migmars@mail.ru</u>

Аннотация. В статье рассматриваются некоторые способы повышения износостойкости технических покрытий на поверхностях режущих инструментов. Предлагаемое покрытие содержит дополнительный слой с примесью ионов, нанесенный на предварительно азотированную поверхность быстрорежущей стали до осаждения твердого покрытия. В качестве дополнительного, переходного слоя использовали металлы в комбинации с тремя неметаллами. На стадии процесса комплексной обработки, указанные ионы были имплантированы, в поверхность подложки, создавая модифицированный слой. Для оценки влияния этих модифицированных слоев на период стойкости инструмента из быстрорежущей стали были проведены испытания. Наибольшая износостойкость после такой обработки была достигнута, при ионной имплантации титана, в предварительно азотированную поверхность. Был изучен коэффициент трения модифицированного слоя при различных контактных температурах. Ионное смешивание способствует появлению тонкого поверхностного слоя с аморфно-подобной структурой, которая продлевает стадию нормального износа, значительно увеличивающую период стойкости инструмента в результате процесса самоорганизации.

Традиционные инструментальные материалы имеют повышенную твердость, однако известно [1-5], что износостойкость инструментов в значительной мере определяется свойствами поверхности. Тем не менее, твердость чаще всего используется как отправная точка при определении принципов для совершенствования эксплуатационных свойств инструментальных материалов, и это в какой-то степени закономерно. Вместе с тем в настоящее время лезвийная обработка резанием требует более полного использования последних достижений в трибологии. Термодинамические подходы к анализу контактных явлений при трении и износе в последние годы отражены в трудах по трибологии [2, 6]. Трибосистема рассматривается как открытая термодинамическая система и описывается первым и вторым принципами термодинамики. При этом процессы разрушения и отделения частиц износа возникают и развиваются в результате увеличения (активации) и уменьшения (пассивации) энергии поверхности. Высвобождение тепла обусловливает термическую активацию процессов при трении. Величина изменения внутренней энергии играет основную роль в контактных процессах в зоне резания, определяет механизм развития новых фаз и структур, контролирует величину и тип их деформации и последующее разрушение. Активация приводит поверхностные слои в неравновесное состояние. Таким образом, за активацией следует пассивация с последующим взаимодействием с окружающей средой и образованием защитных структур. Согласно второму принципу термодинамики в открытых системах при определенных соотношениях потоков энергии и вещества можно наблюдать процессы упорядочения. Этот соответствует уменьшению энтропии и появлению самоорганизующихся процесс рассеивающихся структур [8]. Это и есть отличие открытых систем от закрытых, где энтропия может только увеличиваться. Термин «структура» в этом случае рассматривается в термодинамическом смысле как вид связи между отдельными частями системы. Для явления самоорганизации характерен принцип экранирования, и состоит он во взаимосвязи процессов разрушения и регенерации (восстановления) в зоне трения. Другими словами, существует

динамическое равновесие между процессами активации и пассивации на поверхностных слоях. Когда равновесие нарушается, начинается разрушение материала поверхности. Таким образом, эффект экранирования при трении препятствует всем видам непосредственного взаимодействия поверхностей трибопары и разрушению основного металла. Контакт трибопары осуществляется с помощью вторичных структур, образующихся в зоне трения. Рассеивание энергии во время трения связано с формированием устойчивых рассеивающих структур на контактной поверхности. Этот процесс можно рассматривать как пример использования самоорганизующихся явлений в технике.

Самоорганизация во время трения сопровождается уменьшением эффективного объема материалов, в которых все виды взаимодействия имеют место, в том числе и локализация взаимодействий в тонких слоях на поверхности. Этот процесс происходит с максимальным расходом энергии, вплоть до разрушения. Одновременно самовосстанавливающиеся тонкие пленки появляются на трущихся поверхностях, и их свойства существенно отличаются [1].

Значение применения этого явления в технике и технологии неоспоримо. Уже в настоящее время можно говорить о перспективных разработках материалов нового поколения. В инструментальном производстве произойдет переход к материалам с программируемыми свойствами самоорганизации. Такие материалы, по прогнозам, будут иметь существенное значение в будущем [6–7]. Можно предположить, что основную концепцию конструирования трибосопряжений обеспечат самоорганизующиеся износостойкие материалы. Основное отличие таких материалов от традиционных состоит в их активной адаптации к внешним физическим воздействиям. Фазовые и структурные превращения с образованием устойчивых слоев, которые эффективно защищают контактирующие поверхности инструментов, возникают в этих материалах в зоне резания. Эти фазы обладают хорошими термическими свойствами, высокой прочностью и обеспечивают низкие коэффициенты трения [1].

Целью данной работы является определение конкретных методов воздействия на трение и износ инструментов при резании на основе явления самоорганизации. Решение этой задачи включает в себя: исследование процессов износа и явления самоорганизации при резании с инструментами из быстрорежущей стали после комплексной обработки поверхности перед нанесением твердых покрытий и анализ дополнительных воздействий на состав, структуру и свойства вторичных структур формирующихся при трении.

В исследованиях, перед осаждением покрытия, образцы после ионного азотирования были модифицированы ионной смесью из пяти комбинаций различных элементов. Модификация осуществлялась на высокоэнергетической ионной установке (ионный имплантор) с энергией приблизительно 40 кэВ при комнатной температуре. Размер камеры устройства, оборудованной турбомолекулярной накачивающей системой, составлял $50 \times 350 \times 1000$ мм. Расстояние между образцами и используемыми пластинами составляло около 10 мм. Пятью парами комбинаций металлов и неметаллов были: Zr + N, W + C, W + N, Ti + N и Al + O. Такие комбинации для ионной смеси были выбраны с целью создания слоев с высокой износостойкостью. Типичные используемые дозы составляли 8×10^{17} ионов/см². Плотность тока в этом случае составляла 50 мA/см². Перед ионным смешиванием изучаемых элементов было выполнено травление поверхности элементов ионами аргона. Для уменьшения загрязнения поверхности при осаждении использовался низкотемпературный ловитель для обеспечения низкого фонового давления около 2 x 10^{-6} мм рт. ст.

Износ этих покрытий исследовался при точении углеродистой стали 40X при скорости резания 70 м/мин, глубине резания 0,5 мм и подаче 0,28 мм/об с применением СОЖ в виде 5 % эмульсии и без нее. Был изучен износ кромок четырехгранных быстросменных пластинок из быстрорежущей стали с многослойными покрытиями. Когда износ по задней грани режущей кромки превышал 0,3 мм, считали режущий инструмент непригодным для дальнейшего использования. Эффективность ионной модификации (относительный период стойкости инструмента, см. табл. 1) была определена при сравнении времени резания, необходимого для достижения определенного уровня износа, на инструментах с "триплексными" и "дуплексными" покрытиями. Было проведено восемь испытаний в условиях резания для

каждого вида поверхностной модификации. Рассеяние результатов определения периода стойкости инструмента составляло приблизительно 10 %.

	Относительный период стойкости				
Элементы смешивания	Без охлаждения	С охлаждением			
Al + O	3,0	-			
Ti + N	4,0	2,5			
Zr + N	0,53	_			
W + N	0,4	-			
W + C	1,33	_			

Таблица 1. Относительный период стойкости режущего инструмента

Фрикционные свойства анализируемой трибопары были определены с помощью адгезиомера, конструкция которого описана в источнике. Между двумя полированными образцами из стали 40Х с твердостью HB180 устанавливается вращающийся индентор из материала режущего инструмента. Для моделирования идентичных условий механической обработки, поверхность образцов была нагрета электроконтактным способом в диапазоне температур 150 до 500 °C при приложенной стандартной нагрузке в 2400 H, приводящая к большому пластическому напряжению в области контакта. В качестве адгезионной составляющей коэффициента трения, соответствующей износу при низких и средних скоростях резания, типичных для применения инструмента из быстрорежущей стали [3], использовалась величина (µ). Параметр (µ) определялся как отношение сопротивления сдвигу адгезионных связей, которые образовались между образцом, сделанным из инструментального материала, и обрабатываемой деталью, к кратковременному пределу текучести более мягкой области контакта при заданной температуре. Значение µ является мерой сопротивления разрушению связей. Условия трения на поверхности режущего инструмента близки к условиям измерения значений параметра µ.

По результатам теоретико-экспериментальных исследований получены покрытия, содержащие дополнительную модифицированную с помощью ионного смешивания подложку, причем ионное смешивание осуществлялось на предварительно насыщенной ионами азота поверхности из быстрорежущей стали, позволяющие увеличить период стойкости инструмента в 3–4 раза за счет продления устойчивой стадии износа; исследовано влияние на период стойкости инструмента пяти пар элементов, которые были добавлены в виде ионной смеси в основную поверхность подложки из быстрорежущей стали. Наилучшая износостойкость получена для "триплексного" покрытия с подложкой, содержащей ионную смесь (Ti + N) и установлено, что наилучший эффект увеличения периода стойкости инструмента достигнут при образовании ионно-модифицированным слоем аморфно-подобной структуры, имеющей более низкий коэффициент трения, улучшенную способность накопления энергии упругой деформации, которые предотвращают глубокое повреждение поверхности.

- [1] Fox-Rabinovich G. S. and other. 1997 Wear. 206.. p. 214.
- [2] Vereschaka A A, Migranov M S 2014 Advanced Materials Research. Vol. 871, pp. 159-3,
- [3] Vereschaka A, Migranov M., Vereschaka A 2015 ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences. Vol. 10, №20 p. 9282-6.
- [4] Barsoum M W, Yoo H I, Polushina I K 2000 Phys. Rev. B, vol. 62, p. 10194-10198
- [5] Migranov, M Sh, Migranov A M, Minigaleev S M 2018, *Journal of Friction and Wear*, volume 39, p.p. 45–50
- [6] Pazniak A, Bazhin P, Shchetininc I 2019 Ceramics International. 45(2), pp. 2020-7.
- [7] Zuev L B, Danilov V I, Konovalov S V 2009 Physics of the Solid State, 51 (6), pp. 1137-1.

Низкочастотные колебания плазмы на переходных режимах ускорителя с анодным слоем

Со Ту Аунг, М. К. Марахтанов, Ю. А. Хохлов

Кафедра плазменных энергетических установок МГТУ имени Н.Э. Баумана, Москва, Россия

E-mail: soethuaung51@gmail.com

Аннотация. Представлены результаты исследования колебаний разрядного напряжения и ионного тока в ускорителе с анодным слоем (VAC), работающим без катода компенсатора. Ионный пучок истекает в область, занятую объемным зарядом, созданным собственными частицами пучка. Получены осциллограммы колебаний плазмы разряда VAC в этом режиме работы, названном переходным. На основе анализа полученных осциллограмм предложено объяснение причины развития колебаний. Установлено влияние пульсаций напряжения источника питания УАС на развитие колебаний разрядного напряжения и тока ионного пучка в переходном режиме одноступенчатого УАС, работающего без катода компенсатора.

1. Введение

В современной технике повсеместно пользуются вакуумно-плазменной технологией для нанесения тонких функциональных покрытий на различные материалы (металл, стекло, полимеры и др.). Свойства таких покрытий зависят как от технологии нанесения, так и от состояния поверхности подложки. Для повышения качества наносимых покрытий необходимо проводить предварительную очистку и активацию поверхности подложки в вакууме с помощью различных физических воздействий [1], в частности – ионно-плазменной обработки. В работах [2, 3] приведены результаты исследований ионных ускорителей с анодным слоем (УАС), которые показали, что одноступенчатый УАС представляет практический интерес в технологии тонкой очистки и модификации поверхности. Несмотря на то, что одноступенчатый ускоритель УАС менее управляемый, чем источники Кауфмана, он лучше подходит для производственных нужд ионно-плазменной модификации поверхности [4]. В современных технологических установках, отдается предпочтение УАС благодаря простоте его конструкции [5]. «Слабым местом» таких ускорителей является катод компенсатор, особенно если в технологическом процессе используются добавки химически активных рабочих газов. Поэтому, на практике часто используют УАС без катода компенсатора. В работах [6, 7] показано, что рабочие режимы УАС (разрядный ток и разрядное напряжение) сильно зависят от величины напряженности магнитного поля в ускорительном канале и расхода плазмообразующего газа. Причем при определенных условиях возникает неустойчивый режим работы, сопровождающийся пульсациями разрядного тока и напряжения и нарушающий технологию обработки детали. В работе [8] нами установлено, что УАС без катода компенсатора может работать в трех режимах: первый устойчивый режим (режим «ускорения»), переходный (неустойчивый) режим и второй устойчивый режим («магнетронный»), а также предложен критерий существования устойчивого режима работы УАС. В настоящей работе приведены результаты экспериментального исследования колебаний разрядного напряжения и тока УАС, связанные с отключением катода компенсатора.

2. Оборудование и условия эксперимента

Экспериментальное исследование режимов работы УАС без катода компенсатора проводили в вакуумной установке, описанной в работе [8]. Для электропитания ускорителя использовали блок питания постоянным током БП-94 в заводском исполнении (рис. 1, *a*) с пульсацией вы-

ходного напряжения 10–30 % при токе нагрузки 30–100 мА и разрядном напряжении 3000 В, и модифицированный блок БП-94 с дополнительным сглаживающим фильтром, обеспечивающим в аналогичных условиях пульсации напряжения не более 0,5 % (рис. 1, δ).



Рис. 1. Блок электропитания БП 94: *а* – заводское исполнение;
б – принципиальная электрическая схема модифицированного блока питания;
1 – трансформатор; 2 – выпрямитель; 3, 4 – внутренние конденсаторы
в блоке питания – 0,5 мкФ; 5 – сглаживающий фильтр сопротивления – 1000 Ω;
6 – балластное сопротивление – 1000 Ω; 7 – внешний конденсатор – 50 мкФ

В модифицированном блоке, принципиальная электрическая схема которого приведена на рис. 1, δ , были установлены дополнительный сглаживающий фильтр (сопротивление 5 и конденсатор 7) и балластное сопротивление 6, предназначенное для исключения дуговых привязок на элементы конструкции УАС и вакуумной камеры. Принципиальная схема измерения напряжения разряда, разрядного и ионного тока УАС показана на рис. 2. Колебания напряжения и тока регистрировали с помощью двухканального осциллографа модель ISDS205A фирмы Insrustar.



Рис. 2. Принципиальная схема измерения колебаний напряжения разряда, разрядного и ионного тока УАС: R₁ = 70 MΩ, R₂ = 70 кΩ – сопротивления делителя напряжения цеп измерения разрядного напряжения; R_{ш1} = 5 Ω – шунт в цепи измерения разрядного тока; R_{ш2} = 5 Ω шунт в цепи измерения ионного тока; ΔU_φ, ΔU_{ш1}, ΔUш₂ – сигналы на осциллограф, пропорциональные разрядному напряжению, разрядному и ионному току, соответственно

Исследования проводили в следующем диапазоне изменения рабочих параметров УАС: Ток соленоида УАС поддерживали постоянным (1,5 A), что соответствует величине максимальной индукции магнитного поля в середине зазора между полюсами магнитной системы УАС – 0,1 Тл; напряжение разряда изменяли от 2000 В до 3500 В; расход аргона изменяли от 1,8·10⁻² Вт до 5,58·10⁻² Вт, что соответствовало изменению давления в вакуумной камере от $3\cdot10^{-2}$ Па до 9,3·10⁻² Па; Рабочее давление в вакуумной камере связано с расходом газа и скоро-

стью откачки вакуумной камеры соотношением: $Q = P \times V$, где Q – расход газа, Вт; P – давление, Па; V – скорость откачки вакуумной камеры, м³/с. Скорость откачки вакуумной камеры по аргону составляла 0,6 м³/с и была постоянна в диапазоне давлений от 7·10⁻³ Па до 1,3·10⁻¹ Па. Расход газа определяли по измеренным значениям давления в вакуумной камере.

3. Результаты эксперимента

В данной работе экспериментально исследованы условия развития колебаний разрядного напряжения и ионного тока одноступенчатого УАД, работающего без катода компенсатора при разных расходах плазмообразующего газа и разрядных напряжениях ускорителя. На рис. 3 приведена характерная осциллограмма ионного тока УАС в переходном режиме работы (расход Ar $3,6\cdot10^{-2}$ Вт, давление $6\cdot10^{-2}$ Па) от источника питания БП-94 в заводском исполнении.



Рис. 3. Переходный (неустойчивый) режим работы УАС (расход аргона 3,6·10⁻² Вт, давление 6·10⁻² Па), характеризующийся пульсациями разрядного напряжения, разрядного и ионного тока

Из осциллограммы (рис. 3) видно, что развитие колебаний ионного тока происходит с частотой 100 Гц, что соответствует частоте пульсаций напряжения блока питания. Анализ осциллограммы приведенной на рис. 3 показал, что частота колебаний при развитии неустойчивости составляет ≈ 10 кГц. Оценка времени накопления объемного заряда ионов и компенсации его электронами вторичной эмиссии в переходном режиме работы УАС, выполненная на основании обработки данных осциллограммы дает значение $\approx (3-5) \cdot 10^{-5}$ с.



Рис. 4. Неустойчивый режим (расход аргона 3,6·10⁻² Вт, давление от 6·10⁻² Па), характеризующийся пульсациями разрядного напряжения, разрядного и ионного тока

В [8] показано, что развитие колебаний вызвано возникновением на выходе ускорительного канала УАС напряженности электрического поля, создаваемой собственным объемным зарядом ионного пучка. В отдельных случаях переходного режима работы УАС от БП-94 в заводском исполнении наблюдались осциллограммы, на которых ток на приемник ионного пучка изменял знак на противоположный (рис. 4).

Такой вид осциллограмм наблюдался в тех случаях, когда визуально были заметны искры («микродуговые» привязки) на элементах конструкции УАС или вакуумной камеры. Мы считаем, что в этих случаях создаваемый ионным пучком объемный заряд инициирует «микродуговые» привязки на элементах конструкции УАС, в результате которых возникает электронный поток, превышающий ток ионов в разряде УАС. Чтобы исключить влияние пульсаций напряжения источника питания и микродуговых привязок на развитие колебаний в плазме разряда УАС, в переходном режиме работы была проведена вторая серия экспериментов с использованием модифицированного источника питания, (см. рис. 2). В этих экспериментах не использовали коллектор ионного тока, чтобы более строго определить границы рабочих давлений, характеризующих неустойчивый режим работы УАС. Возникновение неустойчивостей связано с присутствием коллектора ионного тока, установленного на выходе из УАС. Коллектор создает дополнительное сопротивление потоку плазмообразующего газа, и давление в области формирования объемного заряда ионов больше, чем давление в вакуумной камере. В приводимой здесь серии экспериментов регистрировали осциллограммы разрядного напряжения УАС. Несмотря на то, что пульсации напряжения источника питания не превышали 0.5 %, а балластное сопротивление полностью исключало возникновение микродуг, мы, как и раньше, наблюдали три режима работы УАС. Первый устойчивый («ускорительный») режим, (диапазон изменения расхода аргона от $1.8 \cdot 10^{-2}$ Вт до $4.2 \cdot 10^{-2}$ Вт, давление в вакуумной камере от $3 \cdot 10^{-2}$ Па до 7·10⁻² Па). Переходный (неустойчивый) режим (расход аргона от 4,2·10⁻² Вт до 5,4·10⁻² Вт, давление от 7,3·10⁻² Па до 9,0·10⁻² Па). Второй устойчивый («магнетронный») режим, (расход аргона больше $5,4 \cdot 10^{-2}$ Вт и давлении больше $9 \cdot 10^{-2}$ Па).

На рис. 5 приведены характерные осциллограммы разрядного напряжения УАС при работе от модифицированного блока питания БП-94 для «ускорительного», переходного и «магне-тронного» режимов работы, соответственно.



Рис. 5. Осциллограммы разрядного напряжения УАС при работе от блока питания БП-94 со сглаживающим фильтром

Первый устойчивый («ускорительный») режим (рис. 5, *a*): расход аргона (1,8–4,2)·10⁻² Вт, давление в вакуумной камере (3–7)·10⁻² Па, разрядное напряжение 3000 В. Переходный (неустойчивый) режим (рис. 5, *b*): расход аргона $5 \cdot 10^{-2}$ Вт, давление $8,75 \cdot 10^{-2}$ Па. Второй устойчивый («магнетронный») режим (рис. 5, *b*): расход аргона $5,6 \cdot 10^{-2}$ Вт, давление $9,3 \cdot 10^{-2}$ Па.

4. Обсуждение результатов

Анализ осциллограмм разрядного напряжения, полученных во второй серии экспериментов, показал, что частота колебаний в переходном режиме работы УАС, также как в первой серии составляет приблизительно 10 кГц. Изменение диапазонов расхода плазмообразующего газа и давлений в вакуумной камере характерных, вызывающее смену режимов работы УАС (вторая серия экспериментов), связано с отсутствием коллектора ионного тока, который в первой серии экспериментов создавал сопротивление свободному истечению рабочего газа в вакуумную камеру. Переход разряда УАС во второй устойчивый режим (Р, Па; Q, Вт), можно объяснить тем, что при увеличении давления рабочего газа растет вероятность ионизации и плотность ионного тока. При этом увеличивается доля ионов, уходящих из пучка на стенки ускорительного канала,

а также вызванный ими ток вторичной ион-электронной эмиссии. Последний обеспечивает формирование устойчивого разряда, аналогичного магнетронному.

5. Выводы

При работе УАС без катода компенсатора может возникать неустойчивый режим, сопровождающийся развитием колебаний плазмы с частотой приблизительно 10 кГц. Данный режим является переходным между устойчивыми «ускорительным» и «магнетронным» режимами работы УАС. Причиной возникновения переходного (неустойчивого) режима является периодическое накопление объемного заряда ионного пучка и его частичной компенсацией за счет временного перехода в «магнетронный» режим работы УАС. Пульсации напряжения блока питания инициируют развитие колебаний в переходном режиме. Однако колебания плазмы могут возникнуть и при отсутствии пульсаций напряжения блока питания. Предложенный в работе [8] критерий позволяет предсказать соотношение плотности ионного тока и разрядного напряжения УАС, которое обеспечивает устойчивую работу. Способы стабилизации ионного тока, предложенные здесь, представляют практический интерес при разработке технологических установок, использующих процессы ионной обработки с применением УАС.

- [1] Лучкин А. Г., Лучкин Г. С. *Очистка поверхности подложек для нанесения покрытий* вакуумно-плазменными методами. каф. технологического оборудования медицинской и легкой промышленности КНИУ,2012,С. 208.
- [2] Гончаров А. А., Добровольский А. Н., Павлов С. Н., Проценко И. М., Костин Е. Г. Плазменный ускоритель с анодным слоем для обработки поверхности материалов. Институт физики Национальной Академии наук Украины, г. Киев, Украина, 2003, с. 1–4.
- [3] Духопельников Д. В., Юрченко А. А. Экспериментальное исследование технологического ускорителя с анодным слоем "РАДИКАЛ" без катода компенсатора, Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004. № 3, с. 74–83.
- [4] H. R. Kaufman, Adv. *Electronics and Electron Phys.* 36 (1974) 265.
- [5] Крылов П.Н., Закирова Р.М., Федотова И.В., Гильмутдинов Ф.З. Влияние ионной обработки на свойства пленок In2O3: Sn. Физика и техника полупроводников, 2013, т. 47. № 6, с. 859–863.
- [6] Омельницкий Д. А., Подгуйко Н. А., Влияние напряженности магнитного поля на формирование ионного пучка в одноступенчатом ускорителе с анодным слоем. МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, Российская Федерация, 2018, с. 1–9.
- [7] Духопельников Д. В., Воробьев Е. В., Ивахненко С. В. Исследование и оптимизация характеристик ионного источника ИИ-200, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011, с. 4–5.
- [8] Марахтанов М. К., Хохлов Ю. А., Со Ту Аунг. Исследование влияния расхода плазмообразующего газа на режим работы ускорителя с анодным слоем. Упрочняющие технологии и покрытия, 2019, Т. 15, №. 7 (175), С. 318–322.

Влияние никеля на высокотемпературные свойства многослойных керамических покрытий

А. В. Черногор, И. В. Блинков, А. О. Волхонский, В. С. Сергевнин

НИТУ «МИСиС», 119049, Москва, Россия

E-mail: avchernogor@gmail.com

Аннотация. В данной работе рассмотрены структура и состав многокомпонентных покрытий TiCrMoN-Ni в области повышенной концентрации никеля (более 8 ат. %), приготовленных методом Arc-PVD при потенциалах смещения 80–140 В. Все покрытия характеризуются слоистой структурой, период модуляции которой уменьшается по мере увеличения потенциала смещения. После отжига при 850 °C покрытия сохраняют слоистую структуру без признаков растворения слоёв друг в друге, при этом во всех случаях происходит формирование монокристаллического субслоя CrN. Субслои с никелем сохраняют свою поликристаллическую структуру.

1. Введение

В настоящее время нанесение покрытий методом физического осаждения (PVD) занимает одну из основных вакуумных технологий. Высокие механические, а также уникальные физические свойства, которые обеспечиваются не только нанокристаллической структурой, но и также неравновесным фазовым составом, обеспечили широкое применение таких покрытий во многих отраслях промышленности с 70-ых годов прошлого века [1, 2]. Первые полученные покрытия использовались для защиты инструментов от изнашивания, что обеспечивают прирост ресурсоёмкости инструмента в два и более раз. В настоящее время износостойкие покрытия также занимают одну из ведущих ролей в развитии методов PVD, хотя и были потеснены другими современными направлениями [3, 4]. Однако со временем требования, предъявляемые к защитным покрытиям заметно возросли. Так, если на рубеже возникновения этого направления высокая твёрдость и адгезионная прочность были чуть ли не единственными критериями при разработке покрытий, то сейчас нужно учитывать высокие температуры вплоть до 900 °C из-за возросших скоростей резания и характер прикладываемой нагрузки [5]. Это приводит к тому, что покрытия должны обладать высокой жаростойкостью, термической стабильностью структуры, и высокой вязкостью, с сохранением твёрдости на уровне 25–40 ГПа.

В предыдущих работах нами было показано, что в качестве покрытий, удовлетворяющих таким требованиям, могут быть покрытия системы TiCrN-Mo₂N-Ni [6, 7]. Однако вопросы, касающиеся жаростойкости и термической стабильности были затронуты лишь косвенно и только для системы с низкой концентрацией никеля (2.5 ат. %), опираясь на результаты высокотемпературной трибологии [7]. В данной работе стояла цель исследовать свойства покрытий с высокой концентрацией никеля (≈ 10 ат. %), а также изучить структурные изменения после отжига при температурах до 850 °C.

2. Методы нанесения покрытий

Покрытия наносились методом arc-PVD на установке, оборудованной двумя испарителями с магнитными сепараторами капельной фракции, и одним прямоточным испарителем. Более подробное описание схемы установки представлено в работах [7–9]. Были приготовлены покрытия при потенциалах смещения 80, 100, 120, 140 и 160 В в среде азота при давлении 0.8 Па, температуре подложек ≈ 450 °C, времени осаждения 90 минут и подложках BK6. В качестве материалов катодов использовались хром высокой чистоты (99.99 %), сплав TiNi и молибден высокой чистоты (99.9 %). Последние два распылялись через магнитные сепараторы,

чтобы, во-первых, предотвратить попадание капель титана на поверхность растущего покрытия, во-вторых, обеспечить низкую концентрацию нитрида молибдена, характеризующегося разрушительным для покрытия окислением при температурах выше 350–450 °C [10].

3. Результаты и обсуждения

Результаты микрорентгеноспектрального анализа состава покрытий представлены в табл. 1. Из данных видно, что все покрытия характеризуются высоким содержанием хрома. Соотношение между концентрациями элементов Ті и Ni примерно составляют 1:1, что соответствует составу сплава катода TiNi. При этом при уровне значимости 0.05 зависимость Ti/Ni от обратной величины модуля потенциала смещения показала достоверную линейную корреляцию (F(11.7) > Fкp(5.05)). Однако с учётом того, что соотношение Ti/Ni по мере уменьшения концентрации должно выйти на постоянное значение, была выполнена логарифмическая регрессия в приближение, что при потенциале смещения 0 В, отношение Ti/Ni составит 1, то есть равным составу материалу катода TiN. Согласно полученным результатам, в таком случае логарифмическая регрессия статистически значима $(F(17.3) > F_{\kappa p}(5.05)).$ Такое перераспределение концентраций связано в основном с относительно низкой прочностью связи никеля с покрытием, который находится в металлическом состоянии, по сравнению с прочностью связи переходных металлов в соединениях MeN [11].

Потенциал	Концентрация элемента (ат.%)					Фазовый
смещения	Ti	Cr	Мо	Ni	\mathbf{N}^{a}	состав
-80	12.0±0,3	31.3±0,6	2.2±0,1	10.5±0,3	44	
-100	13.8±0,3	32.2±0,6	$1.2\pm0,1$	$11.8\pm0,3$	41	
-120	13.3±0,3	28.4±0,6	$2.5\pm0,1$	$10.8\pm0,3$	45	TiCrN-Mo ₂ N
-140	14.7±0,3	27.8±0,6	$2.0\pm0,1$	11.5±0,3	44	
-160	13.6±0,3	32.0±0,6	$2.1\pm0,1$	8.3±0,3	44	

Таблица 1. Фазовый и элементный состав покрытий

^аПогрешность измерения концентрации легких элементов методами МРА может составлять более 5 атомных процентов.

Изучение структуры покрытий в поперечном сечении проводилось методом ПЭМ на тонких ламелях, приготовленных из покрытий, напыленных на твёрдый сплав. На рис. 1 представлены изображения структуры покрытий, приготовленных при 80 и 120 В.



Рис. 1. Изображения ПЭМ в поперечном сечении покрытий, приготовленных при (а) 80 В и (b) 120 В

Для всех покрытий характерно наличие слоистой структуры, формирующейся в результате планетарного вращения подложек [8]. При этом по мере увеличения потенциала смещения период модуляции уменьшается с 62 нм до 44 по линейной зависимости с коэффициентом детерминации 0.93, что связано с увеличением коэффициента распыления растущего покрытия высокоэнергетичными атомами.

Согласно данным РФА, в покрытиях формируются нитриды TiN-CrN-Mo₂N с ГЦК структурой, при этом никель определить не удалось не на одной из серий покрытий, что свидетельствует о его рентгеноаморфоности [12]. На рисунке 2 представлены данные рентгеноструктурного анализа, из которых видно, что по мере увеличения потенциала смещения происходит рост микродеформаций с 0.12 до 1.1 % и увеличения постоянной кристаллической решётки. По всей вероятности, это связано с ростом концентраций дефектов Шотки, пар Френкеля, дислокационных скоплений.

Все образцы были отожжены при 850 °С. Данные рентгеноструктурного анализа после отжига представлены на рис. 2. Видно, что после отжига для образцов, приготовленных при 140 и 120 В, значения микродеформаций и периода решётки остаются примерно на том же уровне. Однако для покрытий, приготовленных при 80 В, значения микродеформаций, как и периода решётки возрастают. Логично предположить, что после отжига микродефоормации должны уменьшиться в следствии процессов рекристаллизации или остаться на том же уровне, в случае недостаточной температуры для активации этих процессов.



Рис. 2. Микродеформации и период решётки ГЦК нитридов до и после отжига при 850 °С

Согласно данным микрорентгеноспектрального анализа, проведённого на пробах при исследовании структуры ПЭМ в поперечном сечении, глубина диффузии атомов W и Co из подложки вглубь покрытия увеличивается со ~100 нм после приготовления до 1 мкм после отжига. Поскольку кобальт и вольфрам характеризуются большим атомным радиусом, то их растворение в покрытии будет приводить к увеличению периода кристаллической решётки и микродеформациям, что согласуется с экспериментальными данными.

На рис. 3 представлены изображения покрытий после отжига при 850 °С. Слоистая структура покрытий сохраняется, при этом период модуляции для всех покрытий после отжига примерно соответствует периоду модуляции до отжига. Это свидетельствует об отсутствии процессов растворения слоёв друг в друге. Тем не менее внутри одного слоя происходят структурные превращения, которые заключаются в формировании монокристаллических субслоёв. Согласно расчётам плазменного потока, данные слои соответствуют слоям, обогащённым хромам, то

есть сформированных при непосредственном прохождении подложек напротив испарителя с хромовым катодом [8]. Эти данные хорошо демонстрируют роль никеля в термической стабильности покрытий. Из ранее проведённых исследований известно, что никель присутствует только в субслоях, сформированных при прохождении подложек напротив испарителя Мо и в большей степени TiNi. Никель склонен к формированию рентгеноаморфной оболочки вокруг нитридных зёрен, которая служит диффузионным барьером при рекристаллизации покрытий в течение всего отжига [12].





Рис. 3. Изображения ПЭМ в поперечном сечении покрытий, приготовленных при (a) 80 В и (b) 120 В после отжига при 850 °C

4. Выводы

В результате работы было приготовлено пять серий покрытий TiCrMoNiN при разных потенциалах смещения. Установлено, что при концентрациях до 13 ат. % структура покрытий соответствует матрицы из рентгеноаморфного никеля и включением нитридов титана, хрома и молибдена с ГЦК структурой в субслоях, сформированных при прохождении подложек напротив испарителей Мо и TiNi. Субслой обогащённый хромом также имеет выраженную поликристаллическую структуру, однако после отжига происходит его рекристаллизация в монокристаллические слои.

Поскольку влияние никеля на термическую стабильность настолько выражено, в дальнейшем будут проведены исследования термической стабильности покрытий с равномерным распределением никеля по всем субслоям покрытия.

Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №19-19-00555).

- [1] PalDey S and Deevi S C 2003 Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: A review *Mater. Sci. Eng. A*
- [2] Randhawa H 1988 Cathodic arc plasma deposition technology Thin Solid Films 167 175-86
- [3] Selvakumar N and Barshilia H C 2012 Review of physical vapor deposited (PVD) spectrally selective coatings for mid- and high-temperature solar thermal applications *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*
- [4] Kelly P J and Arnell R D 2000 Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications *Vacuum*
- [5] Musil J 2012 Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness *Surf. Coatings Technol.*

- [6] Chernogor A V, Blinkov I V, Belov D S, Volkhonskiy A O and Sergevnin V S 2019 Influence of bias voltage on structure and mechanical properties of TiCrN-Mo 2 N-Ni coatings *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 657 012045
- [7] Chernogor A V., Klimashin F F, Volkhonskii A O, Blinkov I V. and Mayrhofer P H 2019 The impact of Ni and Mo on growth-morphology and mechanical properties of arc evaporated Ti-Cr-N hard coatings *Surf. Coatings Technol.* 377 124917
- [8] Chernogor A V., Blinkov I V., Belov D S, Sergevnin V S and Volkhonskii A O 2019 Analysis of the Structure of Multilayer Nanocrystalline Coatings Based on Plasma Mass Transfer Parameters Calculated by the Monte Carlo Method *Tech. Phys. Lett.* 45 75–8
- [9] Chernogor A V, Blinkov I V, Sergevnin V S and Demirov A P 2019 Modelling of cathodic arc PVD plasma flow in separator with non-uniform magnetic field J. Phys. Conf. Ser. 1313 012011
- [10] Solak N, Ustel F, Urgen M, Aydin S and Cakir A F 2003 Oxidation behavior of molybdenum nitride coatings *Surf. Coatings Technol.*
- [11] Hanson D E, Stephens B C, Saravanan C and Kress J D 2001 Molecular dynamics simulations of ion self-sputtering of Ni and Al surfaces J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film. 19 820–5
- [12] Belov D S, Blinkov I V. and Volkhonskii A O 2014 The effect of Cu and Ni on the nanostructure and properties of arc-PVD coatings based on titanium nitride *Surf. Coatings Technol.*

Установление режимов модифицирования ПЛГА скаффолдов методом магнетронного со-распыления Си и Ті мишеней

А. Д. Бадараев, Д. В. Сиделёв, Ю. Н. Юрьев, В. Р. Букал, С. И. Твердохлебов

Томский политехнический университет, Томск, Россия

E-mail: tverd@tpu.ru

Аннотация. Методом электроформования были изготовлены биорезорбируемые скаффолды из поли(лактид-со-гликолид)а (ПЛГА). Плазменное модифицирование ПЛГА скаффолдов проводили методом магнетронного со-распыления медной и титановой мишеней. Были проведены исследования морфологии поверхности, элементного состава и механических свойств полученных образцов. Выбраны режимы модифицирования, позволяющие сохранять макроструктуру, морфологию и механические свойства ПЛГА скаффолдов.

1. Введение

Поли(лактид-со-гликолид) (ПЛГА) является биодеградируемым синтетическим сополимером, состоящим из алифатических полиэфиров полилактида и полигликолида. ПЛГА обладает высокой биосовместимостью и контролируемой скоростью деградации [1]. ПЛГА скаффолды широко используют в тканевой инженерии для заживления мягких и костной тканей [2, 3].

Плазменное модифицирование материалов из ПЛГА позволяет увеличивать адгезию и пролиферацию клеток [4, 5]. По сравнению с методом ионного травления и обработкой в плазме высокочастотного тлеющего разряда, метод магнетронного напыления позволяет формировать равномерные, высокочистые пленки металлов и диэлектриков при относительно низких температурах. Несмотря на преимущества модифицирования методом магнетронного напыления при его использовании существует вероятность нарушить форму и макроструктуру полимерного скаффолда [6]. Это связано с тем, что синтетические биодеградируемые полимеры крайне чувствительны к повышенным температурам: ПЛГА скаффолды с соотношением лактида к гликолиду 85/15 плавятся при температурах ~ 55–60°. Для исключения температурных повреждений скаффолдов при их модифицировании методом магнетронного распыления металлических мишеней необходимо отработать технологические параметры, которые позволят сохранить макроструктуру, морфологию и механические свойства.

Целью работы является разработка режимов модифицирования ПЛГА скаффолдов, методом магнетронного со-распыления, которые способны сохранить макроструктуру, морфологию и механические свойства.

2. Материалы и методы

Скаффолды из сополимера поли(лактида-со-гликолида) (PURAC[®], Netherlands) с соотношением ПЛА к ПГА – 85/15 изготавливали методом электроформования на установке NANON-01A (МЕСС Со., Ltd., Япония). Для изготовления скаффолдов использовали 4 % раствор ПЛГА в диметилформамиде (CH₃)₂ NCH (Акрос, Россия).

Модифицирование ПЛГА скаффолдов с размерами 50×50 мм² проводили методом магнетронного со-распыления титановой и медной мишеней на установке плазменного напыления [7]. В табл. 1 приведены режимы плазменного модифицирования ПЛГА скаффолдов.

Режимы	Мощность, Вт		Ток, А		Время
модифицирования	Cu	Ti	Cu	Ti	модифицирования,
(образцы)	магнетрон	магнетрон	магнетрон	магнетрон	МИН
1	300	750	0,6	2,9	12,5
2	130	500	0,3	1,1	29,3
3	600	500	1,1	2,0	10,5
4	200	500	0,5	1,1	19,5

Таблица 1. Режимы плазменного модифицирования ПЛГА скаффолдов

При режимах 1–4, для питания медной мишени применялся источник питания APEL-M-5PDC (Прикладная электроника, Россия) с задаваемой частотой импульсов 100 кГц и коэффициентом заполнения 70 %. Такой же источник применялся при режимах 2 и 4 для питания магнетрона с титановой мишенью. При режимах модифицирования 1 и 3, для распыления медной и титановой мишеней применялся источник MPS-3-5-5-1000-PC (Интеллектуальные промышленные системы, Россия) с частотой 132 кГц.

Морфологию поверхности и элементный состав ПЛГА скаффолдов исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДРС) на приборе JCM-6000 Plus (Jeol, Япония).

Механические свойства ПЛГА скаффолдов размером 30×10 мм оценивали на приборе Instron 3343 (Illinois Tool Works, США) при их равномерном растяжении.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 показаны внешний вид ПЛГА скаффолдов и их микроструктура. Также добавлены гистограммы распределения волокон и ЭДРС спектры.

Исходный ПЛГА скаффолд обладает белым цветом с двух сторон (рис. 1, а). Все модифицированные образцы имеют металлический блеск. Образцы 1 (рис. 1, б слева) и 3 (рис. 1, в слева) имеют видимые дефекты: 1 – прожог полимерного материала в форме дуги, 3 – область проплавления и значительная деформация скаффолда. Образцы 2 (рис. 1, б посередине) и 4 (рис. 1, в посередине) не имеют видимых дефектов, что подтверждают их СЭМ изображения: для образца 2 – 1, б справа; для 4 – 1, в справа, соответственно. Песчано-серый цвет наблюдается у модифицированной поверхности ПЛГА скаффолдов 1 и 2, коричневый цвет у модифицированной поверхности скаффолдов 3 и 4. Отсутствие различий в цвете у режимов 1 и 2 (3 и 4) может свидетельствовать об одинаковом соотношении элементов Сu/Ti на их поверхностях. Оборотная сторона образцов этих групп сохраняет белый цвет.

Благодаря уменьшению мощности подаваемой на магнетрон с медной мишенью и замене источника питания магнетрона с титановой мишенью, произошло уменьшение скорости напыления Cu-Ti покрытий и потока энергии, падающей на поверхность скаффолдов. Благодаря чему, температура подложки потенциально уменьшилась. Поэтому, модифицирование в режимах 2 и 4 позволило сохранить внешний вид и форму ПЛГА скаффолдов.

Дальнейшие исследования проводили с образцами без дефектов: образцы 2 и 4 и не модифицированный ПЛГА скаффолд. Исследованные образцы обладают нетканой структурой, характерной для материалов, изготовленных методом электроформования. На ЭДРС спектре исходного образца наблюдается три пика, свидетельствующие о наличии углерода, кислорода и золота на поверхности (рис. 1a справа). Наличие золота связано с его напылением для лучшей проводимости поверхности полимера. На ЭДРС спектрах модифицированных образцов наблюдаются пики меди, титана, углерода, кислорода и золота.

В табл. 2 приведены средний диаметр волокон ПЛГА скаффолдов, элементный состав и элементные соотношения.



Рис. 1. Внешний вид ПЛГА скаффолдов (слева и посередине) и их микроструктура, гистограммы распределения диаметров волокон, ЭДРС спектры (справа)
а – не модифицированный ПЛГА скаффолд; б – слева-направо: образец 1, образец 2 и СЭМ изображение образца 2; в – слева-направо: образец 3, образец 4 и СЭМ изображение образца 4

Образец	Средний диаметр	Атомная концентрация элементов, %				Соотношения элементов	
волокон, мкм	С	0	Cu	Ti	C/O	Cu/Ti	
Исходный ПЛГА скаффолд	1,80±0,62	59,9	40,1	-	-	1,5	-
2	1,69±0,67	57,2	37,1	3,7	2	1,5	1,9
4	1,82±0,73	56,1	37,2	4,9	1,8	1,5	2,7

Таблица 2. Средний диаметр волокон и элементный состав ПЛГА скаффолдов

Средний диаметр волокон, исследуемых ПЛГА скаффолдов варьируется в пределах от 1,02 до 2,55 мкм. При плазменном модифицировании ПЛГА скаффолдов в режимах 2 и 4 средний диаметр волокон достоверно не изменяется.

Соотношение С/О для исходного ПЛГА скаффолда составляет 1,5. При плазменном модифицировании ПЛГА скаффолдов, значение соотношения С/О не изменяется. Соотношения Си/Ті для модифицированных образцов 2 и 4 составляют 1,9 и 2,7, соответственно.

В табл. З показаны результаты исследования механических свойств ПЛГА скаффолдов, модифицированных в плазме магнетронного разряда медью и/или титаном.

Образец	Предел прочности, МПа	Относительное Удлинение, %	Модуль Юнга, МПа	
Не модифицированный ПЛГА скаффолд	3,4±0,2	250±30	85±6	
2	3,3±0,1	240±20	86±5	
4	3,6±0,1	230±30	89±5	

Таблица 3. Механические свойства ПЛГА скаффолдов

Предел прочности ПЛГА скаффолдов варьируется в пределах 3,2–3,7 МПа, относительное удлинение 210–280 %, модуль Юнга 79-95 МПа. Плазменное модифицирование при режимах 2 и 4 достоверно не изменяет прочностные характеристики ПЛГА скаффолда, что связано с сохранением макроструктуры и морфологии ПЛГА скаффолдов после плазменного модифицирования в этих режимах.

4. Заключение

Плазменное модифицирование в режимах 1 и 3 не сохраняет макроструктуру и форму исходного ПЛГА скаффолда. Режимы 2 и 4 позволяют сохранить первоначальную форму и внешний вид.

Режимы 1 и 3 не рекомендуются для модифицирования ПЛГА скаффолдов, поскольку приводят к разрушению и деформации ПЛГА скаффолдов, в то время как режимы 2 и 4 позволяют сохранить макроструктуру, морфологию и механические свойства ПЛГА скаффолдов.

Сохранение формы, макроструктуры ПЛГА скаффолдов при модифицировании в режимах 2 и 4 связано с уменьшением полной мощности, подаваемой на магнетрон с медной мишенью и уменьшением потока энергии на поверхность ПЛГА скаффолда. Это связано с заменой питания магнетрона с титановой мишенью на источник APEL-M-5PDC.

- [1] Gentile P, Chiono V, Carmagnola I, Hatton P 2014 *International Journal Molecular Science* **15** 3640–59.
- [2] Pattison M A, Wurster S, Webster T J and Haberstroh K M 2005 *Biomaterials* **26** 2491–500.
- [3] Doğan A et al 2014 *Material Science Engineering* **44** 246–53.
- [4] Park K et al 2007 Journal of Biomaterials Science. 18 369–82.
- [5] Roh H S, Jung S C, Kook M S, Kim B H 2016 Applied Surface Science 388 321–30.
- [6] Bolbasov E N et al 2017 *Applied Surface Science* **398** 63–72.
- [7] Sidelev D V et al 2017 Vacuum 143 479–85.

Разработка конструкции малогабаритного источника жидкофазного магнетронного распыления для вакуумной установки МВТУ-11-1МС

А. Д. Купцов, Д. Д. Васильев, С. В. Сидорова, К. М. Моисеев

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: <u>alex-kouptsov@yandex.ru</u>

Аннотация. Обозначена актуальность магнетронного распыления для получения проводящих металлизированных покрытий толщинами до десятков микрометров. Внимание уделено особенностям магнетронного распыления с жидкой мишенью. Отмечено, что в настоящее время этот процесс реализуют с использованием магнетронов с размерами от 3" до 6". Рассмотрены конструктивные недостатки существующего магнетрона HMCA-52M и его узла крепления к камере вакуумной технологической установки MBTУ-11-1MC. Разработана конструкция магнитной системы с повышенным значением магнитной индукции на поверхности магнетрона размером 2". Спроектированы узлы источника магнетронного распыления: корпус, крепление к камере и крышка. Представлен вариант улучшенной конструкции источника магнетронного распыления, которая учитывает недостатки существующего магнетрона HMCA-52M.

1. Введение

Металлические проводящие слои толщиной от 20 до 50 мкм имеют широкое распространение в областях машиностроения и электроники: они используются в ракетостроении [1], капсулах термоядерного топлива [2, 3], силовых электродах [4], термоэлектрических охладителях [5]. Для формирования таких покрытий применимы различные методы: гальваническое наращивание, DBC-технология, дуговое испарение и магнетронное распыление. Последний метод имеет преимущества по чистоте, адгезии к подложке, экономичности и экологичности, однако скорость осаждения при классическом магнетронном распылении (MP) на 1–2 порядка ниже по сравнению с другими обозначенными методами. Однако разновидность данного метода – жидкофазное магнетронное распыление (ЖФМР) позволяет обеспечить сравнимые скорости осаждения покрытий [1, 2, 6–8].

При классическом MP атомы инертного газа аргона бомбардируются электронами. Так происходит ионизация и возбуждение тлеющего разряда плазмы над поверхностью магнетрона, где располагается мишень из распыляемого материала. Ионы с энергией от 100 до 1000 эВ бомбардируют мишень, выбивая ионы и атомы материала, осаждаемые на подложке. Примерно 95 % энергии ионов расходуется в мишени в виде тепла [9]. В традиционных MP-системах мишень крепится к крышке магнетрона и охлаждается вместе с ней [10].

В методе ЖФМР мишень помещают в тигель из тугоплавкого материала и теплоизолируют от крышки (охлаждающей системы), при обеспечении достаточной мощности материал мишени плавится, и к процессу распыления добавляется термическое испарение. Процесс переходит в режим самораспыления, при котором разряд горит в парах материала мишени без присутствия рабочего газа. Это приводит к увеличению скорости осаждения от 5 до 10 раз по сравнению с классическим МР, повышению чистоты покрытия, снижению энергозатрат до 50-100 В/Атом [1, 6, 11–18].

В большинстве случаев процесс ЖФМР реализуют с использованием магнетронов с типоразмерами от 3" до 6" [13, 19]. Существующий модуль магнетрона HMCA-52M имеет размер 2". Для плавления мишени размером 2" и перехода процесса в режим самораспыления

необходимо достичь мощности разряда от 400 до 550 Вт. Основными параметрами, влияющими на мощность, являются: напряжение разряда, рабочее давления процесса, а также значение тангенциальной составляющей индукции магнитного поля на поверхности мишени. Варьирование первых двух параметров возможно в диапазоне, определяемом параметрами блока питания (ток от 100 до 2000 мА и напряжение от 50 до 800 В) и качеством регулирования давления в вакуумной камере установки, а значение магнитной индукции на поверхности мишени.

Магнетрон НМСА-52М из-за своего малого размера имеет невысокое значение магнитной индукции над поверхностью крышки магнитов 175 мТл, что недостаточно для реализации метода ЖФМР. Кроме того, существующий магнетрон имеет неудобное крепление к патрубку установки МВТУ-11-1МС [20], что приводит к усложнению его монтажа и негерметичному уплотнению.

Таким образом, целью работы является разработка конструкции магнетрона с повышенным значением магнитной индукции магнитной системы и эргономичным креплением к патрубку вакуумной камеры установки MBTУ-11-1MC.

2. Анализ конструкции магнетрона

В конструкции малогабаритного магнетрона HMCA-52M [21] на основании ее подробного анализа определены недостатки трех основных узлов (рис. 1). В узле *1*, где размещена магнитная система, обнаружено малое значение магнитной индукции на поверхности магнетрона, которого недостаточно для режима ЖФМР. Магнетрон HMCA-52M в целом неудобен при сборке: сложность узла деформации уплотнения (см. рис. 1, узел 2), сложность закрепления модуля на камере (см. рис. 1, узел 3).



Рис. 1. Конструкция магнетрона HMCA-52M: 1 – узел распыления; 2 – держатель магнетрона; 3 – узел крепления магнетрона на камере

Толщина крышки в месте прилегания кольцевого магнита составляет 0.7 мм (см. рис. 1, узел *1*). При отдалении от магнитов величина магнитной индукции уменьшается, а поскольку эффективность МР зависит от величины магнитного поля, необходимо минимизировать потери магнитной индукции. Крышка фиксируется к корпусу магнетрона винтами, что занимает пространство. При использовании другого способа охлаждения магнитов, можно увеличить размер кольцевого магнита за счет удаления цилиндрической части, где находятся винты.

В корпусе магнетрона (см. рис. 1, узел 2) предусмотрено два сквозных отверстия диаметром 6 мм для подачи воды охлаждения магнитной системы от перегрева. Отверстия выполнены со смещением, что может повлечь поломку сверла от режущей силы при сверлении.

В узле 2 имеются винты М4, поджимающие прижимную планку для деформации уплотнения, обеспечивающего герметизацию узла распыления. При сборке модуля сложно контролировать и обеспечивать равномерность затяжки, а значит, и равномерность деформации уплотнения. Поджим винтов М4 возможен благодаря разрезному кольцу, установленному в канавку корпуса магнетрона. Канавка имеет идентичный радиус, который не позволяет срезать

это кольцо. Поскольку корпус магнетрона имеет малые размеры, доступ к кольцу ограничен и без специального приспособления произвести разбор узла затруднительно.

Подробнее узел 3 крепления магнетрона на фланце камеры представлен на рис. 2.

На КГ-фланец 1 вакуумной камеры помещается кольцевое уплотнение 2, поджимаемое ответным фланцем 3. Закрепление фланцев осуществляется с помощью хомута 4. Уплотнение 5 обеспечивает герметичность при деформации от втулки 6, которая крепится четырьмя винтами 7. Разрезная шайба 8 предотвращает «засасывание» модуля внутрь камеры при откачке, соединяясь двумя винтами 9 со втулкой 6. Плотное прилегание шайбы 8 и трубы 10 обеспечивает винт 11.



Рис. 2. Узел крепления магнетрона НМСА-52М на фланец камеры: 1 – КF фланец; 2, 5 – уплотнение; 3 – ответный фланец; 4 – хомут; 6 – втулка поджима; 7, 9, 11 – винты; 8 – шайба разрезная; 10 – труба магнетрона

Сложностью установки и закрепления узла является тот факт, что оператору необходимо одной рукой держать присоединяемую единицу узла, а второй рукой с помощью отвертки, либо ключа, навинчивать винты (это проблематично и неудобно). Дополнительные проблемы заключаются в том, что элементы узла устанавливаются только в одном положении, и их невозможно повернуть вокруг своей оси, соответственно, некоторые винты приходится закручивать «наощупь» поскольку доступ к ним ограничен внешней оснасткой камеры.

Таким образом, имеющиеся недостатки в конструкции магнетронной системы не позволяют проводить процесс по распылению мишени в жидкой фазе из-за малого значения индукции магнитного поля над поверхностью мишени, а также усложняют процесс монтажа и могут привести к негерметичности в узле крепления.

3. Разработка модернизированной конструкции

В результате анализа недостатков текущей конструкции модуля магнетрона, в графической среде Компас-3D был разработан модернизированный узел (рис. 3).

Канал охлаждения собран при помощи пайки медных труб к магнитопроводу, что позволило увеличить размеры кольцевого магнита благодаря отсутствию крепежных винтов. На основании данных моделирования магнитная индукция на поверхности магнетрона на увеличивается на 83 % относительно базового значения 175 мТл. Для исключения контакта тигля с магнитами, высота магнитов меньше высоты охлаждаемого канала. Магнитная система состоит из редкоземельных постоянных магнитов, изготовленных на основе NdFeB (N52). Кольцевой магнит 1 и столбчатый магнит 2 запрессованы на медную крышку 3 для увеличения эффективности охлаждения, которая припаяна к магнитопроводу 4 для уменьшения габаритных размеров. Узел является неразборным, обеспечивает вакуумную и водяную герметичность.

С помощью винтов 5 магнитная система соединена с корпусом магнетрона 6. Кольцевое резиновое уплотнение 7 обеспечивает герметичность между магнитной системой и корпусом. Анод магнетрона 8 установлен на стакан магнетрона 9. Детали электрически изолированы от корпуса магнетрона через фторопластовые втулки 10 и 11. Вакуумную герметичность обеспечивает резиновое круглое уплотнение 12, которое деформируется при поджатии гайки 13 через прижимное кольцо 14. Модуль магнетрона устанавливается на нижний фланец 20 вакуумной камеры на стойку магнетрона 15, соединяемую со стаканом магнетрона с помощью винтов 16, и уплотнением 17.



Рис. 3. Модернизированная конструкция магнетрона НМСА-52М: 1, 2 – магниты кольцевой и столбчатый; 3 – крышка; 4 – магнитопровод; 5, 16, 21, 28 – винты; 6 – корпус магнетрона; 7, 12, 17, 24 – уплотнение кольцевое; 8 – анод; 9 – стакан магнетрона; 10, 11 – втулки изоляционные; 13 – гайка поджима; 14 – кольцо прижимное; 15 – стойка магнетрона; 18 – трубки подачи охлаждения; 19 – штуцер; 20 – фланец камеры; 22 – фланец поджима; 26 – гайка поджима; 27 – кольцо разрезное

Охлаждение магнитной системы осуществляется с помощью проточной воды, подаваемой через полиуретановые трубки 18, которые соединяются со штуцером 19. Стойка магнетрона 15 устанавливается на фланец камеры 20. Вакуумную герметичность обеспечивает уплотнение 21, поджимаемое фланцем 22 с помощью хомута 23.

Герметичность также обеспечивает уплотнение 24, поджимаемое втулкой 25 с помощью гайки 26. Разрезное кольцо 27, предотвращающее всасывание магнетрона внутрь камеры при откачке, фиксируется на стойке 15 с помощью винта 28.

4. Заключение

Разработанный модуль магнетрона имеет увеличенный кольцевой магнит, а также канал охлаждения, выполненный на пайке, что позволит получить большее на 83 % значение магнитной индукции над поверхностью магнитов при меньшем размере корпуса магнитной системы и проводить процессы магнетронного распыления в жидкофазном режиме. Отсутствие прямого контакта магнитов с водой увеличит срок их службы. Изменен узел, обеспечивающий вакуумную герметичность, что позволит проводить разбор конструкции без повреждения элементов. Разработана простая и быстросъемная система крепления изделия на фланец вакуумной камеры.

- [1] Sidelev D V, Yuryeva A V, Krivobokov V P, Shabunin A S, Syrtanov M S and Koishybayeva Z, 2016, Journal of Physics: Conference Series, no. 741, 012193.
- Wu, H & Nikroo, Abbas & Youngblood, Kelly & Moreno, Kris & Wu, D & Fuller, Tim & Alford, C. & Hayes, Jeff & Detor, Andrew & Wong, M & Hamza, Alex & Buuren, Tony. (2012). Thick Beryllium Coatings by Magnetron Sputtering. Journal of Materials Research. 27. 10.1557/jmr.2011.378.
- [3] Elena G. Kalinina and Elena Yu. Pikalova. Published 1 December 2019. 2019 Uspekhi Khimii, Russian Academy of Sciences, Turpion Ltd and IOP Publishing Ltd. Russian Chemical Reviews, Volume 88, Number 12.

- [4] V. Birss, R. Myers, H. Angerstein- Kozlowska and B. E. Conway. Published 1 July 1984. 1984 ECS – The Electrochemical Society. Journal of The Electrochemical Society, Volume 131, Number 7.
- [5] Makarova M V, Moiseev K M, Nazarenko A A and Luchnikov P A. Design of the evaporation source for Au-Ge alloy. 25th International Conference on Vacuum Technique and Technology. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering no. 387.
- [6] Erofeev E V, Kagadei V A, Kazimirov A I and Fedin I V, 2015, Proc. Int. Sib. Conf. on Control and Communications SIBCON (Omsk), 7147054.
- [7] Kashkarov E B, Nikitenkov N N, Syrtanov M S, Sutygina A N, Shulepov I A and Lider A M, 2016, Applied Surface Science, no. 370, 142.
- [8] Bleykher G A, Krivobokov V P and Yuryeva A V, Russian Physics Journal, 2015, Vol. 58, No. 4.
- [9] Maissel L I And Glang R. Handbook of thin film technologyчник, T. 1. 1970, 355.
- [10] Sidorova S V, Kouptsov A D and Pronin M A, Problems and Solutions of Automation of Magnetron Sputtering Process in Vacuum // Lecture Notes in Electrical Engineering, 2020.
- [11] Danilin B S, Kakurin M V and Minaichev V E, 1978, Elektr. Tekh. Ser. Mikroelektr., no. 2 (24), 84–87.
- [12] Bleykher G A, Krivobokov V P and Tret'yakov R S, 2011, Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Fiz., 54, No. 11/2, 148–53.
- [13] Musil J, Lestina J, Vclek J, Tolg T, 2001, Journal of Vacuum Science and Technology, no.19, 420.
- [14] Yuryeva A V, Shabunin A S, Korzhenko D V, Korneva O S and Nikolaev M V, 2017, Vacuum, no. 141, 135-8.
- [15] Bleykher G A, Krivobokov V P, Yurjeva A V and Sadykova I, 2016, Vacuum, no. 124, 1-7
- [16] Макарова М.В., Моисеев К.М. Свойства медных проводящих пленок, осажденных методом ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2019. – № 1 (23.03.2019). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/ru/issues/2019-01/194/.
- [17] Makarova M. et al. Technological features of the thick tin film deposition by with magnetron sputtering form liquid-phase target //Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 2018. – T. 781. – C. 8-13.
- [18] Moiseev K. M., Nazarenko M. V. Use of magnetron sputtering with liquid target in manufacturing of electronic components for spacecraft //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2019. – T. 2171. – №. 1. – C. 170010.
- [19] Musil J, Rajský A, Bell A J, Matouš J, Čepera M, J and Zeman, 1996, J. Vac. Sci. Technol. no. 14(4).
- [20] Моисеев К. М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. 2014. №. 8. С. 18-22.
- [21] Khramova A A, Matanin A R, Polin D A, Vasil'ev D D and Moiseev K M, 2018, 25th International Conference on Vacuum Technique and Technology, St. Petersburg, Vol. 387.

Металлические сверхрешетки (CoFe)/Cu с рекордным микроволновым гигантским магниторезистивным эффектом

А.Б. Ринкевич, М.А. Миляев

Институт физики металлов имени М.Н.Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620108, Екатеринбург, Россия

E-mail: rin@imp.uran.ru

Аннотация. Рассмотрена технология приготовления сверхрешеток (CoFe)/Cu методом магнетронного распыления. Были установлены параметры роста, позволяющие получать сверхрешетки с очень высоким магнитосопротивлением. Описаны методы характеризации сверхрешеток. Микроволновое магнитосопротивление в миллиметровом диапазоне длин волн измерено методом прохождения. Получено рекордное значение микроволнового магнитосопротивления более 80 %.

1. Введение

Магнитные металлические сверхрешетки с обменно-связанными слоями нашли широкое применение в качестве чувствительных элементов сенсоров и материалов для жестких дисков [1]. Во всех применениях требуется максимальный гигантский магниторезистивный эффект (GMR). Для применения в компьютерной технике нужна еще способность функционировать в широком интервале частот вплоть до десятков гигагерц. Такими качествами обладают сверхрешетки, в которых ферромагнитные слои выполнены из сплава $Co_{1-x}Fe_x$, а спейсер приготовлен из меди [2, 3]. Самое большое магнитосопротивление около 110 % получено в сверхрешетках [$Co_{95}Fe_5/Cu$]_n с большим числом пар слоев 120 [4]. Недавно для сверхрешеток [$Co_{90}Fe_{10}/Cu$]_n было получено максимальное значение относительного магнитосопротивления свыше 80 % [3], и столь же высокое микроволновое магнитосопротивление (μ GMR) на частотах до 38 ГГц [5].

В данной работе рассмотрен технологический процесс роста сверхрешеток и установлены параметры, позволяющие добиться высокого микроволнового магнитосопротивления. Рассмотрены методы характеризации сверхрешеток. Приведены сведения о зависимости коэффициента прохождения микроволн через сверхрешетки от магнитного поля.

2. Рост и характеризация сверхрешеток

Технология синтеза сверхрешеток $[Co_{1-x}Fe_x/Cu]_n$ методом магнетронного напыления отработана на высоковакуумной напылительной установке MPS-4000-C6 производства фирмы ULVAC (Япония). Установка содержит три вакуумные камеры: камеру загрузки, камеру напыления диэлектриков и камеру напыления металлов. Камера напыления металлов имеет 6 магнетронов, работающих на постоянном токе. Используются мишени ø50 мм с толщиной 1.5–2.0 мм для мишеней из ферромагнитных материалов толщиной 2–5 мм для мишеней из немагнитных металлов. Крепление мишени к держателю осуществляется с помощью прослойки расплавленного индия. После установки магнетронных мишеней проводится вакуумирование камеры напыления с помощью системы откачки на базе масляного форвакуумного насоса, производительностью 670 л/мин., и турбомолекулярного насоса, производительностью 1300 л/с. При достижении давления остаточных газов на уровне $1 \cdot 10^{-5}$ Па включается прогрев камеры до температуры 110–120 °C на внешней поверхности камеры.

Базовый вакуум в камере перед напылением составляет 6.7 · 10⁻⁷ Па. Степень предварительной откачки камеры напыления сказывается на магниторезистивных характеристиках. Уровня (10⁻⁵–10⁻⁶) Па может быть недостаточно для воспроизводимого

получения сверхрешеток с высоким магниторезистивным эффектом. В качестве подложек использовались стеклянные пластины Coverglass толщиной 0.25±0.05 мм размерами 25×25 мм². Метод очистки поверхности пластин включает промывку в струе дистиллированной воды, выдержку пластины в ацетоне (ОСЧ), повторную промывку в ацетоне с использованием ультразвуковой ванны, промывку в струе медицинского спирта с последующей ручной протиркой поверхности безворсовой салфеткой.

Общие технологические параметры напыления наноструктур: мощность магнетронов – 100 Вт; давление аргона – 0.1 Па; чистота аргона – 99,9998 %; частота вращения подложки – 7 об./мин.; напряженность магнитного поля в месте расположения подложки – 110 Э; температура подложки во время напыления наноструктур – (23 ± 2) °C; давление остаточных газов перед запуском аргона – 3×10^{-7} Па; скорость напыления сплава Co₉₀Fe₁₀ 2.7 нм/мин.

Расположение слоев одного из полученных образцов схематически показано на рис.1. На подложку из стекла нанесен слой Та толщиной 5 нм, а поверх него – слой РуСг (Ру – пермаллой). Далее идут чередующиеся 8 пар слоев ферромагнитного сплава Co₈₈Fe₁₂ толщиной 1.3 нм, разделенных спейсером Си толщиной 2.05 нм. Верхний слой из РуСг нанесен для предохранения сверхрешетки от коррозии.



Рис. 1. Схематическое изображение структуры сверхрешетки

Характеризация состава, толщин слоев и физических свойств приготовленных сверхрешеток осуществлялись с применением оптической интерферометрии и атомно-силовой микроскопии для определения профиля поверхности и шероховатости; сканирующей электронной микроскопии с системой рентгеновского энергодисперсионного анализа EDAX для исследования локального элементного состава; вибрационной магнитометрии и методики измерения магнитосопротивления; рентгеновской дифрактометрии для измерения периода повторения пар слоев и оценки состояния интерфейсов.

На рис.2 показана дифрактограмма малоуглового рентгеновского рассеяния для образца Ta(5)/PyCr(5)/[Co₈₈Fe₁₂(1.5)/Cu(0.95)]₂₄/Ta(5). В скобках указана толщина слоя в нм.



Рис. 2. Диаграмма малоуглового рентгеновского рассеяния для сверхрешетки Ta(5)/PyCr(5)/[Co₈₈Fe₁₂(1.5)/Cu(0.95)]₂₄/Ta(5)

На дифрактограмме видна серия больших осцилляций, обусловленных дифракцией рентгеновских лучей на слое Та, обладающего большим потенциалом рассеяния. Вблизи угла $2\Theta = 4^{\circ}$ виден первый брегговский пик, обусловленный периодическим расположением слоев в сверхрешетке. Вычисленный по угловому положению данного рефлекса период сверхрешетки составляет 2.5 нм при номинальном значении периода сверхрешетки 2.45 нм. На дифрактограмме имеются также осцилляции, которые указывают на четкие границы между слоями сверхрешетки. Рентгеновские данные, полученные в больших углах, указывают на то, что в данных образцах присутствует аксиальная текстура <111>, ось которой перпендикулярна плоскости пленки.

Для получения наибольшего магнитосопротивления ориентация магнитных моментов соседних слоев СоFe должна быть антипараллельной, для чего подбирается толщина спейсера Сu. В данной работе использованы два значения толщины спейсера – 0.95 и 2.05 нм, соответствующие первому и второму максимуму осциллирующей зависимости константы межслоевого обменного взаимодействия от толщины спейсера [6]. Величина максимального магнитосопротивления 80% для образца Ta(5)/PyCr(5)/[Co₈₈Fe₁₂(1.3)/Cu(0.95)]₈/Ta(5) (образец №1) – это одно из наибольших значений, полученных для сверхрешеток с GMR при комнатной температуре. Значение ~28% для образца №2 с толщиной слоя Cu 2.05 нм тоже велико, причем для него мало поле насыщения, что полезно для применения в магнитных сенсорах.

3. Микроволновой гигантский магниторезистивный эффект

Микроволновые исследования сверхрешеток выполнены в интервале частот 26–38 ГГц методом прохождения, описанном в [11]. Образец сверхрешетки помещался в поперечное сечение прямоугольного волновода, (см. рис.3). Измеряется относительное изменение модуля коэффициента прохождения $d_m = [|D(H)/-/D(0)/]/|D(0)/$, где |D(H)/- модуль коэффициента прохождения в поле H. Магнитное поле прикладывалось в плоскости сверхрешетки параллельно узкой стороне волновода. Вектор постоянного магнитного поля **H** перпендикулярен вектору переменного магнитного поля волны **H**..



Рис. 3. Схема размещения образца в волноводе при микроволновых измерениях

Согласно [7], для коэффициента прохождения D электромагнитной волны можно записать следующее выражение

$$D = \frac{2Z_m}{2Z_m \operatorname{ch} k_m d + Z \operatorname{sh} k_m d},\tag{1}$$

где $k_m = (1+i)/\delta$ - волновое число в проводящей среде, δ - глубина скин-слоя, d - толщина металла наноструктуры. Импеданс хорошо проводящей наноструктуры Z_m меньше импеданса окружающей среды Z, $|Z_m| \ll Z$. В предельном случае $d \ll \delta$, который реализуется на волнах сантиметрового и миллиметрового диапазонов для типичных значений толщины наноструктур от единиц до сотен нанометров, из формулы (1) следует взаимно однозначное соответствие

относительного магнитосопротивления r на постоянном токе и μ GMR, которое выражается соотношением

$$d_m = r. (2)$$

Этот результат справедлив для металлических обменно-связанных наноструктур со сплошными слоями вдали от условий ферромагнитного резонанса [7]. На рис.4, *а* проведено сопоставление полевой зависимости коэффициента прохождения микроволн на частоте f = 26 ГГц и относительного магнитосопротивления образца Ta(5)/PyCr(5)/[Co₈₈Fe₁₂(1.3)/Cu(2.05)]₈/Ta(5). Видно хорошее совпадение этих зависимостей. Формула (2), в частности предсказывает слабую частотную зависимость µGMR. Рис.4, *б* показывает выполнение этого положения для сверхрешетки Ta(5)/PyCr(5)/[Co₈₈Fe₁₂(1.5)/Cu(0.95)]₂₄/Ta(5). Отметим, что микроволновое магнитосопротивление на рис.4,*б*, является рекордным [5].



Рис. 4. Сопоставление полевой зависимости коэффициента прохождения микроволн на частоте *f* = 26 ГГц и относительного магнитосопротивления образца №2 (а); зависимость коэффициента прохождения микроволн через образец №1, измеренная на нескольких частотах (б)

4. Заключение

Рассмотрена технология магнетронного напыления, позволяющая получить сверхрешетки $[Co_{90}Fe_{10}/Cu]_n$ с очень высоким магнитосопротивлением. Отмечена важность оптимального выбора параметров буферного слоя для получения образцов с высоким GMR. На частотах миллиметрового диапазона выполнены измерения зависимости коэффициента прохождения от магнитного поля. Получены рекордные значения максимального μ GMR ~80 % для сверхрешетки, толщина спейсера у которой соответствует первому максимуму GMR. Сверхрешетка, толщина спейсера которой соответствует второму максимуму GMR, имеет малое значение поля насыщения. Сверхрешетки с высокими значениями μ GMR имеют перспективы использования в высокочастотных сенсорах и микроволновых устройствах.

- [1] Zabel H, Farle M., editors 2013 *Magnetic Nanostructures*. Spin Dynamics and Spin Transport. (Springer-Verlag Berlin Heidelberg) 268 p.
- [2] Yang Y, Zhu J-G, White R M, Asheghi M 2006 Journal of Applied Physics 99 063703
- [3] Миляев М А, Наумова Л И, Устинов В В 2018 Физика металлов и металловедение 119 1224–1228
- [4] Parkin S S P 1997 Matematisk-Fysiske Meddelelser 45 113–132
- [5] Ринкевич А Б, Пахомов Я А, Кузнецов Е А, Клепикова А С, Миляев М А, Наумова Л И, Устинов В В 2019 *Письма в ЖТФ* **45** 42-44
- [6] Parkin S S P, Moore N, Roche K P 1990 Physical Review Letters 64 2304–2307
- [7] Устинов В В, Ринкевич А Б, Ромашев Л Н, Миляев М А, Бурханов А М, Сидун Н Н, Кузнецов Е А 2005 Физика металлов и металловедение **99** 486–497

Длительность эксперимента при изучении тепловых процессов на подложке в процессе магнетронного распыления титановой мишени

В. А. Павлов, В. И. Шаповалов, Д. С. Шестаков, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин

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

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Изучена кинетика тепловых процессов на подложке при магнетронном распылении титановой мишени. Предложена методика сокращения продолжительности измерения температуры нагревания подложки, полезная при выполнении обширных экспериментов в многофакторных задачах. Критерием выбора длительности интервала наблюдения может служить относительная погрешность экстраполяции стационарной температуры подложки. Методика носит универсальный характер и позволяет в 2-3 раза сократить продолжительность одиночного эксперимента с погрешностью не более 5 %.

1. Введение

При осаждении металлической пленки методом магнетронного распыления в течение 8–10 мин температура подложки может возрасти до 100–200 °C [1]. Кинетику тепловых процессов на подложке изучали многие авторы. Интерес к этой задаче сохранился до последнего времени [2]–[7].

Для выявления влияния нескольких независимых переменных на кинетику нагревания подложки необходимо выполнить значительное число экспериментов. Поэтому особую важность приобретает продолжительность одиночного эксперимента. Ожидание выхода процесса в стационарный режим может привести к неоправданным потерям времени, которые можно избежать путем сокращения его продолжительности. Целью данной работы является разработка корректной методики сокращения продолжительности измерения кинетики тепловых процессов на подложке. Методика разработана на основе экспериментальных результатов, полученных при распылении титановой мишени.

2. Детали эксперимента

Эксперименты выполнены на установке с вакуумной камерой объемом 7.8 \cdot 10–2 м³, в которой остаточное давление было не выше 10⁻² мТорр. В камере был установлен плоский магнетрон диаметром 130 мм с холодной титановой мишенью, работающий на постоянном токе. Распыление проводили в среде аргона при давлении 3 мТорр и токе 2, 4 и 6 А. Для изучения кинетики тепловых процессов на подложках использован термопарный датчик с чувствительным элементом в виде медного диска площадью 1 см² и толщиною 1 мм. Детально датчик описан в [5]. Каждое измерение включено стадии нагревания сенсора при включенном магнетроне и его остывания после выключения источника.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведены типичные результаты измерения кинетических кривых. Участки, отражающие процессы нагревания и остывания подложки, с достоверностью 0.998 описывают экспоненты:

$$T_{\rm h}(I,t) \approx T_0 + T_{\infty}(I) \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\rm h}(I)}\right) \right],\tag{1}$$



В (1) и (2) приняты обозначения: T_0 – постоянная составляющая; $T_{\infty}(I)$ – стационарная температура; $\tau_h(I)$ – постоянная времени нагревания; τ_c – постоянная времени остывания. В выражении (2), которое описывает отвод тепла от чувствительного элемента теплового сенсора, от тока разряда зависит только начальное значение $T_{\infty}(I)$. Для упрощения вычислений величина T_0 в (1) принята равной нулю. В связи с этим выбор единицы измерения температуры между кельвинами и градусами Цельсия остается делом произвольным.

Далее проведем анализ экспериментальных результатов, направленный на изучение возможности сокращения продолжительности эксперимента по нагреванию подложки. Его суть состоит в следующем:

1) представим полный эксперимент по нагреванию при токе 4 А в виде нескольких сокращенных, выполненных на более коротких интервалах времени $[0, t_i]$ (i = 1, 2, 3). Выбор значений t_i произволен, поэтому остановимся на $t_i = 250, 500$ и 1000 с, предполагая, что трех значений вполне достаточно для установления основных закономерностей при последующих вычислениях. При необходимости в дальнейшем количество сокращенных интервалов может быть увеличено. На рис. 2 показаны кинетические кривые на этих трех интервалах сформированные из полной кинетической кривой на рис. 1, измеренной в интервале времени 1400 с;

2) определим аналитическое описание (модели) всех экспериментов, аппроксимируя их с помощью экспоненты (1);

3) выполним экстраполяцию по модели, построенной на каждом интервале, в область стационарного состояния процесса;

4) оценим ошибки, возникшие при экстраполяции в область стационарного состояния, сравнивая модельные зависимости сокращенных и полного экспериментов. Оценку относительной погрешности $\delta_T(t_i)$ предсказания стационарной температуры определим в виде

$$\delta_T(t_i) = \frac{|T_{\infty}(t_i) - T_{f\infty}|}{T_{f\infty}},\tag{3}$$

где t_i – продолжительность сокращенного эксперимента; $T_{\infty}(t_i)$ и $T_{f\infty}$ – стационарная температура, полученная по модели (1) для интервала наблюдения длительностью t_i и полного эксперимента, соответственно. Если по сокращенному интервалу наблюдения оценивать и постоянную времени нагревания, то относительную погрешность этой процедуры по аналогии с (3) определим в виде

$$\delta_{\tau}(t_i) = \frac{|\tau(t_i) - \tau_f|}{\tau_f},\tag{4}$$

 $\tau(t_i)$ и τ_f – постоянная времени в модели (1) для интервала наблюдения длительностью t_i и полного эксперимента, соответственно.

В табл. 1 даны значения параметров модели (1), вычисленные методом наименьших квадратов для всех интервалов наблюдения. Из табл. 1 видно, что по мере уменьшения длительности интервала наблюдения значение предсказанной стационарной температуры уменьшается. Аналогично изменяется и постоянная времени нагревания.

Таблица 1. Параметры модели (1)

 t_i , c $T_{i\infty}$, °C τ_{ih} , c25014832350016236110001653711400168405

Эти изменения показаны точками на рис. 3, которые с достоверностью 0.99 описывают экспоненты,

$$T_{\infty}(t) \approx 167 - 27 \exp\left(-\frac{t_i}{313}\right); \tag{5}$$

$$\tau_T(t) \approx 276 + 62 \exp\left(\frac{t_i}{1876}\right),$$
 (6)

изображенные на рис. 3 сплошными линиями.





(точки – эксперимент; сплошная линия – аппроксимация)

На рис. 4, *а* точками показаны экспериментальные зависимости, построенные по выражению (3). Аппроксимация была проведена с помощью функции (5):

$$\delta_T(t) \approx 0.163 \exp\left(-\frac{t}{313}\right). \tag{7}$$

Отметим, что постоянные времени в выражениях (5) и (7) одинаковы. Выражение (7) может быть использовано для выбора длительности наблюдения за кинетикой нагревания подложки при заданной погрешности. Для этого удобнее преобразовать (7) в функцию $t = f(\delta_T)$, которая имеет вид

$$t \approx 126 + 1665 \exp\left(-\frac{\delta_T}{0.0267}\right) \tag{6}$$

и изображена на рис. 4, б. Из рис. 4, б видно, что относительную погрешность менее 0.05 обеспечивает наблюдение за нагреванием подложки в течение 400 с и более. Учитывая, что
полный интервал наблюдения в данной работе был около 1400 с, используя предложенную методику для одиночного эксперимента можно получилась более, чем трехкратную экономию времени.



Рис. 4. Влияние длительности интервала наблюдения на относительную погрешности предсказания стационарной температуры (*a*) и зависимость длительности интервала наблюдения от относительной погрешности δ_T предсказания стационарной температуры (*б*) (точки – эксперимент; сплошные линии – аппроксимация)

4. Выводы

Предложенная методика сокращения продолжительности эксперимента носит универсальный характер. Для ее применения в каждом практическом случае необходимо выполнить один продолжительный эксперимент, в котором процесс нагревания подложки достигнет стационарного состояния, и выполнить серию предложенных вычислений.

- [1] Komlev A A, Minzhulina E A, Shapovalov V I et al. 2018 Appl. Phys. A 124 48.
- [2] Bornholdt S, Itagaki N, Kuwahara K et al. 2013 Plasma Sour. Sci. Technol. 22 025019.
- [3] Wiese R, Kersten H, Wiese G et al. R. 2015 EPJ Techniq. Instrum. 2 1-10.
- [5] Shapovalov V I, Komlev A E, Bondarenko A S et al. 2016 Phys. Lett. A 380 882–5.
- [6] Minzhulina E A, Shapovalov V I, Smirnov V V et al. 2017 J. Phys.: Confer. Series 857 012031.
- [7] Shapovalov V I, Minzhulina E A 2019 Vacuum 161 324–7.

Разряд магнетрона с молибденовой мишенью в аргоне

Д. С. Шестаков, В. И. Шаповалов, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин, В. А. Павлов

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

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В данной работе представлен анализ результатов оригинальных экспериментальных исследований магнетронного распыления молибденовых холодной и горячей мишеней в среде аргона при давлении 1–4 мТорр. Измерены вольт-амперные характеристики (ВАХ) разряда магнетрона при токе разряда до 10 А. Установлено, что *I-V* характеристики магнетрона с холодной мишенью интервале 5–6 А содержат точку перегиба. Интенсивность линий молибдена и аргона в оптических спектрах испускания разряда зависят, как от тока разряда, так и от давления аргона. При увеличении тока разряда, независимо от давления аргона, процесс возбуждения атомов аргона, пройдя точку перегиба, выходит в стационарное состояние. ВАХ магнетрона с горячей мишенью содержат максимум. Оптические спектры разряда содержат два компонента: спектр испускания разряда и спектр излучения нагретой мишени. Зависимость температуры мишени, вычисленной по этим спектрам, от мощности разряда с высокой достоверностью описывается экспонентой. Аналогичным образом температура мишени зависит от тока разряда и давления.

1. Введение

Молибден (Мо) обладает высокой температурой плавления, высокой твердостью, хорошей химической и термической стабильностью, высокой удельной проводимостью [1, 2]. Пленки из этого тугоплавкого металла широко используют для различных целей.

Их применяют в высокотемпературных приложениях и в качестве диффузионных барьеров в микроэлектронике [2], соединительного материала в очень крупных интегральных схемах, в микроэлектромеханических системах [1], затравочного слоя при выращивании пьезоэлектрического нитрида алюминия [3] и чаще всего обратного контакта для солнечных элементов и дисплеев на тонкопленочных транзисторах [4–6]. Пленки Мо удовлетворяют наиболее важным требованиям к материалу для обратного контакта: со слоем поглотителя он образует низкоомный, не выпрямляющий контакт; контакт сохраняет стабильность в условиях эксплуатации; пленка Мо обладает хорошей адгезией к подложке и поглотителю. Кроме этого она имеет низкое внутреннее напряжение, высокий коэффициент оптического отражения и высокую стабильность в процессе выращивания поглотителя при высокой температуре [7].

Магнетронное распыление является предпочтительным методом синтеза молибденовых пленок из-за его способности осаждения на большую площадь [2, 8]. На свойства пленок Мо влияют параметры процесса, такие как мощность разряда, рабочее давление, температура подложки [4], смещение на подложке во время напыления [9] и др. Например, при относительно низком давлении пленка Мо демонстрирует плотную морфологию и низкое электрическое сопротивление, имея собственную деформацию сжатия и, следовательно, плохую адгезию к подложке. Напротив, при относительно высоком давлении осаждения пленки демонстрируют пористую морфологию и высокое электрическое сопротивление с собственной деформацией растяжения, но с хорошей адгезией к подложке [3, 8, 10].

Для того, чтобы иметь возможность синтезировать пленки, ясно представляя влияние давления рабочего газа и тока разряда на процесс, целесообразно провести предварительные исследования. Одним из них является изучение ВАХ, которое было выполнено в данной работе. Причем внимание было уделено как магнетрону с традиционно холодной, так и с горячей [11, 12] мишенями.

2. Детали эксперимента

Исследования проведены в высоковакуумной системе, оснащенной паромасляным диффузионным и механическим насосами с номинальной быстротой действия 0.3 м³/с и 0.005 м³/с, соответственно. Объем вакуумной камеры равен 0.076 м³, остаточное давление в которой не превышало $5-10^{-2}$ мТорр. Эксперименты выполнены на сбалансированном магнетроне диаметром 130 мм, оснащенном молибденовыми мишенями толщиною 2 мм. В первом цикле исследований мишень имела типовое охлаждение проточной водой (вариант холодной мишени). Во втором цикле мишень охлаждалась через вакуумный зазор 1 мм от титановой водоохлаждаемой платы и по элементам крепления (вариант горячей мишени). Изучена работа магнетрона на постоянном токе в среде аргона при давлении 1-4 мТорр и токе разряда до 10 А.

Для измерения оптических спектров испускания разряда использован малогабаритный спектрометр ISM3600 NK3600 (Research and Development company "Nordinkraft-Sensor", Russia), предназначенный для регистрации спектров в диапазоне 250–1000 нм со спектральным разрешением в видимой части не более 2.5 нм. Абсолютная ошибка измерения длины волны в видимой части спектра не превышает значения 0.5 нм. Вывод оптического сигнала из вакуумной камеры выполняется с помощью кварцевого моноволокна диаметром 0.4 мм. Для характеризации процессов распыления в спектрах наблюдали за изменениями интенсивности линий, расположенных при длинах волн 379.8 и 811.5 нм, соответствующих возбужденным атомам молибдена и аргона. Они обозначены в тексте статьи через MoI и ArI, соответственно. Погрешности измерения ВАХ не превышали 5 %.

3. Результаты и обсуждение

Наиболее простым случаем, требующим изучения, является работа магнетрона в среде инертного газа. На рис. 1 представлены ВАХ разряда изучаемого магнетрона с холодной мишенью, которые соответствуют аномальному тлеющему разряду, типичному для магнетрона.



В разрядах этого типа увеличение давления приводит к уменьшению напряжения. Следует обратить внимание на то, что все ВАХ на рис 1 в интервале 5–6 А содержат точку перегиба. Особенности этого разряда были выявлены при измерении спектров испускания. Типичные спектры, содержащие группы линий испускания возбужденных атомов молибдена I_{MoI} и аргона I_{Arl} , приведены на рис. 2. Характерно, что интенсивность этих линий при увеличении тока разряда (рис. 3) возрастает с разной скоростью. Наиболее наглядно это различие отражает рис. 4.

При всех давлениях изменение интенсивности I_{ArI} на рис. 3 в интервале 5–6 А так же, как и ВАХ, содержит точку перегиба. При токе разряда более 8 А процесс возбуждения атомов аргона выходит в стационарное состояние. Оно достигается, возможно, из-за разрушения метастабильного состояния атомов аргона распыленными атомами молибдена. Атомы молибдена перехватывают возбуждение на себя так, как это происходит при повышении в газовой среде концентрации химически активных газов. Этот эффект называют тушение возбужденных атомов аргона [14]. Можно допустить, что точки перегиба ВАХ вызваны изменением условий разряда, при которых на ионную составляющую тока разряда начинают значимо влиять ионы молибдена.



Рис. 3. Интенсивность линий МоІ и ArI в спектрах разряда при давлении (в мТорр): *1* – 1.0; *2* – 2.0; *3* – 3.0



Рис. 4. Отношение интенсивностей линий ArI и MoI при давлении (в мТорр): *1* – 1.0; *2* – 2.0; *3* – 3.0

ВАХ магнетрона с горячей мишенью, работающего в среде аргона, претерпевают существенные изменения (рис. 5). На каждой из них при ~ 5 А появляется максимум. Подобный эффект ранее наблюдался нами при распылении магнетрона с горячей титановой мишенью [13]. Правую ветвь ВАХ на рис. 5 можно отнести к начальной стадии дугового разряда, когда из-за разогрева мишени возрастает термоэлектронная эмиссия до уровня более 1% от потенциальной ионно-электронной эмиссии, которая характерна для аномального тлеющего разряда.



Нагревание мишени проявляется и в оптических спектрах. При работе холодной мишени эти спектры являются линейчатыми и формируются за счет испускания фотонов возбужденными в разряде частицами (см. рис. 2). Как видно из рис. 6, для магнетрона с горячей мишенью оптические спектры содержат два компонента: спектр испускания разряда и спектр излучения нагретой мишени. По этим спектрам может быть вычислена температура мишени.

Методика вычислений построена на выделении из экспериментального спектра второго компонента. Далее производится построение теоретического спектра излучения абсолютно черного тела в пределах спектрального диапазона работы прибора с минимальной температурой. Вычисление производится по известной формуле Планка [15]. Результаты выполнения этой вычислительной процедуры показаны точками на рис. 7.

Экспериментальную зависимость температуры мишени *T* от мощности разряда *P* на рис. 7 с достоверностью 0.97 описывает экспонента (сплошная линия):

$$T(P) \approx 2500(1 - e^{-0.42P}),$$
 (1)

где *Т* и *P* – выражены в кельвинах и киловаттах, соответственно. На рис. 7 в качестве независимой переменной принята мощность разряда, которая была определена по ВАХ. Такая интерпретация результатов эксперимента исключает влияние давления на температуру мишени. Физически это более корректно, поскольку мишень разогревает мощность разряда, выделившаяся на ней. Давление лишь косвенно влияет на этот процесс через ВАХ. В связи с этим возникает возможность вычислять температуру мишени при любом давлении. Для этого нет необходимости в каждом случае проводить спектральные измерения. Достаточно это сделать только при одном значении давления так, как это выполнено в нашей работе. Используя измерения при давлении 2 мТорр, преобразуем ВАХ на рис. 5 в зависимости I = f(P). Результат этой операции показан точками на рис. 8. Сплошные линии на рис. 8 демонстрируют результаты аппроксимации эксперимента, которые с достоверностью 0.999 описывает экспонента:

$$P(I) \approx P_0(p) + P_1(p) e^{-I/I_{01}(p)} + P_2 e^{-I/I_{02}(p)}.$$
(2)



Рис. 9. Температура мишени при давлении (в мТорр): 1 – 2.0; 2 – 3.0; 3 – 4.0

Параметры выражения (2), зависящие от давления, даны в табл. 1

<i>p</i> , mTorr	P_0, W	P_1 , W	P_2 , W	<i>I</i> ₀₁ , A	<i>I</i> ₀₂ , A
2	2.37	0.37	3.29	-1.35	0.80
3	3.54	0.28	4.13	-1.28	1.27
4	$3.8 \cdot 10^5$	0.01	0.72	$3.8 \cdot 10^5$	$-1.94 \cdot 10^{5}$

Таблица 1. Параметры выражения (2)

Используя модель (1) и выражение (2), определим зависимости температуры мишени от тока разряда и давления. Результат показан на рис. 9.

4. Выводы

Подводя итоги, обратим внимание на особенности распыления молибденовой мишени в среде аргона. ВАХ магнетрона с холодной мишенью интервале 5–6 А содержат точку перегиба. При этом интенсивность линий молибдена и аргона в спектрах испускания разряда зависят, как от

тока разряда, так и от давления аргона. Увеличение тока разряда приводит к возрастанию интенсивности линий молибдена с бо́льшей скоростью, чем линий аргона. При всех давлениях изменение интенсивности линии аргона содержит точку перегиба и при токе разряда более 8 А процесс возбуждения атомов аргона выходит в стационарное состояние. Оно достигается, возможно, из-за разрушения метастабильного состояния атомов аргона распыленными атомами молибдена.

Все ВАХ магнетрона с горячей мишенью при токе разряда ~ 5 А содержат максимум. Правую ветвь ВАХ при токе более 5 А можно отнести к начальной стадии дугового разряда, когда из-за разогрева мишени становится значимой термоэлектронная эмиссия. Оптические спектры разряда магнетрона с горячей мишенью содержат два компонента: спектр испускания разряда и спектр излучения нагретой мишени. Зависимость температуры мишени, вычисленной по этим спектрам, от мощности разряда с высокой достоверностью описывается экспонентой. Аналогичным образом температура мишени зависит от тока разряда и давления.

- [1] Latif R, Aziz M F, Majlis B Y 2018 Thin Solid Films doi:10.1016/j.tsf.2018.08.043.
- [2] Hofer A M, Schlacher J, Keckes J et al. 2014 Vacuum 99 149–52.
- [3] Poudyal A, Jackson N. 2019 Thin Solid Films doi:10.1016/j.tsf.2019.137657.
- [4] Zhu H, Dong Z, Niu X et al 2019 Appl. Sur. Sci. 465 48–55.
- [5] Chen S-F, Wang S-J, Lee W-D et al. 2015 J. Mater. Sci. 2 54–9.
- [6] Rashid H, Rahman K S, Hossain M I et al. Res. Phys. doi:10.1016/j.rinp.2019.102515.
- [7] Wang S-F, Yang H-C, Liu C-F et al. 2014 Adv. Mater. Sci. Engin.; doi:10.1155/2014/531401.
- [8] Khan M, Islam M 2013 Semicond. 47 1610–15.
- [9] Choi D 2019 Microelectr. Engin. 111084.
- [10] Li W, Yan X, Aberle A G et al 2016 Intern. J. Photoenergy 1–10.
- [11] Lapshin A E, Levitskii V S, Shapovalov V I et al. 2016 Glass Phys. Chem. 42 359-62.
- [12] Kozin A A, Shapovalov V I 2019 Sur. Coat. Technol. 359 451-8.
- [13] Minzhulina E A, Shapovalov V I, Shestakov D S et al. 2019 J. Phys.: Confer. Ser. 1281 01255.
- [14] Vancoppenolle V, Jouan P Y, Ricard A et al. 2002 Appl. Sur. Sci. 205 249–55.
- [15] Howell J R, Pinar Menguc M., Siegel R Thermal Radiation Heat Transfer, 5th Edition, New York-London: Taylor & Francis, Inc. 2015, 1016 p.

Магнетрон с сэндвич мишенью для осаждения твердых композиционных пленок Mo_xCr_{1-x}N

А. А. Козин, В. И. Шаповалов, Д. С. Шестаков, А. В. Рудаков, А. Е. Шабалин, В. А. Павлов

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

E-mail: kozin.alexander.andreevich@gmail.com

Аннотация. В работе рассматривается технологический магнетрон, оснащенный сэндвич мишенью, предназначенный для синтеза композиционных пленок $Mo_xCr_{1-x}N$ с непрерывным изменением стехиометрического коэффициента *x*, которое обеспечивает плавное изменение твердости.

В настоящее время широко изучают и используют пленки нитрида хрома CrN [1]. Их практическая значимость обусловлена высокой твердостью (до 15 ГПа), термической стабильностью, хорошей износостойкостью, а также превосходной устойчивостью к коррозии. Их широко используют для повышения производительности и срока службы обрабатывающих инструментов [2]. Однако свойства пленок CrN быстро деградирует из-за окисления при высокоскоростной обработке и температуре, превышающей 700 °C [3].

Для преодоления этий проблемы создают многослойные гетероструктуры типа MoN/CrN, в которых интегральная твердость покрытия повышается до 20–22 ГПа [4]. В то время как твердость одиночных пленок нитрида молибдена MoN не превышает 18 ГПа [5].

Наиболее действенным способом увеличения твердости пленок CrN является создание на их основе твердого раствора из двух нитридов. Такой композит, содержащий CrN и какое-то количество нитрида, например, молибдена (MoN) [6] обычно рассматривают как твердый раствор замещения двух нитридов с химическим составом $Mo_xCr_{1-x} N$.

Для синтеза твердых композиционных пленок, содержащих два нитрида, обычно применяют несколько магнетронов с эффективно охлаждаемыми мишенями из разных металлов, которые расположены рядом друг с другом [7].



Рис. 1. Сэндвич мишень

Общим недостатком такого подхода является трудность синтеза пленок с непрерывным изменением стехиометрического коэффициента *x*, которое обеспечивает плавное изменение твердости. Новым шагом в развитии технологии реактивного магнетронного распыления служит магнетрон с сэндвич мишенью [8].

Рассмотрим схематическое изображение сэндвич мишени, предназначенной для осаждения композиционных пленок с химическим составом $Mo_xCr_{1-x}N$, (рис. 1). Модель магнетрона была реализована на базе цилиндрического сбалансированного магнетрона *1* диаметром 130 мм, на котором авторы выполняли эксперименты. Распыляемый блок содержит на одной оси внутреннюю охлаждаемую пластину *2* толщиною 4 мм, изготовленную из молибдена, и внешнюю пла-

стину 3 толщиною 2 мм, изготовленную из хрома. Вся конструкция жестко скреплена болтами 4 с корпусом магнетрона 1 и размещена в реактивной среде, состоящей из газовой смеси аргона и азота. Между пластинами установлены шайбы 5 толщиною 1 мм, обеспечивающие зазор между пластинами. Зона эрозии 6 хромовой пластины имеет форму кольца с площадью *s*. В этой зоне выполнены прорези 7, расположенные симметрично относительно ее центра. Прорези выполнены в виде отверстий. Суммарная площадь прорезей s_2 задает площадь зоны эрозии 8 внутренней пластины. Для внешней пластины площадь зоны эрозии равна $s_1 = s - s_2$.

Распыление мишени происходит ри суммарном давлении 2–8 мТорр. Управляя плотностью тока разряда и расходом азота, пластины переводят в нитридный режим работы, при котором их поверхности покрыты соответствующими нитридами. Ионы аргона, образующиеся в разряде, бомбардируют эти поверхности. Внутренняя пластина 2 выполнена охлаждаемой, поэтому поток нитрида молибдена J_{MoNsp} формируется только за счет распыления ее поверхности через прорези 7 в хромовой пластине 3. Наряду с плотностью тока разряда и расходом азота независимой переменной устройства является относительная суммарная площадь прорезей:

$$\alpha = \frac{s_2}{s} \,. \tag{1}$$

Внешняя пластина 3 нагревается ионным током. При этом шайбы 5 обеспечивают регулируемый отвод тепла от нее через элементы крепления (4 и 5) и за счет излучения через зазор в центральной части конструкции. В этой конструкции экспериментально легко установить влияние плотности тока разряда на температуру внешней пластины. Что позволяет устранить неконтролируемую ошибку, связанную с ее нагреванием.

Полный поток от внешней пластины с плотностью J_{CrNtot} состоит из распыленного и испаренного потоков с плотностями J_{CrNsp} и J_{CrNev} , соответственно.





На рис. 2, *а* приведены примеры зависимостей указанных потоков от параметра (1), вычисленные при плотности тока разряда 100 мА/см² и температуре хромовой пластины 900 К.

Указанное отличие между пластинами обусловлено конструктивной особенностью блока. Отвод тепла от внешней пластины на два-три порядка меньше, чем от внутренней. Поэтому хромовая пластина может быть нагрета до высокой температуры, при которой величина J_{CrNev} может значительно превысить величину J_{CrNsp} . Если первая из них имеет зависимость от мощности разряда в форме показательной функции ~ 10^a , то вторая пропорциональна мощности разряда (см. рис. 2, *a*). В результате за счет симметричного расположения прорезей возникают осесимметричные потоки двух нитридов, которые в газовой среде перемешиваются, создавая суммарный поток с однородным распределением молекул в сечениях на расстоянии более 40–60 мм от мишени. На подложке синтезируется однородная пленка в виде твердого раствора двух нитридов Мо_xCr_{1-x}N.

Стехиометрический коэффициент х задает отношение потоков:

$$x = \frac{J_{\text{MoNsp}}}{J_{\text{MoNsp}} + J_{\text{CrNtot}}}.$$
(2)

Одновременно с этим каждый из потоков в (2) известным образом зависит от величины (1).

На рис. 2, δ дана зависимость $x = f(\alpha)$, которую с достоверностью более 0.99 аппроксимирует полином второго порядка:

$$x = 0.480\alpha + 0.375\alpha^2 \,. \tag{3}$$

Как следует из (3) химическим составом пленки $Mo_xCr_{1-x}N$ можно однозначно управлять, варыируя суммарную площадь прорезей α .

Описанная модель предлагаемого устройства была использована для оценки твердости синтезированных пленок *H*. На рис. 3 точками приведены экспериментальные результаты, которые были аппроксимированы зависимостью

$$H = 15.3 + \frac{0.2}{\left(x - 0.23\right)^2 + 0.011},\tag{4}$$

где H – твердость пленки в ГПа. Зависимость (4) изображена на рис. З сплошной линией. Из рис. З видно, что при увеличении *x* твердость пленки возрастает и достигает максимума, как это следует из (6), при x = 0.23.



Используя (4) и связь между x и α , установленную выражением (3), получаем зависимость твердости пленки от величины α , приведенную на рис. 4, который свидетельствует о том, что предлагаемый магнетрон с сэндвич мишенью, позволяет синтезировать твердые композиционные пленки Mo_xCr_{1-x}N с непрерывным изменением стехиометрического коэффициента x, которое обеспечивает плавное изменение твердости. При этом стехиометрическим коэффициентом можно управлять в диапазоне 0 < x < 0.3, варьируя площадь прорезей в диапазоне $0 < \alpha < 0.5$ при заданных значениях плотности тока разряда и расхода азота.

- [1] Jimenez M J M, Antunes V, Cucatti S et al. 2019 Sur. Coat. Technol. 372 268–77.
- [2] Khan S, Mahmood A, Shah A et al. 2015 Intern. J. Minerals, Metall. Mater. 22 197–02.
- [3] Ibrahim K, Mahbubur Rahman M, Taha H et al. 2018 *Appl. Sur. Sci.* 440 1001–10.
- [4] Bouaouinaa B, Besnardb A, Abaidia S E et al. 2017 Appl. Sur. Sci. 395 117–21.
- [5] Wang J., Munroe P., Zhou Z. et al. 2019 Thin Solid Films 682 82–92.
- [6] Klimashin F F, Riedl H, Primetzhofer D et al. 2015 J. Appl. Phys. 118 025305.
- [7] Greczynski G, Lu J, Jensen J et al. 2014 Sur. Coat. Technol. 257 15–25.
- [8] Shapovalov V I, Kozin A A, Minzhulina E A et al. 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **387** 012070.

Влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанопорошков оксидов, полученных методом испарения импульсным электронным пучком

С. Ю. Соковнин^{1,2}, В. Г. Ильвес¹, М. Г. Зуев^{2,3}

¹Институт электрофизики УрО РАН, 620016, Екатеринбург, Россия

² Уральский федеральный университет, 620016, Екатеринбург, Россия

³ Институт химии твердого тела УрО РАН, 620016, Екатеринбург, Россия

E-mail: sokovnin@iep.uran.ru

Аннотация. Впервые обнаружено влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанопорошков оксидов, полученных методом испарения импульсным электронным пучком в вакууме. Установлено, что при наложении 0.154 магнитного поля Т наблюдаются сдвиги максимумов спектров фотолюминесценции для Al₂O₃ – в желтую область (14 нм), а CeO₂ - в красную (50 нм). Возможно, что сдвиги являются следствием взаимодействия постоянного магнитного поля с магнитными моментами наночастиц, которые имеют дефектную природу.

1. Введение

Нанопорошки (НП) обладают уникальными свойствами, связанными с размерным фактором, а также наличием других особенностей внутреннего строения, прежде всего с дефектностью состава, структуры и формы. Особенно это относится к НП, полученным физическими методами – испарение лазером [1] или плазменный синтез [2]. При этом из всех известных методов получения НП с использованием принципа «испарение – конденсация», метод испарения импульсным электронным пучком (РЕВЕ) в вакууме позволяет получать НП с наибольшим числом дефектов различного вида [3].

У порошков полученных методом РЕВЕ, имеются следующие особенности [3].

- 1) Морфологически они состоят из небольших частиц (5–10 нм), которые соединены в трехмерные структуры-агломераты (20–600 нм) с фрактальным строением.
- 2) Частицы часто имеют кристаллическое ядро и аморфную оболочку.
- Агломераты содержат поры различного размера, в основном мезопоры, которые могут быть заполнены водой, воздухом и различными газами, которые почти полностью удаляются при нагреве до 400 С.
- 4) Результаты энергодисперсионного рентгеновского анализа показывают сильное нарушение стехиометрии в НП, обычно, избыток металла в оксидах или фторидах [4].
- 5) Наличие ферромагнетизма при комнатной температуре, связанного с дефектной структурой НП, в том числе d0 магнетизма немагнитных в объемном состоянии оксидов и фторидов [5].

В настоящее время нет общепризнанного объяснения d0 ферромагнетизма оксидов [6], хотя это явление наблюдается в различных химических соединениях [7, 8]. Именно поэтому изучение природы этого явления актуально.

При фотолюминесценции (ФЛ) энергия возбуждающего излучения переходит в излучение, в том числе обусловленное различными видами дефектов [9], что делает эту диагностику одним из важнейших способов изучения дефектов. Кроме того, спектр ФЛ зависит от размеров частиц и их пористости [10], что особенно важно для мезапористых НП получаемых методом PEBE.

Давно известно [17], что увеличение интенсивности фотолюминесценции коррелирует с увеличением электронных дефектов, находящихся в запрещенной зоне, так как интенсивность

излучения является функцией концентрации электронных дефектов. Значительный интерес к установлению корреляции магнитных и люминесцентных свойств проявляется в последние годы [18, 19]. В частности, в работе [20] показали, что постоянное магнитное поле влияет на микроструктуру гидроколлоидов, оксидов железа, а также однородность, фотодинамическая активность и флуоресцентные свойства. Результат работы [20] находится в соответствии с предыдущими данными, в которых было показано, что агрегация НП влияет на выход ФЛ; агрегированные металлические НП показали значительно выход ФЛ по сравнению с не агрегированными [21, 22].

Целью настоящей работы было исследование изменения фотолюминесцентных свойств нанопорошков оксидов церия и алюминия в постоянном магнитном поле.

2. Методика эксперимента

Технология получения методом РЕВЕ и результаты исследования свойств мезопористых нанокристаллических порошков CeO_2 и Al_2O_3 описана в работах [11, 12], соответственно. Отметим, что исследованные НП имели близкие текстурные и магнитные свойства (табл. 1), структура НП содержала как кристаллическую так и аморфную составляющие. Отличия НП заключались в том, что магнетизм CeO_2 был ферромагнитным, а у Al_2O_3 представлял из себя суперпозицию ферро и диамагнитных составляющих. Кроме того, НП CeO_2 имел сложный ионный состав.

Схема эксперимента по измерению ФЛ приведена на рис. 1. ФЛ возбуждали излучением дейтериевой лампы ДДС-30 через УФ фильтр УФС-5, пропускающий излучение в диапазоне длин волн 240–320 нм. Свечение НП при наложении магнитного поля регистрировали с помощью оптоволоконных кабелей P1-460B-FC-1 или P1-630A-FC-1 для спектральных областей 488–633 и 633–780 нм, соответственно. Использовали монохроматор МДР-204 и фотоэлектронный умножитель R928 фирмы Нататаtsu. Необходимость использования оптоволоконных кабелей была связана с невозможностью размещения магнита в измерительном тракте.



Рис. 1. Схема эксперимента: 1 – нанопорошок, 2 – магнит, 3 – оптокабель

НП закрепляли на скотче, который фиксировался на торцевой поверхности по оси кольцевого постоянного самарий – кобальт магнита (К50*25*9 мм). Измеренная прибором Ш1-8с магнитная индукция в месте расположении НП составляла 0.154 Т. Рабочая поверхность порошка на скотче имела размеры: диаметр 3 мм, толщина ~ 0.2 мм. Кроме того, спектры НП без магнитного поля были записаны без применения оптоволоконных кабелей.

3. Результаты и обсуждение

Свойства НП и полученные результаты измерений приведены в табл. 1 и на рис. 2 и 3. Спектр 2 на рис. 2 записан с использованием кабеля P1-630A-FS-1, а спектр 2 на рис. 3 – с использованием кабеля P1-460B-FS-1. Как видно из полученных данных, при измерениях через оптоволоконный кабель при наложении магнитного поля происходит существенное снижение амплитуды сигнала. Для устранения шума записанные спектры сглаживали.

Впервые установлено, что при наложении магнитного поля наблюдаются сдвиги максимумов спектров фотолюминесценции в противоположные стороны: для НП Al₂O₃ – в желтую область, а CeO₂ – в красную, которые при снятии магнитного поля исчезали. При этом величины сдвигов максимумов спектров существенно различаются (14 и 50 нм) для нанопорошков Al₂O₃ и CeO₂, соответственно (табл.1). Разнонаправленность смещения максимумов позволяет исключить возможность систематической погрешности при измерении. Кроме того, эту систематическую погрешность исключает реверсивность наблюдаемого явления при снятии магнитного поля.

Таблица 1. Результаты экспериментов

Образец	S_{BET} , m^2/g	λ_{max} , nm		Намагниченность, emu/g
		0	0.154*	-
Al ₂ O ₃	124	590	576	0,023
CeO_2	129	582	632	0,029

* при индукции постоянного магнитного поля, Т



Рис. 2. Фотолюминесценция НП СеО₂: 1 – без магнитного поля, 2 – при наложении магнитного поля (аппроксимация)



Рис. 3. Фотолюминесценция НП Al₂O₃: 1 – без магнитного поля, 2 – при наложении магнитного поля (аппроксимация)

Природа обнаруженного эффекта не известна и требует дальнейшего систематического изучения. Однако сдвиги максимумов спектров не связаны ни со стоксовым сдвигом, ни антистоксовым сдвигом. Возможно, что сдвиги максимумов является следствием взаимодействия постоянного магнитного поля с магнитными моментами наночастиц, которые имеют дефектную природу [13].

Вследствие взаимодействия происходит изменение электронной структуры дефектов, наблюдаемое как сдвиг максимума спектра ФЛ. таким образом, наличие найденного явления может служить серьезным доказательством именно дефектной природы d0 магнетизма немагнитных, в объемном состояние, соединений. Можно предположить, что разница в направлении сдвига ФЛ НП связана с отличием в природе их дефектного магнетизма – ферромагнитного у CeO₂, и суперпозиции ферро и диамагнетизма у Al₂O₃.

Предположительно механизм сдвига в оксиде церия описать исходя из того, что полоса люминесценции в НП $CeO_{2-\delta}$ (δ – нестехиометрия по кислороду) обусловлена переходом в состояние с переносом заряда ($Ce^{4+}-O^{2-}$) [14]. Ион O^{2-} нестабилен и разрушается с образованием иона O^{-} и электрона с выделением энергии [15]. Электрон переходит от иона O^{2-} к Ce^{4+} . Ион O^{2-} в решетке оксида церия стабилизируется ионами Ce^{4+} . При наложении магнитного поля на НП, вероятно, уменьшается стабильность иона O^{2-} . Понижается энергия уровня состояния с переносом заряда и полоса люминесценции сдвигается в красную область спектра.

В НП оксида алюминия имеются анионные вакансии. Спектр фотолюминесценции, повидимому, вызван процессом переноса заряда от иона O²⁻ на анионную вакансию [16]. Магнитное поле влияет на уровень состояния с переносом заряда, незначительно повышая его энергию.

5. Заключение

Таким образом, впервые обнаружено влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанопорошков оксидов, полученных методом испарения импульсным электронным пучком в вакууме.

Установлено, что при наложении магнитного поля 0,154 Т наблюдаются сдвиги максимумов спектров фотолюминесценции для Al₂O₃ - в желтую область (14 нм), а CeO₂ - в красную (50 нм).

В вышеуказанных работах [20–22] авторы связывали усиление интенсивности ФЛ в основном с агрегацией (самоорганизацией) наночастиц (НЧ) под воздействием различных факторов (постоянного магнитного поля, температуры, влияния оболочки в ядро-оболочечных НЧ и т. д.). Однако, в работах [20–22] не было показано влияние внешнего магнитного поля на сдвиг люминесцентных пиков, как это показано в настоящем исследовании.

К тому же, установленный разнонаправленный эффект смещения пиков фотолюминесценции при помещении НЧ оксидов во внешнее постоянное магнитное поле (в принципе это касается любых НЧ, в которых возможно проявление ферромагнитного отклика при комнатной температуре), обладающих диамагнитными свойствами в объемном состоянии, может быть использован в качестве зонда при проведении экспресс –анализа магнитных свойств НЧ на наличие в них d0 магнетизма, без использование дорогостоящего магниного оборудования, типа СКВИД магнетометров.

Природа обнаруженного эффекта не известна и требует дальнейшего систематического изучения. Возможно, что сдвиги являются следствием взаимодействия постоянного магнитного поля с магнитными моментами НЧ, которые имеют дефектную природу.

Благодарности

Авторы признательны н. с. Д. Р. Емлину (ИЭФ УрО РАН) за магнитные измерения. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Свердловской области в рамках научного проекта № 20-48-660019 р_а

- [1] Osipov V V, Lisenkov V V, Jatonov V V, Tikhonov E V 2018 Quant. Electron. 48 235-43
- [2] Grass R N, Stark W J 2005 Chem. Commun. 1767–69
- [3] Sokovnin S Y, Il'ves V G, Zuev M G 2016 Engineering of Nanobiomaterials: Applications of Nanobiomaterials V2 29–75
- [4] Sokovnin S Y, Il'ves V G, Zuev M G, Uimin M A 2018 Tech Phys Lett 44(9) 765-68
- [5] Coey J M D 2019 Nat Mater 18 652–56
- [6] Ning S, Zhan P, Xie Q, Wang W, Zhang Z 2015 J Mater Sci Technol 31 969–78
- [7] Gao Z, Yang G, Zhang J, Zhu Z, Si M, Xue D 2011 Appl Phys Lett 99 052502 (3)
- [8] Adli W, Ferhat M 2014 Solid State Communications 189 68-71
- [9] Van Dijken A, Meulenkamp E A, Vanmaekelbergh D, Meijerink A 2000 J Lumin 87 454–56
- [10] Ogluzdin V E Semiconductors 2005 39 884–890
- [11] Il'ves V G, Sokovnin S Y 2012 Nanotechnologies in Russia 7(5) 213-26
- [12] Il'ves V G, Sokovnin S Y, Zuev M G 2016 J of Lumin 179 474–79
- [13] Singhal R K, Kumari P, Samariya A, Kumar S, Sharma S C, Xing Y T, Saitovitch E B 2010 Appl Phys Lett 97 172503
- [14] Masalov A, Viagin O, Maksimchuk P, Seminko V, Bespalova I, Aslanov A, Malyukin Yu, Zorenko Yu 2014 J of Lumin 145 61–4
- [15] Blasse G, Bril A 1979 *Philips Techn Rev* **31**(10) 304-34
- [16] Puyats A V, Springis M J, Valbis J A 1980 Phys Stat Sol (a) 62 85-7
- [17] Lima S A M, Sigoli F A, Jafelicci Jr M, Davolos M R 2001 Inter J of Inorganic Materials 3 749–754
- [18] Xing G, Wang D, Yi J, Yang L, Gao M, He M, Yang J, Ding J, Sum T C and Wu T 2010 Appl Phys Lett 96 112511
- [19] Bartha C, Secu C, Matei E, Negrila C, Leca A and Secu M 2020 Materials 13 2980
- [20] Ivashchenko O, Peplińska B, Gapiński J, Flak D, Jarek M, Załęski K, Nowaczyk G, Pietralik, Jurga S 2018 *Scientific Reports* **8** 4041
- [21] Xia B, He F, Li L 2014 Colloids and Surfaces A: Physicochem Eng Aspects 444 9-14
- [22] Guan Z, Gao N, Jiang X -F, Yuan P, Han F, Xu Q -H 2013 J Am Chem Soc 135 7272–7277

Трибологические свойства CrAlSiC покрытий, осажденных в различных условиях генерирования углеродной плазмы

А. П. Рубштейн, В. А. Завалишин, А. Б. Владимиров, С. А. Плотников

ФГБУН Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620108, г. Екатеринбург, Россия

E-mail: rubshtein@imp.uran.ru

Аннотация. Исследованы трибологические свойства CrAlSiC покрытий, осажденных двумя способами. В обоих способах источником Cr, Al и Si атомов служил источник плазмы катодно-дугового разряда с композитной мишенью Cr-Al-Si. Для генерации углеродной плазмы в первом способе использовали плазменный источник импульсного катодно-дугового разряда с графитовым катодом, во втором - газоразрядное устройство для генерации несамостоятельного разряда в аргон-ацетиленовой смеси. Первое покрытие имеет низкий коэффициент трения. Под действием трения покрытие изнашивается равномерно, без сколов. Второе покрытие менее устойчиво к рикционному воздействию.

1. Введение

Научный и коммерческий интерес к разработкам наноструктурированных материалов, с улучшенными физическими свойствами по сравнению с их поликристаллическими аналогами, обусловлен растущими практическими требованиями к механическим характеристикам, износостойкости и коррозионной стойкости промышленных изделий [1]. Разрабатывается широкий спектр производственных технологий получения таких материалов, включая легирование сплавов, быстрое затвердевание бинарных сплавов, спекание нанопорошков и т. д. Параллельно с разработкой объемных материалов, интенсивно развиваются технологии вакуумного плазменного осаждения покрытий, в частности, многокомпонентных и многослойных. Исследуется физическая природа образования структуры таких покрытий в зависимости от условий осаждения, термическая стабильность покрытий, механизмы изнашивания [2, 3]. Наиболее популярными являются покрытия, включающие карбиды и нитриды переходных металлов, такие как TiN, CrN и CrC, благодаря их высокой твердости, отличной износостойкости и термической стабильности [4]. Легирование таких покрытий металлами, не образующими прочные связи с углеродом (Cu, Al), сопровождается образованием металлических фаз, улучшающих их вязкость. Кроме того, термостойкие покрытия с низкими остаточными напряжениями, высокой твердостью и высокой ударной вязкостью можно получить легированием неметаллическими атомами, такими как Si [5].

В настоящей работе исследованы CrAlSiC покрытия, осажденные двумя способами. В обоих способах источником Cr, Al и Si атомов служил источник плазмы катодно-дугового разряда с композитной мишенью Cr-Al-Si. Для генерации углеродной плазмы в первом способе использовали плазменный источник импульсного катодно-дугового разряда с графитовым катодом, во втором – газоразрядное устройство с аргон-ацетиленовой смесью. Основная цель работы состояла в исследовании трибологических свойств покрытий при фрикционном воздействии.

2. Материалы и методы

Осаждение CrAlSiC покрытий проводили в установке УВНИПА-001. В качестве подложек использовали кремниевые пластины. Пластины очищали в смеси дистиллированной воды и этанола в ультразвуковой ванне с последующим ионным травлением в вакууме. Для нанесения

покрытия первого типа CrAlSiC(I) одновременно использовали источник плазмы катоднодугового разряда с катодом состава $Cr_{0.35}Al_{0.55}Si_{0.08}$ и источник плазмы импульсного катоднодугового разряда с графитовым катодом. Частота импульсов дуги составляла 15 Гц, напряжение разряда – 300 В. Для нанесения покрытия второго типа CrAlSiC(II) одновременно использовали источник плазмы катодно-дугового разряда с катодом состава $Cr_{0.35}Al_{0.55}Si_{0.08}$ и газоразрядное устройство для генерации несамостоятельного разряда в аргон-ацетиленовой смеси (30 % Ar, 70 % C_2H_2 , P = 0,2 Па, напряжение несамостоятельного разряда 300 В, ток разряда 3 А).

Толщина покрытий измерялась с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) по изображениям поперечного сечения покрытие – подложка. Содержание Cr, Al, Si и C в покрытиях определяли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) на микроскопе QUANTA 200 с анализатором EDAX.

Трибологические свойств покрытий изучали на высокоскоростном приборе для испытания на трение и износ MFT-R4000. Испытания проводили при 25°С и относительной влажности 33% в условиях сухого скольжения. В качестве пары трения служил шарик из стали GCr15 (Ø 6 мм), скорость скольжения - 20 мм/с, приложенная нагрузка - 3 Н. Скрэтч-тесты проводили с использованием алмазного шарика диаметром 50 мкм при нагрузках 100–1500 мH с шагом 100 мH (NanoTest 600). Длина прохода индентора (царапины) составляла 100 мкм. Нагрузка начала разрушения покрытия определялась

3. Результаты и обсуждение

Толщина и состав CrAlSiC(I) and CrAlSiC(II) покрытий приведены в табл. 1. В составе обоих покрытий обнаружен кислород на уровне нескольких ат.%. Кроме того, покрытие CrAlSiC(II) содержит аргон. Наличие аргона указывает на образование в покрытии замкнутых микропор. Соотношение Cr/Al в CrAlSiC(II) ниже, чем в распыляемом катоде, что может быть связано с разными коэффициентами распыления хрома и алюминия или экранированием в плазме ионов хрома ионами углерода. Увеличение содержания Al в покрытии сопровождается низкой кристаллизацией и увеличением доли аморфной составляющей [6, 7].

Покрытие	Источник углерода	h (нм)	С _{Сг} ат.%	С _{А1} ат.%	C_{Cr}/C_{Al}	С _С ат.%	С _{Si} ат.%	С _о ат.%	С _{Аг} ат.%
CrAlSiC(I)	графит	4000	27.3	48.0	0.6	14.6	5.9	4.2	-
CrAlSiC(II)	ацетилен	3800	16.7	42.3	0.4	17.6	7.8	9.0	6.6

Таблица 1. Толщина и состав покрытий

Покрытия имеют разную морфологию поверхности. На СЭМ изображениях видны дефекты различной формы и размеров (рис. 1, а, б). Выступы с отчетливыми гранями размером 2–4 мкм присущи CrAlSiC(I) (рис. 1, а), пузыревидные дефекты и дырки размером 5–15 мкм – CrAlSiC(II) (рис. 1, б). Плотность дефектов на поверхности CrAlSiC(I) выше по сравнению с CrAlSiC(II). Кроме того, обнаружено, что выступы отличаются более высоким содержанием хрома и кислорода. Состав пузыревидных дефектов не отличается от состава покрытия.

Образование дефектов зависит от условий осаждения. Импульсный катодно-дуговой разряд с графитовым катодом используется для осаждения CrAlSiC(I). Под действием импульсной дуги на поверхности катода образуются микрочастицы графита, которые падая на растущую поверхность покрытия вызывают локальный перегрев, инициируя диффузионный рост более энергетически выгодных вытянутых пирамидальных структур (выступов) [8]. В процессе плазмохимического осаждения из паровой фазы с использованием газоразрядного устройства (покрытие CrAlSiC(II), разложение ацетилена в аргон-ацетиленовой смеси выполняется в несамостоятельном импульсном разряде с постоянным током. В качестве катода служат стенки рабочей камеры. Можно предположить, что разряды концентрируются на несовершенствах поверхности, включая растущие нанозерна карбидов. В этих местах покрытие растет по другому механизму, создавая каналы и дефекты пузыревидной формы. По мере роста покрытия

в пузыревидных дефектах возможно накапливаются большие внутренние напряжения, приводящие к их отрыву, и образованию дырок [9].



Рис. 1. СЭМ изображения (а) - CrAlSiC(I) и (б) - CrAlSiC(II) покрытий

На рис. 2 показаны зависимости коэффициента трения от времени скольжения индентора при нагрузке 3 Н. Для покрытия CrAlSiC(I) наблюдается небольшое изменение коэффициента трения ($f_{cp} = 0,04$, $f_{max} = 0,05$). Дефекты в виде выступов при фрикционном воздействии выкрашиваются, и действуют как абразивные частицы, что приводит к снижению коэффициента трения. Происходит равномерный износ материала покрытия CrAlSiC(I). Изменения коэффициента трения в покрытии CrAlSiC(II) после 6 мин скольжения имеют синусоидальный характер. Диапазон пиков коэффициента трения колеблется в широких пределах ($f_{cp} = 0,13$, $f_{max} = 0,29$). Скорее всего это связано с разрушением покрытия из-за отслоения пузыревидных дефектов.



Рис. 2. Зависимости коэффициента трения от времени скольжения индентора

Скрэтч-тест проводили при скольжении алмазного шарика диаметром 50 мкм по поверхности покрытия при нагрузках от 100 до 1500 мН. Видимые царапины появлялись на обоих покрытиях только при нагрузках более 700 мН (рис. 3). Царапины на покрытии CrAlSiC(I) имеют ровные края без видимых сколов, что подтверждает равномерный износ покрытия. Внутри царапины видны следы абразивного воздействия твердых частиц (рис. 4, а). Царапины на покрытии CrAlSiC(II) при нагрузках более 700 мН по краям имеют сколы округлой формы размером 5–15 мкм (рис. 4, б), что соответствует размерам пузыревидных дефектов на поверхности покрытия. Равномерный износ покрытия CrAlSiC(I) подтверждается линейной зависимостью f = d(P), где d – максимальная глубина царапины, P – нагрузка на индентор (рис. 5, черные квадраты). Зависимость f = d(P) для покрытия CrAlSiC(I) на участке от 100 до 700 мН совпадает с зависимостью для покрытия CrAlSiC(I) (рис. 5, открытые

квадраты). При нагрузках более 700 мН на кривой наблюдается скачок, т.к. начинается процесс отслоения фрагментов покрытия в местах образования пузыревидных дефектов. Следует отметить, что максимальная глубина царапин при нагрузке 1500 мН меньше их толщины, т. е. полного износа покрытий не происходит.



(a) - CrAlSiC(I);(6) - CrAlSiC(II) при нагрузке 1500 мН: (a) - CrAlSiC(I): (6) - CrAlSiC(II)

от нагрузки на алмазный индентор

Заключение

Проведен сравнительный анализ CrAlSiC покрытий, полученных в разных условиях формирования углеродной плазмы - распыление графита или деструкция углеводорода. Условия осаждения влияют на морфологию поверхности покрытия. Покрытие CrAlSiC(I), полученное при одновременной работе дугового источника с CrAlSi катодом и импульснодугового с графитовым катодом, имеет низкий коэффициент трения, при фрикционном воздействии изнашивается равномерно, без отслоения покрытия от подложки. Покрытие, полученное при одновременной работе дугового источника с CrAlSi катодом и газоразрядного устройства с аргон-ацетиленовой смесью, менее стойкое при фрикционном воздействии. При увеличении времени фрикционного воздействия (возвратно-поступательное движение индентора) или нагрузки при царапании покрытие разрушается путем выкрашивания фрагментов.

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Функция» № АААА-А19-119012990095-0, тема «Структура» № госрегистрации АААА-А18-118020190116-6).

- Leyland A and Matthews A 2000 Wear 246 1-11 [1]
- Rubshtein A P, Gao K, Vladimirov A B, Plotnikov S A, Zhang B and Zhang J 2019 Surf. Coat. [2] Technol. 377 124912
- [3] Tillmann W, Stangier D, Laemmerhirt I, Biermann D and Freiburg D 2016 Vacuum 131 5-13
- [4] Chen X, Zhang P, Wei D, Ding F and Ma S 2018 Mat. Lett. 215 292-5
- Kuo Y C, Wang C J and Lee J W 2017 Thin Solid Films 638 220-9 [5]
- [6] Fu T C and Li G W 2006 Appl. Surf. Sci. 253 1260-4
- Rubshtein A P, Vladimirov A B and Plotnikov S A 2018 Sol. Stat. Phenom. 279 160-6 [7]
- [8] Trakhtenberg I S, Rubshtein A P, Vladimirov A B, Yugov V A, Plotnikov S A and Volkova E G 2002 Phys. Met. Metallogr.100 56-60
- [9] Dalibón E L, Escalada L, Simison S, Forsich C, Heim D and Brühl S P 2017 Surf. Coat. Technol. 312 101-9

Ионно-плазменные вакуумно-дуговые покрытия Zr-B-Si-C-Ti-(N)

И. В. Блинков, Д. С. Белов, В. М. Шестакова, А. В. Черногор, Б. Ю. Кузнецов, А. И. Лаптев

НИТУ «МИСиС» Национальный Исследовательский Технологический Университет «МИСиС», 119049, Ленинский проспект, д. 4, Москва, Россия Телефон: 8 (499) 236-70-85

E-mail: <u>biv@misis.ru</u>

Аннотация. Arc-PVD покрытия Zr-B-Si-C-Ti-N и Zr-B-Si-C-Ti получены с использованием комбинированных испаряемых катодов ZrB₂-SiC-Ti в остаточной атмосфере N₂ и Ar. Исследованы их структура и состав. Покрытие Zr-B-Si-C-Ti-N имеет преимущественно аморфную структуру, сформированную, в основном, на основе нитридных, карбидных, боридных фаз и сложных соединений Zr, Si, Ti. Покрытие Zr-B-Si-C-Ti характеризуется аморфно-нанокристаллической структурой. Аморфная составляющая этого покрытия образована, в основном фазами на основе Zr и Si. Нанокристаллическая структура образована сложным карбидом (Zr,Ti)C.

1. Введение

Газотермические покрытия ZrB>-SiC исследуются для изучения возможности их применения для защиты от высокотемпературного окисления конструкционных материалов [1, 2]. Однако высокая пористость покрытий, низкая адгезионная прочность с основой, реализуемые данным методом, не дают возможности рассматривать их как одновременно повышающие характеристики трущихся элементов конструкций, работающих износостойкие В окислительной среде при высоких температурах. Настоящая работа посвящена изучению возможностей формирования покрытий данной системы методом arc-PVD, широко используемым для создания покрытий с самыми разнообразными функциональными свойствами, дающими возможность использовать их как износостойкие в различных условиях эксплуатации [3].

2. Используемые методики

Покрытия наносили на подложки из сплава ВК6 и ЭК61 методом arc-PVD. Испаряемый катод изготавливался комбинированным из цилиндрической порошковой композитной вставки ZrB₂ (80 об. % или 88,4 масс. %) – SiC (20 об. % или 11,6 масс. %) диаметром 58 мм и высотой 15 мм, приготовленной методом искрового плазменного спекания, которая впрессовывалась в металлическую основу из титана (сплав BT1) диаметром 62 мм. Ток и напряжение испаряющей дуги были 110 А и 20 В. На подложку подавался отрицательный потенциал смещения равный 120 В. Парциальное давление азота при формировании покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N было 0,8 Па. Давление аргона при осаждении покрытий Zr-B-Si-C-Ti поддерживалось равным 0,4 Па.

Методами рентгеновской дифрактометрии с использованием скользящего рентгеновского пучка и микрорентгеноспектрального анализа исследовали фазовый и элементный состав, характеристики структуры покрытий. Их строение изучали на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ), энергия связи элементов покрытия анализировалась с применением рентгеновской фотоэлектронной спектрометрии.

3. Результаты и обсуждение

Элементный состав сформированных покрытий приведён в табл. 1.

На рис. 1 представлены изображения торцевых изломов покрытий. Они имеют монолитную

структуру. Фрактографические исследования свидетельствуют о разном механизме разрушения полученных образцов. Для покрытия Zr-B-Si-C-Ti-N оно происходит по хрупкому механизму скола с характерным признаком-образованием межзеренных фасеток в микрорельефе. Разрушения покрытия Zr-B-Si-C-Ti – вязкое, сопровождается слиянием микропустот с образованием ямок волокнисто-полосчатого излома в микрорельефе [4].

Остаточная	Содержание элемента, атом. %							
атмосфера	Ν	С	В	Si	Zr	0	Ti	
N_2	24,0	22,4	18,4	18	11,4	3,0	2,8	
Ar	-	33,8	23,6	18,4	15,1	3,1	6,0	

Таблица 1. Элементный состав покрытий



Рис. 1. Изображения торцевых изломов покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N (a) и Zr-B-Si-C-Ti (б)

Дифрактограммы полученных покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N и Zr-B-Si-C-Ti представлены на рис. 2. Из них следует, что в составе покрытий преимущественно содержатся рентгеноаморфные фазы. Приближённая оценка по соотношению площадей под гало и линиями дифракции от кристаллических фаз говорит о степени аморфизации структуры покрытий на уровне 88 % и 75 % соответственно для первого и второго составов покрытий.

Изображения структуры покрытий (рис.3) и электроннограммы, полученные методом ПЭМ, подтверждают результаты рентгеновского дифракционного анализа о преимущественно аморфном строении покрытий обоих составов и большей степени аморфизации покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N. ПЭМ изображения свидетельствуют об элементной и фазовой неоднородности покрытий. О них можно судить по разному фоновому оттенку участков покрытий, представленному на изображениях (рис. 3). Темные участки соответствуют фазам на основе более тяжелых элементов, а светлые – более легких [5]. Размеры областей структурной неоднородности покрытий изменяются от 1 до 10 нм и от 1 до 50 нм для покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N (а) и Zr-B-Si-C-Ti соответственно, четкой периодичности их не наблюдается. ЭДС-анализ показал, что фазы на светлых участках (область 1) сформированы, в основном, элементами Si и Zr, а фазы на темных участках (область 2) – Ti. Причём изображения высокого разрешения показывают, что именно темные области в структуре покрытий Zr-B-Si-C-Ti характеризуются кристаллическим строением с размером кристаллитов ~10 нм, находящихся в аморфной матрице. С учётом полученных электроннограмм эти фазы имеют ГЦК структуру и могут быть отнесены к карбидам титана и циркония, либо к сложному карбиду (Zr,Ti)C.



Рис. 2. Дифрактограммы образцов покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N (а) и Zr-B-Si-C-Ti (б)



Рис. 3. ПЭМ изображения и электроннограммы поперечного сечения структуры покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N (a, б) и Zr-B-Si-C-Ti (в, г)

Исследование РФЭС покрытия Zr-B-Si-C-Ti-N свидетельствует о том, что максимум спектральной линии Zr3d соответствует 180,0 эВ, что отвечает карбиду цирконию, В спектре Si2p присутствует линия с энергией ~ 101,1 эВ, Это значение находится в промежутке справочных значений для SiC (100,2 эВ) и Si₃N₄ (101,8 эВ) и соответствует, по-видимому, карбонитриду кремния. Спектр Ti2p состоит из одного дублета, Есв(Ti2p3) – 454,7 эВ, что несколько ниже, чем для нитрида титана (454,9 эВ). Возможно, это определяется образованием связей Ti-Ti, Ti-B. Спектр бора B1s расположен на Есв 188,2 эВ, что характеризует энергию связей Zr-B.

В покрытии Zr-B-Si-C-Ti для спектра Ti2p наблюдается пик 454,8 эB, который можно интерпретировать, как титан со смешанным типом связи Ti-Ti, Ti-C. В спектре Zr3d + B1s присутствует пик 179,7 эB, который соответствует карбиду циркония. Присутствие пика бора, имеющего энергию 188,2 эB можно объяснить наличием связей Zr-B. В спектре Si2p наблюдаются два пика: 99,9 и 101,1 эB. Основной пик 99,9 эB можно отнести к карбиду кремния с малой долей связей Si-Si. Второй пик превышает справочное значение SiC (100,2 эB), поэтому его можно отнести к Si_xO_yC_z, что согласуется с наличием кислорода в покрытии.

4. Заключение

Получены покрытия в системе Zr-B-Si-C-Ti-N и Zr-B-Si-C-Ti испарением вакуумной дугой комбинированных мишеней ZrB₂-SiC-Ti в остаточной атмосфере N₂ и Ar. Покрытие Zr-B-Si-C-Ti-N имеет преимущественно аморфную структуру, сформированную, в основном, на основе нитридных, карбидных, боридных фаз и сложных соединений Zr, Si, Ti. Покрытие Zr-B-Si-C-Ti характеризуется аморфно-нанокристаллической структурой. Аморфная составляющая этого покрытия образована, в основном фазами на основе Zr и Si. Нанокристаллическая структура образована сложным карбидом (Zr,Ti)C. Повышенная степень аморфизации структуры покрытий Zr-B-Si-C-Ti-N может быть связано с более высокой скоростью охлаждения формирующего покрытия из-за большей теплопроводности остаточной атмосферы азота по сравнению с аргоном.

Благодарность

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-03-00321 А.

- [1] Yang X, Wei L, Song W 2013 Composites Part B: Engineering451391–1396
- [2] D, Zeng Y, Xiong X 2014 *Ceramics International***40**14215–14222
- [3] Krella A 2020 *Coatings***10**921–934
- [4] РД 50-672-88 Методические указания. Расчеты и испытания на прочность. Классификация видов изломов металлов. 2018 М.: Стандартинформ
- [5] Williams D B, Carter C B 2009 Transmission Electron Microscopy407–417

Структура и особенности граничного трения покрытий *ta*-C, полученных плазменным импульсно-дуговым напылением

В. Д. Самусенко¹, И. А. Завидовский², О. А. Стрелецкий², И. А. Буяновский¹, М. М. Хрущов¹, М. И. Петржик³, Ю. И. Щербаков¹

¹Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, 101990, Россия ²Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова. Москва, 119991, Россия ³НИТУ «МИСиС», Москва, 119049, Россия

E-mail: ia.zavidovskii@physics.msu.ru, michel_x@mail.ru

Аннотация. Представлены результаты исследования особенностей структурного состояния и трибологического поведения в условиях граничного трения тонких покрытий тетраэдрического аморфного углерода (*ta*-C), полученных методом плазменного импульсно-дугового напыления.

1. Введение

Тонкие пленки и покрытия аморфного углерода с преобладающей долей sp²-связей (a-C) и *sp*³-связей (*ta*-C) [1] являются перспективными для использования в качестве защитных, износостойких и антифрикционных покрытий [2, 3], элементов НЭМС [4], оптических покрытий [5] и в других областях. Меняя параметры получения углеродных пленок, можно управлять долей атомов, обладающих различной гибридизацией углеродных связей и, соответственно, фазовым составом углеродных фаз, что позволяет влиять на конечные функциональные свойства [5]. В работе [6] было показано наличие в углеродных покрытиях, полученных различными методами (плазмохимическим осаждением [7], химическим методом [8] и плазменным импульсно-дуговым напылением [9]), общих структурных особенностей, связанных с наличием двух типов структурных составляющих: оболочки со структурой типа транс-полиацетиленовой и алмазоподобного или графитового ядра. Можно предположить, что различное сочетание этих двух структурных типов приведет к существенным изменениям функциональных, в том числе трибологических свойств углеродных покрытий. В частности, углеродные покрытия с преобладанием фазы с цепочечной структурой могут оказывать ориентирующее действие на молекулы жидких кристаллов и смазочных сред [10]. В трибологии подобные углеродные покрытия получили название «покрытий-ориентантов» [11], и, хотя исследования поведения подобных покрытий в условиях граничной смазки были начаты в уже довольно давно, вопрос о том, как влияет на трибологическое поведение изменение соотношения долей алмазоподобной и обладающей цепочечной структурой фаз никогда ранее не рассматривался. Между тем известно [6, 12, 13], что варьирование технологических условий плазменно-дугового напыления (степени ионизации, содержания газообразного углеводорода или азота в атмосфере напыления и т.д.) может оказывать существенное влияние на содержание sp¹-фазы с линейными углеродными цепочками в структуре покрытий ta-C. Проведение подобных исследований могло бы представить значительный интерес, однако, предварительно следовало установить, насколько технология получения покрытий ta-C методом плазменного импульсно-дугового напыления подходит для нанесения трибологических покрытий, и отработать методику их испытаний.

Целью работы было получение модельного покрытия со структурой *ta*-С методом вакуумного плазменного импульсно-дугового напыления, проведение его испытаний на граничное трение в базовом масле (ПАО-4) и подготовка на основе их анализа рекомендаций по методике напыления и режиму трибологических испытаний.

2. Методика нанесения и исследования покрытий

Углеродные покрытия *ta*-С в настоящей работе получали методом плазменного импульснодугового напыления [9]. который позволяет, регулируя параметры осаждения, изменять свойства углеродных покрытий, управляя их морфологией и фазовым составом.

Импульсно-дуговое распыление графитового катода проходило в вакуумной камере с предварительной безмасляной откачкой (остаточное давление 10^{-4} торр). Процесс напыления в атмосфере Ar вели при мощности разряда 1 кВт и рабочем давлении в камере, равном 10^{-3} торр. Температура поверхности подложек в процессе нанесения не превышала 30 °C. Перед началом процесса осуществлялась предварительная очистка подложек путем травления ионами Ar⁺ с энергией 1 кэВ. Толщина получаемых покрытий составляла ~ 1 мкм.

Структуру и фазовый состав углеродной фазы покрытий исследовали методами спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) на спектрометре Horiba HR 800 (длина волны лазерного излучения 632.8 нм) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Для оценки твердости использовали нанотвердомер NHT (CSM International). Трибологические испытания проводили на машине трения КТ-2 в геометрии «вращающийся шар – три торца роликов» [14]. В качестве образцов для испытаний использовали стандартные шарики диаметром 12.7 мм из стали ШХ-15, и ролики 5х8 мм из той же стали, на торцовую поверхность которых наносились исследуемые покрытия. Шпиндель машины с зажатым в нём шариком прижимается к поверхностям роликов, сложенных равносторонним треугольником, которые установлены в оправке в плоскости, перпендикулярной оси шпинделя, нагрузкой *P* = 108 Н. Частота вращения шпинделя с шаром составляет 1 мин⁻¹. Продолжительность испытания каждого комплекта образцов составляла 60 мин. Полученные результаты представлены в виде зависимостей средних значений коэффициента трения, полученных по результатам трёх повторных испытаний, от времени. Испытания проводили без смазочной среды и, используя смазку поли-альфа-олефиновым базовым маслом ПАО-4 с вязкостью $v_{100} = 4 \text{ MM}^2/c.$

3. Результаты и их обсуждение

На картинах электронной дифракции изученных покрытий (рис. 1, (а)) присутствуют характерные для аморфных углеродных материалов [15] широкие диффузные гало, отвечающие межплоскостным расстояниям 0.21 и 0.115 нм. Их наличие говорит о существовании ближнего порядка с расположением атомов, близким наблюдаемому в кристаллической решетке алмаза. для которого характерно присутствие рефлексов 111 и 220, связанных с дифракцией от плоскостей с межплоскостными расстояниями, равными $d_{(111)} = 0.206$ и $d_{(220)} = 0.126$ нм, соответственно. В то же время линии при 0.335 нм, соответствующей отражению 00.2 от базисной плоскости графита и являющейся основной отличительной чертой sp^2 структуры графитного типа, на рис. 1, (а) не наблюдается. Все это свидетельствует о преобладающем тетраэдрическом (*ta*-C) типе аморфного состояния углеродной фазы.

Спектр КР покрытия, полученного распылением в атмосфере аргона, представлен на рис. 1, (б). Наблюдается широкий G-пик вблизи 1520 см⁻¹, характерный для аморфных углеродных структур типа *ta*-C [16]. Таким образом, КР спектр обусловлен, главным образом, рассеянием на sp^2 -гибридизованных атомах. При этом, если для поликристаллических углеродных структур удается разделить D- и G-линии спектра, то для аморфных они сливаются в одну (рис. 1, (б)), что затрудняет интерпретацию их структурного состояния на основе данных КР.

Результаты исследования покрытия методом СХПЭЭ [13] показали, что доля sp^3 -фазы составляет ~ 80 об. %, что согласуется с результатами аналогичных оценок на основе данных РФС [17]. Результаты измерений нанонотвердости полученных покрытий показывают, что ее величина составляет ~ 21-24 ГПа, что является типичным значением для пленок *ta*-C [18].

Результаты трибологических испытаний покрытий без смазки и со смазкой ПАО-4 приведены на рис. 2. Для сравнения представлены также результаты испытаний образцов без покрытия. Как следует из рисунка, коэффициент трения стальной поверхности без покрытия максимален при несмазанном контакте (f > 0.7). При смазке поверхности ролика ПАО-4 f снижается практические

в два раза, но все еще остается достаточно высоким. Нанесение покрытия *ta*-С меняет ситуацию существенным образом, особенно в начальном периоде испытаний (рис. 2(б)), когда коэффициент трения пары «ШХ-15 – *ta*-С / ШХ-15» не превышает 0.1.



Рис. 1. Диффузные максимумы электронограммы (а) и КР-спектр (б) покрытия ta-C



Рис. 2. Зависимости коэффициента трения, полученные при испытаниях на машине трения КТ-2 образцов ШХ-15 в одноименном сочетании (Δ) и в случае, когда на рабочую поверхность ролика нанесено покрытие *ta*-C (□): (а) – полный цикл испытаний; (б) – поведение *f* в первые 5 мин испытаний в увеличенном масштабе. Темные значки – без смазки; светлые – со смазкой ПАО-4

Величина коэффициента трения покрытия *ta*-C на торце стального ролика, измеренная на первом обороте шпинделя составляет 0.086 (при испытании без смазки) и 0.07 (при граничной смазке ПАО-4). Коэффициент трения держится на этом уровне в течение первых четырех его оборотов, а затем начинает расти. При испытании со смазкой рост f носит монотонный характер, плавно повышается до ~ 0.4 на 15-й мин испытаний, а затем стабилизируется на уровне ~ 0.35, что несколько ниже, чем установившееся значение коэффициента трения для стальной поверхности, испытанной с ПАО-4 (рис. 2, (а)). Таким образом, поверхность с покрытием в результате его частичного разрушения становится более «металлической».

В случае образца с покрытием *ta*-C, испытываемого без смазки, начальное низкое значение коэффициента трения также сохраняется в течение некоторого времени, а затем начинает расти. До 15-й – 20-й мин испытаний характер изменения *f* практически такой же, как у образца с покрытием, испытываемого со смазкой ПАО-4, однако затем трение вновь начинает расти, к 40-й мин достигая величины ~ 0.56. Возможное объяснение такого поведения состоит в том, что поверхность пятна контакта к этому моменту в целом освобождается от покрытия, и трение происходит по поверхности стальной основы.

Низкий коэффициент трения в начале испытаний говорит о том, что само алмазоподобное покрытие имеет высокие антифрикционные свойства. В процессе испытаний несущая

способность покрытия *ta*-C снижается, и начинается обусловленный контактным взаимодействием процесс его разрушения и отслаивания. Оптические микрофотографии пятен износа подтверждают сделанные предположения.

Таким образом, снизив нагрузку в ходе испытаний, можно попытаться уменьшить контактные напряжения, тем самым, увеличив продолжительность периода работоспособности покрытий, проводя их испытания в менее «жестких» условиях. Анализ показал, что увеличить работоспособность покрытий можно также, улучшая их адгезию к материалу подложки путем нанесения промежуточных слоев. Еще одной возможностью в конкретном случае алмазоподобных покрытий является их легирование [18].

4. Выводы

Методом вакуумного плазменного импульсно-дугового напыления в среде аргона получены алмазоподобные углеродные покрытия, обладающие структурой тетраэдрического аморфного углерода (*ta*-C), в котором доля *sp*³-фазы составляет порядка 80 об. %.

В результате трибологических испытаний, проведенных в режиме сухого и граничного (ПАО-4) трения, установлено, что величина коэффициента трения в процессе испытаний существенно меняется. В начале испытаний покрытие обладает высокими антифрикционными свойствами (f < 0.1, независимо от наличия или отсутствия смазочной среды), характерными для структуры *ta*-C, а затем по мере нарушения целостности и изнашивания слоя покрытия коэффициент трения повышается до установившихся значений, близких наблюдаемым для стальных поверхностей при их смазанном или несмазанном контакте, соответственно.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-08-010011).

- [1] Chhowalla M., Ferrari A.C., Robertson J. et al. 2000 Appl. Phys. Lett. 76 1419-21
- [2] Zhang T.F., Deng Q.Y., Liu B. et al. 2015 Surf. Coat. Technol. 273 12-9
- [3] Семенов А.П. 2009 *Трение и износ* **30** 83-102
- [4] Santra T.S., Bhattacharyya T.K., Patel P. et al. 2012 *Microelectromechanical Systems and Devices* (London: InTech Open)
- [5] Grill A. 1999 Thin Solid Films 355-356 189-93
- [6] Стрелецкий О.А., Иваненко И.П., Хвостов В.В. и др. 2016 ФТТ 58 2044-49
- [7] Булычев Б.М., Звукова Т.М., Сизов А.И. и др. 2010 Изв. АН. Сер. химич. 9 1678-82
- [8] Kudryavtsev Yu.P. Evsyukov S.E., Babaev V.G. et al. 1992 Carbon. 30 213-21
- [9] Бабаев В.Г., Гусева М.Б., Савченко Н.Ф. и др. 2004 Поверхность №3 16-27
- [10] Левченко В.А., Гусева М.Б., Бабаев В.Г. и др. 2005 Поверхность №10 52-9.
- [11] Буяновский И.А., Игнатьева З.В., Большаков А.Н. и др. 2011 *Трение и смазка в машинах и механизмах* №11 14-26
- [12] Завидовский И.А., Стрелецкий О.А., Нищак О.Ю. и др. 2019 ФТТ 61 2244-48
- [13] Завидовский И.А., Стрелецкий О.А., Нищак О.Ю. и др. 2020 ЖТФ 90 149-54
- [14] Буяновский И.А., Самусенко В.Д., Щербаков Ю.И. 2019 Зав. лаб.: Диагн. мат. 85 (12) 65-8
- [15] Liu Y., Meletis E.I. 1997 J. Mater. Sci. 32 3491-95
- [16] Ferrari A.C., Robertson J. 2004 Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 362 2477-512
- [17] Зацепин А.Ф., Бунтов Е.А., Зацепин Д.А. и др. 2018 Ядерная физика и инжиниринг 9 94-8
- [18] Хрущов М.М. 2013 Современные технологии модифицирования поверхностей деталей машин ред. Г.В. Москвитин (М.: ЛЕНАНД) с.78-113

Гибридный вакуумно-полупроводниковый матричный фотоприемник для ИК-области спектра

Д. Е. Миронов¹, А. А. Егоренков¹, В. И. Зубков^{1,2}, А. В. Пашук¹, М. Р. Айнбунд¹, А. В. Соломонов²

¹ АО «ЦНИИ «Электрон», 194223, пр. Тореза, 68, лит. Р, Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина), 197376, ул. Профессора Попова, д. 5, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vzubkovspb@mail.ru

Аннотация. Представлены результаты оптимизации гибридного фотоприемника для ИК-области спектра (0.95–1.65 мкм) на основе $In_{0.53}Ga_{0.47}As/InP$. Повышение уровня вакуума в камере запрессовки и увеличение толщины слоя InGaAs позволило поднять квантовый выход с 5 до 12 %. Спектральная чувствительность разработанного гибридного прибора в 20 раз превышает чувствительность лучших твердотельных матричных ИК-фотоприемников.

В настоящее время существует огромное разнообразие фотоприемных устройств, построенных на основе разных физических принципов и предназначенных для различных применений [1, 2]. Наиболее активно развивается направление твердотельных полупроводниковых фотоприемников с достаточно хорошо отработанной и экономичной технологией и обладающих приемлемыми потребительскими характеристиками. В тоже время существуют довольно важные ниши специальных применений, где требуются экстремальные приборные характеристики (в первую очередь чувствительность к ультраслабому излучению, особенно в ИК-области), недоступные твердотельным фотоприемникам. Такую задачу решает особый класс фотоприемных устройств, построенных по гибридному вакуумно-полупроводниковому принципу.

Гибридный прибор конструктивно представляет собой герметично откачанный корпус с прозрачным для излучения входным окном, внутри которого расположены чувствительный к излучению фотокатод и регистрирующий полезный сигнал узел – полупроводниковый анод (рис. 1). Фотокатод работает на просвет, и в режиме внешней фотоэмиссии генерирует в ваку-



Рис. 1. Конструкция гибридного ИК-фотоприемника

умный промежуток пучок фотоэлектронов, интенсивность которого пропорциональна детектируемому свету. В вакуумном промежутке между фотокатодом и анодом приложено ускоряющее фотоэлектроны поле, что обеспечивает большое усиление прибора, а наличие вакуума обеспечивает эффективную развязку входных и выходных электрических цепей.

Принципиальной особенностью такого фотокатода является необходимость нанесения тонкого поверхностного слоя (фактически монослоя) цезия. Именно его наличие обеспечивает кардинальное снижение работы выхода поверхности фотокатода и высокую интенсивность эмиссии фотоэлектронов в вакуум. Однако, как известно, Cs явля-

ется чрезвычайно активным элементом, мгновенно окисляясь на воздухе. Поэтому его нанесение на полупроводниковую структуру фотокатода и все последующие операции, в том числе запрессовка элементов в корпус, необходимо проводить в камере с ультравысоким вакуумом. Работы по изготовлению гибридного прибора с данным фотокатодом мы проводили в специально созданной многокамерной вакуумной установке.

Установка позволяет произвести герметизацию фотокатода в корпус прибора без существенной деградации его чувствительности, повышение в ней степени вакуума улучшает стабильность чувствительности фотокатодов и дает возможность увеличения их квантового выхода. Исходя из этого, нами разработана и реализована концепция четырёхкамерной установки, которая состоит из камеры загрузки, сверхвысоковакуумной камеры предварительной очистки деталей (10^{-8} Па) и двух сверхвысоковакуумных камер активировки цезием и запрессовки с вакуумом на уровне ($10^{-9} - 10^{-10}$ Па). Поддержание вакуума в камерах запрессовки и активировки на уровне лучше 10^{-9} Па облегчается наличием дополнительной камеры, где производится предварительной очистки собрана на базе компонентов фирмы Riber. В ней поддерживается вакуум на уровне 10^{-8} Па.

Для улучшения вакуума в сверхвысоковакуумных камерах активировки и запрессовки использованы нераспыляемые геттерные насосы (НГН). Разработка конструкции и изготовление НГН произведены силами лаборатории. Расчетная суммарная скорость откачки камеры активировки – 1000 л/с. Для камеры запрессовки нагрев геттеров производится излучением галогенной лампы мощностью 2 кВт. Расчетная скорость откачки насоса также около 1000 л/с.

Следующим этапом была оптимизация структуры полупроводникового фотокатода для обеспечения высокого квантового выхода. Применяемая в данной работе двойная гетероструктура InP/InGaAs/InP обеспечивает детектирование излучения в диапазоне 0.95–1.65 мкм, рис. 2. В роли поглотителя инфракрасного излучения выступает твердый раствор In_{0.53}Ga_{0.47}As. Подложка InP играет роль оптического фильтра. Рассчитанная энергетическая диаграмма гетероструктуры InP/In_{0.53}Ga_{0.47}As/InP с нанесенным слоем цезия изображена на рис. 3.



Рис. 2. Области поглощения излучения гетероструктурой In_{0.53}Ga_{0.47}As/InP



Рис. 3. Энергетическая диаграмма гетероструктуры InP/In_{0.53}Ga_{0.47}As/InP с монослоем цезия



Рис. 4. Оптическая генерация носителей заряда под действием излучения мощностью 10 мВт/см². Длина волны излучения 1.55 мкм



под действием излучения с длиной волны 1.0 (а) и 1.55 мкм (б). Мощность 10 мВт/см²

Прямозонный In_{0.53}Ga_{0.47}As имеет при комнатной температуре ширину запрещенной зоны 0.74 эВ [3], что соответствует красной границе фотоэффекта 1.675 мкм. Это близко к длине волны 1.55 мкм, соответствующей минимуму затухания в оптическом волокне. Кроме того, этот твердый раствор обладает постоянной решетки, совпадающей с постоянной решетки бинарного InP, и поэтому получил широкое распространение в оптоэлектронике.

На рис. 4 представлен расчет скорости генерации носителей заряда гетеро-структурой под действием излучения с длиной волны 1.55 мкм и мощностью 10 мВт/см². Видно, что оно поглощается только слоем твердого раствора. Однако, как видим, при первоначально выбранной для фотокатода толщине слоя In_{0.53}Ga_{0.47}As (1.5 мкм) поглощается не все излучение. Следовательно, целесообразно увеличить толщину слоя поглотителя примерно до 4.5 мкм. Заметим при этом, что показатель поглощения света зависит от длины волны. Так, излучение той же мощности с $\lambda = 1.0$ мкм будет поглощаться почти полностью уже на глубине 1.5 мкм, рис. 5. Поэтому при выборе оптимальной толщины поглотителя, работающего в заданном диапазоне длин волн, должен иметь место некий компромисс. Ожидаемым результатом является независимость результатов расчета поглощения излучения от толщины подложки InP, поскольку этот материал при низкой концентрации примеси является прозрачным для излучения данного диапазона.

По результатам проведенных расчетов был предложен усовершенствованный ди-

зайн двойной гетероструктуры фотокатода с толщиной слоя твердого раствора 3.0 мкм. Рост структуры выполнен в АО "НИИ "Полюс". Были проведены измерения основных параметров как самого фотокатода в вакуумной камере, так и готового вакуумно-полупроводникового фотоэлектронного устройства. В этом случае в качестве анода применялась матрица прибора с переносом заряда (ППЗ), работающая в электронно-чувствительном режиме [4].

Оптимизация толщины слоев гетероструктуры и концентрации примеси в них помогла поднять квантовый выход с 5 до 12 %. Все образцы обладают чувствительностью в заданном диапазоне 0.95–1.65 мкм. Отметим, что достигнутый на текущий момент квантовый выход ниже, чем квантовый выход ИК-фотокатодов в гибридных приборах фирмы Intevac, составляющий более 25 % [5]. В то же время спектральная чувствительность на выходе разработанного гибридного прибора (благодаря усилению сигнала фотоэлектронов в матрице ППЗ) почти в 20 раз превышает чувствительность матричного ИК-фотоприемника компании Sensors Unlimited – лидера в сегменте твердотельных приборов [6].

Электрические и фотоэлектрические параметры разработанного гибридного ИКфотоприемника в сравнении с лучшими мировыми образцами приведены в табл. 1.

Наиманование параметра	Значение						
паименование параметра (режим измерения), еди- ница измерения	ЦНИИ «Электрон», эксперимент. макет (вакуумный)	Intevac, Camera LIVAR M506 (вакуумный) [5]	Sensors Unlimited, Camera GA1280JSX (твердотельный) [6]				
Размер изображения, мм	12.9×9.8	8.6×6.9	16.0×12.8				
Число элементов матри- цы	760×580 (ЭЧ ППЗ)	640×512 (ЭЧ КМОП)	1280×1024 (InGaAs)				
Размер пикселя, мкм	34×17	13.4	12.5				
Диапазон спектральной чувствительности, мкм	0.95–1.65	0.95–1.65	0.9–1.7				
Квантовый выход, % Условия освещения	~12 (на 1.55 мкм) фотокатод лазерная подсветка $\lambda = 1.55$ мкм	≥ 25 (на 1.55 мкм) фотокатод лазерная подсветка >=1.55 мкм	≥ 65 внутр. фотоэффект low light to daylight imaging				
Средняя удельная обна- ружительная способ- ность, Вт ^{-1.} Гц ^{1/2.} см Разрешающая способ-			$2.9 \cdot 10^{13}$				
ность при рабочей облу-	\geq 250	240					
ченности, твл Шум RMS, ($\lambda = 1.55 \mu m$)			35 electrons				
Напряжение на ФК (от- носительно ЭЧ ППЗ) кВ	2÷5	~2	-				
Коэффициент усиления	100	~ 100	1				
Спектральная чувстви- тельность прибора, А/Вт	15	≥ 30	≥ 0.82				

Таблица 1. Электрические и фотоэлектрические параметры матричного гибридного ИКприбора ЦНИИ «Электрон» в сравнении с аналогичным прибором фирмы "Intevac" (USA) и твердотельным ИК-прибором компании Sensors Unlimited (USA)

На завершающем этапе проанализирована и обеспечена работоспособность прибора в условиях различных внешних воздействующих факторов: рабочий диапазон температур, синусоидальная вибрация, механический удар одиночного и многократного действия и др.

- [1] Войцеховский А В, Ижнин И И, Савчин В П, Вакив Н М 2013 Физические основы полупроводниковой фотоэлектроники. Томск: Изд. дом ТГУ – 560 с.
- [2] Пономаренко В П 2018 Квантовая фотосенсорика. М.: АО "НПО Орион" 648 с.
- [3] Goetz K-H, Bimberg D, Jurgensen H, Selders J, Solomonov A V, Glinskii G F, Razeghi M 1983 Journal of Applied Physics, V.54, n.8, p.4543
- [4] Айнбунд М Р, Миронов Д Е, Зубков В И 2018 Успехи прикладной физики, т.6, №5, с.401
- [5] https://www.intevac.com/wp-content/uploads/2018/08/PDS0005_rD-LIVAR-M506-Gated-SWIR-Camera-System.pdf
- [6] http://www.sensorsinc.com/products/detail/mini-swir-jsx-snapshot-camera-60-fps

Исследование деградации квантового выхода InGaAs фотокатодов во времени в гибридных приборах для ближнего ИК-диапазона

А. А. Егоренков^{1,2}, В. И. Зубков¹

¹ Кафедра микро- и наноэлектроники, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 197376, Санкт-Петербург, Россия ² АО «ЦНИИ «Электрон», 194223, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: <u>herzdp@gmail.com</u>

Аннотация. Рассмотрены структура и принцип работы InGaAs фотокатода в гибридном приборе для ближнего ИК-диапазона. Описаны механизмы, приводящие к деградации квантового выхода фотокатода. Измерена скорость деградации квантового выхода фотокатода для трех гибридных приборов. Приведены методы, позволяющие снизить скорость деградации чувствительности фотокатода.

Исследуемые гибридные приборы предназначены для работы в диапазоне длин волн 0.95-1.65 мкм. В связи с этим в качестве активного (поглощающего излучение) слоя был выбран твердый раствор In_{0.53}Ga_{0.47}As, имеющий ширину запрещенной зоны 0.75 эВ. Помимо этого, гетероструктуры на основе In_{0.53}Ga_{0.47}As и InP имеют идеальное согласование по параметрам кристаллической решетки, то есть являются идеальной гетеропарой. К тому же, при работе такого фотокатода «на просвет» подложка InP является своеобразным фильтром, обрезающим излучение с длиной волны менее 0.9 мкм. Зонная структура такого фотокатода показана на рис. 1.

Поглощающий слой должен иметь низкую концентрацию свободных электронов в отсутствии облучения для снижения темнового тока, то есть должен быть полупроводником р-типа. Слой, эмиттирующий электроны в вакуум, также должен быть полупроводником р-типа. Для того чтобы приложить напряжение на границу этих двух слоев, между ними необходимо наличие барьера для дырок. В конструкции нашего фотокатода используется система металл-полупроводник, формирующая барьер Шоттки.

Для снижения работы выхода электронов с поверхности фотокатода в вакуумный промежуток применяется активировка поверхности слоем Cs/O. Сравнительно малая ширина запрещенной зоны (1.34 эВ) и степень легирования эмиттерного слоя (не более 10^{18} см⁻³) InP не позволяет достичь состояния отрицательного электронного сродства (ОЭС) в прямом смысле, но все равно позволяет снизить уровень вакуума до значений порядка 1 эВ.

Принцип работы такого фотокатода показан на рис. 2. ИК-излучение, проходя через подложку InP, поглощается в слое InGaAs, перемещая тем самым электроны из валентной зоны в зону проводимости, где они, «остывая», переходят в минимум Г-долины. Затем эти электроны диффузионно перемещаются в эмиттерный слой InP, который благодаря положительному потенциалу на поверхности обедняется. Поле в эмиттерном слое имеет значение более 10^4 B/см. Для таких полей, которые тем не менее не достигают значений поля пробоя $(10^5-10^6$ B/см), известно, что электроны зоны проводимости в InP получают энергии близкие к энергиям для перехода в более высокие долины, либо переходят в них. L-долина находится на 0.53 эВ выше минимума Г-долины зоны проводимости. У поверхности эти долины имеют высоту относительно уровня Ферми барьера Шоттки (Ti/p-InP) около 1 эВ, при этом сам барьер имеет высоту 0.8 эВ. Электроны из верхних долин InP таким образом могут выходить в вакуум с поверхности активированной системой Cs / O.



Рис. 1. Зонная структура фотокатода без приложения напряжения

Рис. 2. Принцип работы фотокатода

Одной из важнейших проблем такого фотокатода является деградация характеристик активирующего слоя во времени, которая возникает из-за снижения уровня вакуума в системе. В работе [1], посвященной изучению слоя Cs/O, нанесенного на поверхность p-InP, сообщается о том, что снижение квантового выхода такой структуры возникает из-за перестраивания пероксида цезия в его супероксид, что снижает дипольный момент системы (рис. 3), и последующего окисления поверхности InP.

Также в этой работе приводятся сравнительные зависимости снижения фототока активированного InP-фотокатода в зависимости от уровня вакуума. Они наглядно показывают, насколько сильно влияет изначальный уровень вакуума на срок жизни такого фотокатода (рис. 4).



Рис. 3. Модель слоя пероксида цезия и супероксида цезия на активированной поверхности InP(100) [1]

Рис. 4. Снижения фототока со временем при разных уровнях вакуума в камере [1]

Сравнивая приведенные зависимости, видно, что при снижении уровня вакуума в 4 раза, время, за которое фотоэмиссионный ток снизится на порядок, также уменьшается в 4 раза.

В соответствии с задачей исследования необходимо было обеспечить неизменность условий эксперимента в течение длительного времени. Наибольшее влияние на величину фототока ИК фотокатодов оказывают напряжение его смещения U_{cm} , облученность и геометрия измерений. Для достижения постоянства вышеназванных параметров была разработана и создана установка, представляющая собой "чёрный ящик" с размещенной внутри него (в отдельном отсеке) лампой накаливания. Для создания монохроматического облучения использовался интерференционный фильтр на $\lambda = 1.06$ мкм. Посторонний свет блокировался стенками "чёрного ящика" и стенками отсека лампы, которые, для уменьшения отражения света, были оклеены черной фотобумагой; отдельные элементы были выкрашены черной матовой краской. Излучение от лампы, проходя через отверстие в стенке отсека, к которому был плотно прижат интерференционный фильтр, создавало на входном окне прибора равномерную по площади облученность в зоне спектральной чувствительности ИК фотокатода. Питание лампы

осуществлялось с точностью 0.01 А стабилизированным блоком питания GPR-1810-HD. Плотность светового потока на $\lambda = 1.06$ мкм была определена при помощи эталонного фотоэлемента ФД №84 и составила 2×10^{-7} Вт/см². Для уменьшения относительной погрешности измерений в приведённых результатах использованы экспериментальные данные, снятые при одном токе накала лампы. Неизменность геометрии измерений обеспечивалась приспособлением, гарантирующим размещение прибора в заданное место ящика. Во время измерений ящик закрывался черной крышкой и сверху дополнительно черной тканью. Подача U_{см} на фотокатод осуществлялась DC-DC конвертором DPS3003, запитанным от аккумулятора 12 В, способным работать под потенциалом до 6 кВ и более и имеющим точность 0.01 В. На фотокатод прибора, помимо U_{см}, подавалось напряжение U_{фк} = -1 кВ. Фототок измерялся в анодной цепи под нулевым потенциалом цифровым прибором Щ300. Погрешность измерения тока составляла 0.005 нА.

В перерывах между измерениями приборы подвергались другим испытаниям с приложением напряжений и засветкой, для всех приборов хранение было одинаковым: в азотной среде при комнатной температуре, в затемненном месте (без абсолютной темноты). Результаты измерений приведены на рис. 5.

Рис. 5 показывает, что прибор №8 имеет высокую скорость деградации квантового выхода в период до 100 суток. Квантовый выход приборов №5 и №6 не измерялся в период до 100 суток в условиях "чёрного ящика". Для приборов №5 и №6 скорость падения чувствительности в период более 100 суток составила около 0.12 %/сутки.

В работе [2], посвящённой деградации чувствительности ОЭС фотокатодов на эпитаксиальных монокристаллах GaAs, показано, что основным фактором, влияющим на снижение их чувствительности, является уровень вакуума, и особенно, парциальное давление молекул O_2 и молекул, имеющих в составе кислород: СО, СО₂, и вероятно H₂O. Из-за отсутствия точных данных по сохранению чувствительности фотокатодов на InP, и принимая во внимание, что GaAs и InP относятся к одному классу прямозонных полупроводников A^3B^5 и могут оба достигать состояния ОЭС, в дальнейшем, для сравнения, будут использоваться данные этой статьи. В ней скорость падения чувствительности GaAs OЭC фотокатода в вакууме 1.5×10^{-9} Па в течении 20 суток составляет около 0.34 %/сутки (рис. 6).









Зависимость квантового выхода от времени может быть описана формулой:

$$QE(t) = QE_0 e^{-t/t}$$

где τ – время, за которое QE фотокатода снизится в е раз; Q₀ - начальный квантовый выход. Расчет по этой формуле для ОЭС фотокатода на GaAs дает время жизни 6500 ч или 270 суток [2]. Аналогичный расчет для приборов №5 и №6 для всего времени измерений даёт времена жизни 750 и 780 суток соответственно. По аналогичным оценкам, времена жизни каждого из приборов достигают более 5 лет. Пока не ясно, с чем связано относительно большое снижение чувствительности приборов №5 и №6 в середине кривой (120–180 суток), возможно, это погрешность измерений. Увеличение чувствительности прибора №5 в интервале 280–340 суток, возможно, связано с изменением ВАХ фотокатода в результате приложения большого U_{см} при проведении импульсных исследований.

Традиционным путём по увеличению времени жизни фотоэмиссионных приборов является достижение в них более глубокого вакуума. Стекло, используемое для изготовления корпусов приборов, является одним из лучших вакуумных материалов. Однако, вкрапления графита, которые впекаются в поверхность стекла из графитовых форм, помимо ухудшения электроизоляционных свойств, предположительно, ухудшают уровень вакуума внутри прибора. При подаче на фотокатод высокого напряжения может происходить дополнительное выделение газов из частиц графита из-за стимулирования их высоковольтными токами утечки. В ходе работы разработаны технологические приёмы изготовления корпусов и методы их химической очистки, существенно уменьшающие вкрапления графита. Конструктивно желательно уменьшение внутренней поверхности прибора и, возможно, увеличение сорбционной поверхности геттера. Технологически необходим достаточно длительный (более 15 ч) предварительный прогрев корпуса прибора при высокой температуре (до 400 °C) в высоком вакууме. Для изготовления приборов №5, №6 и №8 использовался более щадящий режим прогрева корпусов и входных окон до температуры порядка 320 °C в течении 10 ч, ввиду того, что высокая температура может ухудшить параметры анодного узла, чувствительных к электронам ППЗ матриц.

Определенный ресурс по увеличению времени жизни ИК фотокатодов даёт подача большего U_{cM} . Как видно из рис. 5 подъём U_{cM} на 0.4 В приводит почти к удвоению квантового выхода и таким образом может в какой-то степени компенсировать падение чувствительности. Однако, данный ресурс ограничен, так как одновременно с увеличением квантового выхода растёт темновой ток фотокатода. Темновой ток ИК фотокатодов складывается из темнового тока генерированных температурой электронов в слое InGaAs и из генерированных ударной ионизацией электронов в InP. Если первая компонента темнового тока мало зависит от U_{cM} , то его вторая компонента очень сильно зависит от напряженности электрического поля и на определенном этапе увеличения U_{cM} может начать значительно превосходить полезный сигнал.

Большинство фотокатодов имеют определенный ресурс по времени жизни, связанный с количеством протекающего через них заряда, поэтому статический режим работы не является для них оптимальным. В связи с этим, в настоящий момент также проводятся эксперименты, связанные с работой в различных импульсных режимах. Благодаря импульсному включению фотокатода и импульсной засветке можно продлить их ресурс, связанный с протекающим зарядом, на 2–3 порядка. К тому же это открывает возможность подавать большие U_{см} без риска быстрой деградации чувствительности фотокатода и, по предварительным данным, позволяет увеличить квантовый выход в 2–3 раза относительно предела в статическом режиме.

- [1] InP Transferred Electron Cathodes: Basic to Manufacturing Methods / P. Pianetta, D. Lee, Y. Sun [et al.] // Grant №DAAD19-02-1-0396. – 2007.
- [2] The degradation of quantum efficiency in negative electron affinity GaAs photocathodes under gas exposure / N Chanlek, J D Herbert, R M Jones [et al.] // Journal of Physics D: Applied Physics. – V. 47. – N. 5. – 2014. – PP 1–7.

Повышение качества нанопленок, получаемых магнетронным распылением

В. А. Тупик¹, А. А. Потапов², В. И. Марголин¹

¹ Кафедра Микрорадиоэлектроники и технологии радиоаппаратуры, Санкт-Петербургский электротехнический университет "ЛЭТИ", 197376, Санкт-Петербург, Россия

² Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, 125009, Москва, Россия

E-mail: V.Margolin@mail.ru

Аннотация. Рассматриваются технологические и конструкционные аспекты синтеза методами магнетронного распыления наноразмерных пленок и методики повышения их однородности и структурного совершенства.

1. Введение

Получение тонких пленок или покрытий с помощью современных технологий приводит к синтезу новых материалов с улучшенными характеристиками и возможностями, что требует дальнейшей разработки и применения новых технологических подходов. В технологических процессах осаждения и синтеза тонких наноразмерных пленок одним из самых совершенных и прецизионных является метод магнетронного распыления. Он может осуществляться как в случае применения обычного распыляемого катода, так и в случае применения дугового разряда.

Характеристики разряда при этом существенно изменяются, резко возрастает ток разряда и уменьшается разрядное напряжение. На поверхности катода возникают быстро движущиеся катодные пятна, которые являются центрами разряда и реализуют каналы прохождения тока от катода к аноду в виде плотных плазменных струй материала катода, образуя так называемый плазменный факел. До сих пор обоснованные теоретические представления и точные экспериментальные данные о процессах в катодном пятне и катодном факеле дуги отсутствуют, несмотря на обилие серьезных исследований в этом направлении [1–5]. Это приводит к необходимости применения различных эмпирических представлений, что заставляет опираться в основном на экспериментальные исследования.

2. Электродуговое осаждение вещества из плазмы тлеющего разряда

Устройства, использующее электродуговое осаждение вещества из плазмы аномально тлеющего разряда популярны и достаточно широко применяются. В их разработке и конструировании выдающаяся роль принадлежит харьковской школе технологов, таких как В. М. Шулаев, А. А. Андреев и ряд других [6–10]. Неоспоримым преимуществом таких устройств нанесения покрытий является более высокая адгезия напыляемого на подложку вещества и скорость нанесения покрытий. На поверхности дугового испарителя имеется чрезвычайно высокая плотность тока, что вызывает локальное плавление испарителя в области пятна. Расплавленный металл испаряется, проходит через зону горения дуги. При этом атомы металла почти все ионизируются, ускоряются электрическим полем (подложка – отрицательный электрод) и осаждаются с высокой энергией, что и обеспечивает высокую степень адгезии наносимого покрытия.

Но во всем хорошем есть всегда что-то плохое. В данном случае это наличие капельной фазы в плазменном осаждаемом потоке, что совершенно неприемлемо для получения наноразмерных пленок, т.к. размеры капли, и, соответственно, образовавшегося островка, будут в разы превосходить толщину нанопленки. Поэтому исключительно важной

технологической задачей, является исключение капельной фазы из потока осаждаемого материала, что позволяет получать однородные по структуре пленки, включая наноразмерные, толщина которых много меньше размеров кластеров капельной фазы.

3. Возможная нейтрализация капельной фазы

Преимуществом такого дугового нанесения покрытий является более высокая адгезия напыляемого на подложку вещества. Расплавленный металл испаряется, проходит через зону горения дуги. При этом атомы металла почти все ионизируются и образовавшиеся ионы, ускоренные электрическим полем, осаждаются с высокой энергией, что и обеспечивает высокую степень адгезии наносимого покрытия. Однако поток ионов, попадающих на расплавленный металл, создает давление на расплав, что и вызывает его разбрызгивание в виде капель размером до 10 мкм. Кроме того возможен локальный перегрев рабочего пятна на мишени и взрывное испарение. Эти явления существенно увеличивают параметр шероховатости, что также приводит к невозможности их использования для нанесения наноразмерных по толщине покрытий.

С целью борьбы с этими недостатками штатное устройство магнетронного дугового распыления оснащалось дополнительным магнетронным распылительным устройством, к которому подключались блок питания подложек, а к держателю подложек подключались дополнительный источник питания переменного тока и дополнительный источник питания постоянного тока. Работа этого устройства обеспечивает повышение однородности получаемых покрытий и достижение высокой адгезии, но капельную фазу полностью не купирует [11].

При нанесении покрытия на вещества, включая металлы и сплавы, с низкой температурой плавления очистка ионами дуги не проводится, держатель подложек подключен к источнику переменного тока и очистка деталей производится тлеющим разрядом переменного тока, который, как показала практика, является более эффективным способом по сравнению с очисткой в плазме тлеющего разряда постоянного тока. В случае, когда держатель подложек подключен к источнику подключен к источнику постоянного тока, будет производиться напыление покрытия дополнительным магнетронным устройством в штатном для него режиме. Этот же режим может быть использован для получения металлических зеркал с повышенным коэффициентом отражения света, а также при металлизации различных диэлектриков [11].

4. Полное исключение кластеров капельной фазы из потока распыляемого вещества

Чтобы исключить капельную фазу из процесса напыления дуговой испаритель снабжается металлической немагнитной заслонкой, выполненной в форме диска, диаметр которого равен диаметру охлаждаемого катода. Конструктивно этот диск располагается между катушками фокусировки и стабилизации соосно с катодом. Кроме того внутри катушки фокусировки расположена дополнительная заслонка, выполненная из немагнитного металла в виде усеченного конуса, диаметр большего основания которого равен внутреннему диаметру катушки фокусировки, а диаметр меньшего основания, обращенного в сторону катода равен удвоенному диаметру заслонки [12].

Для распыления материала система поджига дугового разряда с помощью катушки стабилизации формирует на поверхности катода дуговой разряд, который испаряет материал катода в виде потока ионов и капельной фазы. С помощью катушки фокусировки формируется плазменный факел, направленный по оси системы. В плазменном факеле присутствуют как ионы распыляемого вещества, так и его капли. Размещенная на оси дугового испарителя заслонка избавляет поток напыляемого вещества от прямолетящих капель, а установленная внутри катушки фокусировки заслонка от капель, летящих под углом от катода. Она выполнена в виде усеченного конуса из немагнитного металла, причем диаметр большего основания конуса равен внутреннему диаметру катушки фокусировки, а меньший диаметр конуса, обращенный в сторону катода равен удвоенному диаметру заслонки, сосной с катодом дугового испарителя [12].

Из катодного пятна испаряется материал катода, он проходит через зону плазмы и практически полностью ионизируется, а мощность дугового разряда такова, что на расплав
катодного пятна "возвращаются" ионы. Они оказывают на него давление и, как следствие, приводят к разбрызгиванию расплава. Образующиеся кластеры капельной фазы электронейтральны и направлены от катода.

Вытянутые из плазмы ионы образуют факел с максимальным распределением плотности тока по оси рассматриваемой системы. Капли расплавленного металла вылетают по всем направлениям.

Так как заслонка в виде диска не связана ни с одним элементом дугового испарителя, то попадающие на нее ионы из катода будут заряжать ее. Заряд заслонки будет увеличиваться до тех пор, пока образуемое им электрическое поле не станет полностью отталкивать ионы, которые будут огибать заслонку и двигаться по прежней траектории, вращаясь вокруг магнитных силовых линий катушек.

Капельная фаза продуктов испарения, движущихся по оси дугового испарителя ограничивается заслонкой, расположенной на оси системы, так как капли не заряжены, а диаметр заслонки равен диаметру катода, то та часть капель, которая распыляется под углом задерживается заслонкой в виде усеченного конуса, подогнанной вплотную к катушке фокусировки. Наклон конуса в сторону катода препятствует "отражению" от него мелких капель и устраняет их из потока осаждения.

Вследствие того, что заслонка в виде диска заряжается, ионный факел будет обтекать ее и ионы будут двигаться в прямом направлении, в отличие от капельной фазы. Диаметр заслонки в виде диска должен совпадать с диаметром катода, чтобы изолировать соосный капельный поток. Если он будет меньше, то часть капель "прорвется" в прямом направлении. Если он будет больше, то уменьшит поток ионов, огибающих заслонку [13].

5. Выводы

Как показывают проведенные эксперименты, меньший диаметр конуса должен обеспечивать изоляцию капельной фазы и прохождение плазменного факела. При этом достаточно, чтобы его диаметр равнялся удвоенному диаметру заслонки, сосной с катодом дугового испарителя.

Благодарности

"The authors would like to acknowledge the financial support of this work by the "Leading Talent Program in Guangdong Province" program at the Jinan University (China, Guangzhou), project no. 00201502, 2016–2020"

Литература

- [1] Быстров, Ю.А. Плазмохимический синтез нитридных соединений на основе алюминия в плазме вакуумно-дугового разряда / Ю.А. Быстров, Н.З. Ветров, А.А. Лисенков // Письма в ЖТФ. – 2012. – Т. 38. – вып. 20. – С. 50–56.
- [2] Валуев, В.П. Использование катодного пятна вакуумно-дугового разряда для модифицирования свойств поверхности / В.П. Валуев, Н.С. Посохин, В.Д. Гончаров, А.А. Лисенков // Вакуумная техника и технология. – 2011. – Т. 21. – № 3. – С. 177–183.
- [3] Крысина, О.В. Генерация низкотемпературной плазмы дуговых разрядов низкого давления для синтеза износостойких нитридных покрытий / О.В. Крысина, Н.Н. Коваль, И.В. Лопатин, В.В. Шугуров // Изв. вузов. Физика. – 2014. – 11/3. – С. 88–92.
- [4] Бизюков А.А., Середа К.Н., Слепцов В.В. Сильноточный магнетронный разряд с магнитоизолированным катодом //ВАНТ, 2008. № 4. Серия: Плазменная электроника и новые методы ускорения (6), с.179-183.
- [5] Андреев, А.А. Вакуумно-дуговые покрытия / А.А. Андреев, Л.П. Саблев, С.Н. Григорьев. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2010. – 318 с.
- [6] Аксенов И.И. Вакуумная дуга в эрозионных источниках плазмы. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005, с.19-37.
- [7] Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н.. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005, 236 с.

- [8] Андреев, А.А. Осаждение сверхтвёрдых вакуумно-дуговых ТіN-покрытий / А.А. Андреев, В.М. Шулаев, В.Ф. Горбань, В.А. Столбовой // Физическая инженерия поверхности. – 2006. – Т. 4. – № 3–4. – С. 179–183.
- [9] Шулаев В.М., Андреев А.А., Руденко В.П. Модернизация вакуумно-дуговых установок для синтеза покрытий и азотирования методом ионной имплантации и осаждения // ФИП PSE 2006, Т. 4. - №3-4. - С. 136-142
- [10] Прибытков, Г.А. Исследование покрытий, осажденных при вакуумно-дуговом испарении спеченных порошковых катодов титан-кремний / Г.А. Прибытков, А.В. Гурских, В.М. Шулаев, А.А. Андреев, В.В. Коржова // Физика и химия обработки материалов. – 2009. – № 6. – С. 34–40.
- [11] Устройство для нанесения тонкопленочных покрытий. Ефремов С.В., Старобинец И.М., Тоисев В.Н., Марголин В.И., Тупик В.А. Патент РФ на полезную модель № 144198, по заявке № 2014114732, приоритет от 14 апреля 2014, опубл. 10.08.2014, бюл. № 22
- [12] Дуговой испаритель. Марголин В.И., Марков Е.С., Старобинец И.М., Трефилов В.В., Тоисев В.Н., Тупик В.А. Патент РФ на полезную модель №179881 по заявке 2017123631, приоритет от 04.07.2017, Опубликовано: 28.05.2018 Бюл. № 16
- [13] Тупик В.А., Потапов А.А., Марголин В.И. Повышение качества нанопленок, получаемых магнетронным распылением // Нанофизика и наноматериалы. Сб. научн. трудов / Санкт-Петербургский горный университет. СПб. 2019. 322 с. (Междунар. Симпозиум, 27-28 ноября 2019 г.) - С. 290-294.

Расчет и проектирование технологического модуля для формирования в вакууме островковых тонких пленок и наноструктур

А. А. Исаева, О. Г. Андреасян

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: Isaevanastasiya13@gmail.com, ovs.andreasyan@gmail.com

Аннотация. Рассмотрены области применения островковых тонких пленок, представлена актуальность их применения. Обоснован выбор метода формирования островковых тонких пленок и наноструктур. Предложена конструкция и разработана документация для изготовления модуля термического испарения в вакууме, применение которого позволит формировать как сплошные металлические покрытия, так и островковые. Рассмотрены варианты размещения модуля в рабочей вакуумной камере лабораторной установки МВТУ-11-1МС. Проведен анализ конфигураций испарителя и выбран тип испарителя – лодочка. Представлены необходимые расчеты технологического модуля: сопротивления испарителя (2,31 мОм) и тепловой расчет (1200 К, 20 с), – с учетом которых было проведено проектирование конструкции технологического модуля и подбор материалов его компонентов.

1. Введение

Островковые тонкие плёнки (ОТП) и наноструктуры (ОНС) – покрытия, формирование которых завершили на этапе образования островков [1]. Такие пленки привлекают особенностями, позволяющими реализовывать такие явления, например, как туннелирование.

Область применения ОНС стабильно увеличивается. Такие покрытия востребованы в таких отраслях, как лазерная техника, солнечная энергетика, микро- и наноэлектроника, оптика, фотоника, медицина, также островковые тонкие пленки могут применяться в квантовых компьютерах [1-4].

Формирование ОНС возможно несколькими методами, основные – магнетронное распыление, термическое испарение, вакуумно-дуговое испарение. Для дальнейшего реализации был выбран метод резистивного термического испарения, так как у него хорошая воспроизводимость, метод прост в реализации, а получаемые покрытия обладают хорошей адгезией к подложке [3]. При формировании тонкопленочных покрытий методом термического испарения (ТИ) в вакууме возможно наблюдать как механизм роста тонких пленок пар-кристалл, так и механизм пар-жидкость-кристалл, что на ранних стадиях нанесения покрытий имеет особое значение при формировании островковых тонких пленок и наноструктур.

Для получения ОТП и ОНС выбрана установка МВТУ-11-1МС, находящаяся в лаборатории «Элионные технологии» кафедры Электронное машиностроение МГТУ им. Н. Э. Баумана. На базе данной установки реализован стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий и формирования островковых наноструктур [5].

2. Анализ и выбор вариантов размещения технологического модуля

Камера установки MBTУ-11-1MC оснащена пятью разъемами для подключения источников формирования покрытий (рис. 1). Однако, только три из них доступны для размещения новой технологической оснастки – один справа на дне камеры (рис. 1, А) и два на левой боковой стенке (рис. 1, Б и В). Верхний разъем на стенке (расположение В) для размещения источника термического ТИ не подходит, так как источник будет близко находиться к подложке и

диапазон варьирования расстояния будет небольшим, что сокращает возможность варьировать скоростью роста пленки.

Таким образом, были обозначены три варианта конструкции. Первый вариант заключается в использовании разъема на дне камеры – расположение А. Данный вариант встречается чаще остальных. Модуль термического испарения оснащен индивидуальной заслонкой. Но этот вариант будет неудобен ввиду того, что на установке МВТУ-11-1МС проводится пуско-наладка источника, который располагается в этом разъеме. Для смены источников будет затрачиваться дополнительное время, что не целесообразно в лабораторных условиях, когда на одном оборудовании проводят несколько циклов исследований. При этом, из-за наличия заслонки возникает необходимость в конструировании ввода вращения. Значит, конструкция усложняется и увеличивается ее стоимость.



Рис. 1. Рабочая камера установки МВТУ-11-1М с итоговым вариантом размещения модуля ТИ: 1 – подложкодержатель; 2 – заслонка; 3 – модуль ТИ; А, Б, В – первый, второй и третий разъёмы, доступные для размещения модуля, соответственно

Во втором варианте модуль ТИ расположен на стенке камеры – расположение Б. Так как источник расположен в разъеме, который не задействован в текущих проектах, связанных с рассматриваемой установкой, то появляется возможность не убирать модуль после его использования, что позволит экономить время. Источник также оснащен индивидуальной заслонкой. Однако, конструкция будет вновь усложнена.

Третий вариант модуля ТИ решает проблемы второго варианта. Мы используем также расположение Б, но на этот раз не будем проектировать индивидуальную заслонку. Перенесем её на уже имеющийся вал общего ввода вращения. При использовании данного варианта будет упрощена конструкция и снижена ее стоимость.

Таким образом, наиболее подходящим является третий вариант (рис. 1, Б), так как модуль ТИ будет расположен в разъеме, в которого нет ни у кого необходимости, что позволит экономить затрачиваемое время на эксперименты. Также отсутствует индивидуальная заслонка, благодаря чему конструкция упрощается и уменьшается в стоимости.

3. Проведение расчетно-конструкторских работ

3.1. Расчет сопротивления испарителя

В результате проведенного анализа видов и конфигураций испарителя, выбран испаритель типа «лодочка» ступенчатой формы (рис. 2). Главным преимуществом такой формы является

наибольшее сопротивление в области испарения, а также способность напыления большого количества материала.

Сопротивление испарителя суммируется из сопротивлений каждой области:

$$R = 2R_1 + 2R_3 + R_2, \tag{1}$$

где R – общее сопротивление испарителя, R_1 – сопротивление участка испарителя размером 7х8 мм (зона I), R_2 – сопротивление участка испарителя размером 6х6 мм (зона II), R_3 – сопротивление участка испарителя размером 6х10 мм (зона III).



Рис. 2. Расчетная схема испарителя

Сопротивление участков испарителя рассчитывалось по формуле:

$$R = \frac{\rho l}{hb'} \tag{2}$$

где $\rho = 0,135 \,\mathrm{Om} \cdot \frac{\mathrm{MM}^2}{\mathrm{M}}$ – удельное сопротивление тантала, материала испарителя, l – длина рассматриваемого участка испарителя, м, $h = 0,25 \,\mathrm{MM}$ – толщина испарителя, b – ширина рассматриваемого участка испарителя, мм.

Проведя расчет формуле (1), получили следующие значения: $R_1 = 472,5$ мкОм, $R_2 = 720,0$ мкОм, $R_3 = 324,0$ мкОм.

Применяя формулу (2), рассчитано общее сопротивление испарителя: R = 2,31 мОм.

Среди лабораторного оборудования имеется блок питания, который способен обеспечить следующие выходные параметры: ток – 400 А и напряжение – 1 В, что в свою очередь обеспечивает полную мощность при сопротивлении 2,5 мОм. Поскольку рассчитанное сопротивление близко к требуемому, принимаем размеры «лодочки», использованные при расчёте.

3.2. Разработка 3D-модели модуля ТИ

Проведено 3D моделирование в среде Autodesk Inventor 2020. Модуль ТИ (рис. 3, 4) представляет собой фланец КF 50 2 с двумя отверстиями Ø15 мм. Токовводы 4 Ø6 мм размещены в отверстиях фланца.





Рис. 4. Модуль ТИ в разрезе

Материалом токовводов выбрана медь, так как она способна проводить ток с наиболее высокой плотностью j = 3 А/мм2. Токовводы обеспечены канавками под стопорные кольца для фиксирования втулок 1. Материал втулок – капролон, обладающий отличной диэлетрической способностью и сравнительно невысокой ценой. Внешний диаметр втулок внутри отверстий

фланца 14 мм, благодаря чему обеспечивается зазор, позволяющий выходить газу из конструкции и быстро проводить сборку модуля. Вне отверстий фланца диаметр втулок составляет 20 см. Также втулка обеспечена ступенькой с Ø19 мм. Ступенька позволяет избежать замыкания между технологическим модулем и камерой после многократного напыления.

Между втулками находится резиновое уплотнительное кольцо 3. Внешний диаметр кольца 14 мм, при затягивании гаек 6 диаметр кольца увеличится, а толщина уменьшится с 6 мм примерно до 3,5 мм. Ввиду того, что толщина кольца уменьшится, увеличена длина втулок на 1,5 мм. Испаритель 5 расположен на токовводах и удерживается медными планками с помощью болтового соединения. Материал испарителя – тантал, позволяющий ему быстрее нагреваться. Ток к токовводам подается клеммами, удерживаемыми гайками 7.

3.3. Термический расчёт испарителя

С использованием ПО для мультифизического моделирования, COMSOL MultyPhysics были решены задачи теплопроводности и нагрева разработанной конструкции модуля (рис. 5, 6).



Рис. 5. Результаты теплового моделирования модуля ТИ в COMSOL



Рис. 6. Результаты моделирования нестационарного процесса нагрева модуля ТИ в COMSOL MPh

Определено, что геометрические параметры элементов подобраны корректно, поскольку наибольшая температура (1200 К) достигается в центре испарителя, а температура токовводов очень близка к 300 К почти на всём их протяжении.

Расчет времени нагрева показал, что для нагрева лодочки почти до 1200 К требуется около 20 с.

4. Заключение

Составляющие модуля ТИ были отправлены в производство и изготовлены. В ближайшее время будет проведена сборка технологического модуля. Ожидается, что данная оснастка станет неотъемлемой частью установки с широким использованием.

Список литературы

- [1] Сидорова С 2010 Сборник трудов Всероссийской конференции Будущее машиностроения России 142-44
- [2] Пестовский Ю 2010 Автореферат
- [3] Сидорова С 2016 Автореферат
- [4] Клегг Б 2014 Квантовая теория за 30секунд
- [5] Sidorova S Pronin M Isaeva A 2018 International Russian Automation Conference 83-9

Стойкость адаптивных ионно-плазменных покрытий Ti-Al-Mo-Ni-N в условиях ударного нагружения и гидроабразивного изнашивания

В. С. Сергевнин¹, И. В. Блинков¹, А. О. Волхонский¹, Д. С. Белов¹, Н. И. Смирнов²

¹ НИТУ «МИСиС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4 ² Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук, 101000, Москва, Малый Харитоньевский переулок, д.4

E-mail: v.s.sergevnin@gmail.com

Аннотация. Исследовано поведение покрытий Ti-Al-Mo-Ni-N, полученных методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения в условиях многоциклового ударного нагружения и гидроабразивного воздействия. Получены образцы наноструктурных покрытий толщиной 4 мкм с периодом модуляции 30 нм и твердостью 45 ГПа. Показано, что введение никеля в систему приводит к появлению разрушения покрытия по хрупкому механизму с расслоением и вскрытием подложки при значительных нагрузках в случае ударного и гидроабразивного воздействия.

1. Введение

Многослойные нитридные покрытия, сформированные методом ионно-плазменного вакуумнодугового осаждения в системах Ti-Al-Mo-N и Ti-Al-Mo-Ni-N, характеризуются высокими значениями твердости (до 37 и 45 ГПа, соответственно) [1, 2] с сохранением высокой вязкости разрушения, а также низким коэффициентом трения (до 0,35) за счет явления адаптации покрытий к интенсивному трению в силу формирования в зоне трения оксида MoO₃, являющегося сухой смазкой из-за низкой сдвиговой прочности [3]. Такой набор характеристик определяет наличие у покрытий расширенной области применения: в условиях, где присутствуют как постоянные, так и ударные нагрузки, а также абразивное изнашивание и трение скольжения, в том числе при повышенных температурах (до 600 °C). Продемонстрирована устойчивость покрытий Ti-Al-Mo-N в модельных испытаниях с присутствием ударных нагрузок, абразивного истирания, гидроабразивного эрозионного воздействия, а также проведены натурные испытания этих покрытий на режущем инструменте, результат которых говорит о перспективности их применения в этой области [4].

При этом известно, что никель при содержании до 7 ат.% оказывает на систему положительное влияние, снижая средний размер зерна нитридной фазы с 35 до 12 нм за счет ограничения роста кристаллитов при формировании покрытия, осаждаясь в виде прослойки на границах растущих нитридных зерен. Такие структурные изменения приводили к снижению уровня остаточных сжимающих внутренних макронапряжений с -2,25 ГПа до -0,58 ГПа, что, однако, не приводило к снижению твердости, а напротив, к ее повышению с ~37 до ~45 ГПа, что указывает на то, что в случае такой структуры ионно-плазменного покрытия фактором, определяющим физико-механические характеристики покрытия, является не макронапряженное состояние, а измельчение его зеренной структуры. Целью данной работы является изучение поведения ионно-плазменных покрытий Ti-Al-Mo-Ni-N в условиях ударных нагрузок и гидроабразивного воздействия и определение из устойчивости и применимости при данных видах изнашивания.

2. Методы исследования

Покрытия наносились методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения (arc-PVD) при помощи установки типа «Булат». В качестве подложек использовались твердосплавные

пластины из сплава ВК6, подверженные предварительной пескоструйной обработке. Осаждение осуществлялось в атмосфере смеси аргона и реакционного газа-азота (суммарное давление составляло 2,7 Па, парциальное давление азота 0,5 Па). Использовалась трехкатодная система с катодами Ti-Al (мас.%: 95Ti + 5Al), Ti-Ni (ат.%: 50Ti + 50Ni) и молибден. Токи испаряющих дуг составляли 135 A, 120 A и 135 A, соответственно, сепарация ионного потока от капельной фазы осуществлялась при помощи тороидальных сепараторов. Потенциал смещения, подаваемый на подложку, составлял -140 В. Осаждение проводилось при помощи кинематического планетарного механизма вращения подложек, за счет чего формировалась слоистая структура покрытий с чередованием слоев на основе нитридов титана и молибдена. Элементный состав полученного покрытия был следующий: 28 ат.% Ti, 1% Al, 23% Mo, 7% Ni, 41% N. Толщина покрытий составляла 4 мкм, период модуляции слоистой архитектуры покрытия составляла 40 мкм.

Для изучения устойчивости разрабатываемых покрытий в условиях ударного усталостного нагружения были проведены циклические ударно-динамические испытания на импакт-тестере CemeCon (AG, Германия). Поршень импакт-тестера, на котором закреплено контртело в виде шарика из сплава ВК6 диаметром 5 мм, обеспечивал циклическую нагрузку в 250 H в течение 10^4 , $5 \cdot 10^5$, 10^5 , $5 \cdot 10^5$ циклов нагружения с частотой 50 Гц. Во время испытаний зона деформации образца охлаждалась с помощью сжатого воздуха. Процессы деформации и разрушения поверхности покрытий исследовались при помощи сканирующей электронной микроскопии.

Исследование поведения покрытий в условиях гидроабразивного изнашивания производилось на установке, созданной на базе ИМАШ РАН [5].

Абразив, в роли которого выступал Al₂O₃ фракцией 50 мкм (см. рис. 1) смешивался с водой, поступающей из специального резервуара за счет работы насоса. Испытательная камера состояла из вращающегося вала, на котором установлен ротор с двумя радиальными каналами и соплами. Напротив каждого сопла на расстоянии 5 мм закреплялся испытуемый образец. Вода с абразивом, поступающая из смесителя на вход ротора при его вращении, под действием центробежной силы выходила из сопел в направлении образцов с определенной скоростью, производя эрозионное разрушение поверхности образцов.



Рис. 1. Абразив Al₂O₃, использованный при испытаниях стойкости к гидроабразивному изнашиванию

Параметры испытания: расход абразива – 1,2–1,35 кг/ч, частота вращения вала – 20 об/сек, расход жидкости – 1,2 м³/час, время испытания – 3 часа. В реализованных условиях рассчитанная скорость потока жидкости с абразивом, воздействующая на поверхность образцов, составляла приблизительно 8,5 м/с. Данная установка используется как модельная для исследования процессов изнашивания материалов плунжеров насосов для закачки технической воды в скважины при нефтедобыче.

3. Результаты и обсуждение

При различном количестве циклов ударного усталостного нагружения покрытия демонстрируют меняющийся характер изнашивания (рис. 2)



Puc. **2.** Обзорные снимки пятен изнашивания покрытия Ti-Al-Mo-Ni-N после $10^4(\mathbf{a})$, $5 \cdot 10^4(\mathbf{6})$, $10^5(\mathbf{B})$, $5 \cdot 10^5(\mathbf{r})$ циклов ударного нагружения

Размер пятна разрушения практически не изменяется вплоть до максимального количества циклов нагружения, затем резко возрастает. При этом признаки разрушения покрытия присутствуют после всех испытаний, что детально просматривается на снимках с большим увеличением (рис. 3).

После испытания в 10^4 циклов на поверхности помимо твердосплавных включений наблюдаются темные углубления в покрытии (рис. 3, а), что может свидетельствовать о вскрывающейся пористости покрытия. После $5 \cdot 10^4$ и 10^5 циклов наблюдается послойное разрушение покрытия (рис. 4, б, в) без вскрытия подложки. Можно предположить, что происходит расслоение покрытия или продавливание его фрагментов внутрь. По морфологии пятна разрушения при максимальном количестве циклов можно заключить, что кроме налипания продуктов изнашивания контртела имеет место вскрытие подложки на определенных участках поверхности (рис. 4, г).

Следует отметить, что покрытие Ti-Al-Mo-N в схожих условиях сохраняло свою сплошность, демонстрируя пластичное поведение с выглаживанием рельефа покрытия в площади пятна изнашивания, не проявляя признаков хрупкого разрушения [4].

Профилограммы поверхности двух твердосплавных образцов с различной исходной морфологией поверхности приведены на рис. 4.

Как и в случае покрытий Ti-Al-Mo-N [4], после гидроабразивных испытаний на профилях поверхности образцов не наблюдается признаков разрушения покрытия и изнашивания его на глубину, превышающую толщину осажденной пленки. Тем не менее, на фотографиях, полученных при помощи СЭМ (рисунок 5), при небольшом увеличении видно, что основная площадь поверхности сохранила свою сплошность, однако, наблюдаются участки локального очагового разрушения покрытия по хрупкому механизму с присутствием признаков расслоения покрытия, аналогичного тому, которое наблюдалось при испытаниях на усталостное нагружение.



Рис. 3. Морфология пятен изнашивания покрытия Ti-Al-Mo-Ni-N после $10^4(\mathbf{a})$, $5 \cdot 10^4(\mathbf{6})$, $10^5(\mathbf{B})$, $5 \cdot 10^5(\mathbf{r})$ циклов ударного нагружения



Рис. 4. Профили поверхности образцов покрытия Ti-Al-Mo-Ni-N до и после гидроабразивных испытаний



Рис. 5. Поверхность образцов покрытия Ti-Al-Mo-Ni-N после гидроабразивных испытаний при различном увеличении

На рис. 5, *а* видно, что имеет место точечное разрушение небольшой доли площади поверхности. После трех часов воздействия потоком жидкости с твердыми абразивными частицами со скоростью 8,5 м/с такой объем эрозии можно считать незначительной. Однако можно заключить, что несмотря на наноструктурирование и высокие физико-механические характеристики покрытие Ti-Al-Mo-Ni-N не обеспечивает достаточной стойкости в условиях гидроабразивного изнашивания, приводя к вскрытию подложки и потере защитных функций.

4. Выводы

Введение никеля в систему Ti-Al-Mo-N при формировании многослойных износостойких ионно-плазменных вакуумно-дуговых покрытий не приводит к значительному повышению устойчивости покрытия в условиях ударных нагрузок и гидроабразивного изнашивания.

Эрозия покрытия происходит по механизму хрупкого растрескивания и расслаивания материала с последующим послойным разрушением и локальным вскрытием подложки. В условиях ударного нагружения покрытие выполняет защитную функцию до 10^5 циклов нагружения в 250 H, разрушаясь послойно без вскрытия подложки, а в случае гидроабразивных испытаний после трех часов воздействия потоком со скоростью 8,5 м/с на поверхности покрытия наблюдается точечный износ, без критических изменений в профиле поверхности.

Возможной причиной появления хрупкого расслаивания покрытия Ti-Al-Ni-Mo-N может быть пониженный уровень остаточных макронапряжений в покрытии, которые являются препятствием для зарождения и роста трещин в материале при различных видах нагружения.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке фонда РНФ (грант № 19-19-00555).

Список литературы

- [1] Sergevnin V S, Blinkov I V, Volkhonskii A O, Belov D S, Kuznetsov D V, Gorshenkov M V, and Skryleva E A 2016 *Applied Surface Science* **388** 13–23
- [2] Сергевнин В С, Блинков И В, Волхонский А О, Белов Д С 2019 Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия 4 68-77 2016
- [3] Gassner G, Mayrhofer P H, Kutschej K, Mitterer C, Kathrein M 2006 Surface and Coatings Technology **388** 3335–3341
- [4] Sergevnin V S, Blinkov I V, Belov D S, Smirnov N I, Volkhonskii A O 2018 The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 98 593–601
- [5] Смирнов Н И, Смирнов Н Н 2010 Патент 2444719. Российская федерация, МПК G01N3/56

Вакуумно-плазменное оборудование для производства ЭКБ на пластинах диаметром 200 мм с уровнем технологии 180-65 нм

М. Г. Бирюков, В. М. Варакин, В. М. Долгополов, П. А. Иракин, В. В. Одиноков, В. В. Панин, А. В. Шубников

Акционерное общество «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», 124460, Россия, Москва, Зеленоград, Панфиловский пр., 10

E-mail: <u>Mbiryukov@niitm.ru</u>, <u>Varakinvm@yandex.ru</u>, <u>Step455@mail.ru</u>, Pirakin@niitm.ru, Vodinokov@niitm.ru, Vpanin@niitm.ru, Ashubnikov@niitm.ru

Аннотация. Представлены результаты испытаний опытного образца вакуумной кластерной установки, а также процессов атомно-слоевого осаждения, травления гладких щелей, поликремниевых затворов, глубоких отверстий в кремниевых пластинах и удаления полимеров из этих отверстий.

1. Введение

Разработка отечественного технологического оборудования и процессов на нём для формирования необходимых топологий слоёв и структур с проектными нормами 180-90-65 нм являются актуальной задачей, особенно сейчас, при решении вопросов по импортозамещению [1].

Имеющийся в настоящее время в АО НИИТМ задел по разработке основных реакторов и элементной базы [2], а также большой парк импортных аналогов с техпроцессами и большой опыт работы с этими процессами и оборудованием у основных отечественных производителей СБИС являются предпосылками возрождения отечественного электронного машиностроения.

В целях реализации Государственной программы «Развитие электронной И радиоэлектронной промышленности на 2013-2025 годы» для решения стратегически важной задачи уменьшения зависимости российских производителей электронной компонентной базы (ЭКБ) от импортных поставок в рамках комплексного проекта АО НИИТМ совместно с АО «НИИМЭ» и АО «Эпиэл» решает задачу разработки и организации производства комплекта промышленно-ориентированных технологических модулей и кластерной системы с роботизированной вакуумной транспортной системой загрузки и выгрузки пластин из кассет и СМИФ контейнеров диаметром до 200 мм для реализации техпроцессов с уровнем технологии 180-65 нм.

Для оценки опытных образцов продукции и техпроцессов проведены испытания [3, 4].

2. Эксперимент

На рис. 1, *а* представлен вид сверху, на рис. 1, *б* принципиальная схема, а на рис. 2 фотография общего вида кластерной установки во время проведения испытаний на производственнотехнологическом участке АО НИИТМ.

Кластерная установка (рис. 1) состоит из вакуумно-транспортной системы 1 (Интерфейс TM 200-01), предназначенной для загрузки и выгрузки пластин диаметром 200 мм, а также для их перемещения между процессными технологическими модулями анизотропного плазмохимического травления отверстий с разным аспектным отношением в кремнии 2 (Плазма TM 200-02), плазмохимического удаления фоторезистов и полимеров из отверстий в кремнии 3 (Плазма TM 200-03), плазмостимулированного атомно-слоевого осаждения 4 (Изофаз TM 200-01) и плазмохимического травления мелкой щелевой изоляции в кремнии и поликремниевых затворов 5 (Плазма TM 200-01).



Рис. 1. Кластерная установка: а – вид сверху: 1 – роботизированная вакуумно-транспортная система Интерфейс ТМ 200-01; 2 – технологический модуль Плазма ТМ 200-02; 3 – технологический модуль Плазма ТМ 200-03; 4 – технологический модуль Изофаз ТМ 200-01; 5 – технологический модуль Плазма ТМ 200-01; 6 – принципиальная схема



Рис. 2. Фотография общего вида кластерной установки

Вакуумно-транспортная система (рис. 3) состоит из загрузочного атмосферного модуля, передаточных шлюзов и распределительной вакуумной камеры. В состав загрузочного модуля входят два интерфейса для работы со СМИФ-контейнерами для пластин диаметром 200 мм, а также атмосферный манипулятор для их перемещения из СМИФ-контейнеров в передаточные шлюзы и обратно. Шлюзы служат для перегрузки пластин между атмосферным модулем и распределительной вакуумной камерой. Они снабжены щелевыми затворами и механизмами вертикального подъема пластин.

Манипулятор, расположенный в центре распределительной вакуумной камеры, перемещает пластины между передаточными шлюзами и технологическими модулями, которые также отделены от вакуумной камеры щелевыми затворами. Вакуумный манипулятор кладет пластину на столик в реактор перед технологическим процессом и забирает обратно после его окончания. Для перегрузки пластины с манипулятора на рабочий стол применяется механизм вертикального перемещения (штыри). В модулях травления Плазма ТМ 200-01 и Плазма ТМ 200-02 пластина прижимается к рабочему столу с помощью механического прижима (кварцевого кольца), и под пластину подается гелий для равномерного съема с нее тепла.



Рис. 3. Фотография общего вида вакуумно-транспортной системы

Главным узлом технологического модуля анизотропного плазмохимического травления отверстий с разным аспектным отношением в кремнии является реактор, в состав которого входит источник ICP плазмы, выполненный с пространственным цилиндрическим индуктором, вокруг кварцевой колбы, для формирования индуктивно-связанной плазмы высокой плотности (рис. 4). Процессные газы, проходя через область горения плазмы в колбе, разлагаются на активные радикалы, участвующие в плазмохимических реакциях на поверхности кремниевой пластины. Напряжение ВЧ смещения на рабочем столе обеспечивает ионную бомбардировку для удаления полимеров со дна канавок.

Главным узлом технологического модуля плазмохимического удаления фоторезистов и полимеров из отверстий в кремнии является реактор, в состав которого входит удаленный СВЧ источник радикалов (рис. 5). Процессные газы, проходя через источник, разлагаются на активные радикалы, участвующие в плазмохимических реакциях на поверхности кремниевой пластины. Нагреваемый до температуры 300°С рабочий стол интенсифицирует процесс очистки.

Главным узлом технологического модуля плазмостиулированного атомно-слоевого осаждения является реактор, в состав которого входит удаленный источник ICP плазмы, выполненный с пространственным цилиндрическим индуктором, вокруг кварцевой колбы, для формирования индуктивно-связанной плазмы высокой плотности (рис. 6). Процессные газы, проходя через область горения плазмы в колбе, разлагаются на активные радикалы, участвующие в росте пленки на поверхности кремниевой пластины. Нагреваемый до температуры 300 °C рабочий стол интенсифицирует процесс осаждения.

Главным узлом технологического модуля плазмохимического травления мелкощелевой изоляции в кремнии и поликремниевых затворов является реактор, в состав которого входит источник ICP плазмы, выполненный с плоским планарным индуктором для формирования индуктивно-связанной плазмы высокой плотности в объеме реактора (рис. 7). Процессные газы подаются в реактор через газовый «душ» и под действием ВЧ мощности, передаваемой от индуктора в реактор через кварцевое стекло, разлагаются на активные радикалы, участвующие в плазмохимических реакциях на поверхности кремниевой пластины. Напряжение ВЧ смещения на рабочем столе обеспечивает ионную бомбардировку для удаления полимеров со дна канавок.

Проводились испытания техпроцессов на опытных образцах модулей. Кремниевые пластины диаметром 200 мм с предварительно подготовленными структурами загружались через вакуумную транспортную систему на рабочий стол в реактор модуля.





Рис. 4. Общий вид реактора технологического модуля Плазма ТМ 200-02

Рис. 5. Общий вид реактора технологического модуля Плазма ТМ 200-03







На модуле Плазма ТМ 200-02 реализован техпроцесс анизотропного травления отверстий с разным аспектным отношением в кремниевых пластинах (Бош-процесс). На них предварительно были сформированы маски из оксида кремния толщиной 0,6 мкм и фоторезиста толщиной 2,2 мкм. Топология маски включала отверстия диаметром 2, 3, 5 и 10 мкм. Мощность генератора источника плазмы с частотой 13,56 МГц на разных стадиях варьировалась в диапазоне от 600 до 1500 Вт, а мощность генератора с изменяемой частотой от 100 до 500 кГц рабочего стола в диапазоне от 5 до 100 Вт. Процесс проходил при давлении в реакторе от 2 до 5 Па. Время подачи травящего реагента SF₆ варьировалось от 1 до 5 с, а осаждающегося реагента C₄F₈ – от 3 до 10 с. Расход SF₆ варьировался от 90 до 120 л/ч, C₄F₈ – от 30 до 80 л/ч. Применялся также Ar для стабильного горения плазмы на всех стадиях с расходом не более 2 л/ч. Количество циклов изменялось от 100 до 250.

На модуле Плазма TM 200-03 реализованы техпроцессы очистки поверхности кремниевых пластин от фоторезистивной маски и удаления полимерных остатков реакции после Бошпроцесса. Исходная толщина фоторезиста составляла 3 мкм. Мощность CBЧ генератора источника радикалов варьировалась от 1200 до 2500 Вт. Процесс проходил при давлении в реакторе от 100 до 250 Па Температура рабочего стола варьировалась в диапазоне от 150 до 270 °C. Процесс проводился в смеси травящих газов 0₂ с расходом от 90 до 150 л/ч, N₂/O₂ с расходом от 9 до 18 л/ч и CF₄ с расходом от 0,36 л/ч до 0,9 л/ч. Продолжительность процесса составила от 10 с до 1 мин.

На модуле Изофаз ТМ 200-01 реализован техпроцесс атомно-слоевого осаждения сверхтонких пленок оксида гафния в режиме с плазменным ассистированием. Первым прекурсором был тетрадиэтилметиламин гафния (ТЕМАН), а вторым прекурсором были радикалы кислорода О, получаемые в результате разложения атомарного кислорода O_2 в удаленном источнике плазмы при давлении от 2 до 5 Па. ТЕМАН подавался в реактор из барботера, нагреваемого до 80°С. Мощность генератора источника плазмы варьировалась от 200 до 400 Вт. Время горения плазмы выбиралось от 2 до 8 с. Цикл подачи прекурсоров составил от 100 мс до 2 с, температура столика варьировалась от 100 до 300 °С. Цикл продувки после подачи прекурсоров составил от 1 до 4 с. Расход кислорода O_2 выбирался от 3,6 до 9 л/ч. В качестве газа-носителя при подачи ТЕМАН: применялся аргон с расходом от 3,6 до 18 л/ч. Количество циклов изменялось от 50 до 100.

На модуле Плазма TM 200-01 реализованы техпроцессы травления мелкощелевой изоляции в кремнии и поликремниевых затворов. В качестве маски мелкощелевой изоляции использовался фоторезист толщиной 2,2 мкм с подслоем SiO₂ толщиной 12 нм и Si₃N₄ толщиной 160 нм. Мощность верхнего генератора варьировалась от 200 до 1000 Вт, а нижнего — от 10 до 200 Вт. Процесс проходил в смеси газов SF₆ и C₄F₈ при давлении в реакторе от 2 до 10 Па. Расход SF₆ от 9 до 18 л/ч, расход C₄F₈ от 12 до 36 л/ч. Продолжительность процесса не превысила 180 с.

3. Результаты и обсуждение

По итогам проведения испытаний техпроцессов на кремниевых пластинах диаметром 200 мм на опытных образцах технологических модулей получены следующие результаты.

На модуле травления глубоких отверстий (Бош-процесс) Плазма ТМ 200-02 получены значения неоднородности процесса травления не более ± 3 % глубоких отверстий с аспектным соотношением не более 10. Средняя скорость травления кремния составила 3,3 мкм/мин, а селективность к маске не менее 25:1. За счет применения низкочастотного генератора с регулированием диапазона частот удалось добиться уменьшения шероховатости стенок канавок (scallop) до 100 нм по сравнению с результатами травления с использованием генератора с промышленной частотой 13,56 МГц (рис. 8). Сужение профиля травления, заметное на рис. 8, а, было связано с избытком полимера на стадии пассивации, об этом говорит и образование миниатюрных борозд ближе ко дну канавки. Уменьшение полимера позволило выправить профиль травления и избавиться от борозд, однако некоторая бочкообразность в профиле травления на два этапа. На первом этапе происходило скоростное

удаления полимера со дна отверстия, на втором этапе проводилось травление кремния. Это позволило значительно уменьшить бочкообразность и выправить профиль, что видно на рис. 8, б. Величина подтрава под маску не превысила 500 нм.



Рис. 8. РЭМ-изображение результатов травления отверстий в кремниевой пластине: а – с применением ВЧ генератора для передачи ВЧ мощности на рабочий столе с частотой 13,56 МГц; б – с применением ВЧ генератора для передачи мощности на рабочий стол с регулируемой частотой от 100 до 500 кГц

На модуле очистки поверхности кремниевых пластин от фоторезистивной маски и удаления полимерных остатков реакции после Бош-процесса Плазма ТМ 200-03 получены значения неоднородности процесса травления не более ± 3 %. В результате обработки фоторезиситивная маска полностью стравилась (рис. 9). Скорость травления составила 6 мкм/мин.



Рис. 9. Результаты удаления фоторезистивной маски с поверхности: а – фотогорафия пластины с полностью удаленной маской; б – РЭМ изображение с полностью удаленной маской

На модуле плазмостимулированного атомно-слоевого осаждения Изофаз ТМ 200-01 получена неравномерность по толщине пленок оксида гафния не более ± 2 %. На рисунке 10 представлен результат измерения на спектральном эллипсометре-рефлектометре Aset F5x (KLA-Tencor) пленки HfO₂ на плоской поверхности пластины. Скорость роста пленки HfO₂ составила более 1 Å/цикл, а коэффициент преломления 2,037. Применение удаленного источника индуктивносвязанной плазмы позволило исключить присутствие паров воды, которые трудно откачать из реактора, а также снизить температуру осаждения до 300 °С по сравнению с термическим повышает 600–800 °C. Это производительность режимом осаждения процесса И воспроизводимость свойств нанослоев.



Рис. 10. Карта распределения толщины HfO₂ по диаметру пластины диаметром 200 мм

На модуле травления мелкощелевой изоляции в кремнии и поликремниевых затворов Плазма TM 200-01 получены значения неоднородности процесса травления не более \pm 3 %. Продемонстрирована возможность получения гладких щелей шириной 1 мкм на глубину 2 мкм при анизатропном травлении со скоростью до 5 мкм/мин и поликремниевых затворов шириной до 200 нм со скоростью до 50 нм/мин (рис. 11). Селективность к маске при травление щелей с гладим профилем стенок составила 25:1, а подтрав под маску не превысил 0,5 мкм. Травление поликристаллического кремния проводилось в среде фторосодержащих смесях без использования опасных газов Cl₂ и HBr. Установлено, что величина шероховатостей стенок (scallop) увеличивается с ростом скорости травления, но не превышает 130 нм.





4. Заключение

Авторы считают, что в данной работе новыми являются следующие положения и результаты:

- При Бош-процессе удалось снизить шероховатость боковых стенок отверстий (scallop) за счет применения низкочастотного генератора с регулируемой частотой от 100 до 500 кГц, передающего ВЧ мощность на рабочий стол с пластиной за счет применения низкочастотного генератора с регулируемой частотой. ВЧ мощность при этом не превышала 100 Вт.
- 2) При Бош-процессе удалось исправить профиль глубоких канавок (уменьшить бочкообразность) за счет разбиения стадии травления на два шага. На первом этапе происходило скоростное удаления полимера со дна отверстия, на втором этапе проводилось травление кремния.

- 3) На технологическом модуле удаления фоторезистивной маски удалось полностью стравить фоторезист с поверхности кремниевой пластины толщиной 3 мкм за 30 с в смеси газов N₂/H₂, O₂ и CF₄.
- 4) На технологическом модуле атомно-слоевого осаждения получены тонкие слои оксида гафния толщиной от 5 до 10 нм с однородностью не более ± 2 % при температуре 300 °C. Установлено, что на однородность пленок на поверхности пластин влияют при плазмостимулированном режиме осаждения мощность плазмы в удаленном источнике ICP плазмы, время горения плазмы и расход кислорода O₂.
- 5) На технологическом модуле Плазма ТМ 200-01 получены мелкие щели с гладким профилем стенок (шероховатостей стенок увеличивается с ростом скорости травления, но не превышает 130 нм), со скоростью 5 мкм/мин, а также поликремниевые затворы шириной до 200 нм со скоростью до 50 нм/мин.

На опытных образцах оборудования для обработки кремниевых пластин диаметром 200 мм проведены испытания технологических процессов с проектными нормами 180-65 нм: глубокое травление отверстий в кремнии (Бош-процесс), очистка пластин от фоторезистивной маски и удаление остатков полимеров из глубоких отверстий после Бош-процесса, плазмохимическое атомно-слоевого осаждение нанослоев при пониженных температурах, плазмохимическое травление канавок с гладкими стенками для мелкощелевой изоляции в кремнии и поликристаллического кремния для формирования затворов. Получены положительные результаты.

АО НИИТМ, используя полученные в ходе выполнения данной работы данные, смогло также реализовать проект поставки вакуумно-плазменного оборудования с роботизированной загрузкой и выгрузкой пластин для обработки пластин диаметром 300 мм, а также приступило к разработке комплекта оборудования с автоматизированной загрузкой и выгрузкой кремниевых пластин диаметром 200 мм для выполнения следующих технологических операций создания структур транзисторов и устройств памяти для производства ЭКБ с уровнем технологии 180-65 нм: быстрого термического отжига для удаления дефектов и активации примесей после ионного легирования, плазмохимическое осаждение слоев для формирования щелевой и межслойных соединений, нанесение магнетронным распылением алюминиевой металлизации, формирование адгезионных, барьерных и зародышевых медных слоев для перемычек в контактных и переходных отверстиях межслойных соединений и послойное бездефектное удаление сверхтонких нанослоев Si и SiO₂ (атомно-слоевое травление).

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Минпромторга РФ (Договор от 18.10.2016 № 16411-1950168580.11.002).

Литература

- [1] Принцип модульного проектирования вакуумно-плазменного оборудования и установки для плазмохимических процессов микроэлектроники, реализованные на его основе / В.В. Одиноков, В.В Панин // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. 2019. – Выпуск 3 (254). – С. 48–56.
- [2] Новое оборудование для травления кремниевых структур на пластинах диаметром до 200 мм / В.М. Долгополов, В.В. Одиноков, П.А Иракин, В.М. Варакин // Наноиндустрия. 2019. – №5. – С. 268–274.
- [3] ГОСТ Р 15.301-2016. СРПП. Продукция производственно-технического назначения. Порядок разработки и постановки продукции на производство. – Введ 2017-07-01. – М.: Стандартинформ, 2018.
- [4] ГОСТ 3.1102-2011. Единая система технологической документации (ЕСТД). Стадии разработки и виды документов. Общие положения. – Введ 2012-01-01. – М.: Стандартинформ, 2011.

Уменьшение локальных повреждений поверхности кварцевых стекол от ударов высокоскоростных микрочастиц с помощью нанесения защитных пленок на основе SiAlN и TaN

В. П. Сергеев^{1.2}, М. П. Калашников^{1,2}, О. В. Сергеев¹, А. В. Воронов¹, В. В. Нейфельд¹, Ю. Н. Параев¹

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055, РФ, Томск ²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050, РФ, Томск

E-mail: <u>vs@ispms.tsc.ru</u>

Аннотация. На кварцевых стеклах сформированы прозрачные в видимой области однослойные SiAlN и двухслойные пленки SiAlN/TaN с целью сравнительного изучения их защитной способности от ударного воздействия высокоскоростных (5–8 км/сек) микрочастиц железа. Проведенные на двухступенчатой легкогазовой пушке испытания образцов с покрытиями показали, что более эффективной защитной способностью обладают двухслойные пленки. Установлены структура и оптические и механические свойства покрытий.

Одним из отрицательных факторов воздействия космического пространства на запускаемые человеком космические корабли и околоземные станции является бомбардировка их высокоскоростными метеороидами естественного происхождения и микроосколками космического мусора, которые являются продуктами антропогенного загрязнения космоса. Вероятность столкновения с крупными частицами мала, но ударное воздействие микрочастиц космические аппараты (КА) испытывают практически непрерывно. Высокие скорости их относительного движения вызывают локальные поверхностные повреждения поверхности и отдельных частей КА [1, 2].

Для защиты используют различные типы экранной изоляции. Однако функционально она не подходит для оптических элементов КА: иллюминаторов, солнечных батарей, линз и т. д. Удар высокоскоростной микрочастицы, независимо от ее происхождения, вызывает механические и плазменные процессы, при которых на поверхности образуется кратер, распространяется ударная волна, зарождается очаг микротрещин и т. д. [3]. Это приводит к деградации оптических и механических характеристик стекол иллюминаторов и электрических параметров солнечных батарей в процессе эксплуатации КА.

Одним из способов решения этой проблемы может стать нанесение высокотвердых тугоплавких покрытий, прозрачных в видимой области спектра, с высоким коэффициентом упругого восстановления и низким термическим коэффициентом линейного расширения [4]. Об этом свидетельствуют данные работы [5], в которой показано, что нанесение прозрачного в видимой области спектра нанокристаллического покрытия на основе SiAlN толщиной 7 мкм позволяет значительно снижать поверхностную плотность мелких кратеров, образующихся при таком ударном воздействии частиц на кварцевое стекло. Представляется интересным изучение влияния на ударную стойкость стекол нанесение второго слоя на основе нитридов тяжелых металлов, которые обладая высокими плотностью и температурой плавления, должны иметь более высокую способность рассеяния энергии ударной волны.

Целью работы является исследование изменения стойкости кварцевых стекол против ударного воздействия высокоскоростных (5–8 км/сек) микрочастиц железа после

магнетронного осаждения двухслойных прозрачных покрытий на основе SiAlN и TaN в сравнении с однослойными SiAlN.

Исследования проводили на двух видах образцов, приготовленных из кварцевых пластин марки КВ: I – с однослойным покрытием на основе SiAlN толщиной ~0,6 мкм и II – с двухслойным, у которого 1-й выполняется таким же, как предыдущее покрытие, а 2-й слой формируется на основе TaN толщиной 0,3 мкм. Способ магнетронного осаждения покрытий, методики и приборы исследования структурно-фазового состава и оптико-механических свойств покрытий, а также метод и режим испытания образцов на стойкость против ударного воздействия высокоскоростных (5–8 км/сек) микрочастиц с помощью легкогазовой пушки не отличались от использованных и описанных нами ранее в [5, 6].

Методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения установлено, что слои SiAlN формируются в аморфном состоянии, слои TaN имеют столбчатую нанокристаллическую структуру, высота столбцов близка к толщине слоя 300 нм, средняя ширина поперечного сечения столбцов не превышает 40 нм. В диапазоне длин волн видимого света кварцевые стекла с покрытиями I и II имеют среднюю величину коэффициента пропускания соответственно ~0,82 и ~0,79 в сравнении со значением без покрытий ~0,88.

После обстрела сферическими микрочастицами железа, движущимися со скоростью в интервале 5–8 км/сек, образцов стекол на их поверхности образуются кратеры, представляющие собой углубления, окруженные сеткой микротрещин. На рис. 1 приведено изображение, полученное методом растровой электронной микроскопии, где хорошо видны кратеры, включающие локальные зоны микротрещин, возникающие после обстрела. Установлено, что на стеклах с двухслойным покрытием II, также как и с однослойным покрытием I, поверхностная плотность образующихся кратеров соответственно ρ_I и ρ_{II} при одних и тех же условиях испытания существенно ниже, чем на стеклах без покрытия ρ_0 . Подсчет количества образовавшихся кратеров за один выстрел на общей площади испытанных стекол показывает, что при нанесении однослойного покрытия SiAIN относительное снижение поверхностной плотности кратеров составляет $\rho_0 / \rho_I \approx 1,34$, тогда как при нанесении на стекла двухслойных покрытий SiAIN/TaN оно увеличивается до $\rho_0 / \rho_I \approx 1,67$.

Для кварцевых стекол с однослойным покрытием на основе SiAlN и двухслойным SiAlN/TaN была измерена микротвердость H_m и рассчитаны значения приведенного модуля упругости E* и коэффициента упругого восстановления K_e покрытий. Эти данные приведены в табл. 1. Видно, что на образцах с двухслойным покрытием H_m и K_e в $\approx 1,3$ раза выше по сравнению с однослойным покрытием I. Что касается приведенного модуля упругости, то его значение для образца с покрытием II относительно покрытия I превышает значение E* в $\approx 1,2$ раза. Более эффективная защитная способность двухслойных покрытий II, по-видимому, обусловлена более высокими механическими свойствами этих покрытий по сравнению с покрытиями I.

В результате исследований установлено:

В одно- и двухслойных тонких покрытиях на основе SiAlN (I) и SiAlN/TaN (II), осажденных методом магнетронного распыления, слои SiAlN находятся в аморфном состоянии, тогда как TaN имеют столбчатую нанокристаллическую структуру. В диапазоне длин волн видимого света кварцевые стекла с покрытиями I и II имеют среднюю величину коэффициента пропускания соответственно ~0,82 и ~0,79 в сравнении с его значением без покрытий ~0,88. После обстрела образцов стекол сферическими микрочастицами железа, движущимися со скоростью в интервале 5-8 км/сек, на поверхности образуются кратеры, представляющие собой углубления, окруженные сеткой микротрещин. На стеклах с двухслойным покрытием II, также как и с однослойным покрытием I, поверхностная плотность образующихся кратеров соответственно ρ_1 и ρ_{II} при одних и тех же условиях испытания существенно ниже, чем на стеклах без покрытия $\rho_{0.}$ При нанесении однослойного покрытия SiAlN относительное снижение поверхностной плотности кратеров составляет $\rho_0 / \rho_1 \approx 1,34$, тогда как при нанесении на стекла двухслойных покрытий SiAlN/TaN оно увеличивается до $\rho_0 / \rho_I \approx 1,67$. На образцах с двухслойным покрытием микротвердость и коэффициент упругого восстановления покрытия II

в $\approx 1,3$ раза выше по сравнению с покрытием I, а также значение приведенного модуля упругости – в $\approx 1,2$ раза. Более эффективная защитная способность двухслойных покрытий II, по-видимому, обусловлена более высокими механическими свойствами этих покрытий по сравнению с покрытиями I.



Рис. 1. Оптические спектры пропускания света (а) образцами из кварцевого стекла:
(1) – без покрытия, (2) и (3) – с покрытиями I и II, соответственно. Изображения поверхности с локальными повреждениями в виде кратеров, образовавшимися при воздействии высокоскоростного потока частиц железа на образцы без покрытия (б) и с покрытиями I (в) и II (г)

Таблица 1. Средни	е значения микроотвердости H _m	n, приведенного модуля упругос	ги E * ,
КС	эффициента упругого восстано	вления К _е покрытий	

Покрытие	Н _т , ГПа	Е*, ГПа	K _e
Ι	23,6±1,5	194,1±13,5	0,55±0,06
П	30,1 ± 1,9	230,7±19,0	0,71±0,08

Исследование поддержано Программой повышения конкурентоспособности Томского политехнического университета, часть работы выполнена в рамках государственного задания по проекту ИФПМ СО РАН № III.23.1.1.

Литература

- [1] Silverman E M 1995 Space. Environmental Effects on Spacecraft: LEO Materials Selection Guide (NASA Contractor Report 4661, Part 1) 116
- [2] Новиков Л.С. 2009 Воздействие твердых частиц естественного и искусственного происхождения на космические аппараты (М.: Изд-во «Университетская книга») 104
- [3] Романченков В.П., Бровкин А.Г., Люлин И.Б. 1992 Моделирование влияния факторов антропогенного загрязнения околоземного космического пространства на элементы конструкций и систем космических аппаратов (М.: Гидрометеоиздат) 262
- [4] Панин В.Е., Сергеев В.П., Ризаханов Р.Н. и др. 2007 Материалы 2-й международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» 8–11 октября 2007г. (М.: Изд-во ИМЕТ РАН) с.357–359
- [5] V. Sergeev, S. Psakhie, P. Chubik, et al. 2017 Vacuum 143 454–457
- [6] Bozhko I.A., Sungatulina E.V., Kalashnikov M.P., et al. 2019 Russian Physics Journal 62 393– 399

Исследование влияния уровня генерации на электрические и динамические характеристики разряда в смесях на основе углекислого газа

А. С. Киселев, Е. А. Смирнов

Кафедра Электронных приборов и устройств, Санкт-Петербургский Государственный электротехнический университет «ЛЭТИ», 197376, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: askiselev@etu.ru

Аннотация. В статье рассмотрены вопросы влияния уровня мощности генерации CO2лазера на его электрические и динамические характеристики. Полученные зависимости позволят учитывать влияние уровня генерации на характеристики разряда при расчете устойчивости систем стабилизации мощности излучения газоразрядных лазеров.

При использовании серийных газоразрядных лазеров часто оказывается необходимым принятие мер по стабилизации тока разряда, либо излучаемой лазером мощности. В этом случае разрядный промежуток лазера выступает как нелинейный элемент токовой цепи, динамическое сопротивление которого играет решающую роль в обеспечении устойчивости системы стабилизации [1, 2]. Основной причиной нестабильности мощности излучения CO₂-лазера является дрейф продольных мод в пределах контура усиления вследствие нагрева несущих элементов его конструкции. Нагрев, вызванный тепловыделением вследствие протекания разрядного тока, приводит к тепловой разъюстировке оптического резонатора лазера (рис. 1).



Рис. 1. Временные диаграммы мощности излучения CO₂-лазера при различных уровнях расхода охлаждающей жидкости

Изменение уровня генерируемой лазером мощности, например, при внутрирезонаторной модуляции излучения, должно вызывать реакцию газоразрядного лазера в виде изменения тока и падения напряжения на лазерной трубке [3]. Измерение мощности излучения СО₂-лазеров накладывает определенные требования к фотоприемникам, поскольку длина волны излучения лазера 10.6 мкм лежит в ИК-диапазоне. Одним из вариантов таких фотоприемников является радиационный термоэлемент (РТЭ).

Связь тока и излучения лазера можно использовать для настройки оптического резонатора на максимум мощности без использования фотоприемника [4]. При быстрых изменениях уровня мощности, сопровождающихся изменением уровня энергии, отбираемой у электронов положительного столба, встает вопрос о связи динамического сопротивления разрядного промежутка и мощности генерации лазера, изучению которого посвящена данная работа.

Эксперименты проводились на установке, в которой используется анодная модуляция разрядного тока по гармоническому закону. Контролируя переменные составляющие тока разряда и падение напряжения на трубке, оказывается возможным проводить расчет модуля и аргумента полного сопротивления разрядного промежутка лазера. В работе использовался CO_2 -лазер с мощностью излучения P = 2.5 Вт, имеющий коэффициент полезного действия около 5 %.

Основу экспериментального исследования динамического сопротивления разряда составляют измерения значений переменных составляющих тока и напряжения на фиксированной частоте, а также сдвига фаз между ними (рис. 2).



Рис. 2. Схема измерения импеданса разряда лазера

В схеме разряд горит на постоянном токе, и модулируется внешним синусоидальным сигналом, подаваемым с высоковольтного генератора с перестраиваемой частотой (ГСС). Переменные составляющие тока и напряжения снимаются с измерительных резисторов и усиливаются. Далее определяется фазовый сдвиг между сигналами при помощи измерителя разности фаз (ИРФ), и результат измерений подается на осциллограф. Диапазон частот модуляции тока простирался от единиц килогерц до 400 кГц. Верхняя граница определялась сложностями модуляции высоковольтного СО₂-разряда. Во всем диапазоне рабочих токов уровень собственных колебаний не превышал 0.1 %. В области частот модуляции 6.5...10 кГц имело место взаимодействие внешнего сигнала с вынужденными собственными колебаниями разряда, по-видимому, реактивными.

Изменение уровня генерации достигалось за счет разъюстировки резонатора. Мощность излучения лазера контролировалась с помощью откалиброванного радиационного термоэлемента с коэффициентом интегральной чувствительности 117 мВ/Вт. Для предотвращения выхода из строя РТЭ мощность излучения, попадающая на его приемную площадку, отклонялась при помощи светоделительной пластины, изготовленной из кристалла NaCl. Этот материал обладает высокой степенью прозрачности в ИК-области. Однако NaCl

имеет существенный недостаток: гигроскопичность. Оставшаяся часть излучения поглощалась асбестовым поглотителем (рис. 3).



Рис. 3. Схема измерения мощности излучения лазера

Изменение энергии, потребляемой лазерной трубкой, при срыве генерации приводит к тому, что вольтамперная характеристика, соответствующая случаю отсутствия выходного излучения (кривая 1, рис. 4), располагается под зависимостью, полученной для режима оптимальной генерации (кривая 2, рис. 4). В наших условиях срыв генерации при принудительном сохранении ток разряда *I*, соответствующим рабочей точке при генерации, сопровождался уменьшением падения напряжения на трубке *U* и потребляемой мощности $P_{3Л}$ примерно на 2%. Величины изменений напряжения ΔU и электрической мощности $\Delta P_{3Л}$ в процентном отношении оказывались всегда меньше коэффициента полезного действия лазера для данной рабочей точки. Это несоответствие может иметь причиной то обстоятельство, что при отсутствии генерации энергия электронов, затрачивавшаяся на создание инверсии населенностей, частично расходуется на возбуждение других оптических переходов.



Рис. 4. Изменение вольтамперной характеристики лазера при срыве генерации

При неизменных величинах напряжения источника накачки и балластного сопротивления срыв генерации приводил к смещению рабочей точки из «а» в точку «б», расположенных на нагрузочной характеристике (кривая 3, рис. 4). Изменение положения рабочей точки сопровождалось увеличением тока разряда $\Delta I = 5$ %, уменьшением напряжения на трубке $\Delta U = -2,5\%$ и ростом потребляемой лазером электрической мощности $\Delta P_{3\pi} = 2\%$. Относительные изменения рассматриваемых параметров П – тока, напряжения на трубке, потребляемой мощности, динамического сопротивления разряда рассчитывались по выражению $\Delta \Pi = (\Pi_2 - \Pi_1) \cdot 100\%/\Pi_1$, где Π_1 – значение того же параметра при генерации.



Рис. 5. Изменение модуля импеданса разрядного промежутка лазера при срыве генерации

Изменение модуля динамического сопротивления Z разряда при срыве генерации во всем диапазоне исследуемых частот f имело отрицательный знак (рис. 5). Это изменение, составляющее на средних частотах 7–9 %, происходило не только за счет изменения потерь в разряде при отключении канала генерации, но и за счет увеличения тока, связанного с изменением положения рабочей точки. Срыв генерации приводил к уменьшению статического сопротивления разряда R = U/I, и, следовательно, к изменению полного сопротивления цепи постоянному току. Изменение аргумента динамического сопротивления при срыве генерации лежало в пределах погрешности измерительных приборов.

Изменение уровня генерируемой мощности сопровождалось практически линейным изменением всех регистрируемых параметров (рис. 6).



Рис. 6. Зависимости изменения параметров разряда: *а* – тока разряда и модуля импеданса, *б* – статического сопротивления разряда и напряжения

Приведенные зависимости относятся к области частот модуляции 30...400 кГц. Из сравнения зависимостей, представленных на рис. 6, можно сделать вывод, что относительное изменение динамического сопротивления ΔZ разряда при включении генерации в первом

приближении отслеживает имеющее при этом место изменение статического сопротивления ΔR . Вид годографа Z, описываемый выражением, полученным в [1], при неизменных условиях разряда зависит от дифференциального ρ и статического R, сопротивлений разряда. Поскольку изменение ρ для точек «*a*» и «*б*» нагрузочной характеристики (кривая 3, рис. 5) пренебрежимо мало, то изменение R оказывается решающим в определении знака и величины изменения модуля Z при срыве генерации.

Таким образом, изменение уровня генерации лазера ведет к изменению полного сопротивления разряда, в соответствии с изменением величины статического сопротивления, что необходимо учитывать при расчете устойчивости систем стабилизации мощности излучения газоразрядных лазеров.

Литература

- [1] Привалов В. Е., Смирнов Е. А. Исследование динамического сопротивления газоразрядных лазеров тлеющего разряда// Оптика и спектроскопия. - 1980. – Т.49. -№5. – С.949-957.
- [2] Привалов В. Е., Смирнов Е. А. Стабилизация мощности излучения газоразрядных лазеров//Метрология. 1985. №9. С.21-30.
- [3] Киндл Г., Леб В., Шиффнер Г. Зависимость разрядного тока лазера на CO₂ от режима генерации//ТИНЭР. 1968. Т.56. №5. С.134-135.
- [4] Попов Л. Н., Пойзнер Б. Н., Войцеховский А. В. Юстировка газового лазера без использования фотоприемника//ПТЭ. 1981. №2. С.242-244.

Стенд для исследования тепловых режимов фотоприемных устройств космического применения

А. Н. Соколов¹, Л. Н. Розанов², М. З. Щедринский¹, М. П. Ларин², К. В. Рыбас¹, М. Г. Воробьев¹, В. А. Синькова¹, А. И. Колдыба¹

¹ Филиал АО «Корпорация «Комета» - «НПЦ ОЭКН» Санкт-Петербург, 194021, ул. Шателена д.7, литера А. ² ΦΓΑΟУ ВО СПбПУ Петра Великого, Санкт-Петербург, 195251, Политехническая ул., д.29

E-mail: asokolov_kometa@nxt.ru

Аннотация. В статье представлено описание термовакуумного стенда для исследований тепловых режимов фотоприемных устройств. Стенд позволяет имитировать различные тепловые воздействия на фотоприемное устройство в широком интервале температур.

В составе бортовой аппаратуры космического назначения широко применяются различные типы крупноформатных фотоприемных устройств [1]. Широкий класс крупноформатных фотоприемных устройств, применяемых для дистанционного зондирования Земли, функционируют в интервале температур от 70 до 190 К, при этом поддержание рабочей температуры осуществляется в диапазоне не более ±3 К. Для охлаждения до рабочей температуры и обеспечения функционирования ФПУ в заданном диапазоне температур в составе бортовой аппаратуры применяют системы криостатирования на основе микрокриогенных систем терморегулирования на основе И системы радиаторовхарактеристики излучателей [2]. Тип основные (холодопроизводительность, И энергопотребление, масса) применяемой системы криостатирования/терморегулирования зависят от рабочей температуры и значения теплопритока от ФПУ. В связи с этим, одной из основных задач при проектировании систем криостатирования/терморегулирования является определение значения теплопритока от ФПУ.

Конструктивно крупноформатное ФПУ представляет собой корпус, внутри которого расположен фоточувствительный элемент (ФЧЭ). Оптический сигнал проходит через фильтр и входное окно и попадает на ФЧЭ. Поддержание рабочей температуры ФЧЭ осуществляется с помощью теплопровода, соединенного с системой криостатирования/терморегулирования. К ФЧЭ присоединены электрические провода, соединенные с электронной частью ФПУ (рис. 1).



Рис. 1. Схематичное изображение ФПУ: 1 – фильтр; 2 – входное окно; 3 – фоточувствительный элемент; 4 – корпус; 5 – разъем с проводами; 6 – теплопровод

Значение теплопритока ФПУ в штатных условиях эксплуатации зависит от конструкции ФПУ, тепловыделения электронных элементов ФПУ, крепления ФПУ к оптической системе, температуры условной окружающей среды [3]. Под температурой условной окружающей среды для ФПУ понимается температура окружающих устройств, с которыми ФПУ имеет тепловые связи – это оптическая система и вакуумный объем, в котором ФПУ расположен.

Известен стенд для проведения термовакуумных испытаний крупноформатных фотоприемных устройств [3], однако он обладает рядом недостатков, основным из которых является невозможность обеспечения высокого вакуума, невозможность моделирования влияния оптической системы на теплоприток к ФПУ.

Для исследования тепловых параметров ФПУ в режимах близких к штатным условиям эксплуатации был разработан стенд, конструкция и параметры которого представлены ниже.

Стенд включает в себя термовакуумную камеру с откачными средствами, комплект контрольно-измерительных приборов, соединенных с персональным компьютером, комплект средств обеспечения теплового режима, передвижной стол, на котором закреплена термовакуумная камера, программное обеспечение, установленное на персональном компьютере, комплект вспомогательного оборудования, обеспечивающего проведение испытаний.

Конструктивно термовакуумная камера представляет собой цилиндр диаметром 444 мм и длиной 570 мм с двумя торцевыми крышками. На боковой поверхности вакуумной камеры расположены патрубки различного диаметра для подключения следующих устройств: криоадсорбционного насоса, вакуумметра, масс-спектрометра.

Одна из торцевых крышек термовакуумной камеры представляет собой жидкостной проточный теплообменник, который совместно с криотермостатом обеспечивает температуру внутренней поверхности передней крышки в диапазоне температур от минус 50 до 30 °C (рис.2). К другой торцевой крышке присоединен проточный теплообменник в виде цилиндрического экрана, имеющим отражающее покрытие, диаметром 384 мм и длиной 377 мм, охлаждаемый газообразным азотом до температуры минус 40 °C с помощью криостата (рис.3). Также на этой крышке установлен фланец с разъемами для подключения электрических кабелей. Обе торцевые крышки установлены через уплотнения из вакуумной резины. На корпусе вакуумной камеры установлены криостат I (первого) уровня, обеспечивающий поддержание температуры фоточувствительного элемента ФПУ в диапазоне температуры корпуса ФПУ в диапазоне температур от 160 до 293 К. Габариты каждого криостата: диаметр 200 мм и высота 314 мм.

Общий вид стенда представлен на рис.4.



Рис. 2. Торцевая крышка термовакуумной камеры



Рис. 3. Торцевая крышка с проточным теплообменником



Рис. 4. Внешний вид термовакуумной камеры

Одним из существенных достоинств стенда является возможность моделирования влияния от конструктивных элементов оптической системы на ФПУ. Для моделирования температурного воздействия конструкции оптической системы на ФПУ применен жидкостной проточный теплообменник, который также является передней крышкой вакуумной камеры, на которой крепится сборка, состоящая из детали, соединяющей ФПУ и оптическую систему. Другой теплообменник моделирует воздействие температуры условной окружающей среды, в которой находится корпус ФПУ. Криостаты моделируют температурные воздействия системы криостатирования/терморегулирования.

Для обеспечения высокого вакуума внутри термовакуумной камеры применены безмасляные средства откачки. Форвакууммная откачка термовакуумной камеры осуществляется безмасляным спиральным насосом типа Edwards xDs10i через фланец KF25, высоковакуумная откачка - криоадсорбционным насосом типа HCЖA-6,3 через фланец CF63, что позволяет обеспечить давление внутри вакуумной камеры 5. 10⁻⁶ торр.

Применение криоадсорбционного насоса обусловлено такими преимуществами перед турбомолекулярным насосом как отсутствие вибраций и электромагнитных наводок, функционирование в течение не менее двух суток без заливки жидким азотом, отсутствие электрического питания. Описание работы криоадсорбционного насоса приведено в [5].

Контроль вакуума внутри вакуумной камеры осуществляется с помощью широкодиапазонного вакуумметра типа WRG Edwards, работающего совместно с контроллером TIC, контроль вакуума криоадсорбционного насоса осуществляется с помощью широкодиапазонного вакуумметра типа MicroIon Plus.

Вакуумногидравлическая схема стенда показана на рис.5.

Контрольно-измерительная часть стенда позволяет проводить:

 измерения температуры составных частей ФПУ и составных частей вакуумной камеры с применением термометров сопротивления TM293-02 и термоэлектрических термометров типа хромель-алюмель;

- измерения давления внутри вакуумной камеры с применением вакуумметров WRG-S Edwards;

– измерение температуры, влажности и давления атмосферного воздуха с применением ТКА-ПКМ и барометра БРС-1М.

– измерения расхода испарившегося газа из криостатов с применением барабанных счетчиков газа Ritter TG3 и TG5;

– измерения спектра масс газовой среды внутри вакуумной камеры с помощью массспектрометра Extorr100. Данные с указанных выше приборов передаются на персональный компьютер и записываются в его память. Электрическая схема соединений термовакуумного стенда показана на рис. 6. Основные параметры контрольно-измерительных приборов приведены в табл. 1.



Рис. 5. Вакуумногидравлическая схема термовакуумного стенда



Рис. 6. Электрическая схема соединений термовакуумного стенда

Теплоприток от ФПУ определяется по расходу испарившегося газообразного азота из криостатов при заданной температуре. Для уменьшения влияния окружающей среды на измеряемый теплоприток, криостаты имеют два объема, заполняемые жидким азотом, один из которых является охранным, другой основным.

Результаты измерения расхода газа криостатов I и II уровней приведены на рис.7.

Газовый счетчик ТG3	Расход: 6-360 л/ч. Погрешность измерений: ± 0,2 л/ч		
Газовый счетчик TG5	Расход: 10-600 л/ч. Погрешность измерений: ± 0,5 л/ч		
Блок коммутации и измерения Agilent 34980A	Минимальный диапазон измеряемых постоянных напряжений от 0 до 100 мВ с шагом 3 мВ. Минимальный диапазон измеряемых сопротивлений от 0 до 100 Ом с шагом 3мОм.		
Macc-спектрометр Extorr 100XT	от 1 до 100 а.е.м, погрешность 15%		
Вакуумметр WRG-S	от 10^{-7} до 10^{5} Па, погрешность не более 15%		
Вакуумметр Micro-Ion Plus 356	от 10^{-7} до 10^{5} Па, погрешность не более 15%		
ТКА-ПКМ	Диапазон измерений: от 15 до 25°С Погрешность измерений: ±2°С		
Барометр БРС-1М	Диапазон измерений: от 600 до 1100 гПа Погрешность измерений: ±33 Па		

Таблица 1. Основные параметры контрольно-измерительных приборов



Рис. 7. Зависимость расхода испарившегося газа криостатов от времени

Разработанный стенд для исследования теплового режима крупноформатных ФПУ космического применения различных типов в условиях имитации штатных условий эксплуатации бортовой аппаратуры в части вакуумных и температурных воздействий позволяет определять температуры в заданных точках конструкции ФПУ, теплоприток от ФПУ, спектр масс газов внутри вакуумной камеры стенда.

Литература

- [1] Филачев А М, Таубкин И И, Тришенков М А 2012 Твердотельная фотоэлектроника. Фоторезисторы и фотоприемные устройства 368
- [2] Формозов Б Н 2002 Аэрокосмические фотоприемные устройств в видимом и инфракрасном диапазонах 120
- [3] Дульнев Г Н, Тарновский Н Н 1971 Тепловые режимы электронной аппаратуры 248
- [4] Дражников Б Н, Бычковский Я С, Кондюшин И С, Козлов К В 2013 Стенд для проведения термовакуумных испытаний крупноформатных фотоприемных устройств космического применения. Успехи прикладной физики т.1 **3** 386-9
- [5] Розанов Л Н 2012 Вакуумное технологическое оборудование 435

Многофункциональный высоковакуумный агрегат для криовакуумных систем космического применения

А. Н. Соколов¹, Л. Н. Розанов², М. З. Щедринский¹, В. М. Бебяков¹, К. Н. Сухарев¹, В. А. Синькова¹, А. И. Колдыба¹

¹ Филиал АО «Корпорация «Комета» - «НПЦ ОЭКН» Санкт-Петербург, 194021, ул. Шателена д.7, литера А. ² ΦΓΑΟУ ВО СПбПУ Петра Великого, Санкт-Петербург, 195251, Политехническая ул., д.29

E-mail: asokolov_kometa@nxt.ru

Аннотация. В статье представлена конструкция и основные характеристики многофункционального высоковакуумного агрегата.

В бортовой аппаратуре космических аппаратов дистанционного зондирования Земли широко применяются криовакуумные системы, предназначенные для обеспечения заданных температур фотоприемных устройств. Фотоприемные устройства размещаются внутри криовакуумных систем. Основными составными частями криовакуумных систем являются вакуумная камера и микрокриогенная система. На этапе наземной экспериментальной отработке бортовой аппаратуры в составе космического аппарата требуется обеспечение высокого вакуума в течение длительного времени внутри вакуумной камеры криовакуумной системы. На практике широкое применение при наземных испытаниях получили вакуумные откачные агрегаты на основе турбомолекулярного и форвакуумного насосов [1]. Несмотря на известные достоинства таких откачных агрегатов, они имеют ряд недостатков, которые являются существенными при работе с высокочувствительной бортовой аппаратурой космического назначения:

- наличие электрического питания и вибраций при работе;

- необходимость дежурного оператора при ночной работе бортовой аппаратуры;

- откачка только части газов из криовакуумной системы.

Для обеспечения высокого вакуума при наземных испытаниях объекта испытаний – оптикоэлектронных устройств бортовой аппаратуры, размещенной внутри криовакуумной системы и устранения недостатков, приведенных выше, был разработан многофункциональный агрегат.

Перечислим основные требования, предъявляемые к современным средствам вакуумирования при наземной экспериментальной отработке оптико-электронных устройств космических аппаратов, размещенных внутри криовакуумных систем:

– безмасляная форвакуумная и высоковакуумная откачка, по возможности, максимального спектра газов из криовакуумной системы;

- контроль давления и спектра масс газов при откачке;

– контроль герметичности криовакуумной системы с применением безмасляных средств откачки;

- напуск осушенного (сухого) инертного газа в откачиваемый объем объекта испытаний;

– минимальное газовыделение откачного агрегата, при этом газовыделение откачного агрегата должно быть значительно меньше по сравнению с газовыделением объекта испытаний;

 обеспечение сохранности вакуума внутри вакуумного объема агрегата в течение длительного времени без применения откачных средств;

 – обеспечение высоковакуумной откачки объекта испытаний при автономных испытаниях и при испытаниях в составе космического аппарата; – обеспечение функционирования агрегата в течение не менее двух суток (в том числе, в ночное время) без контроля оператором;

– обеспечение удобного и доступного присоединения откачного агрегата к объекту при испытаниях в составе космического аппарата.

Многофункциональный высоковакуумный агрегат (MBA) представляет собой вакуумную систему с негерметичностью не более 10⁻¹⁰ м³·Па/с, включающую в себя высоковакуумную и низковакуумную части. MBA имеет передвижную силовую раму, на которой установлены откачные и измерительные устройства (рис.1). Габариты MBA составляют: высота 1830 мм, ширина 1100 мм, длина 1300 мм. Высота откачной трубы над поверхностью земли составляет 1655 мм (рис. 1).



Рис. 1. Внешний вид многофункционального высоковакуумного агрегата

Высоковакуумная часть MBA выполнена на медных уплотнениях типа Conflat, низковакуумная часть на быстроразъемных соединениях КF с уплотнением типа Viton. Основной вакуумный объем агрегата – это откачная труба конструктивно выполнена в виде трубы из нержавеющей стали с внутренним диаметром 95,6 мм и длиной 1 м. На откачной трубе закреплены три высоковакуумных насоса – турбомолекулярный, криоадсорбционный и магниторазрядный. Каждый высоковакуумный насос с входным диаметром Ду100 установлен через шибер с уплотнением типа CF100, что позволяет производить откачку как одним насосом, так и одновременно несколькими.

В качестве основного высоковакуумного насоса в составе агрегата применен безмасляный с магнитным подвесом ротора и естественным охлаждением турбомолекулярный насос STP-iX455, имеющий встроенный контроллер. Максимальное возможное давление на выходе 67 Па, номинальная скорость вращения 55000 об/мин. Скорость откачки 300л/с по азоту и 300л/с по водороду. Максимальное рабочее давление 1,3·10⁻¹ Па. Предельное остаточное давление 10⁻⁸ Па.

Форвакуумный безмасляный спиральный насос nXDS10i с производительностью 3,2 л/с с входным фланцем KF25 и предельным остаточным давлением 7·10⁻³ мбар применен в качестве вспомогательного для турбомолекулярного насоса.

Основным форвакуумным насосом для откачки объекта испытаний является безмасляный спиральный насос nXDS35i с максимальной производительностью 44 м³/ч с входным фланцем KF40 и предельным остаточным давлением 10⁻² мбар.

Турбомолекулярный насос STP-iX455, имеющий встроенный контроллер имеет следующие характеристики: максимальное возможное давление на выходе 67 Па, номинальная скорость вращения 55000 об/мин. Скорость откачки 300л/с по азоту и 300л/с по водороду. Максимальное рабочее давление 1,3·10⁻¹ Па. Предельное остаточное давление 10⁻⁸ Па.

Дополнительными высоковакуумными насосами является криоадсорбционный и магниторазрядный.
Криоадсорбционный насос со средней быстротой действия после регенерации с прогревом до 100 °C в диапазоне давлений 1,33·10⁻¹ – 1,33·10⁻³ Па, не менее 177 л/с, диапазон рабочих давлений 1,33 – 1,33·10⁻³ Па.

В качестве магниторазрядного насоса применен Titan 200L в модификации CV, имеющий скорость откачки 200 л/с, давление запуска менее 10^{-4} мбар и предельное остаточное давление 10^{-11} мбар.

Для заполнения объекта испытаний сухим газом после проведения экспериментальной отработки, в составе агрегата использован редуктор Messer Constant 2000, позволяющий подавать сухой газ с баллона высокого давления непосредственно внутрь вакуумной камеры криовакуумной системы. При этом давление контролируется по цифровому манометру ДМ5002.

На корпусе трубы установлен масс-спектрометр Extorr100M, измеряющий спектр масс газов в диапазоне от 1 до 100 а.е.м с погрешностью не более 15%. Extorr 100M представляет собой квадрупольный анализатор остаточных газов, в котором установлены: встроенный электронный умножитель; интегрированный программно-аппаратный комплекс; датчик парциальных давлений: цилиндр Фарадея; низковакуумный датчик Пирани; высоковакуумный датчик Байарда-Альперта; источник ионов, открытый ионный источник, ионизация электронным ударом; двойной иридиевый катод. Минимальное измеряемое масс-спектрометром парциальное давление 10⁻¹¹ Торр.

Для проверки объекта испытаний на герметичность в состав MBA входит течеискатель MC-4M не базе гибридного турбомолекулярного и безмасляного форвакуумного насосов с минимально регистрируемым потоком гелия 5.10⁻¹³ м³Па/с (паспортные данные).

Для измерения вакуума в составе MBA применены широкодиапазонные вакуумметры типа CC-10 с диапазоном измерений от 1000 до 10⁻⁹ торр, с рабочей температурой до 50 °C.

Данные с вакуумметров, масс-спектрометра и цифрового манометра передаются через интерфейс RS-485 на панельный компьютер PPC-4211W на базе Intel 4th Generation Core I CPU i5-4300U, 2,9ГГц.

Схема электрических соединений контрольных приборов MBA и вакуумная схема MBA приведены на рис. 2 и 3 соответственно.



Рис. 2. Схема электрических соединений контрольных приборов МВА



Рис. 3. Вакуумная схема МВА

MBA обеспечивает круглосуточную работу объекта испытаний при наземной экспериментальной отработке, в том числе без контроля оператора. Наличие масс-спектрометра позволяет во время наземных испытаний бортовой аппаратуры контролировать спектр масс газов устройств внутри вакуумной системы и обнаруживать нештатные ситуации в случае разгерметизации газонаполненных электронных микросборок бортовой аппаратуры. Гелиевый течеискатель, входящий в состав МВА позволяет проводить испытания на герметичность криовакуумной системы во время наземных испытаний без дополнительных монтажных работ. Применение криоадсорбционного насоса при высоковакуумной откачке объекта испытаний обеспечивает проведение испытаний бортовой аппаратуры без дополнительных электромагнитных помех.

Отметим основные достоинства МВА:

– малое собственное газовыделение за счет применения металлических уплотнений в высоковакуумной части.

– откачная труба MBA позволяет удобно присоединять ее к откачной трубе криовакуумной системы в составе космического аппарата.

– универсальность MBA позволяет проводить как операции откачки, так и операции заполнения газом объект испытаний.

– наличие инверсно-магнетронных вакуумметров позволяет поддерживать средний вакуум в течение длительного времени внутри откачной трубы MBA при неработающих насосах, что не требует дополнительного времени на предварительную откачку MBA.

 применение различных высоковакуумных насосов, обладающих различными скоростями откачки по разным газам, позволяет обеспечить максимально возможный вакуум внутри объекта испытаний.

Результаты испытаний MBA, без дополнительных мероприятий по обезгаживанию вакуумной системы, приведены на рис.4 и 5.

Кривая откачки в течение 8 часов при последовательном включении высоковакуумных насосов показана на рис.4. Минимальное давление внутри вакуумного объема агрегата через 24 часа составило $2,5 \cdot 10^{-8}$ торр. Спектр масс газов внутри вакуумной трубы при работе трех высоковакуумных насосов показан на рис.5. Как видно из рис.5, максимальное парциальное давление имеет масса 1 а.е.м., кроме того, на графике можно отметить пики 18 а.е.м. и 28 а.е.м.



Рис. 4. Кривая откачки вакуумного объема MBA



Рис. 5. Спектр масс газов внутри вакуумного объема агрегата при работе трех высоковакуумных насосов через 24 часа

Время выхода на рабочий режим MBA при форвакуумной откачке до давления 10^{-2} торр составляет не более двух часов, для высоковакуумной откачки до давления $1,0\cdot 10^{-7}$ торр составляет не более пяти часов. Предельное давление вакуумного объема MBA без прогрева составляет $2\cdot 10^{-8}$ торр.

Таким образом, в статье приведены требования к конструкции многофункционального высоковакуумного агрегата для обеспечения наземных испытаний бортовой аппаратуры в составе космического аппарата, рассмотрена его конструкция и основные технические характеристики. Разработанный многофункциональный высоковакуумный откачной агрегат обеспечивает высоковакуумную откачку криовакуумных систем космического назначения в течение длительного времени объемом 100 л, контроль герметичности с минимально регистрируемым потоком гелия $5 \cdot 10^{-13}$ м³Па/с и контроль спектра масс в диапазоне от 1 до 100 а.е.м.

Литература

[1] Розанов Л Н 2012 Вакуумное технологическое оборудование 435

Исследование парциальных давлений газов в вакуумном объеме с применением многофункционального высоковакуумного откачного агрегата

А. Н. Соколов¹, Л. Н. Розанов², М. З. Щедринский¹, В. М. Бебяков¹, М. Г. Воробьев¹, В. А. Синькова¹, К. Н. Сухарев¹

¹ Филиал АО «Корпорация «Комета» - «НПЦ ОЭКН» Санкт-Петербург, 194021, ул. Шателена д.7, литера А. ² ΦΓΑΟУ ВО СПбПУ Петра Великого, Санкт-Петербург, 195251, Политехническая ул., д.29

E-mail: <u>asokolov_kometa@nxt.ru</u>

Аннотация. В статье представлено исследование спектра масс газов внутри вакуумного объема многофункционального высоковакуумного агрегата при вакуумной откачке различными типами высоковакуумных насосов.

Наземные испытания бортовой аппаратуры космических аппаратов необходимо проводить в условиях соответствующих эксплуатации в космическом пространстве. Космический вакуум в наземных условиях имитируется с помощью вакуумных откачных агрегатов. Одной из задач, которая возникает при создании вакуума в наземных условиях, является обеспечение таких условий эксплуатации, при которых технологические откачные устройства не оказывают влияния на результаты проводимых испытаний и параметры бортовой аппаратуры. Известно, что газовые нагрузки, создаваемые наземным технологическим вакуумным оборудованием, являются одной из критичных составляющих вакуумных испытаний [1]. В связи с этим, в данной работе была исследована работа высоковакуумного откачного агрегата в части обеспечение минимального давления без дополнительного прогрева вакуумного объема.

Многофункциональный высоковакуумный откачной агрегат (MBA) был разработан для откачки криовакуумных систем космического применения при наземной экспериментальной отработке бортовой аппаратуры. Общий вид агрегата показан на рис. 1.



Рис. 1. Многофункциональный высоковакуумный агрегат

В отличие от наземных средств откачки, космический вакуум откачивает все газы. В технической литературе приведены спектры масс для различных типов вакуумных насосов [1]. В работе [2] определялись спектры масс газов для безмасляных спиральных вакуумных насосов. В данной работе определялся спектр масс газов при совместной вакуумной откачке откачной трубы (вакуумного объема) MBA с помощью нескольких высоковакуумных насосов.

MBA [3] включает в себя три высоковакуумных насоса: магниторазрядный, криоадсорбционный, турбомолекулярный, установленных на откачной трубе, и два форвакуумных насоса, размещенных на основании силовой рамы агрегата.

Турбомолекулярный насос STP-iX455, имеющий встроенный контроллер имеет следующие характеристики: максимальное возможное давление на выходе 67 Па, номинальная скорость вращения 55000 об/мин. Скорость откачки 300л/с по азоту и 300л/с по водороду. Максимальное рабочее давление 1,3 · 10⁻¹ Па. Предельное остаточное давление 10⁻⁸ Па.

Форвакуумный безмасляный спиральный насос nXDS10i с производительностью 3,2 л/с с входным фланцем KF25 и предельным остаточным давлением 7·10⁻³ мбар применен в качестве вспомогательного для турбомолекулярного насоса.

Для откачки вакуумного объема применен безмасляный спиральный насос nXDS35i с максимальной производительностью 44 м³/ч с входным фланцем KF40 и предельным остаточным давлением 10⁻² мбар.

Криоадсорбционный насос со средней быстротой действия после регенерации с прогревом до 100°С в диапазоне давлений 1,33·10⁻¹–1,33·10⁻³ Па, не менее 177 л/с, диапазон рабочих давлений 1,33–1,33·10⁻³ Па.

Магниторазрядный насос Titan 200L в модификации CV имеет следующие характеристики: скорость откачки 200 л/с, давление запуска менее 10⁻⁴ мбар и предельное остаточное давление 10⁻¹¹ мбар.

Откачная труба представляет собой полый цилиндр, выполненный из нержавеющей стали с внутренним диаметром 95,6 мм и длиной 1 м. В качестве средств контроля вакуума в MBA применяются широкодиапазонные вакуумметры СС-10 с диапазоном измерений от 1000 до 10⁻⁹ торр.

В ходе откачки высоковакуумными насосами вакуумного объема (откачной трубы) MBA контроль газов осуществлялся с помощью масс-спектрометра Extorr100M. Масс-спектрометр Extorr 100M представляет собой квадрупольный анализатор остаточных газов, в котором установлены: встроенный электронный умножитель; интегрированный программноаппаратный комплекс; датчик парциальных давлений: цилиндр Фарадея; низковакуумный датчик Пирани; высоковакуумный датчик Байарда-Альперта; источник ионов, открытый ионный источник, ионизация электронным ударом; двойной иридиевый катод. Extorr 100M анализирует массы в диапазоне 1–100 а.е.м. с погрешностью не более 15 %. Минимальное измеряемое масс-спектрометром парциальное давление 10⁻¹¹ Торр.

Задачей исследования являлось определить оптимальный режим работы MBA и парциальные давления основных газов внутри откачной трубы при совместной работе различных высоковакуумных насосов. Под оптимальным режимом работы MBA в данной работе понимается такой, при котором при работе высоковакуумных насосов внутри откачной трубы MBA будет обеспечено минимальное давление.

Испытания проводились в следующей последовательности:

1) проведена форвакуумная откачка вакуумного объема агрегата;

2) проведена высоковакуумная откачка вакуумного объема турбомолекулярным насосом до минимального давления;

3) проведены исследования совместной работы одного или нескольких высоковакуумных насосов.

Результаты испытаний приведены на рис. 2–8, на которых показаны парциальные давления газов для различных случаев функционирования высоковакуумных насосов.

Результаты исследований основных парциальных давлений газов внутри вакуумного объема MBA представим в виде табл. 1. Среди основных масс можно выделить следующие максимальные пики: 1, 18, 28, 42, 44, 55 а.е.м.



Рис. 2. Спектр масс газов, полученный при откачке турбомолекулярным насосом



Рис. 3. Спектр масс газов, полученный при откачке криоадсорбционным насосом



Рис. 4. Спектр масс газов, полученный при откачке магниторазрядным насосом



Рис. 5. Спектр масс газов, полученный при откачке турбомолекулярным и магниторазрядным насосами



Рис. 6. Спектр масс газов, полученный при откачке криоадсорбционным и магниторазрядным насосами



Рис. 7. Спектр масс газов, полученный при откачке криоадсорбционным и турбомолекулярным насосами



Рис. 8. Спектр масс газов, полученный при откачке криоадсорбционным, магниторазрядным и турбомолекулярным насосами

Macca,	Парциальное давление, торр						
а.е.м.	Т	К	М	T&M	М&К	Т&К	Т&М&К
1	1,1.10-7	7,5.10-6	1,2.10-7	3,7.10-8	7,2.10-8	1,05.10-8	2,5.10-8
18	9,5·10 ⁻⁸	5,0.10-9	6,0·10 ⁻⁹	7.10-9	1,8.10-9	$4,2.10^{-9}$	3,5·10 ⁻⁹
28	1,5.10-8	1,5.10-8	3,2.10-8	9·10 ⁻⁹	1,0.10-8	$2,2\cdot 10^{-9}$	4,2.10-9
40	1,5.10-9	5,0.10-10	$2,5\cdot 10^{-9}$	1,0.10-9	1,0.10-9	5,0.10-10	$5,0.10^{-10}$
42	1,1.10-8	5,0.10-9	8,0.10-9	3,0.10-9	2,0.10-9	1,0.10-9	1,0.10-9
44	4,0.10-9	3,0.10-9	3,0.10-9	1,3.10-9	1,0.10-9	$5,1\cdot 10^{-10}$	$5,1\cdot 10^{-10}$
55	5,0.10-9	3,0.10-9	4,0.10-9	1,5.10-9	1,0.10-9	5,0.10-10	5,0.10-10

Таблица 1. Максимальные пики масс газов при различных видах откачки

Примечание: Буквами обозначены: Т – откачка турбомолекулярным насосом, К – откачка криоадсорбционным насосом, М – откачка магниторазрядным насосом, & - совместная откачка

Результаты проведенных экспериментов показали:

1. Давление внутри откачной трубы MBA при высоком вакууме независимо от типа работающего насоса определяется парциальным давлением иона водорода, который вносит при откачке основной вклад. Кроме того, можно отметить, что во всех случаях, независимо от типа работающего высоковакуумного насоса, общее давление в вакуумном объеме агрегата определяется парциальным давлением трех компонентов: 1, 18, 28. Парциальные давления выше 55 а.е.м вносят незначительный вклад в общее давление внутри вакуумного объема агрегата.

2. При откачке турбомолекулярным насосом на общее давление внутри вакуумного объема агрегата наибольшее влияние оказывают парциальные давления иона водорода (1 а.е.м.) и паров воды (18 а.е.м.). Как видно из графиков, пары воды эффективно откачивает криоадсорбционный насос. При этом определяющим фактором на общее давление внутри вакуумного объема при откачке криоадсорбционным насосом является парциальное давление иона водорода. Для магниторазрядного насоса после откачки паров воды криоадсорбционым насосом, определяющим фактором, влияющим на общее давление внутри вакуумного объема агрегата, также является парциальное давление иона водорода.

3. Турбомолекулярный и криоадсорбционный насосы совместно обеспечили минимальное давление внутри откачной трубы агрегата 1,1·10⁻⁸ торр, хотя перед началом исследований предполагалось, что совместная работа трех высоковакуумных насосов обеспечит наилучший вакуум.

Таким образом, при наземных испытаниях бортовой аппаратуры наиболее эффективно обеспечивать высокий вакуум внутри криовакуумных систем, совместно используя турбомолекулярный и криоадсорбционный насосы с периодической работой магниторазрядного насоса.

Литература

- [1] Розанов Л Н 2012 Вакуумное технологическое оборудование 435
- [2] Гаврилов А В, Саликеев С И, Бурмистров А В, Гимадиев И Ш, Свидетелев А Н 2014 Стенд для исследования масс-спектра остаточного газа безмасляных вакуумных насосов и агрегатов. Вестник Казанского технологического университета m.17 12 129-31
- [3] Соколов А Н, Розанов Л Н, Щедринский М З, Бебяков В М, Сухарев К Н Синькова В А Колдыба А И 2020 Многофункциональный высоковакуумный агрегат для криовакуумных систем космического применения. Текущий сборник



Памяти товарища – Барышников Валентин Иванович

31 января 1939 г. – май 2020 г.

На 82 году ушел из жизни Валентин Иванович Барышников...

Валентин Иванович проработал в ракетно-космической отрасли 62 года. Трудовой путь он начал сразу после школьной скамьи. Поступив в 16 лет на завод имени М.В. Хруничева учеником слесаря-сборщика, прошел путь до ведущего инженера. Освоив много профессий на заводе, встал у истоков развития технологии контроля герметичности в ракетно-космической отрасли.

В начале шестидесятых годов завод им М.В. Хруничева, где трудился молодой руководитель группы по проверке систем связи самолетов Барышников, был переориентирован с производства дальних стратегических бомбардировщиков М-4, 3-М и опередившего своё время сверхзвуковой самолет М-50 конструкции В.М. Мясищева на освоение и выпуск ракет УР-100 и УР-200. Условия эксплуатации новой продукции требовали сохранения качества ракет на длительном боевом дежурстве в заправленном состоянии, что повлекло за собой повышенные требования к герметичности их систем.

На заводе была создана лаборатория гелиевых испытаний, возглавляемая талантливым конструктором А.С. Толченовым. Ведущий инженер В.И. Барышников стал научным руководителем инженеров лаборатории. Совместная работа конструктора и учёного быстро принесла свои плоды. Было разработано и внедрено большое количество устройств и оснастки, позволяющих с успехом применять новые методы гелиевых испытаний.

Одним из серьёзнейших достижений завода явилось внедрение больших вакуумных камер, позволяющих производить контроль суммарной негерметичности баков и ступеней ракет с высокой степенью чувствительности 1·10⁻⁵ л·мкм рт.ст./с, что позволило проводить испытания в короткие сроки и с высоким качеством. Данная работа велась при личном научном сопровождении Валентина Ивановича и является его заслугой.

При непосредственном участии Валентина Ивановича были разработаны инструкции, по применению методов гелиевых испытаний, которые легли в основу не только технологических процессов завода, но и основополагающих документов отрасли.

В.И. Барышников принимал непосредственное участие в отработке и выпуске изделий «Протон», орбитальных пилотируемых станций «Алмаз», «Салют», модулей станции «Мир».

В 2015 году Валентин Иванович перешел на работу во ФГУП НПО «Техномаш». Активно включился в работу по внедрению новых течеискателей и созданию новых руководящих документов. Начал активно налаживать контакты со смежными институтами. Охотно делился опытом с молодыми специалистами, поддерживал своей мудростью и советом. Был требователен в части честности к работе и не допускал слабости и поблажек в части отношения к технике и нашим знаниям.

Валентин Иванович заслужил уважение всего коллектива, как наставника, так и друга....

Друзья, коллеги ФГУП «НПО «Техномаш», ГКНПЦ им. М.В. Хруничева