Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А. Векшинского

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

АО «Вакуумммаш»

Московский физико-технический институт

Российский союз научных и инженерных объединений

ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА

Материалы
XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов
Крым, Судак, 2018, 16 – 22 сентября

ББК 31.77
В 14
УДК 621.52

В 14 **«Вакуумная наука и техника»** Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2018 – 371 с.

Сборник рассчитан на специалистов в области вакуумной техники, криогенной техники и нанотехнологии. Опубликованные материалы особенно полезны молодым ученым, аспирантам и студентам старших курсов, специализирующимся в указанных направлениях.

Издание осуществлено с авторских оригиналов.
Ответственность за предоставление недостоверной информации, сохранение корпоративной и государственной тайны несут авторы публикаций.

ОРГКОМИТЕТ КОНФЕРЕНЦИИ

СОПРЕДСЕДАТЕЛИ

А.С. Бугаев	Академик
С.Б. Нестеров	Президент Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского

ЧЛЕНЫ ОРГКОМИТЕТА

А.Н. Алексеев	Генеральный директор компании ЗАО «НТО»
В.А. Аляев	Проректор КНИТУ
А.С. Багдасарян	Консультант генерального директора ФГУП НИИР
Е.В. Беляева	Специалист по научно-технической информации РНТВО им. академика С.А. Векшинского
А.Ф. Белянин	Руководитель научных программ ОАО ЦНИТИ «Техномаш»
В.П. Борисов	Главный научный сотрудник ИИЕТ им. С.И. Вавилова РАН
А.В. Бурмистров	Декан КНИТУ
С.А. Бушин	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
Д.В. Быков	Почетный Председатель Совета РНТВО
Ю.В. Гуляев	Академик, член Президиума РАН, Президент Российского союза научных и инженерных общественных объединений
К.Е.Демихов	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
С.П. Друкаренко	Первый вице-президент Международного союза научных и инженерных общественных объединений
В.М.Елинсон	Профессор НИУ «МАИ»
О.И.Зайцева	Директор выставки вакуумного оборудования ВакуумТехЭкспо 2018
А.Е.Зарвин	Заведующий отделом прикладной физики НГУ
Г.Н. Иванова	Секретарь РНТВО им. академика С.А. Векшинского
В.Н. Ильин	Главный технолог НПП «ГИКОМ»
Е.Н. Капустин	Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
Л.Л. Колесник	Ученый секретарь РНТВО им. академика С.А. Векшинского
М.А. Колесник	Ответственный секретарь конференции
И.П. Ли	Директор НТЦ ОАО «Плутон»
П.П. Мальцев	Научный руководитель ИСВЧПЭ РАН
В.П.Марин	Академик
В.В. Одиноков	Заместитель генерального директора ОАО «НИИТМ»
Ю.В.Панфилов	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
А.К.Ребров	Академик
Л.Н.Розанов	Профессор СПбГПУ
А.С.Слепокуров	Президент научно-технического союза Крыма
Ю.В. Цветков	Академик
Е.П. Шешин	Профессор МФТИ

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», г.Казань, Республика Татарстан
АО «Криогенмонтаж», г.Москва
АО «НПО им.С.А.Лавочкина», г.Химки, Московская область
АО «НПП «Исток» им. Шокина», г. Фрязино, Московская область
АО «НПП «Торий», г. Москва
АО «Плутон», г. Москва
Высшая школа экономики (НИУ), г. Москва
ВЭИ – филиал РФЯЦ ФГУП ВНИИТФ им. Забабахина Е.И.
ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ», г.Москва
Институт прикладной физики РАН, г. Нижний Новгород
Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г.Москва
Институт физики твердого тела РАН, г.Черноголовка, Московская область
ИРЭ РАН, г. Фрязино, Московская область
ЗАО «Интек Аналитика», г.Санкт-Петербург
Калужский филиал МГТУ им.Н.Э.Баумана, г. Калуга
МГТУ им. Н.Э.Баумана (НИУ), г. Москва
МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва
МИРЭА, г.Москва
Мордовский государственный университет им. Н.П.Огарева, г.Саранск, Республика Мордовия
Московский авиационный институт (НИУ), г.Москва
Московский физико-технический институт, г.Долгопрудный, Московская область
МПГУ, г. Москва
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына МГУ им. М.В. Ломоносова, г. Москва
НТК «Криогенная техника», г.Омск
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск
НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи», г.Москва
ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», г.Москва, Зеленоград
ОАО ЦНИТИ «Техномаш», г. Москва
ООО «Миллаб», г.Москва
ООО «Инновации», г.Москва
ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ» г.Москва
ООО «Сконтел», г. Москва
Поволжский государственный технологический университет, г.Йошкар-Ола
РНТВО им. С.А.Векшинского, г. Москва
Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., г. Саратов
ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет» (МИФИ), г.Москва
ФГБОУ ВО «КНИТУ», г.Казань, Республика Татарстан
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН , г. Москва
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», г.Москва
Центральный научно-исследовательский радиотехнический институт им.академика А.И. Берга, г. Москва

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ……... 9

ПОЗДРАВЛЕНИЯ……. 10

Е.Н. Капустин. Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет. Очерки истории. Часть 1… 12

Ю.В. Панфилов, С.В.Сидорова, С.Б.Нестеров. Online-курс по вакуумной технике и технологии… 26

С. Б. Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2018». 33

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ……... 42

В.О. Ревазов, С.Г. Давыдов, А.Н. Долгов, А.С.Каторов, Р.Х.Якубов. Управление временными параметрами малогабаритного вакуумного разрядника с лазерным поджигом 42

С.Г. Давыдов, А.Н. Долгов, А.В. Корнеев, А.А.Пшеничный, Р.Х. Якубов. Особенности формирования проводящей среды в вакууме плазменным факелом…….. 46

А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С. Яскин, К.А.Дубровин, В.Э.Художитков, С.Т.Чиненов. Модельные экспериментальные исследования одиночных и блочных сверхзвуковых струй 52

Е.К. Казенас, Ю.В. Цветков, М.Н. Есаулов, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова, О.А. Овчинникова, Н.А. Андреева, Т.Н. Пенкина, В.Б. Смирнова, А.А. Фомина. Энтальпии атомизации и образование газообразных нитридов (обзор)……. 59

Н.А. Завольский, Е.В. Иляков, Ю.К. Калынов, И.С. Кулагин, А.С. Шевченко. Селекция мод в гиротроне на второй гармонике гирочастоты с помощью продольных дроссельных канавок 61

Е.В. Иляков, И.С. Кулагин, В.Е. Нечаев, А.С. Шевченко. Наблюдение СВЧ излучения, генерируемого электронами одностороннего мультипакторного разряда…….. 65

В.Б.Ефимов. Формирование и распад вихревой системы в сверхтекучем гелии…… 70

Д.С. Лосенко, А.Б. Соколов. Исследование поджига и напряжения горения вакуумного дугового разряда в двухэлектродной системе…… 75

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА……. 76

С.А. Бушин, С.С. Галкин, А.И. Ядровский. Результаты исследований газопроницаемости, газовыделения и герметичности алюмокерамических оболочек…… 76

Е.А. Деулин, В.П. Михайлов, Р.О. Емельяненко. Динамические характеристики вакуумной системы для диагностики отказов механизмов…….. 81

С.А. Вашин, Г.Ф. Корепин, Н.Н. Климова, Д.Н. Петрашева. Применение встроенного магнитного электроразрядного насоса в процессе откачки ЭВП……. 87

Р. О. Емельяненко, Е. Р. Тютюкин, Е.А. Деулин. Предсказание отказов вакуумных механизмов по параметру рабочее давление…….. 92

А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Тюрин. Расширение диапазона рабочих давлений насоса типа Рутс……. 97

Д.М. Фомин, А.А. Чернышенко. Перспективы развития и основная проблематика создания эталонной базы единицы потока газа в вакууме в РФ……... 100

В.Н. Горобей, Е.К. Израилов. Современный прецизионный манометр низких абсолютных давлений с расширенным диапазоном измерений……. 103

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ…….. 109

В.В. Одиноков. Перспективные вакуумно-плазменные процессы и экспериментальное оборудование …… 109

А.М. Базиненков, И.В. Макеев, Д.А. Иванова, А.П. Ротарь. Исследование частотных характеристик актюаторов на основе магнитореологических эластомеров платформы активной виброизоляции для прецизионного вакуумного оборудования…….. 122

И.Н. Куликов, Л.Л. Колесник. Исследование эффективности кластерного оборудования с использованием имитационных моделей…… 126

П.О. Предтеченский, Д.А. Коротченко. Установка вакуумного нанесения тонких пленок для исследования на АСМ…… 129

Я.Г. Рыбальченко, А.Д. Павленко, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев. Установка обработки плазмой низкого давления MPCOne…… 132

Л.Л.Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зау Пхо Аунг, Мьо Мин Латт. Влияние технологического развития на повышение адгезионной прочности металлических тонкопленочных покрытий на керамические подложки оксида алюминия…… 138

В.С.Мачикин. Системы питания ВЧ-напряжением для вакуумно-технологического оборудования……. 144

О.В. Огнев, С.П. Бычков. Модульная вакуумно-термическая установка……. 151

СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ…….. 156

А.И.Беликов, Чжо Зин Пьо, До Тхи Ньян. Особенности АСМ-исследований тонких пленок MoS_2, формируемых распылением катодной мишени в вакууме…… 156

Аунг Чжо Чжо, В.С.Зайончковский, Н.С.Перов, И.М. Миляев. Многослойная тонкая пленка для продольного магнитного смещения магниторезистивных преобразователей…. 160

А.Ф. Белянин, В.В. Борисов, А.С. Багдасарян, Г.В. Чучева, Б.В. Хлопов. Нанокомпозиты и слоистые структуры: опаловые матрицы – металлы…… 165

А.Ф. Белянин, С.А. Налимов, В.В. Борисов, А.И. Юрин, Д.Е. Шашин, С.А. Багдасарян. Влияние отжига на строение пленок ZnO, выращенных магнетронным распылением……. 170

С. А. Дубинин, С.В. Сидорова. Получение тонкопленочных покрытий AlN методом дугового осаждения в вакууме и исследование их свойств…….. 176

А. А. Исаева, М. А. Пронин, С. В. Сидорова. Стенд контроля начальных стадий роста металлических островковых тонких пленок и наноструктур и отработка режимов их формирования……. 181

А. Д.Купцов, С. В. Сидорова. Металлические тонкопленочные покрытия для солнечных панелей…… 187

Н.А. Смоланов. О роли токовых слоев в плазме дугового разряда при образовании фрактальных агрегатов…….. 192

Е. А. Севрюгина, С. В. Сидорова. Микрофлюидные чипы: перспективы, проблемы, материалы и исследования…… 197

Б.В. Хлопов, Ю.С. Бондарев, В.С. Самойлова. Магнитный рельеф и характеристики нано-композитных мультиферроидных материалов на основе опаловой матрицы и металлов…. 202

В.А. Дюбанов, Д.А. Езенкова, К.В. Мозер, Е.В.Панфилова. Исследование процесса получения фотоннокристаллических пленок методом электрофореза…… 207

Р.М. Жуков, А.Р. Ибрагимов, Е.В.Панфилова. Оптимизация процесса получения фотоннокристаллических масок для наносферной литографии…….. 212

Е.Н. Галаганова, Е.В. Панфилова, В.В. Роменская. Исследование процесса формирования композиции функциональных и жертвенных тонкопленочных слоев……. 218

Д.Д. Васильев, Е.И. Малеванная, К.М. Моисеев. Исследование скорости осаждения ультратонких сверхпроводящих пленок WSi при варьировании энергии частиц осаждаемого материала…… 221

Т.Г.Константинова, М.Ю.Акишин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев, Ф.И.Золотов, К.В.Смирнов. Исследование характеристик ультратонких сверхпроводящих пленок WSi 228

Е.И. Малеванная, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев. Исследование зависимости скорости травления сверхпроводящих покрытий WSi от напряжения на сеточном источнике ионов 234

Е.В.Зикий, С.П.Бычков. Эффективные тонкоплёночные фотоэлектрические преобразователи……. 239

СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС….. 244

А.Ю. Кочетков, Е.В. Шеметова. Определение возможности использования теплоприёмников суммарного теплового потока ФОА 020 при проведении тепловакуумных испытаний в термовакуумной камере…… 244

Е.В. Жировов, В.А. Кобзев, О.Е. Чубаров, А.В. Ципун. Повышение чувствительности масс-спектрометрического метода течеискания способом «щупа»……... 248

В.В.Веденеев, Л.К.Куцый, Е.В.Жировов, В.А.Кобзев, К.В.Сметанин. Вакуумные испытания и вакуумирование резервуара сферического криогенного типа РС -1400/0,4 (объём теплоизоляционной полости – 700м^3) из состава ракетного космического комплекса «Ангара», космодром Плесецк, Архангельской области…… 251

СЕКЦИЯ 6. БИОМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ…… 260

И.П. Гришина, А.В. Лясникова, С.В. Телегин, О.А. Дударева, О.А. Маркелова. Перспективы применения лазерной модификации поверхности при создании прогнозируемого микрорельефа под плазменное напыление покрытий…… 260

А.В. Лясникова, В.Н. Лясников, О.А. Дударева, И.П. Гришина, О.А. Маркелова. Перспективы применения замещенных фторгидроксиапатитовых порошков в качестве основы покрытий внутрикостных имплантатов……. 262

А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, Ю.Г. Богданова. Исследование поверхностных характеристик углеродных плёнок, полученных при помощи НЧ плазматрона атмосферного давления в матричном режиме нанесения…….. 265

В.М. Елинсон, П.А. Щур, А.Н. Лямин. Параметры рельефа наноструктурированных фторуглеродных барьерных слоев, сформированных из газовой смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$, на поверхности ПЭТФ…… 272

В.М. Елинсон, В.И.Кузькин. Исследование параметров топологии поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированной в плазмообразующей смеси $C_6H_{12} – CF_{4...}$ 276

П.О. Предтеченский. Технология изготовления коаксиальной иглы для системы автоматизированной пункции сосудов…… 282

СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ……. 285

В.Н. Ильин, Е.В. Демидов, А.А. Корнюхин, П.А. Кругленя, А.В. Крылов, О.Ю. Масленников. Подогреватель торцевых металлопористых катодов……. 285

С.В. Королев. К вопросу о несостоятельности с математической точки зрения традиционного метода определения эмиссионной неоднородности из результатов эмиссионных испытаний…. 287

Т.М. Сапронова, К.Н. Ульянов. Теория высоковольтного тлеющего разряда с полым анодом…… 293

В.А.Смирнов, В.И. Кочнев, А.В. Коннов, Е.П. Шешин. Исследование автоэмиссионных активированных катодов…….. 298

И.Ф.Ханбеков, И.П.Ли, В.С.Петров,А.А. Полунина, Д.Н.Локтев, А.В.Глущенков. Влияние акустических колебаний УЗ диапазона на скорость обезгаживания материалов в производстве электровакуумных приборов…… 303

Л.Н.Вин, Е.П.Шешин, З.Я.Лвин, Н.Ч. Чжо, З.Н.Аунг .Флуктуация автоэмиссионного тока из углеродных волокон…….. 308

В.И. Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко. Комплексная методика контролякачества материалов катодов СВЧ приборов……. 313

В.И.Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов. Физический механизм отклонения термоэмиссии катодов от закона Шоттки……. 319

В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко. Методика контроля параметров автоэлектронной эмиссии катодов магнетронов с холодным запуском…….. 324

В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко, В.И.Свитов. Влияние микропримесей на электронную структуру оксида бария……. 329

Физический механизм работы палладий-бариевых материалов катодов СВЧ приборов. *В.И.Капустин, И.П. Ли,А.В.Шуманов, С.О.Москаленко, А.А.Буш, Ю.Ю.Лебединский…….* 335

Кристаллическая и электронная структура компонентов палладий-бариевых катодных материалов. *В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко, А.А.Буш, Ю.Ю.Лебединский*…… 340

СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ…….. 346

С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева. Памятные даты в истории развития вакуумной техники…… 346

С.Б. Нестеров, Е.В.Беляева. Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2017-2018)…….. 347

С.Б. Нестеров. Сортавальская ода……... 350

Гимн российских вакуумщиков…… 353

ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ…… 354

АО «Интек Аналитика»…… 354

ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ»…… 356

Д.М. Степашков, В.С. Феофанов. Новые технологии в зарубежной вакуумной технике…. 357

ПОЗДРАВЛЯЕМ ЮБИЛЯРОВ…… 364

Курбатов Олег Константинович……... 364

Профессору Деулину Евгению Алексеевичу 80 лет…… 366

Алексей Кузьмич Ребров……. 367

Авторский указатель……. 369

Предисловие

В настоящем томе публикуются материалы юбилейной XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника».

Основные направления работы конференции:

- физические явления в вакууме;
- вакуумные системы и устройства. Расчет и моделирование вакуумных систем и технологических процессов;
- специальное технологическое оборудование;
- тонкопленочные покрытия и наноструктуры;
- вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс;
- биомедицинские технологии;
- эмиссионные процессы и источники заряженных частиц в приборах и устройствах;
- история вакуумной техники.

В труды еонференции включено 73 материала 166 авторов, представляющих 41 организацию из 15 городов РФ.

Приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии, появившихся в 2017 – 2018 гг.

В период с 1994 по 2018 гг. под эгидой Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского было организовано и проведено 25 конференций «Вакуумная наука и техника». Они проходили в Подмосковье (1994 г.), Гурзуфе (1995-1999 гг.), Судаке (2000-2005, 2011, 2012, 2015-2018 гг.), Адлере (2006, 2007, 2009, 2010 гг.), Дагомысе (2008 г.), Гаспре (2013 г.), Феодосии (2014 г.).

Нынешняя XXV-я конференция является юбилейной. 75 лет назад в 1943 г. было создано предприятие АО «Вакууммаш», являющееся сегодня головным в России в области производства вакуумного оборудования.

Этим событиям мы посвящаем нашу конференцию.

Благодарим за спонсорскую помощь следующие организации:

- ЗАО «Интек Аналитика»
- ООО «МИЛЛАБ»
- ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ»

ПОЗДРАВЛЕНИЯ

РОССИИСКИИ СОЮЗ НАУЧНЫХ И ИНЖЕНЕРНЫХ ОБЩЕСТВЕННЫХ ОБЪЕДИНЕНИЙ

КООРДИНАЦИОННЫЙ СОВЕТ

119034, г. Москва, Курсовой пер., д.17, стр.1
Для телеграмм МОСКВА-ТЕХНИКА

Т/факс: (495)695-16-36
E-mail: rusea@front.ru
http://www.rusea.info

09.08.2018 № 40-КС На № _____ от _____

Участникам XXV научно-технической
конференции «Вакуумная наука и техника»

Уважаемые коллеги!

От имени Российского Союза научных и инженерных общественных объединений сердечно приветствуем Вас, участников XXV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника».

Четверть века конференция выступает как авторитетная дискуссионная площадка, призванная обеспечить возможность обмена мнениями по самому широкому спектру актуальных вопросов, а также помогает в обмене опытом.

Надеемся, что сегодня пройдут яркие и открытые дискуссии, состоится творческий, полезный обмен мнениями по самым разным вопросам. Ведь именно от Вас, от Вашей инициативы, творческого заинтересованного участия во многом зависит успешное, инновационное развитие национальной экономики, укрепление индустриальной, технологической базы страны, лидерские позиции нашего государства в мире.

Желаем Вам успешной, плодотворной работы и всего наилучшего!

Президент РосСНИО,
академик РАН Ю.В.Гуляев

Вице-президент,
первый секретарь РосСНИО С.П.Друкаренко

Дорогие друзья!

Сердечно поздравляю вас с 25-летним юбилеем! Успехи отечественной космонавтики во многом зависят от ваших достижений. С удовольствием посетил выставку вакуумного оборудования "ВакуумТехЭкспо 2018". Желаю новых свершений.

Летчик-космонавт РФ Александр Калери

Уважаемые коллеги!

Поздравляю вас с 25-летием проведения научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» !

Желаю вам крепкого здоровья, новых творческих успехов и талантливых воспитанников!

Почетный председатель совета РНТВО Д.В.Быков

Уважаемые участники Российской научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника».

Дорогие друзья!

Проведение конференции в 25 раз – это результат большого желания, упорства, верности вакуумной науке и техники всех участников. Уникальность конференции состоит не только в том, что она является единственной в России в своем формате, но и в том, что, как правило, проводилась без внешней материальной поддержки, на средства участников.

Поздравляю вас с этим замечательным событием.

Желаю крепкого здоровья, оптимизма, удачи.

Надеюсь, что впереди нас ожидает еще много конференций – источников научных идей, энтузиазма и дружбы.

Искренне ваш,
участник 21 конференции, доктор технических наук А.Б. Соколов.

Дорогие участники научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника»!

Поздравляю вас с 25-летием проведения научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника»!

С удовольствием вспоминаю годы нашей совместной работы.

С пожеланием успехов, Титкова Надежда Сергеевна

Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет. Очерки истории. Часть 1.

Е.Н. Капустин
Казань, АО «Вакууммаш», ул.Тульская, 58
E-mail: kazan@vacma.ru

Статья посвящена истории АО «Вакууммаш», являющимся одним из ведущих предприятий по разработке и выпуску вакуумной техники. Описаны основные вехи создания предприятия, приведены копии исторических документов, отражающих основные этапы развития.

Joint Stock company "Vakuummash" is 75 years old. The history of the company. E.N.Kapustin*.The article is devoted to the history of JSC "Vacuummash", one of the leading enterprises in development and production of vacuum equipment. The main milestones of the enterprise creation are described, the copies of the historical documents reflecting the main stages of development are specified.*

В 2018 году Акционерному обществу «Вакууммаш» исполняется 75 лет. И мы начинаем цикл очерков истории о создании, развитии, реализованных и новых проектах, стратегии развития Вакууммаша. Некоторые очерки мы опубликуем в сборниках статей на конференциях, некоторые Вы сможете прочитать на нашей странице в интернете.

Первый очерк посвящён основным вехам в жизни завода. Нам удалось разыскать очень много исторических документов, копии которых Вы увидите в этой обзорной статье.

Свою историю Вакууммаш ведёт от постановления ЦК ВКП (б) от 14 ноября 1943 года. Предприятие было основано, как и многие советские предприятия, в годы войны, в 1943 году, как завод по ремонту моторов и производству запчастей для тракторов.

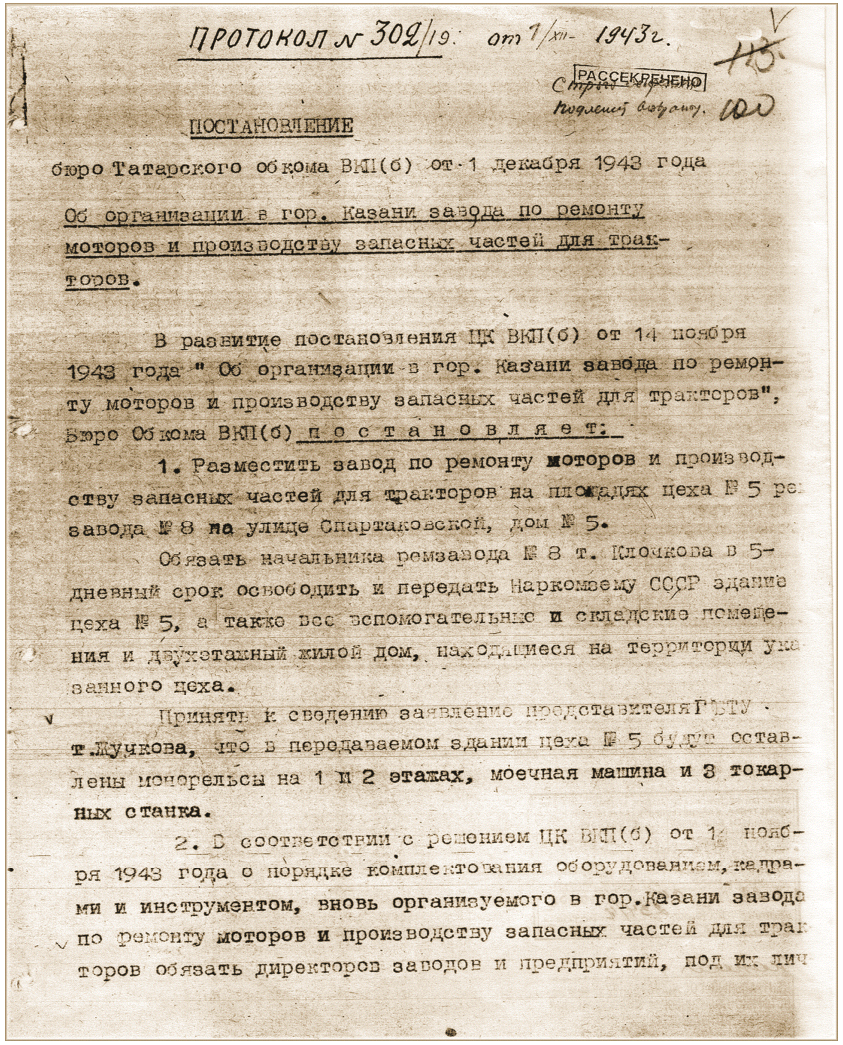
В Национальном архиве Республики Татарстан хранится постановление бюро татарского обкома ЦК ВКП (б) от 01 декабря 1943 года, принятого в развитие постановления ЦК ВКП (б), в котором очень подробно расписаны шаги по созданию нового предприятия. Сегодня некоторые моменты Постановления и его приложений вызывают улыбку – ведь планировалось всё, не только количество необходимых сотрудников и оборудования, но и количество мётел, валенок, рукавиц и т.д. Но тогда это был вопрос жизни и для того, чтобы новый завод заработал в течение 2-х месяцев требовалась жесточайшая дисциплина. Шла война, фронту требовалось продовольствие. Техники катастрофически не хватало. Поэтому новый завод с первых дней своей работы стал важнейшим звеном в работе сельского хозяйства Татарстана.

И новый коллектив с честью справился с поставленными задачами. Со временем к заводу присоединяли и другие ремонтные сельхозпредприятия, расширялся круг задач. Кроме ремонта тракторов и производства запчастей завод начал производить столь необходимую сельскохозяйственную технику – кусторезы, картофелекопалки и даже дизельные электростанции.

Таким образом, первые 15 лет своего существования Вакууммаш занимался совсем другими задачами и даже некоторое время назывался Казанским заводом сельскохозяйственного машиностроения Татсовнархоза.

Однако, страна развивалась, необходимо было решать совершенно новые задачи – развивать атомную промышленности, космическую отрасль. Сегодня уже невозможно сказать почему выбор в решении сложнейшей задачи по разработке и освоении совершенно новой продукции –

вакуумной техники выпал на наш завод. Возможно это были успехи в хозяйственной деятельности, сильная конструкторская служба или что-то ещё.



ПРОТОКОЛ № 302/19. от 1/XII- 1943г.

РАССЕКРЕЧЕНО

ПОСТАНОВЛЕНИЕ

бюро Татарского обкома ВКП(б) от 1 декабря 1943 года

Об организации в гор. Казани завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов.

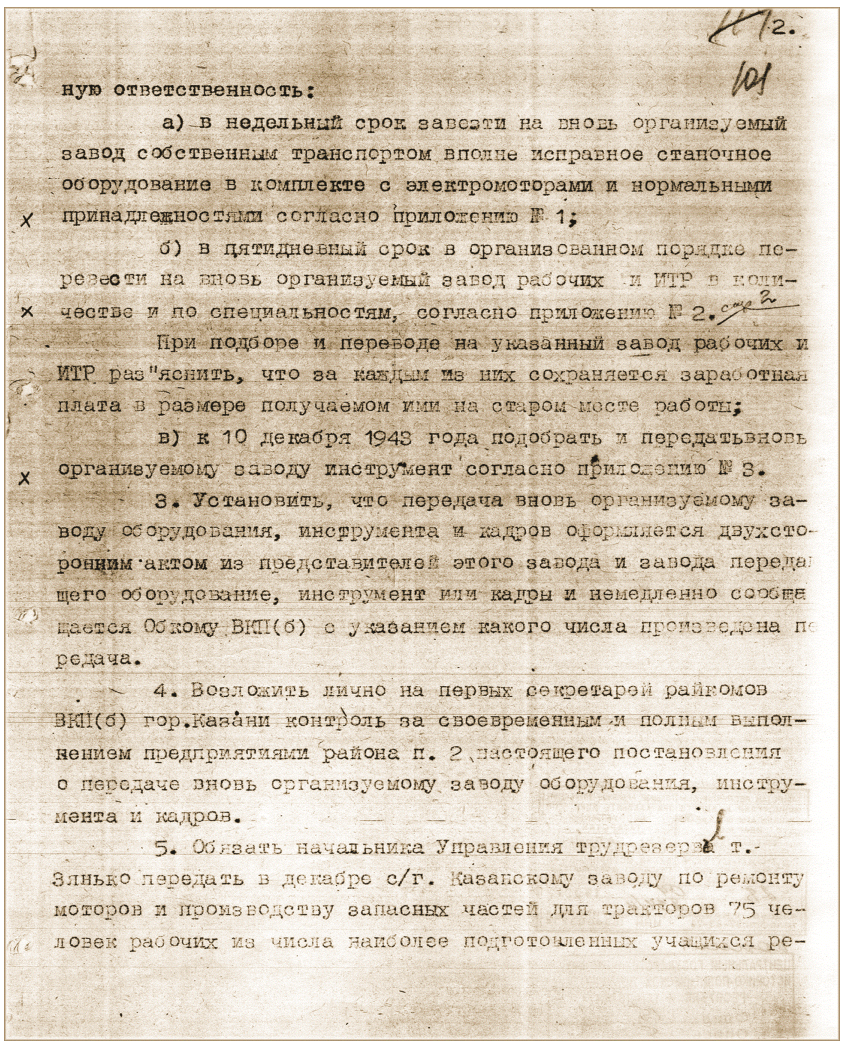
В развитие постановления ЦК ВКП(б) от 14 ноября 1943 года " Об организации в гор. Казани завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов", Бюро Обкома ВКП(б) п о с т а н о в л я е т:

1. Разместить завод по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов на площадях цеха № 5 ре завода № 8 на улице Спартаковской, дом № 5.

Обязать начальника ремзавода № 8 т. Клочкова в 5-дневный срок освободить и передать Наркомзему СССР здание цеха № 5, а также все вспомогательные и складские помещения и двухэтажный жилой дом, находящиеся на территории указанного цеха.

Принять к сведению заявление представителя ГУТУ т.Жучкова, что в передаваемом здании цеха № 5 будут оставлены монорельсы на 1 и 2 этажах, моечная машина и 3 токарных станка.

2. В соответствии с решением ЦК ВКП(б) от 1[illegible] ноября 1943 года о порядке комплектования оборудованием, кадрами и инструментом, вновь организуемого в гор.Казани завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов обязать директоров заводов и предприятий, под их лич



ную ответственность:

а) в недельный срок завезти на вновь организуемый завод собственным транспортом вполне исправное станочное оборудование в комплекте с электромоторами и нормальными принадлежностями согласно приложению № 1;

б) в пятидневный срок в организованном порядке перевести на вновь организуемый завод рабочих и ИТР в количестве и по специальностям, согласно приложению № 2.

При подборе и переводе на указанный завод рабочих и ИТР раз"яснить, что за каждым из них сохраняется заработная плата в размере получаемом ими на старом месте работы;

в) к 10 декабря 1943 года подобрать и передать вновь организуемому заводу инструмент согласно приложению № 3.

3. Установить, что передача вновь организуемому заводу оборудования, инструмента и кадров оформляется двухсторонним актом из представителей этого завода и завода передающего оборудование, инструмент или кадры и немедленно сообщается Обкому ВКП(б) с указанием какого числа произведена передача.

4. Возложить лично на первых секретарей райкомов ВКП(б) гор.Казани контроль за своевременным и полным выполнением предприятиями района п. 2 настоящего постановления о передаче вновь организуемому заводу оборудования, инструмента и кадров.

5. Обязать начальника Управления трудрезерва т. Зинько передать в декабре с/г. Казанскому заводу по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов 75 человек рабочих из числа наиболее подготовленных учащихся ре-

28) для организации моторремонтного завода создать комиссию в составе:

1. Ярошков - зам.секретаря Обкома -председатель комиссии.
2. Якушев - зам.председателя СНК ТАССР -
3. Треньков - секретарь Казанского ГК ВКП(б).

Предоставить комиссии право решения от имени СНК ТАССР и Обкома ВКП(б) всех вопросов, связанных с организацией завода. Решение комиссии считать обязательным для руководителей предприятий и учреждений.

V на Казанском заводе по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов.

27. Возложить на т.т. Яровикова и Грибкова персональную ответственность за обеспечение ввода в эксплоатацию завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов в сроки установленные ЦК ВКП(б).-

Секретарь Татарского Обкома ВКП(б) (НИКИТИН)

Отп.3-экз.
п.е.

ста и 50 человек ОСМУ-12 по строительству помещения бывшей артели "Алга".

21. Обязать "Главнабдес" тов. Гохман, поставить Стройтресту № 14 до 10 декабря 20 вагонов лесоматериалов за счет вагонной нормы Главнаблеса.

22. Обязать Центроэлектромонтаж Наркомстроя т. Смирнова выполнить все электромонтажные работы на Казанском заводе Наркомзема СССР, а также выполнить всю проектную документацию, обеспечивающие пуск завода в установленные сроки.

23. Обязать Советпромстрой Наркомстроя выполнить все специальные работы по сооружению печей на Казанском заводе Наркомзема СССР, в сроки согласованные с заводом.

24. Обязать Татпроект т. Мухудинова выполнить все проектные работы строительной и санитехнической части Казанского завода Наркомзема СССР в сроки согласованные с заводом.

25. Для оказания практической помощи, вновь организуемому заводу по ремонту моторов и производству запасных частей прикрепить к отдельным участкам завода на период организации следующие предприятия города:

- Завод № 16 - к моторомонтн. цеху
- Завод № 22 - к механическому цеху
- Завод М44 - к кузнечно-термическому цеху
- Завод № 40 - к литейному цеху
- Завод № 230 - к инструментальному цеху

26. Просить ЦК ВКП(б) разрешить установить должность освобожденного секретаря парторганизации

Самое интересное, что Вакууммаша в сегодняшнем виде могло и не быть. Ведь годом ранее, в 1958 году было принято Постановление ЦК КПСС и Совета Министров СССР № 795 о создания завода вакуумных насосов и диффузионных вакуумных агрегатов в Мордовии, в Саранске. Однако там с поставленной задачей не справились и выбор пал на Казанский завод сельскохозяйственного машиностроения. Так в соответствии с Постановлениями Совета Министров РСФСР № 126-132 от 30 июня 1959 года и СОВНАРХОЗА Татарского экономического административного района № П-175сс от 13 августа 1959 года в Казани началось создание новой отрасли народного хозяйства – вакуумного машиностроения. Задача ставилась сложнейшая – буквально в течение нескольких месяцев перейти на выпуск принципиально новой продукции. Причём вызывает восхищение тот факт, что уже тогда ставилась задача разработки и выпуска самой широкой номенклатуры вакуумных насосов, включая сверхвысоковакуумные, вакуумной арматуры и вакуумных установок. И коллектив завода с честью справился с поставленной задачей.

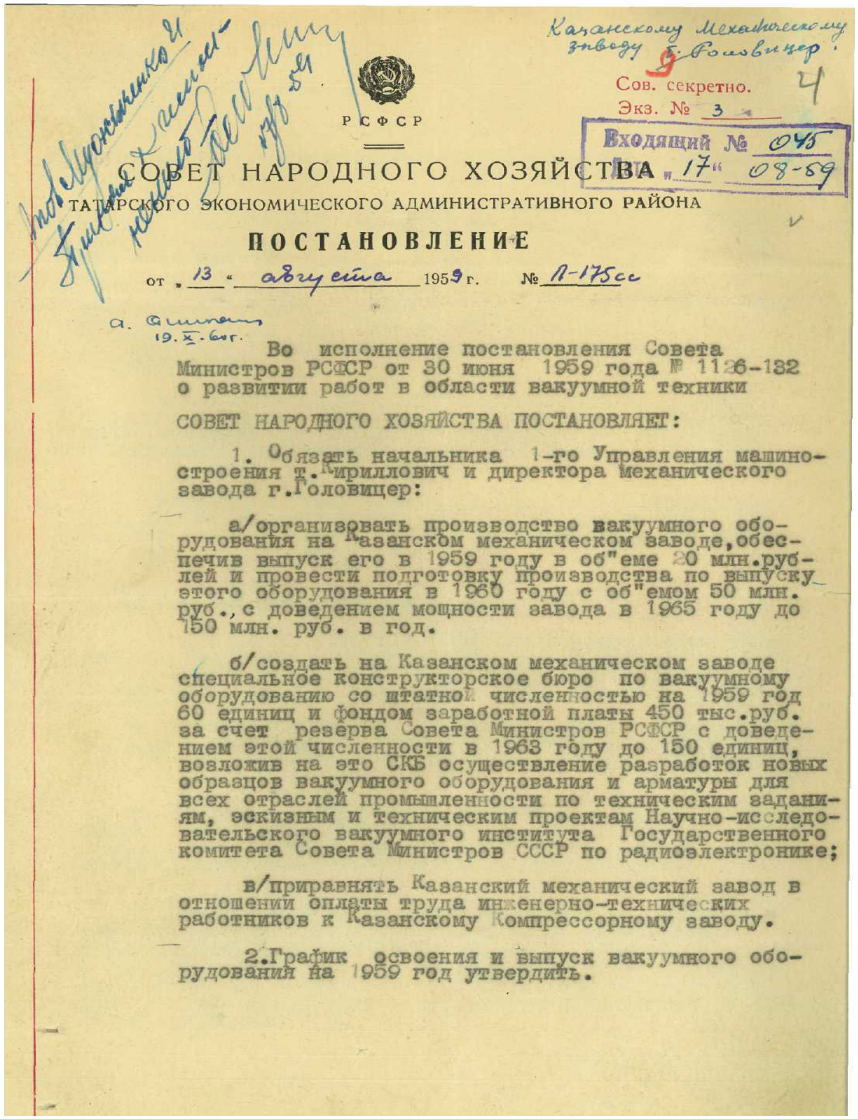
Конечно, новые задачи требовали шефской помощи более опытных товарищей. В архиве сохранилась копия письма академика Векшинского С.А. У Сергея Аркадьевича вызывал опасение предыдущий неудачный опыт создания нового производства в других городах. А самое главное, в своём письме, он уже тогда задавал высочайшие стандарты работы, отмечал отличия именно вакуумного машиностроения от других родственных отраслей, и тем самым закладывал основы современных подходов к разработке и производству вакуумной техники. Уже тогда ему были понятны широчайшие перспективы применения вакуумной техники в различных отраслях народного хозяйства. А самое главное – в качестве ориентира и главных конкурентов он отмечал ведущие зарубежные компании, поднимая требования к новой вакуумной технике, которая должна была выпускаться на заводе на самый высокий конкурентный уровень. Всё это дало колоссальный импульс для развития завода.

Изучая исторические документы, нельзя не отметить комплексный подход советского правительства к решению сложнейших задач. Ведь понятно, что создания одного лишь завода, производства недостаточно для начала выпуска нового оборудования. Нужны новые знания, новые разработки, а значит и новые кадры. Поэтому одновременно с заводом было создано Специальное конструкторское бюро по вакуумному оборудованию, которое много раз реформировалось, развивалось вместе с заводом и все советские годы оставалось ведущим отраслевым институтом, разрабатывающим вакуумную технику для всех отраслей промышленности. Позднее СКБ (затем ЦКБ ВТ, СКБ «Электрофизприбор», НИИВакууммаш) вошёл в состав Вакууммаша и стал ядром конструкторской службы завода. Кроме того, чуть позже была открыта новая специальность и организована кафедра «Вакуумная техника электрофизических установок» в Технологическом институте (сегодня это Казанский национальный исследовательский университет). Кафедра стала кузницей кадров для Вакууммаша – многие руководители прошли эту школу и очень достойно делают своё дело.

Поэтому Казань стала союзным центром вакуумного машиностроения и сохраняет этот статус сегодня в России. В Казани есть всё для этого - научная база, своя школа по подготовке специалистов-вакуумщиков, есть АО «Вакууммаш» - один лидеров вакуумного машиностроения.

Следующим этапом в развитии Вакууммаша стала освоение выпуска новых видов вакуумного оборудования, участие в различных государственных проектах, важнейшими из которых было освоение космоса, участие в строительстве установки термоядерного синтеза, развитие атомной промышленности.

В развитие идей комплексного подхода к решению сложных задач в 1975 году правительством принято решение о создании сначала Производственного объединения, а позже Научно-производственного объединения «Вакууммаш», в состав которого вошёл Казанский механический завод, Опытный завод вакуумного машиностроения и Научно-исследовательский и конструкторский институт вакуумного машиностроения НИИВакууммаш.



Казанскому Механическому заводу т. Головицер.

Сов. секретно.
Экз. № 3

Входящий № 045
Дата „17" 08-59

РСФСР

СОВЕТ НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА
ТАТАРСКОГО ЭКОНОМИЧЕСКОГО АДМИНИСТРАТИВНОГО РАЙОНА

ПОСТАНОВЛЕНИЕ

от „13" августа 1959 г. № П-175сс

Во исполнение постановления Совета Министров РСФСР от 30 июня 1959 года № 1126-132 о развитии работ в области вакуумной техники

СОВЕТ НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА ПОСТАНОВЛЯЕТ:

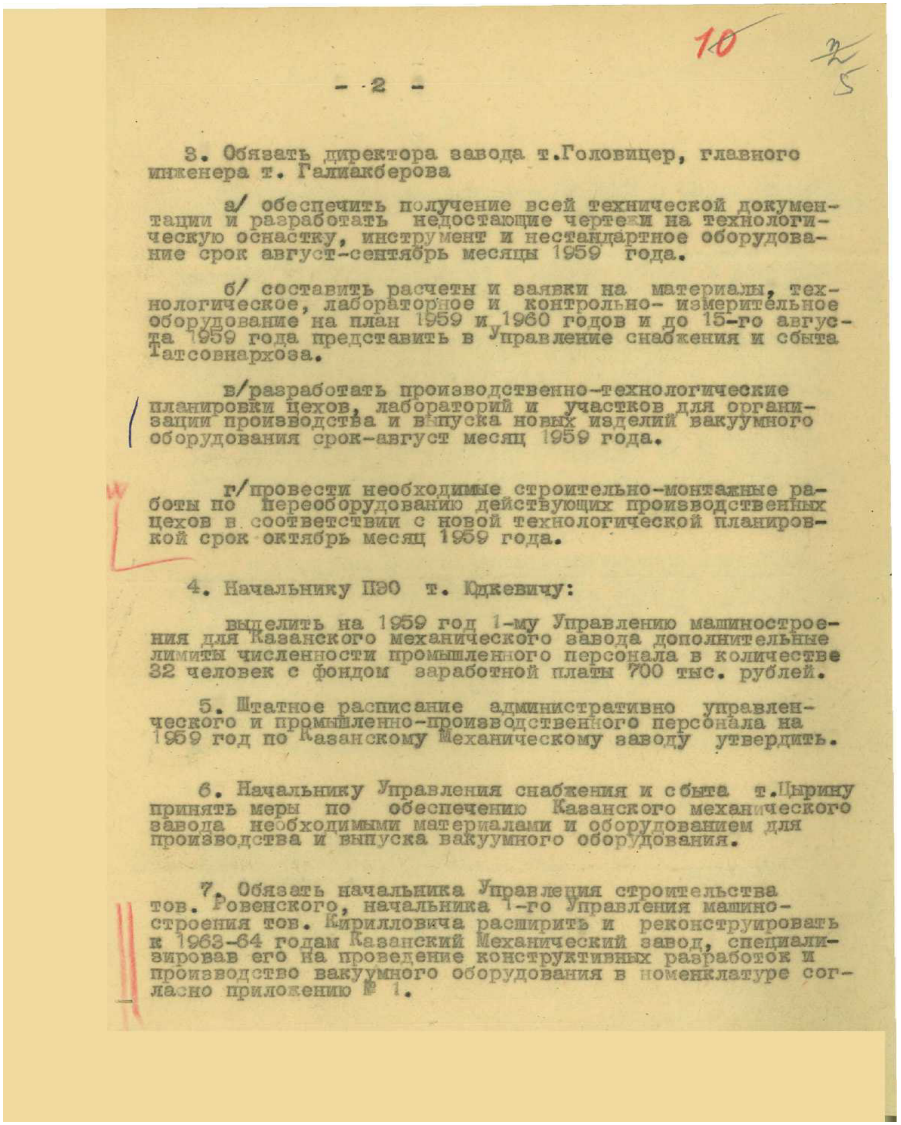
1. Обязать начальника 1-го Управления машиностроения т. Кириллович и директора механического завода г. Головицер:

а/ организовать производство вакуумного оборудования на Казанском механическом заводе, обеспечив выпуск его в 1959 году в об"еме 20 млн. рублей и провести подготовку производства по выпуску этого оборудования в 1960 году с об"емом 50 млн. руб., с доведением мощности завода в 1965 году до 150 млн. руб. в год.

б/ создать на Казанском механическом заводе специальное конструкторское бюро по вакуумному оборудованию со штатной численностью на 1959 год 60 единиц и фондом заработной платы 450 тыс. руб. за счет резерва Совета Министров РСФСР с доведением этой численности в 1963 году до 150 единиц, возложив на это СКБ осуществление разработок новых образцов вакуумного оборудования и арматуры для всех отраслей промышленности по техническим заданиям, эскизным и техническим проектам Научно-исследовательского вакуумного института Государственного комитета Совета Министров СССР по радиоэлектронике;

в/ приравнять Казанский механический завод в отношении оплаты труда инженерно-технических работников к Казанскому Компрессорному заводу.

2. График освоения и выпуск вакуумного оборудования на 1959 год утвердить.



- 2 -

3. Обязать директора завода т. Головицер, главного инженера т. Галиакберова

а/ обеспечить получение всей технической документации и разработать недостающие чертежи на технологическую оснастку, инструмент и нестандартное оборудование срок август-сентябрь месяцы 1959 года.

б/ составить расчеты и заявки на материалы, технологическое, лабораторное и контрольно-измерительное оборудование на план 1959 и 1960 годов и до 15-го августа 1959 года представить в Управление снабжения и сбыта Татсовнархоза.

в/ разработать производственно-технологические планировки цехов, лабораторий и участков для организации производства и выпуска новых изделий вакуумного оборудования срок-август месяц 1959 года.

г/ провести необходимые строительно-монтажные работы по переоборудованию действующих производственных цехов в соответствии с новой технологической планировкой срок октябрь месяц 1959 года.

4. Начальнику ПЭО т. Юдкевичу:

выделить на 1959 год 1-му Управлению машиностроения для Казанского механического завода дополнительные лимиты численности промышленного персонала в количестве 32 человек с фондом заработной платы 700 тыс. рублей.

5. Штатное расписание административно управленческого и промышленно-производственного персонала на 1959 год по Казанскому Механическому заводу утвердить.

6. Начальнику Управления снабжения и сбыта т. Цырину принять меры по обеспечению Казанского механического завода необходимыми материалами и оборудованием для производства и выпуска вакуумного оборудования.

7. Обязать начальника Управления строительства тов. Ровенского, начальника 1-го Управления машиностроения тов. Кирилловича расширить и реконструировать к 1963-64 годам Казанский Механический завод, специализировав его на проведение конструктивных разработок и производство вакуумного оборудования в номенклатуре согласно приложению № 1.

секретно
экз. №

Приложение № 1.

к постановлению СНХ ТАЭР
от "13" 12 1959г.
П-175

НОМЕНКЛАТУРА

вакуумного оборудования, подлежащего
освоению и выпуску на Казанском
механическом заводе Татарского сов-
нархоза в 1959-1965 г.г.

1. Насосы и агрегаты высоковакуумные паромасляные откачные разных типов.
2. Насосы и агрегаты высоковакуумные паропртутные
3. Насосы и агрегаты вакуумные бустерные паромасляные
4. Насосы вакуумные механические двухроторные
5. Насосы сорбционные сверхвысокого вакуума
6. Насосы механические молекулярные сверхвысокого вакуума
7. Насосы механические форвакуумные
8. Насосы механические низкого вакуума разных типов
9. Насосы вакуумные механические специального назначения
10. Вакуумно-технологические установки, камеры и др.
11. Затворы и другая специфическая вакуумная арматура, а также испарители и ловушки.

НАЧАЛЬНИК УПРАВЛЕНИЯ
машиностроения

/КИРИЛЛОВИЧ/.

Верно.

- 3 -

8. Довести до сведения, что ЦК КПСС и Совет Министров СССР постановлением от 18 июня 1959 года № 656-295:

а/обязал Госплан СССР совместно с Советом Министров РСФСР рассмотреть и решить вопрос о размещении на других предприятиях продукции, выпускаемой Казанским механическим заводом.

б/обязал Госплан СССР предусмотреть в проектах планов выделение необходимых материальных ресурсов и капиталовложений для выполнения заданий по расширению и реконструкции Казанского Механического завода.

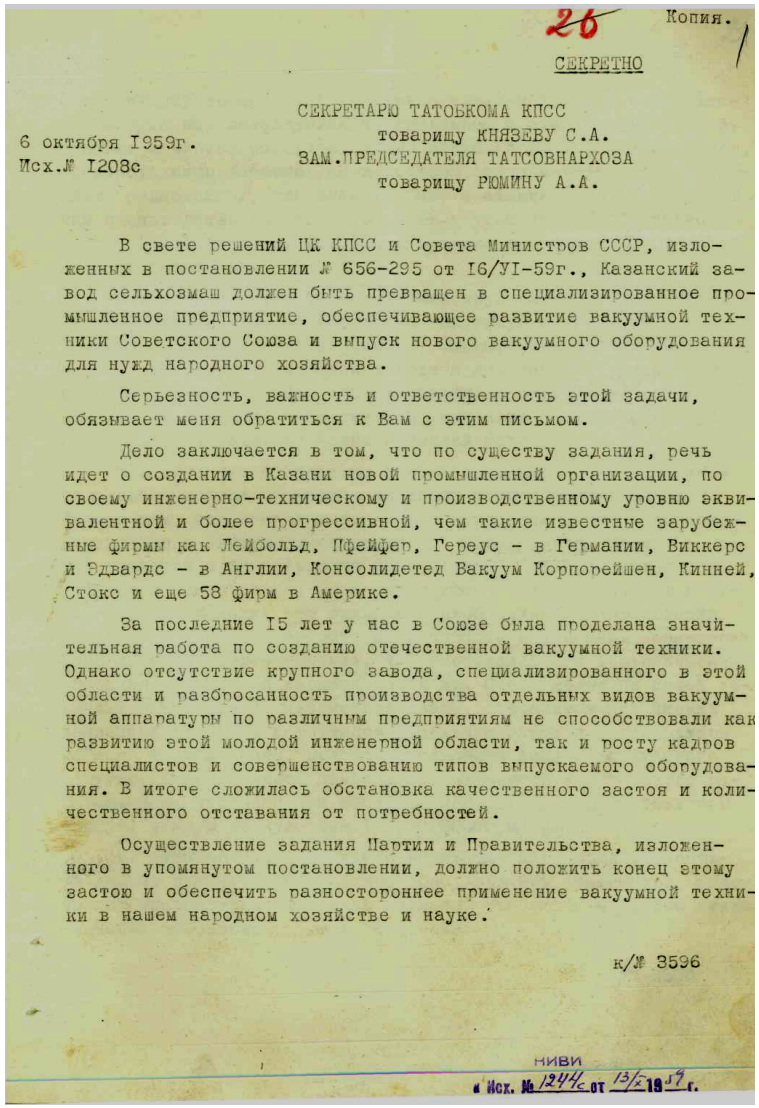
в/освободил Морговский Совнархоз от выполнения задания по вводу в действие в 1963-64 годах завода вакуумных насосов и диффузионных вакуумных агрегатов, предусмотренного постановлением ЦК КПСС и Совета Министров СССР от 23 июля 1958 года № 795.

г/утвердил Научно-исследовательский вакуумный институт /НИВИ/ Государственного комитета Совета Министров СССР по радиоэлектронике ведущим институтом в области вакуумной техники, возложив на этот институт: выполнение научно- исследовательских и опытно-конструкторских работ по созданию средств получения, поддержания и измерения высокого и сверхвысокого вакуума; подготовку перспективных планов развития вакуумной техники в СССР; проведение экспертизы, согласование технических условий и участие в Государственных испытаниях вакуумного оборудования, разрабатываемого и выпускаемого промышленностью Советского Союза.

ПЕРВЫЙ ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ПРЕДСЕДАТЕЛЯ СОВЕТА
НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА

А.РЫМИН.

Верно.



26

Копия.

СЕКРЕТНО

6 октября 1959г.
Исх.№ 1208с

СЕКРЕТАРЮ ТАТОБКОМА КПСС
товарищу КНЯЗЕВУ С.А.
ЗАМ.ПРЕДСЕДАТЕЛЯ ТАТСОВНАРХОЗА
товарищу РЮМИНУ А.А.

В свете решений ЦК КПСС и Совета Министров СССР, изложенных в постановлении № 656-295 от 16/УI-59г., Казанский завод сельхозмаш должен быть превращен в специализированное промышленное предприятие, обеспечивающее развитие вакуумной техники Советского Союза и выпуск нового вакуумного оборудования для нужд народного хозяйства.

Серьезность, важность и ответственность этой задачи, обязывает меня обратиться к Вам с этим письмом.

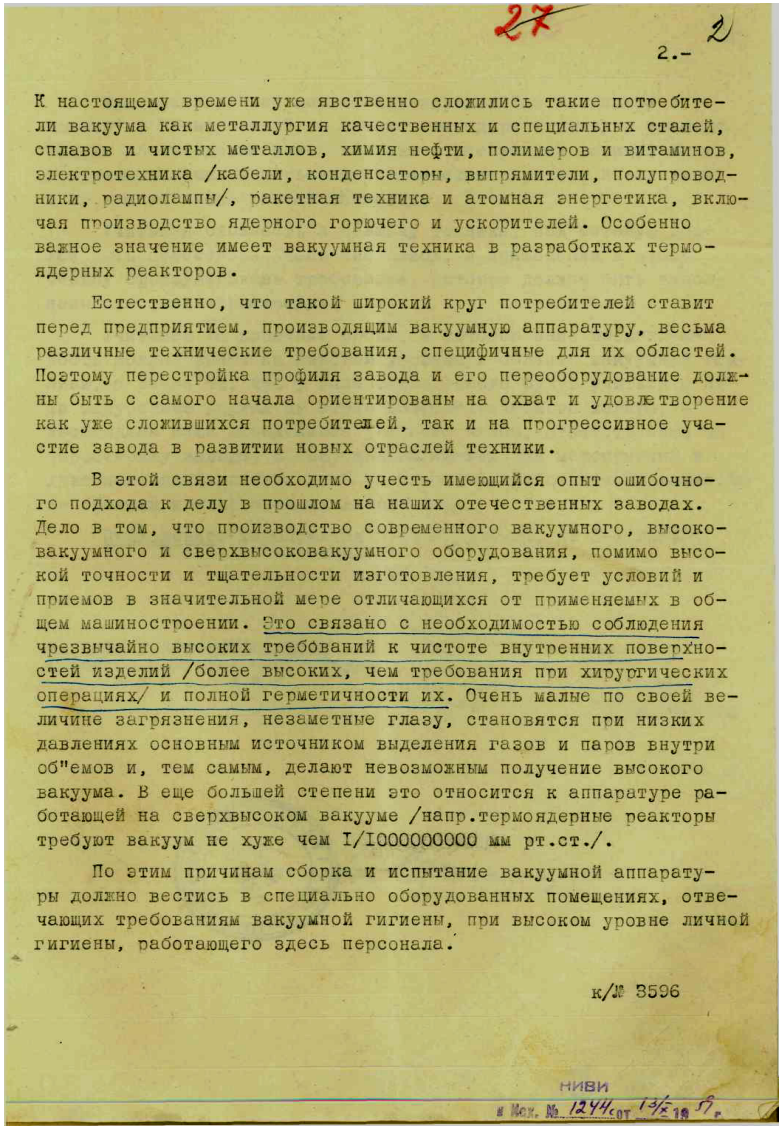
Дело заключается в том, что по существу задания, речь идет о создании в Казани новой промышленной организации, по своему инженерно-техническому и производственному уровню эквивалентной и более прогрессивной, чем такие известные зарубежные фирмы как Лейбольд, Пфейфер, Гереус - в Германии, Виккерс и Эдвардс - в Англии, Консолидетед Вакуум Корпорейшен, Кинней, Стокс и еще 58 фирм в Америке.

За последние 15 лет у нас в Союзе была проделана значительная работа по созданию отечественной вакуумной техники. Однако отсутствие крупного завода, специализированного в этой области и разбросанность производства отдельных видов вакуумной аппаратуры по различным предприятиям не способствовали как развитию этой молодой инженерной области, так и росту кадров специалистов и совершенствованию типов выпускаемого оборудования. В итоге сложилась обстановка качественного застоя и количественного отставания от потребностей.

Осуществление задания Партии и Правительства, изложенного в упомянутом постановлении, должно положить конец этому застою и обеспечить разностороннее применение вакуумной техники в нашем народном хозяйстве и науке.

к/№ 3596

НИВИ
Исх. № 1244с от 13/х 1959 г.



27

2.- 2

К настоящему времени уже явственно сложились такие потребители вакуума как металлургия качественных и специальных сталей, сплавов и чистых металлов, химия нефти, полимеров и витаминов, электротехника /кабели, конденсаторы, выпрямители, полупроводники, радиолампы/, ракетная техника и атомная энергетика, включая производство ядерного горючего и ускорителей. Особенно важное значение имеет вакуумная техника в разработках термоядерных реакторов.

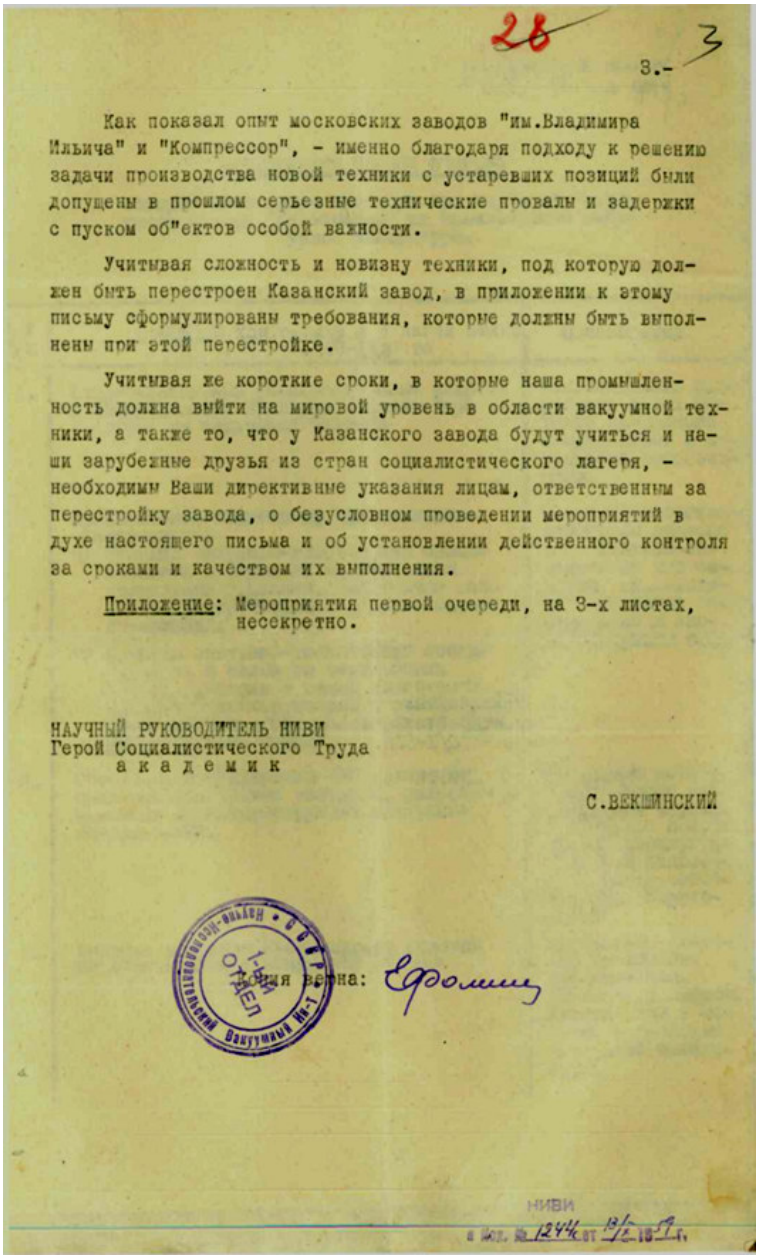
Естественно, что такой широкий круг потребителей ставит перед предприятием, производящим вакуумную аппаратуру, весьма различные технические требования, специфичные для их областей. Поэтому перестройка профиля завода и его переоборудование должны быть с самого начала ориентированы на охват и удовлетворение как уже сложившихся потребителей, так и на прогрессивное участие завода в развитии новых отраслей техники.

В этой связи необходимо учесть имеющийся опыт ошибочного подхода к делу в прошлом на наших отечественных заводах. Дело в том, что производство современного вакуумного, высоковакуумного и сверхвысоковакуумного оборудования, помимо высокой точности и тщательности изготовления, требует условий и приемов в значительной мере отличающихся от применяемых в общем машиностроении. Это связано с необходимостью соблюдения чрезвычайно высоких требований к чистоте внутренних поверхностей изделий /более высоких, чем требования при хирургических операциях/ и полной герметичности их. Очень малые по своей величине загрязнения, незаметные глазу, становятся при низких давлениях основным источником выделения газов и паров внутри об"емов и, тем самым, делают невозможным получение высокого вакуума. В еще большей степени это относится к аппаратуре работающей на сверхвысоком вакууме /напр.термоядерные реакторы требуют вакуум не хуже чем 1/1000000000 мм рт.ст./.

По этим причинам сборка и испытание вакуумной аппаратуры должно вестись в специально оборудованных помещениях, отвечающих требованиям вакуумной гигиены, при высоком уровне личной гигиены, работающего здесь персонала.

к/№ 3596

НИВИ
Исх. № 1244с от 13/х 1959 г.



28 3

3.-

Как показал опыт московских заводов "им.Владимира Ильича" и "Компрессор", - именно благодаря подходу к решению задачи производства новой техники с устаревших позиций были допущены в прошлом серьезные технические провалы и задержки с пуском об"ектов особой важности.

Учитывая сложность и новизну техники, под которую должен быть перестроен Казанский завод, в приложении к этому письму сформулированы требования, которые должны быть выполнены при этой перестройке.

Учитывая же короткие сроки, в которые наша промышленность должна выйти на мировой уровень в области вакуумной техники, а также то, что у Казанского завода будут учиться и наши зарубежные друзья из стран социалистического лагеря, - необходимы Ваши директивные указания лицам, ответственным за перестройку завода, о безусловном проведении мероприятий в духе настоящего письма и об установлении действенного контроля за сроками и качеством их выполнения.

Приложение: Мероприятия первой очереди, на 3-х листах, несекретно.

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ НИВИ
Герой Социалистического Труда
академик

С.ВЕКШИНСКИЙ

Наука-Исследовательский Вакуумный Ин-т СССР 1-ый ОТДЕЛ

Копия верна: Ефомин

НИВИ
в Код. № 1244 от 13/2 1959 г.

СССР
МИНИСТЕРСТВО ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО МАШИНОСТРОЕНИЯ

ПРИКАЗ

от 26 октября 1975 г. № 225

О создании Казанского производственного объединения по выпуску вакуумной техники

Во исполнение постановления Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 990 "О генеральной схеме управления химическим и нефтяным машиностроением" (приказ Министерства от 10 января 1975 г. № 3) ПРИКАЗЫВАЮ:

1. Создать Казанское производственное объединение по выпуску вакуумной техники (ПО"Вакууммаш") в г.Казани в составе следующих производственных единиц:
- Казанский механический завод (головной);
- Опытный завод вакуумного машиностроения, г.Казань;
- Научно-исследовательский и конструкторский институт вакуумного машиностроения (НИИвакууммаш).

2. Сохранить до 1 января 1976 г. в соответствии с п.6 Положения о производственном объединении за Казанским механическим заводом вакуумного машиностроения, Опытным заводом вакуумного машиностроения и Научно-исследовательским и конструкторским институтом вакуумного машиностроения самостоятельные балансы и права, предусмотренные Положением о социалистическом государственном производственном предприятии.

В связи с этим годовые отчеты и статистическую отчетность за 1975 год представить и утвердить раздельно по каждой производственной единице.

Планирование и отчетность по производственному объединению в целом ввести с 1 января 1976 г.

3. Установить, что ПО"Вакууммаш" возглавляет директор,

1184
3/XI-75 г.

4. Начальнику Союзкриогенмаша т.Шеину разработать в месячный срок и представить на утверждение проект устава и структуру управления ПО "Вакууммаш".

5. Контроль за выполнение приказа возложить на начальника Союзкриогенмаша т.Шеина.

Министр СССР К.Брехов

Такое объединение науки, опытного и серийного производства позволяло получить огромный экономический эффект, максимально сократить время от разработки до серийного производства самых современных образцов вакуумной техники.

В 70-е годы НПО «Вакууммаш» входило в состав Созкриогенмаша Министерства химического и нефтяного машиностроения СССР. Совместно с НПО «Криогенмаш» было реализовано множество проектов, связанных с космической отраслью. Были разработаны и смонтированы системы заправки на Байконуре, в Плисецке на ряде других объектов. А за участие в программе Энергия-Буран более 10 сотрудников Вакууммаша получили правительственные награды.



Рис.1. Делегация во главе с министром нефтяного и химического машиностроения К. Бреховым знакомится с работой завода.

В силу значимости отрасли народного хозяйства, в которой работал завод в Казани частыми гостями были правительственные и партийные делегации. Одним из частых гостей был Министр нефтяного и химического машиностроения К. Брехов, который с особым вниманием относился к заводу и помогал в решении различных проблем. Таким образом за 30 лет работы, до начала 90-х годов Вакууммаш превратился в лидера вакуумного машиностроения, накопил огромный опыт, что позволило «Вакууммашу» разрабатывать и изготавливать как серийные изделия, так и единичные образцы специального, в том числе уникального вакуумного оборудования для различных отраслей промышленности и научных исследований.

К началу 90-х годов на заводе работало более 3 500 человек на 4-х производственных площадках. Площадь земельных участков составляла более 30 Га, площадь производственно-административных корпусов более 90 000 кв.м. В состав предприятия входили: Казанский механический завод, выпускавший серийную продукцию; НИИВакууммаш, являвшийся головным отраслевым институтом, разрабатывавшим все серийные образцы вакуумной техники для предприятий СССР с численностью сотрудников около 1 500 человек; Опытный завод, на котором изготавливались перспективные образцы вакуумной техники и опытные образцы новых изделий. К 90-му году на предприятии выпускалось около 30 000 шт. вакуумных насосов и агрегатов и почти 20 000 шт. вакуумной арматур в год. Известных всей стране вакуумных напылительных установок УВМ-15У производилось до 20 шт. в месяц!

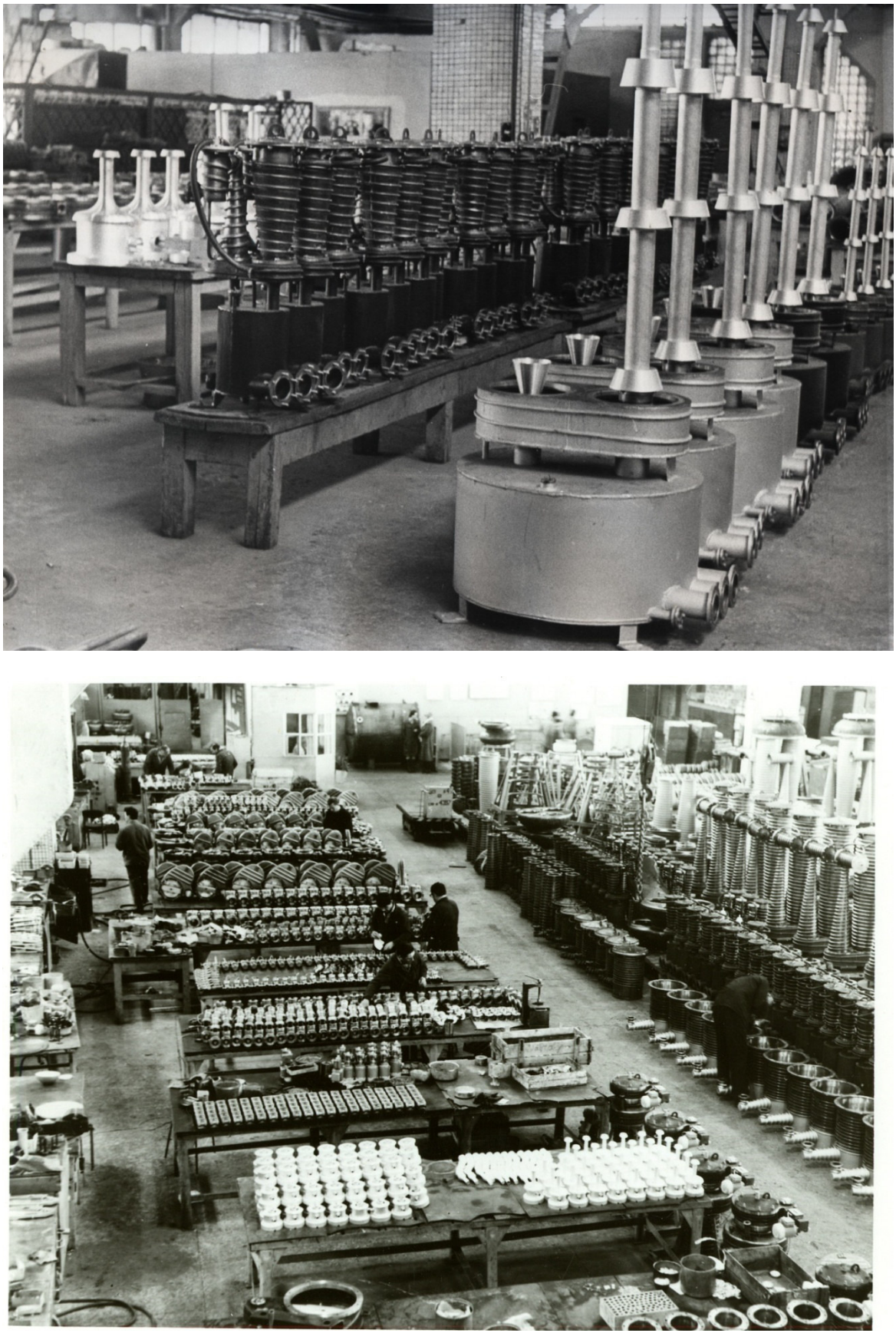


Рис.2. Фотографии сборочного цеха завода 80-х – 90-х годов.

Однако с распадом СССР это благополучие, как и во всей стране закончилось. Начало 90-х ознаменовалось многими неоднозначными событиями, среди которых перестройка, распад СССР, резкое падение заказов – с одной стороны, приватизация, акционирование и начало совместного проекта с компанией Leybold GmbH – с другой. Объёмы заказов на вакуумную технику упали более, чем в 10 раз.

Это заставило проводить реструктуризацию производства, принять очень сложные, но необходимые решения, которые позволили не только успешно пройти сложные времена, но и сохранить научный и технический потенциал и стать сегодня одним из лидеров вакуумного машиностроения.

Мы смогли сконцентрировать производственные мощности на одной производственной площадке, сократив площадь земельных участков более, чем в 4 раза, а площадь административно-производственных корпусов почти в 2 раза. Мы построили новый литейный цех. Всё это позволило резко снизить затраты на содержание инфраструктуры и оптимизировать производственную логистику.

В связи с резким падением заказов на вакуумную технику было принято решение производить непрофильную технику. Было разработано большое количество нового для нас оборудования, в том числе:

- более 35 наименований для нефтяной отрасли, начиная от нефтепроводной арматуры заканчивая «качалками»;
- более 15 наименований запасных частей для автомобильной промышленности;
- более 30 наименований техники для агропромышленного комплекса включая косилки, грабли – ворошилки, насосы для опрыскивателей и т.д.
- около 10 наименований центробежных и шестерённых насосов для перекачки жидкостей для всех отраслей народного хозяйства;
- запасные части к кусторезному и посадочному оборудованию для лесного хозяйства;
- подстанции типа КТП 100÷400 КВ, разъединители для энергетиков;
- большая номенклатура оборудования для коммунального и строительного комплексов Республики Татарстан.

В момент развала экономики Союза мы были вынуждены организовать разработки и производство большого количества комплектующего оборудования для собственных нужд, ранее закупаемого в других Союзных республиках – в первую очередь это электродвигатели и теплообменники. Почти 15 лет все наши насосы комплектовались двигателями собственного производства.

Сроки от начала разработки до начала серийного выпуска большинства изделий сократились с 3-5 лет до 4-5 месяцев.

Не все проекты были удачными, но это была правильная стратегия на том этапе. В результате мы сумели сохранить потенциал Общества, сохранить кадры, не допустить развала нашего предприятия. Но при этом мы никогда не забывали, что главная стратегия АО «Вакууммаш» направлена на развитие того, что мы лучше всего знаем и умеем: разработку и производство вакуумного оборудования и новых технологических процессов в вакууме.

Поэтому с началом экономического роста в России в начале 2000-х годов мы начали планомерно сворачивать производство непрофильной продукции и снова концентрироваться на вакуумной технике. К 2010 году производство всех видов непрофильного оборудования было прекращено, Вакууммаш начал реализацию инвестиционной программы, направленной на восстановление инфраструктуры и модернизацию производства для выпуска современных образцов вакуумной техники

Но это уже совсем другая история…

Online-курс по вакуумной технике и технологии

Ю.В. Панфилов, С.В. Сидорова, С.Б. Нестеров
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
E-mail: panfilov@bmstu.ru

Дано понятие online-курсов в современных образовательных технологиях, проанализированы основные достоинства вакуумной технологической среды, даны ключевые понятия вакуума и молекулярно-кинетической теории газа, описаны эффекты взаимодействия потоков электронов и ионов с твердым телом, перечислены области применения вакуумной техники и технологии в современном производстве.

Online-course on vacuum technology. Y.V. Panfilov, S.V. Sidorova, S.B. Nesterov. *The concept of online-courses in modern education technologies is presented. The main advantages of vacuum technological environment are analyzed. The key conceptions of vacuum and molecular kinetic theory are given. The main effects of electron and ion streams interaction with substrate are described. The main fields of vacuum technology usage in modern industry are enumerated.*

.

Введение

В современной образовательной среде большую популярность приобретает дистанционное, онлайн-обучение при помощи Интернета через доступ к компьютеру, планшету и даже смартфону. Во всем мире учебные заведения и компании выбирают внедрение электронного образования для обучения студентов и работников. Преподаватели и репетиторы создают собственные курсы и проводят вебинары (от англ. webinar– «интерактивный семинар»).

История появления дистанционного образования начинается с 1700-х годов. В 1728 году Калеб Филипс подал в бостонскую газету объявление о наборе студентов для изучения стенографии в любой точке страны путем обмена писем [1]. Это послужило началом образования на расстоянии – дистанционного образования.

В работе [2] приведено много примеров дистанционного образования «по почте». Например, в Берлине в 1856 году был организован институт заочной формы образования, где обучение проводилось рассылкой писем с учебным материалом и контрольных работ. Первым дистанционным учебным заведением в США стал университет Чикаго в 1892 году.

С появлением телевидения в 1950-х годах развились и приобрели популярность телевизионные курсы. С изобретением Интернета произошел неоспоримый скачок вперед в образовательных технологиях. Большинство справочников, учебников, монографий доступны через Интернет. Для ответа на интересующий вопрос достаточно ввести его в строку поиска любого сайта-поисковика.

В России началом появления дистанционного образованияследует считать 30 мая 1997 года, когда вышел приказ №1050 Минобразования России «О проведении эксперимента в области дистанционного образования».

В настоящее время грань между традиционным и дистанционным образованием исчезает, так как большинство людей (учеников, студентов, слушателей) все чаще и чаще прибегают к помощи Интернета. В связи с быстрым развитием технологий темпы развития информационных технологий и дистанционного образования тоже ускоряются. Активный рост дистанционного обучения в мире ощущался с начала 2000-х годов, когда совершенствовались и становились более доступными Интернет-технологии.

Большим преимуществом онлайн-обучения является то, что студент (пользователь) сможет не тратить время на дорогу, проживание и т.д. Достаточно зарегистрироваться на сайте и получить доступ к интересующим дисциплинам. Время обучения и скорость освоения знаний пользователь сможет выбирать самостоятельно.

Следует отметить особенность онлайн-образования – ограничение контактов студента с преподавателем. Многие источники относят эту особенность к недостаткам онлайн-курсов. Как

нам кажется, все достоинства и недостатки онлайн-образования не следует рассматривать в контексте отделения от людей, их потребностей и возможностей. Каждый человек выбирает сам по своим возможностям то, что ему ближе, удобнее, доступнее во всех отношениях.

Поэтому такая возможность – получить знания и навыки с наименьшими временными и материальными затратами, гибко подстраивая свое образование под образ жизни и потребности – имеет право на существование.

Возможность применениянонлайн-образования для проведения практических занятий

В 2015 году в России был инициирован проект по созданию «Национальной платформы открытого образования». В настоящее время платформа «Открытое образование» представляет курсы по базовым дисциплинам из ведущих вузов страны: МГУ им. М. В. Ломоносова, МГТУ им. Н. Э. Баумана, МФТИ, НИУ ВШЭ, НИТУ «МИСиС», СПбГУ, ТГУ, ТюмГУ, УрФУ.

Проект ориентирован на широкое сотрудничество между университетами. Университетам предоставляется возможность получать полную информацию об успеваемости своих студентов, при необходимости обеспечивать их методическое сопровождение и участвовать в проведении контрольных мероприятий, выполняя функцию идентификации личности. Если студент успешно сдает экзамены, ему будет предоставлено документальное подтверждение результатов обучения – сертификат [3].

Помимо базовых дисциплин, интерес представляет создание онлайн-курсов по специальным дисциплинам, где студенты овладевают навыками самостоятельной работы на лабораторном оборудовании (технологическом, исследовательском).

Возможность применения онлайн-курсов для реализации практических занятий и лабораторных работ имеет некоторые отличия. В этом случае возможно организовать двухступенчатое (а иногда и трехступенчатое) обучение: онлайн-курс использовать в качестве самостоятельной подготовки студента к лабораторной работе, а проведение лабораторной работы осуществлять с помощью специально разработанного симулятора лабораторного оборудования.

Так, для курса по вакуумной технике и технологии важно обучить студентов азам работы на технологическом вакуумном оборудовании. Для этого подготовлен онлайн-конспект теоретического материала по курсу, где приведены основные понятия, определения и описание составных частей вакуумного оборудования. Удаленно студент готовится по этому онлайн-курсу, удобно распределяя свое время.

Вакуумные технологии и их роль в развитии промышленности

К вакуумным технологиям в полной мере относятся электронные, ионные и плазменные технологии, т.е. процессы обработки материалов высокоэнергетическими потоками частиц (электроны, ионы, молекулы), газоразрядной плазмой и излучениями (оптическое, гамма, рентгеновское) [4]. Первоначально вакуумные технологии были отработаны в электронной промышленности для проведения различных технологических процессов изготовления электронных приборов, однако многие из этих процессов вышли далеко за рамки электронных технологий. Среди них наиважнейший – вакуумирование, получение разреженной среды (вакуума) в замкнутых объемах, в которых вакуум и атмосферное давление стали выполнять не вспомогательную, а основную роль в получении конечного изделия.

Появилась потребность в сверхчистых конструкционных материалах и методах их контроля, в технологических воздействиях с микро- и нанометровым диапазоном точности, чему традиционные технологии машиностроения и приборостроения удовлетворять не в состоянии.

Столетиями в сфере производства при получении конструкционных материалов и их обработке не подвергалось сомнению господство двух технологических сред – атмосферной и жидкостной. Однако, сверхчистые материалы не могут быть получены в атмосфере из-за растворения загрязняющих газов в объеме и на поверхности. Их химический состав и свойства поверхности не могут быть должным образом оценены из-за поверхностной адсорбции паров и

газов. Традиционные инструменты формообразования и размерной обработки резанием и пластическим деформированием имеют прочностные пределы миниатюризации и обеспечить микрообработку не в состоянии. А потоки электронов и ионов, поддающиеся необходимой фокусировке в атмосфере функционировать не могут. Нанесение гальванических покрытий и иные технологические методы формирования защитных свойств поверхностного слоя были возможны лишь в токсичных жидких или высокотемпературных паровоздушных средах с экологически опасными стоками и выбросами.

Коренной перелом в решении проблем качества стал возможным благодаря новой технологической среде – вакууму, куда в настоящее время «уходят» многие «традиционные» технологические процессы. Плавка в вакууме позволяет получать особо чистые металлы, без раковин и загрязнений. Сварка в вакууме избавляет от коррозионной хрупкости сварные швы и точки соединения. Вакуумная упаковка продуктов позволяет длительно сохранять все необходимые свойства, сушка в вакууме взамен высокотемпературной атмосферной не приводит к разложению веществ и образованию токсичных выбросов.

Вакуумная техника и электронные технологии дали путевку в жизнь многим принципиально новым процессам: нанесение тонкопленочных покрытий, электронно-лучевая размерная микрообработка, «сухое травление» ионными потоками или газоразрядной плазмой, микролитография, контроль в вакууме с помощью потоков частиц размеров микроструктур, химического состава и физических свойств поверхности материалов.

Структура online-курса по вакуумной технике и технологии

Раздел 1. История развития и современное состояние вакуумной техники и технологии, в том числе определение вакуума как рабочей среды для электронных технологий и нанотехнологий, понятие давления газа, тепловой скорости молекул газа (рис. 1), объема газа и количества молекул, ударяющихся в единицу времени о единицу поверхности, длины свободного пробега молекул, определение степени вакуума, основное уравнение вакуумной техники, средства получения вакуума и основные параметры вакуумных насосов, средства измерения вакуума, растворимость и диффузия газов твердом теле, теплопроводность газа и т.п.

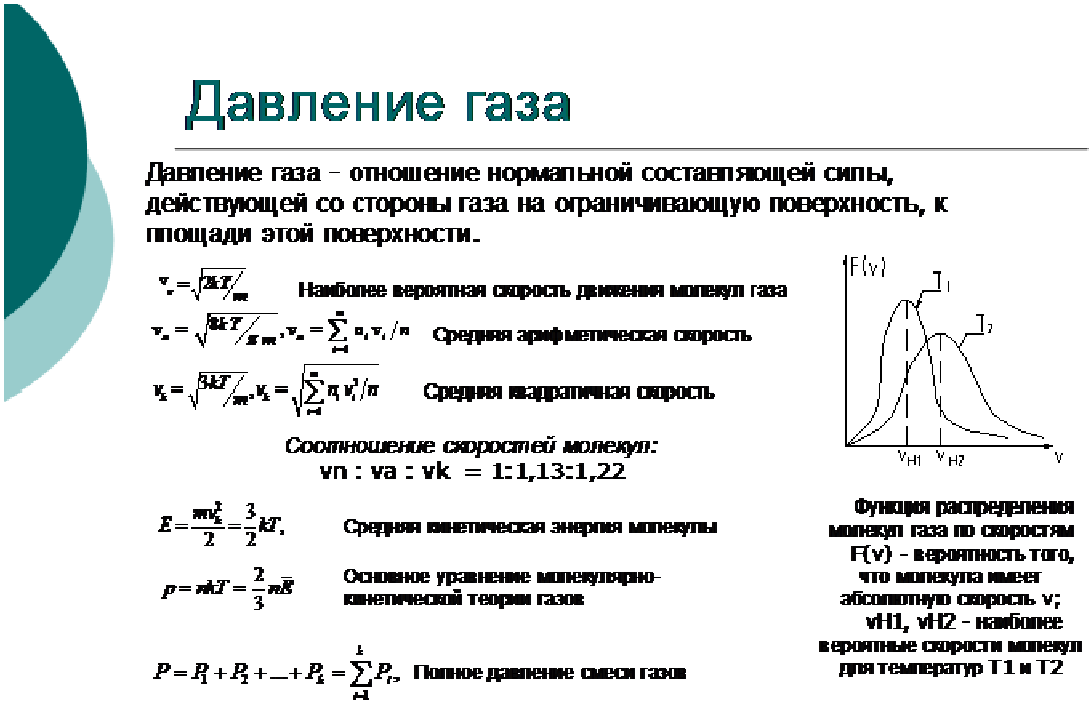


Рис.1. Пример слайда по изучению вакуумной техники.

Раздел 2. Электронные, ионные и плазменные технологии. Формирование электронных потоков. Формирование ионных потоков. Формирование атомарных и молекулярных потоков. Взаимодействие электронных потоков с материалами. Взаимодействие ионных потоков с материалами (рис. 2). Газоразрядная плазма.

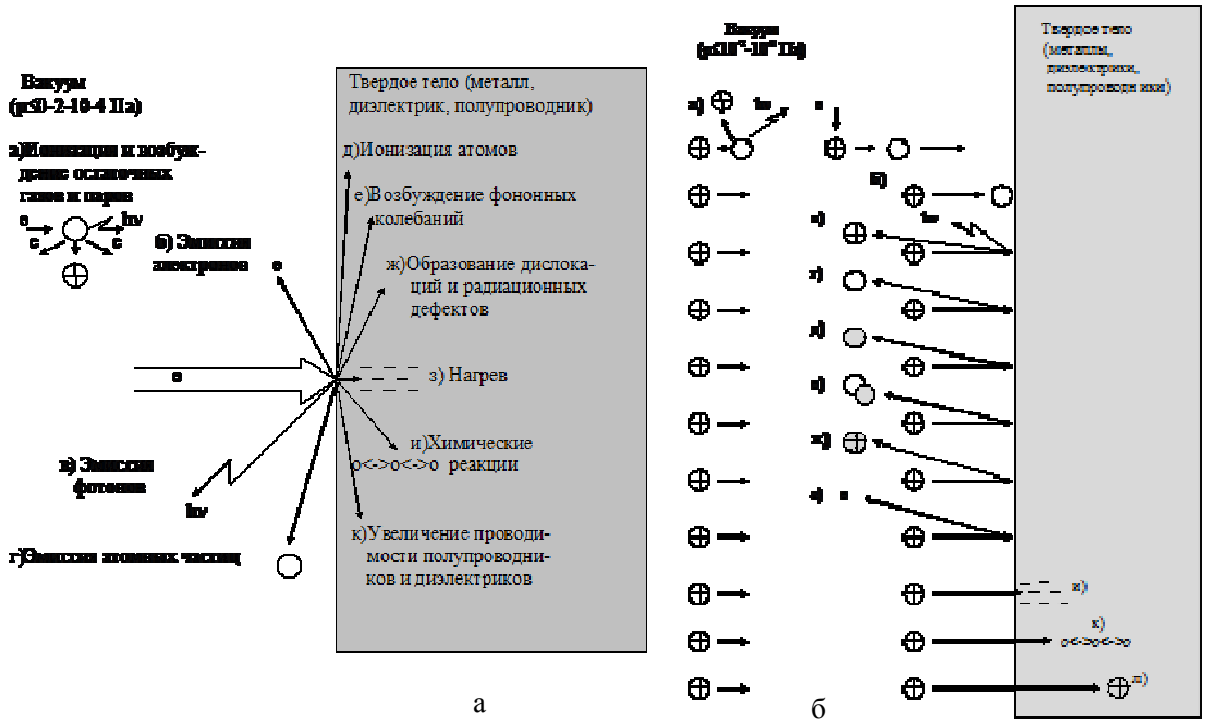


Рис.2. Эффекты взаимодействия электронного (а) и ионного (б) пучка с твердым телом.

Раздел 3. Вакуумные технологии (рис. 3) в производстве электровакуумных и полупроводниковых приборов, в космической технике, в машиностроении, в металлургии, в энергетике, в строительстве, в химии и нефтехимии, в биологии и медицине, в пищевой промышленности. Вакуумное аналитическое оборудование. Вакуумные нанотехнологии. Вакуумный поезд.

Раздел 4. Методика проведения лабораторных работ по вакуумной технике и технологии в режиме удаленного доступа включает в себя изучение теоретических основ вакуумной техники и технологии тонких пленок, изучение устройства и принципа действия лабораторной вакуумной установки, овладение умением управлять установкой с помощью встроенного в систему симулятора. Сдав тест и получив допуск к лабораторной работе, студенты, находясь в компьютерном классе, приступают к выполнению лабораторной работы в режиме удаленного доступа (рис. 4).

Система удаленного доступа к технологическому оборудованию

Для обеспечения удаленного доступа к оборудованию была разработана специальная программа – сервер удаленного доступа [5]. Система автоматического управления вакуумной установкой подключается через драйвер сопряжения к системе удаленного доступа. Драйвер сопряжения является промежуточным звеном между оборудованием и сервером удаленного доступа. Он имеет четкую спецификацию описания форматов контролируемых и управляющих сигналов, через которые взаимодействует с системой. Реализация взаимодействия с реальной системой автоматического управления скрыта внутри драйвера. Такое решение позволяет подключать фактически любое технологическое оборудование, оснащенное системой управления, написав к ней драйвер, соответствующий спецификации системы удаленного

доступа, без изменения функционала программной части комплекса. Общая схема организации удаленного доступа к оборудованию описана в работе [6].

В качестве реальной установки может выступать и виртуальный симулятор оборудования, который также подключается через аналогичный драйвер. Виртуальный симулятор позволяет полностью имитировать работу, создавая у пользователя ощущение, будто он работает с реальным оборудованием. Этот вариант не требует присутствия оператора, позволяет одновременно проводить несколько виртуальных экспериментов и может использоваться для учебных целей. При работе с оборудованием как в режиме удаленного доступа в реальном масштабе времени, так и в режиме виртуального симулятора реализуются общие методики и алгоритмы за исключением операций, требующих ручных действий на стороне оборудования, например, установки подложки.

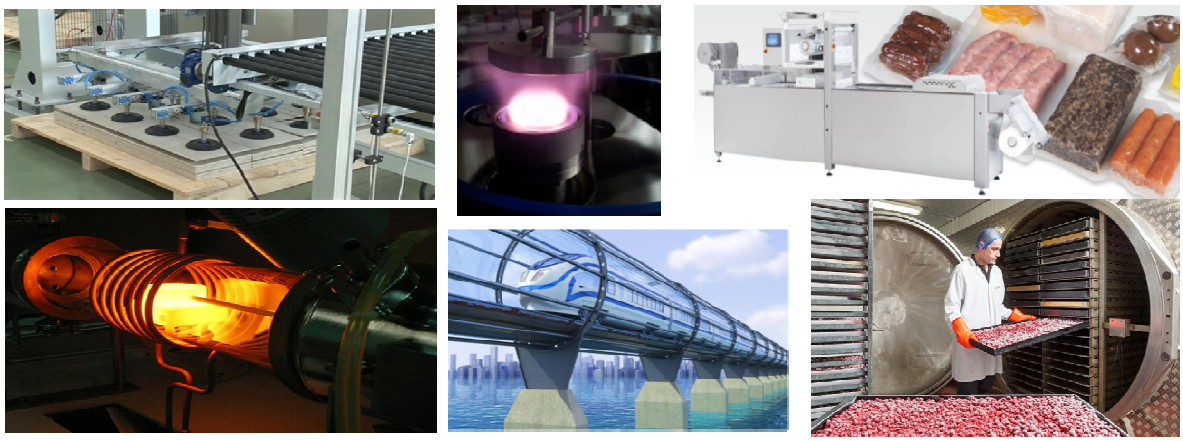
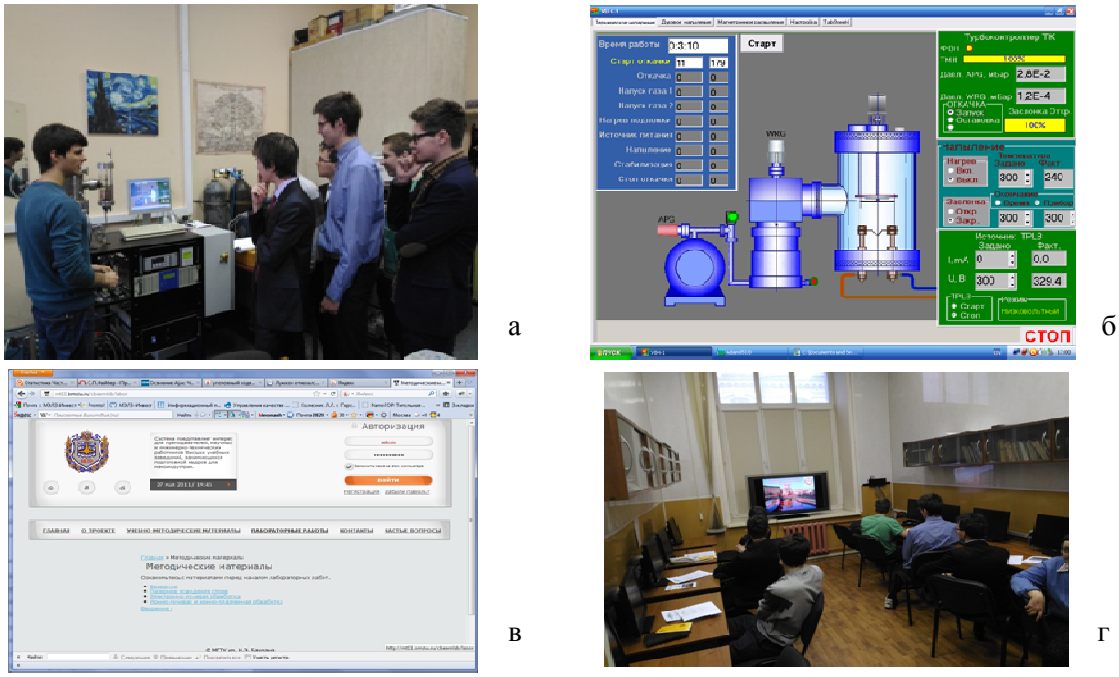


Рис. 3. Некоторые области использования вакуумной техники: закрепление заготовок, нанесение покрытий, упаковка продуктов, плавка металла, вакуумный поезд, сублимационная сушка фруктов.



а б в г

Рис. 4. Знакомство с установкой в лаборатории (а), изучение принципа действия установки (б) и методики выполнения лабораторной работы (в), индивидуальное выполнение лабораторной работы в компьютерном классе (г).

На рис. 5 представлена диаграмма вариантов использования системы online-обучения. На диаграмме представлены три категории пользователей: «Гость», «Авторизированный пользователь» и «Модератор», у каждого из которых прописана определенная роль пользователя. Пройдя авторизацию, посетитель получает возможность работать с собственным списком экспериментов, который включает в себя историю предыдущих экспериментов. Он может редактировать их описание, удалять неинтересные ему эксперименты, продолжить приостановленный эксперимент, а также создавать новый.

При создании нового эксперимента у «Авторизированного пользователя» есть два пути получения экспериментальных данных. Первый заключается в загрузке собственного файла, описывающего процесс формирования покрытия, и симуляция процесса нанесения в режиме виртуального симулятора. Второй – в проведении технологического процесса формирования тонкопленочного покрытия путем удаленного задания параметров процесса нанесения через интерфейс программного комплекса.

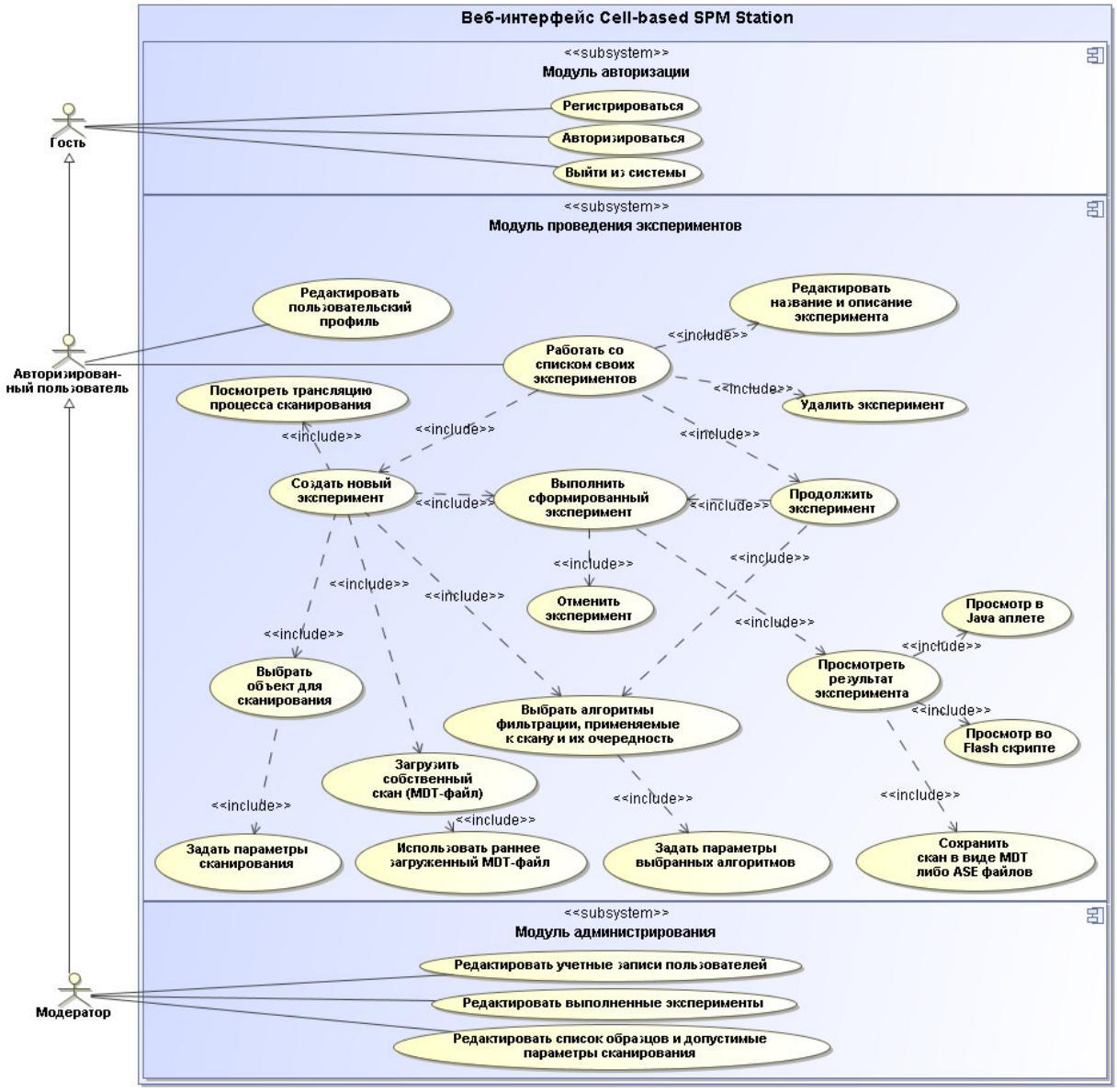


Рис. 5 Диаграмма вариантов использования системы online-обучения

В первом случае пользователь сможет наблюдать виртуальный эксперимент, который будет симулирован системой online-обучения. Во втором случае при реальном нанесении тонкопленочного покрытия у пользователя будет возможность посмотреть трансляцию процесса с веб-камеры, установленной на вакуумной установке.

Процесс нанесения покрытий требует проведения ряда технологических операций, которые не могут быть выполнены в режиме удаленного доступа. К таким операциям относятся: подготовка образца, установка мишени или образца материала для источника нанесения, установка образца на подложкодержатель, включение установки и подготовка ее к работе в режиме удаленного доступа.

Заключение

Несмотря на то, что система образования должна быть консервативной (нельзя мгновенно поддаваться на новомодные веяния, не проверенные временем), она должна реагировать на появление новых образовательных технологий и на так называемые «реалии времени», к которым можно отнести Интернет и нехватку времени, причем как у студентов, так и у преподавателей. Поэтому, появление удаленного обучения, online-курсов является «велением времени» и неизбежной формой учебного процесса в высшей школе.

Классическая форма получения знаний через лекции, семинары, лабораторные работы все больше сталкивается с человеческим фактором – с личностью преподавателя, который должен быть не только специалистом в своей области, но и человеком, умеющим увлечь студентов своим предметом. В противном случае студенты «голосуют ногами» - попросту не ходят на занятия (кроме лабораторных работ), причем без особой боязни быть отчисленными, т.к. закон о высшем образования позволяет брать академический отпуск по нескольку раз, а вузам не выгодно отчислять студентов из-за так называемого «подушного» финансирования.

Система online-обучения хорошо действует в западных университетах, где студенты не привязаны расписанием занятий к датам их проведения и к конкретным преподавателям, а также к срокам оценки знаний и к фамилии экзаменатора. Используется система независимой оценки знаний, т.е. преподаватель, читающий лекции или ведущий семинары не принимает экзамены. Приживется ли такая система у нас – пока большой вопрос, но пробовать надо, причем с учетом особенностей и преимуществах организации учебного процесса в наших университетах по сравнению с западными университетами.

Эти преимущества во многом обусловлены философским подходом к организации учебного процесса в России, сформулированные российским философом прошлого века В.В. Розановым, который условно разделил образование на «реальное» и «истинное». Под первым он понимал получение знаний и умений, необходимых для применения их на практике, а под вторым – развитие умственных способностей человека. Поэтому, с нашей точки зрения, нам необходимо найти разумное сочетание старых и новых форм организации учебного процесса, например, считать назначением online-обучения реализацию «реального» образования, а «истинное» образование студенты должны получать при личном общении с преподавателем на лекциях, семинарах и при выполнении научной работы.

Литература

1. Пьянников М.М. К вопросу об истории дистанционного образования // Педагогика и психология, 2011. № 5. С. 119–123.
2. Петькова Ю.Р. История развития дистанционного образования. Положительные и отрицательные стороны МООС // Успехисовременногоестествознания, 2015. № 3. С.199–204.
3. Интернет-ресурс: http://npoed.ru (дата обращения 03.06.2018).
4. Машиностроение. Энциклопедия / Ред. совет: К.В. Фролов (пред.) и др. – М.: Машиностроение. Технология, оборудование и системы управления в электронном машиностроении. Т.III-8 / Ю.В. Панфилов, Л.К. Ковалев, В.А. Блохин и др.; Под общ. ред. Ю.В. Панфилова. 2000. 744 с.

5. Панфилов Ю.В., Колесник Л.Л., Рябов В.Т., Моисеев К.М., Сидорова С.В. Интерактивный учебно-научный модульный комплекс для выполнения работ по формированию наноструктурированных тонкопленочных покрытий с использованием современного высоковакуумного оборудования и его виртуального симулятора / Интерактивные учебно-научные комплексы для выполнения работ в режиме удаленного доступа: Учебно-методическое издание (сборник – каталог) / Под общ.ред. В.В. Лучинина и А.Г. Савченко; СПбГЭТУ «ЛЭТИ». СПб., 2012. 300 с.
6. Колесник Л.Л., Панфилов Ю.В., Рябов В.Т., Сидорова С.В. Реализация удаленного доступа к вакуумному технологическому оборудованию / Вакуумная наука и техника // Материалы 24-й научно-технич.конфер. с участием зарубежных специалистов, Судак, 2017 С. 171 – 175.

Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2018»

С. Б. Нестеров
Москва, Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А. Векшинского
E-mail: sb.nesterov@vacuum.org.ru

Приведено краткое описание лучших инновационных продуктов выставки вакуумного оборудования «ВакуумТехЭкспо 2018».

The Russian Vekshinski scientific technical vacuum society. S.B.Nesterov. *The best innovative products of the VacuumTechExpo 2017. S.B.Nesterov. The description of 10 best innovative products of the Exhibition „VacuumTechExpo 2018“ is given here.*

24 – 26 апреля 2018 года в Москве, в КВЦ «Сокольники» проходила очередная XIII международная выставка вакуумного оборудования «VacuumTechExpo 2018». Организатор выставки Международная Группа компаний ITE лидер по организации выставок в России, входит в пятерку ведущих выставочных компаний мира. Выставка проводилась при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского».

В этом году в выставке приняли участие 70 компаний из 8 стран. Участники продемонстрировали вакуумные насосы и камеры, вакуумметры, преобразователи давления, вакуумную арматуру и установки для нанесения функциональных покрытий, вакуумные печи и сушильные шкафы, а также крионасосы, криоловушки и кулеры. На выставке было представлено много новинок оборудования российского и зарубежного производства, которые вызвали интерес потенциальных покупателей – специалистов, заинтересованных в выборе оборудования для предприятий различных отраслей российской промышленности.

В очередной раз проводился конкурс **«Л**учший инновационный продукт в сфере высоких технологий».

В соответствии с определением инновационный продукт – результат инновационной деятельности (нововведение, инновация), получивший практическую реализацию в виде нового товара, услуги, способа производства (технологии) или иного общественного результата.

Победителями конкурса стали 10 инновационных продуктов, которые были отмечены памятными призами. Эти 10 продуктов отражают современный уровень и тенденции развития мировой и отечественной вакуумной техники и технологии.



Рис.1. Призы для победителей конкурса.

Криогенные вакуумные насосы. ООО «Зенко Плазма». Москва

Криогенные вакуумные насосы ZP-DU являются оптимальным откачным средством для применений, требующих высокого безмасляного вакуума и больших скоростей откачки.

Комплект поставки включает все необходимые элементы для запуска и работы насоса: гелиевый компрессор, полимерные трубки для подачи гелия, кабель криоголовки, температурный контроллер с дисплеем и соединительными кабелями, нагревательную рубашку и клапан напуска.







Выпускаются следующие серии:

- базовая серия – высокопроизводительные насосы с присоединительными фланцами DN200-DN500. Обладают очень хорошей устойчивостью к тепловому воздействию. Уникальный дизайн первой ступени насоса, конденсирующей пары воды - радиальные элементы, в отличии от стандартных поперечных элементов, обеспечивают лучшую проводимость Ar/N2/H2, конденсирующихся на второй ступени насоса или поглощающихся угольным фильтром;
- со встроенным контроллером. Контроллер позволяет полностью контролировать температуру захолаживания первой ступени, предотвращая «зависание» Ar;
- с эргономичным дизайном. Специальный F-дизайн, обладает значительно меньшими габаритными размерами;
- для производства LCD/OLED, вакуумного напыления и испарения. Модели имеют расширенную емкость второй ступени насоса/ площадь криопанели, позволяющую конденсировать больше Ar/N2; имеют больший интервал между регенерациями;

Преимущества использования:

- технологическая независимость – замещение импорта из Америки и Японии;

- ценовая доступность – по сравнению с изделиями американского или японского производства, уровень цен на криогенные вакуумные насосы ZP-DU ощутимо ниже;
- низкие затраты на обслуживание в связи с наличием авторизованного сервисного центра в Москве, выполняющего работы не только по плановому обслуживанию, но и по восстановлению оборудования;
- высокая надежность, наличие 2 международных патентов.

Вакуумный спиральный насос НВСп-60. АО «Вакууммаш». Казань



Новый насос в линейке спиральных насосов производительностью 60 м^3/ч. Теперь линейка насосов состоит из 4-х моделей: НВСп-4, НВСп-12, НВСп-35 и НВСп-60.

Линейка НВСп-это первые серийно выпускающиеся спиральные насосы в России.

Параметры вакуумного спирального насоса НВСп-60:

- максимальная быстрота действия - 60±6 м^3/ч (16,7±1,7 л/с);
- предельное остаточное давление, не более – 1 Па (0,0075 мм рт.ст.) полное без газобалластного устройства; 3 Па (0,022 мм рт.ст.) полное с газобалластным устройством;
- максимальное давление на входе при продолжительной работе, не более 10 кПа (75 мм рт.ст.);
- масса, не более 56 кг (в использовании с трехфазным электродвигателем), 58кг (в использовании с однофазным электродвигателем);
- габаритные размеры - в использовании с трехфазным электродвигателем 593×424×445, в использовании с однофазным электродвигателем 510×424×445;
- мощность электродвигателя – 1,5 кВт.

Модель сухого кулачкового вакуумного насоса серии MINK MV. ООО «Буш Вакуум Руссиа». Москва.

Кулачковые вакуумные насосы Mink являются результатом непрерывного развития технологии кулачковых вакуумных насосов, лидером рынка в данном сегменте. Десятилетия опыта и самые разнообразные области применения позволили добиться существенного улучшеня важнейших параметров насосов Mink MV. Оптимизированная звукоизоляция Mink MV изготовлена согласно последним достижениям в системах снижения уровня шума. Низкий уровень шума позволяет эксплуатировать оборудование в непосредственной близости от рабочих мест.



Сухой кулачковый вакуумный насос Mink MV является усовершенствованием проверенного на практике насоса серии Mink MM, который представляет собой хорошо зарекомендовавший стандарт для многих отраслей промышленности.

Совершенная конструкция кулачковых вакуумных насосов Busch позволяет модели Mink MV работать с исключительной эффективностью, что положительно сказывается на скорости откачки и расходе энергии. Вакуумные насосы Mink MV работают чрезвычайно эффективно и способны снизить суммарные эксплуатационные затраты на 60 % по сравнению с традиционными решениями для получения вакуума. Благодаря компактным размерам насосы Mink MV занимают мало места на полу после установки.

Безмасляные однофазные насосы до 200 м3/час – серия nXLi. АО «ИНТЕК Аналитика». Санкт-Петербург

Новая серия безмасляных насосов с производительностью до 200 $м^3$/час в однофазном исполнении, не требующая водяного охлаждения является закономерным продолжением линейки спиральных насосов для применений требующих более высокой производительности.

Основные преимущества:

- производительность при однофазном питании и воздушном охлаждении;
- управление – от ручного с передней панели, до удаленного, в том числе цифрового по Modbus протоколу;
- минимальные габариты и уровень шума для насосов с подобной производительностью;
- встроенный обратный клапан на выхлопе для предотвращения обратного потока;
- безмасляный, безконтактный механизм обеспечивает максимальное время наработки на отказ (MTBF) – от 5 лет до первого сервисного обслуживания при отсутствии в необходимости обслуживания в межсервисный период;
- интеллектуальная система управления стартом и работой под нагрузкой обеспечивает максимальную производительность при откачке с атмосферы или возникновении газовой нагрузки при предельном вакууме и минимальное энергопотребление при стабилизированном вакууме.



Серия является последним добавлением в линейку интеллектуальных систем откачки Edwards и является идеальной для применений в научном машиностроении, масс-спектрометрии и других применениях требующих точности, управляемости и длительной надежности вакуумной откачки.

OCP BROADBAND – комплекс оптического контроля. ООО «Изовак». Минск, Беларусь Комплекс оптического контроля OCP Broadband является легко интегрируемым решением и позволяет контролировать процессы нанесения всех видов оптических покрытий на различных типах вакуумного технологического оборудования в полностью автоматическом режиме в широком оптическом диапазоне с разрешением до 0.3 нм. Уникальность заключается в том, что программа управления анализирует реальный спектр покрытия в тесной связке с рассчитанным рецептом и определяет точку остановки для каждого слоя.



Интеграция с напылительными контроллерами вакуумной установки позволяет реализовать процесс напыления покрытия от начала и до конца полностью автоматически. Важно отметить что, при необходимости, программа может проводить оптимизацию расчета последующих слоев и изменять рецепт в режиме «онлайн» для получения наилучшего совпадения финального покрытия с расчётным.

Отличительной особенностью OCP Broadband является возможность работать как по пропусканию, так и по отражению, а также с неподвижным или перемещающимся свидетелем. Основной тип контроля – на пропускание непосредственно по детали или свидетелю, расположенному на движущемся по кругу подложкодержателю.

Еще одним достоинством является то, что широкополосная система автоматизированного оптического контроля OCP Broadband может быть установлена как на любые новые оптические напылительные установки производства «Изовак», так и на уже работающие, а также на вакуумную технику других производителей со стандартными протоколами обмена данными типа OPC server, Inficon IC6, Modbus и др. Наличие всего пакета программного обеспечения и непосредственное участие специалистов ООО «Изовак» в интеграции системы в комплекс оборудования значительно ускоряет процесс и избавляет Заказчика от необходимости разрабатывать программное обеспечение самостоятельно.

Базовым спектральным диапазоном системы OCP Broadband является 370-1050 нм, в котором во всем диапазоне обеспечивается спектральное разрешение не хуже 0.5 нм при точности выставления длины волны не хуже 0.2 нм и воспроизводимости 0.1 нм. На сегодняшний день это самое высокое разрешение в своем классе систем широкополосного контроля, что позволяет без искажений контролировать сложные структуры типа ультратонких узкополосных фильтров с полушириной вплоть до 1 нм, отрезающих фильтров с крутизной нарастания или спада до 1 нм. Уникальностью системы является возможности расширения диапазона контроля в ультрафиолетовую область до 220 нм либо в инфракрасную область спектра до 1650 нм, причем в УФ области 220-370 нм спектральное разрешение достигает 0.3 нм. В ИК применяются спектрометры на базе IGA-линеек и они не могут обеспечивать высокого разрешения, поэтому разрешение ограничено 3 нм.

Гелиевый течеискатель AGILENT серии HLD. ООО «МИЛЛАБ». Москва

Традиционно течеискатели Agilent Tech. славятся как простотой применения, так и надежностью своих решений проверки на герметичность различных систем. Они прекрасно справляются как с лабораторными сверхвысоковакуумными установками, так и большими много кубовыми промышленными объектами.

Традиционные преимущества течеискателей Agilent:

- время отклика от 0,5с;
- масс-спектрометрическая щель расположена под углом 135°, в месте схождения пучка ионов гелия (максимальная точность);
- возможность определять большие течи (до 200 мбар);
- у сухих ТИ запатентованная система форвакуумных насосов, нет зависимости от фона гелия;
- надежная система клапанов! (автоматически срабатывает при отравление гелием либо при повышении давления);
- простое двух-кнопочное управление;
- низкий уровень шума.

Главным преимуществом нового течеискателя серии HLD является большой дисплей (21 см), который имеет полностью обновленный пользовательский интерфейс с 8 доступными языками, он интуитивно понятен и многофункционален.

Компания Agilent является единственным производителем гелиевых течеискателей, которая разрабатывает и производит все комплектующие для своего течеискателя, начиная от откачной системы заканчивая масс-спектрометром. В последнее время используется запатентованная двойная система форвакуумных насосов, обеспечивающая превосходную скорость откачки, и независимость от фона гелия.

Настройки приложения - это шесть различных руководств, которые помогают пользователю правильно настроить свой инструмент для лучшей производительности, гарантируя, что параметры правильно настроены для тщательного и эффективного теста. Клиенты экономят время как на настройке течеискателя, так и на испытании. На сегодняшний день никто из наших конкурентов не предлагает ничего подобного.

Вакуумные магниторазрядные насосы НМДК. Криосистемы. Москва

Вакуумные магниторазрядные насосы НМДК предназначены для получения в вакуумных системах высокого и сверхвысокого вакуума при безмасляной откачке газов и газовых смесей.

Производятся в России ГК «Криосистемы» совместно с российскими партнерами. Вакуумные магниторазрядные насосы НМДК – это новое поколение магниторазрядных насосов, являющихся дальнейшим развитием конструкции лучших отечественных насосов НМД.



Преимущества:

- простота конструкции внутренних частей насоса с минимальным количеством крепежных элементов;
- оригинальная круглая конструкция насоса позволила на 20-25% снизить вес насоса, по сравнению с насосом НМД аналогичной производительности;
- современная магнитная система обеспечивает минимальные паразитные «вывалы» магнитного поля;
- конические элементы магнитной системы, плотно прилегая к карманам насоса, позволяют, по сравнению с прямоугольными насосами, на 5-10 % повысить напряженность магнитного поля, при использовании таких же магнитов;
- ресурс работы при давлении $5x10^{-4}$ Па:50000 часов;
- использование двухэтажных насосов в одном корпусе позволят легко удвоить производительность насоса;
- тщательная очистка поверхностей насосов, вакуумный отжиг всех элементов при температуре 450-680ºС, позволяет получить контролируемый состав газов внутри насоса и довести предельный вакуум внутри до давления $5x10^{-9}$ Па;
- токоввод насоса CF 16 согласуется с разъемами отечественных блоков питания байонетного типа, как старых, так и новых разработок.

Таблица. Технические характеристики насосов НМДК.

	НМДК-0,2	2НМД-КС-0,2	НМДК-0,3	2НМДК-0,3	НМДК-0,4	2НМДК-0,4
Наибольшая быстрота действия по воздуху, л/с	200	400	300	600	400	800
Наибольшее давление запуска, Па	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Наибольшее рабочее давление, Па	$5x10^{-4}$	$5x10^{-4}$	$5x10^{-4}$	$5x10^{-4}$	$5x10^{-4}$	$5x10^{-4}$
Предельное остаточное давление, Па	$5x10^{-9}$	$5x10^{-9}$	$5x10^{-9}$	$5x10^{-9}$	$5x10^{-9}$	$5x10^{-9}$
Ресурс работы при давлении $5x10^{-4}$ Па, час	50000	50000	50000	50000	50000	50000
Габаритные размеры, мм. диаметр*высота	300*282	300*484	300*340	300*600	450*340	450*640
Присоединительный фланец	CF 150	CF 150	CF 150	CF 150	CF 150	CF 150

Установка контроля герметичности для поточных производств электронной промышленности. ООО «НПФ «Прогресс». Санкт-Петербург

При изготовлении полупроводниковых приборов и интегральных микросхем различных типов немаловажным является контроль технологических процессов. Хорошо организованный контроль обеспечивает высокий процент выхода годной продукции. Одним из этапов технологического процесса изготовления является масс-спектрометрический контроль герметичности. Для решения этих задач НПФ "Прогресс" предлагает варианты технологического оборудования масс-спектрометрического контроля герметичности, адаптированного под задачи производства, позволяющее более эффективно применять метод контроля с минимизацией издержек в обслуживании, временных затрат при эксплуатации.

УКГ-4П представляет собой технологическое оборудование, состоящее из 4 (по согласованию и более) вакуумных камер, высоковакуумного безмасляного поста и масс-спектрометрической части с собственной высоковакуумной откачкой, смонтированных в едином конструктиве в виде моноблока.



Оператором программно может быть задействовано в работе нужное количество пеналов. Минимальное время подготовки задается также программно. Информация о работе установки и результат контроля каждого пенала выводится на встроенный компьютер и отображается на мониторе. Стартом продолжения контроля последующего пенала является закрытие крышки загружаемого пенала.

Пеналы снабжены световой индикацией, при превышении установленного браковочного признака раздается звуковой сигнал.

Габаритные размеры установки 1100х1140х90 см.

Эргономика ориентирована на работу оператора сидя.

Вес установки около 100 кг.

Потребляемая мощность менее 2 кВт.

Hydravap - новый водоохлаждаемый низкотемпературный источник испарения (LTE) органических материалов.ООО «Электрейд-М».Москва

Компания «Электрейд – М» как официальный партнер Kurt.J.Lesker Company представляет новый водоохлажаемый низкотемпературный источник испарения, предназначенный для применения в современных системах нанесения тонких пленок и покрытий методом вакуумного осаждения органических материалов на подложках.



Основными преимуществами источника испарения Hydravap являются: высокая скорость осаждения, качественное и равномерное покрытие, точный контроль температуры, хорошая воспроизводимость и высокая масштабируемость.

Алюминиевые вакуумные камеры и арматура. VACOM Vakuum Componenten & Messtechnik GmbH, Германия

Представлены алюминиевые вакуумные камеры и арматура с ConFlat фланцами. Представлены четырехуголные камеры размером до 1200x700x600 мм, цилиндрические камеры до диаметра 400 мм, специальные камеры с ConFlat соединениями, а также ConFlat компоненты: фланцы, фланцы под сварку с патрубком, переходники, специальные фланцы. Все продукты совместимы с ConFlat компонентами из нержавеющий стали.





Не вызывает сомненнй, что выставка «ВакуумТехЭкспо» будет и дальше содействовать развитию российской инноватики.

Литература

1. www. vacuumtechexpo. com

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Управление временными параметрами малогабаритного вакуумного разрядника с лазерным поджигом

В.О. Ревазов, С. Г. Давыдов, А. Н. Долгов, А.С. Каторов, Р. Х. Якубов
Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», ул. Сущёвская, 22. E-mail: vniia4@vniia.ru

Проведено исследование процесса коммутации вакуумного разрядника, поджигаемого излучением импульсного твердотельного лазера, работающего в режиме модулированной добротности. Продемонстрирован характер зависимости времени задержки срабатывания разрядника от энергии поджигающего импульса лазерного излучения.

The control of time parameters in compact vacuum switch with laser initiated. V.O.Revazov, S.G.Davydov, A.N.Dolgov, A.S.Katorov, R.Kh.Yakubov. *The investigations of vacuum switch commutation process were carried out. Ignition was realized by a pulsed solid-state Q-switched Nd:YAG laser (1064 nm wavelength). The format of switch time delay dependences of laser pulse ignition energy was demonstrated.*

В качестве основного преимущества вакуумных разрядников с лазерным управлением обычно рассматривается полная гальваническая развязка электрической цепи поджига и коммутируемой цепи [1]. Быстрый прогресс в миниатюризации оптических квантовых генераторов большой мощности позволяет надеяться, что будут обнаружены и другие уникальные преимущества разрядников, поджиг которых осуществляется излучением лазера.

Цель настоящей работы – исследовать возможности регулирования времени задержки малогабаритных вакуумных разрядников с инициированием лазерной плазмой, получаемой при воздействии интенсивного излучения наносекундной длительности на поверхность электрода-мишени (рис.1). Исследуемый способ регулирования – варьирование количеством энергии, вкладываемой в источник плазмы, инициирующей процесс коммутации.

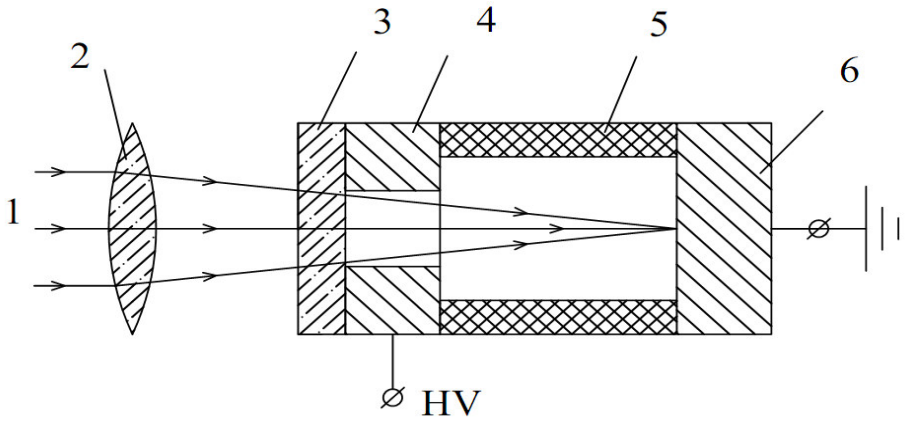


Рис.1. Конструкция вакуумного разрядника с вакуумным поджигом: 1 – параллельный пучок оптического излучения; 2 – фокусирующая линза; 3 – прозрачное оптическое окно в герметичной оболочке разрядника; 4 – анод; 5 – диэлектрическая оболочка разрядника; 6 – катод.

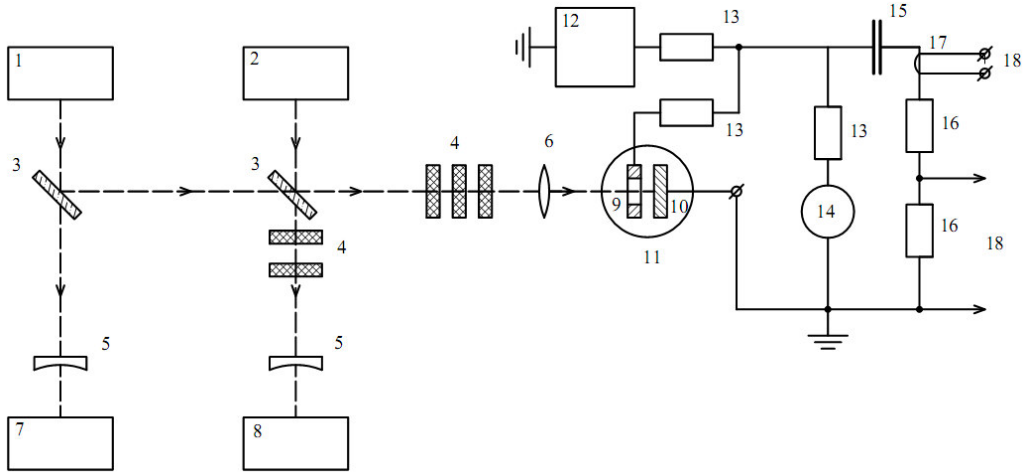


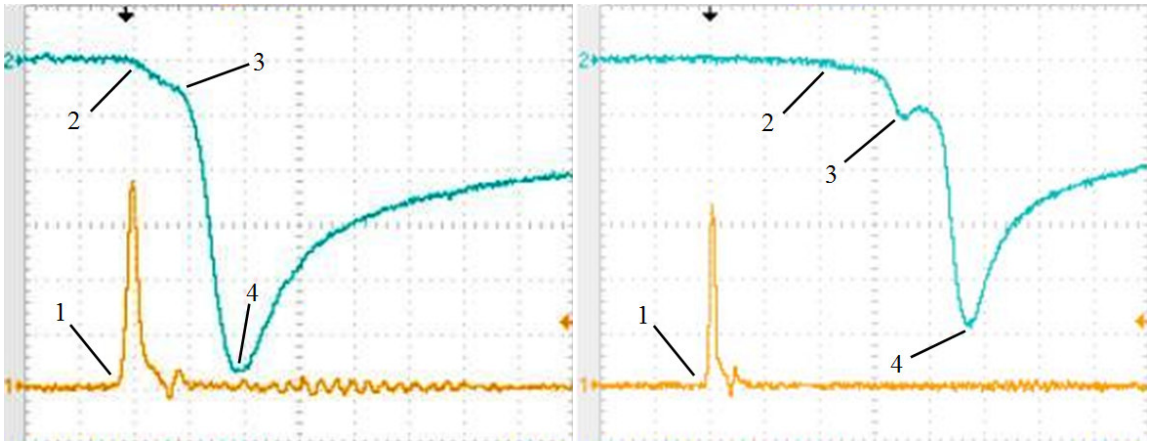
Рис.2. Схема эксперимента: 1 – ЛГИ-60, 2 – юстировочный лазер (He-Ne), 3 – полупрозрачные зеркала, 4 – калиброванные светофильтры, 5 – рассеивающие линзы, 6 – собирающая линза, 7 – измеритель энергии лазерного импульса, 8 – скоростной фотодатчик, 9 – анод, 10 – катод, 11 – вакуумная камера, 12 – источник высокого напряжения, 13 – сопротивления, 14 – киловольтметр, 15 – конденсатор, 16 – омический делитель напряжения, 17 – пояс Роговского, 18 – измерительный тракт.

Используемый в проведенных исследованиях макет вакуумного разрядника с лазерным поджигом (рис.2) представляет собой двухэлектродную коаксиальную систему, которая размещена в стеклянной вакуумной оболочке, которая откачивалась до давления остаточного газа не выше 10^{-1} Па. Плоский катод-мишень находился под нулевым потенциалом относительно шины заземления. Анод, выполненный из алюминия, имел форму плоского кольца и перед срабатыванием разрядника имел положительный потенциал величиной 3 кВ. Расстояние между электродами – 1 мм. Коммутируемая разрядным устройством цепь состояла из конденсатора и набора сопротивлений. Сила тока в цепи достигала 100 А. Длительность переднего фронта импульса тока составляла порядка 100 нс, скоростью нарастания тока $dI/dt = (1\text{-}2)\times10^9$ А/с.

Излучение лазера фокусировалось на поверхности катода сквозь стенку вакуумной оболочки таким образом, что пучок излучения без потерь проходил сквозь отверстие диаметром 2,5 мм в центре анода. Источник излучения - импульсный твердотельный лазер ЛГИ-60 в режиме модулированной добротности - генерировал излучение с длиной волны 1,06 мкм и временной длительностью 20 нс по основанию (10 нс на полувысоте). Диаметр пятна фокусировки на мишени составлял 0,6 мм. Набор поглощающих фильтров позволял изменять энергию лазерного излучения, падающего на мишень в пределах нескольких порядков величины $E_{LP} = 2\times10^{-6} – 2\times10^{-3}$ Дж. При этом средняя интенсивность лазерного излучения на поверхности катода в пределах пятна фокусировки менялась в пределах $q = 3\times10^6 – 3\times10^9$ Вт/см^2.

В столь широком диапазоне значений интенсивности воздействующего на мишень излучения возможен широкий круг физических явлений и процессов: от плавления и испарения до ионизации паров и поглощения падающего излучения плазмой [2].

В ходе настоящих экспериментов определялась минимальная энергия $(E_{LP})_{min}$ излучения лазерного импульса, необходимая для инициирования разряда в исследуемом вакуумном промежутке. Кроме того снимались осциллограммы разрядного тока и при фиксированной величине E_{LP} определялось расстояние по временной шкале между характерными точками осциллограмм разрядного тока (рис.3): 1 – старт лазерного импульса; 2 – момент появления в разрядной цепи тока, заметного по величине при сравнении с амплитудным значением; 3 – особенность (всплеск или излом) на осциллограмме; 4 – момент достижения максимума тока в контуре.



а) б)

Рис.3. Характерные осциллограммы процесса коммутации тока с указанием выделенных точек на осциллограмме: 1 – старт лазерного импульса; 2 – момент появления в разрядной цепи тока, заметного по величине при сравнении с амплитудным значением; 3 – особенность на осциллограмме: а) излом, б) всплеск; 4 – момент достижения максимума тока в контуре.

По результатам измерений были построены графики зависимости продолжительности соответствующих временных интервалов τ_{1-2} , τ_{1-3} , τ_{1-4} от величины E_{LP} для различных материалов катода.

На рис. 4,5 показаны соответствующие графики, построенные на основе экспериментальных данных. Отметим, что зависимости $\tau_{1-2}(E_{LP})$, $\tau_{1-3}(E_{LP})$, $\tau_{1-4}(E_{LP})$ для исследованных материалов, среди которых металлы и сплавы: алюминий, вольфрам, ковар, нержавеющая сталь, медь, тантал, титан, графит, имеют практически идентичный вид, что говорит о единообразии протекающих процессов.

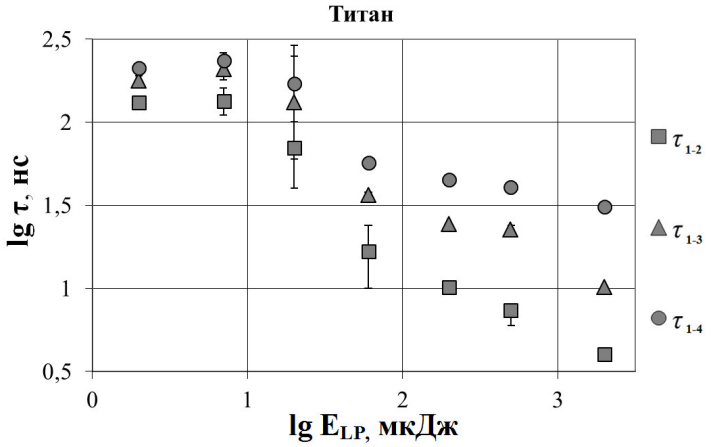


Рис.4. График зависимости продолжительности выделенных временных интервалов τ_{1-2}, τ_{1-3} , τ_{1-4} от энергии поджигающего лазерного импульса E_{LP} для катодов из титана.

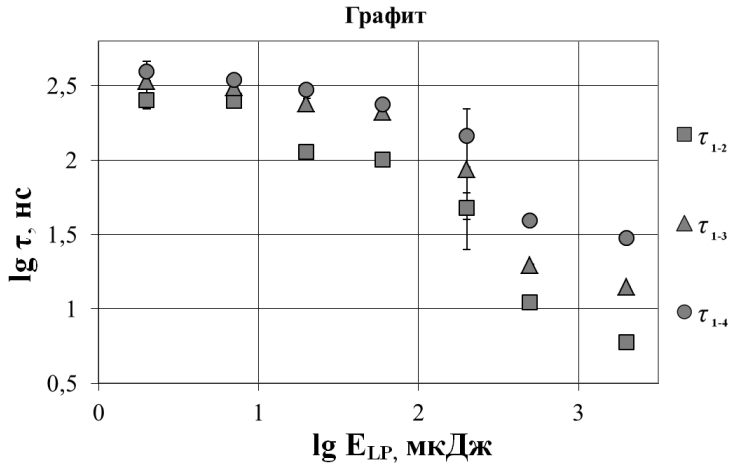


Рис.5. График зависимости продолжительности выделенных временных интервалов τ_{1-2}, τ_{1-3}, τ_{1-4} от энергии поджигающего лазерного импульса E_{LP} для катодов из графита.

При относительно малых $E_{LP} < (E_{LP})_{thre}$ (ниже порогового) в диапазоне 2 – 20 мкДж ($q = 3\times10^6 – 3\times10^7$ Вт/см^2) временные интервалы τ_{1-2}, τ_{1-3}, τ_{1-4} меняются сравнительно слабо или даже в пределах случайной погрешности остаются неизменными. Для относительно больших $E_{LP} > (E_{LP})_{thre}$ в диапазоне 20 – 2000 мкДж ($q = 3\times10^8 – 3\times10^9$ Вт/см^2) с ростом E_{LP} длительность интервалов τ_{1-2} и τ_{1-3} достаточно быстро сокращается, а длительность интервала τ_{1-4}, по-видимому, выходит на плато, определяемое параметрами коммутируемого контура. Пороговое значение $(E_{LP})_{thre}$ параметра E_{LP} для каждого из материалов определялось по соответствующему графику путем нахождения точки перегиба.

Стоит заметить, что минимальное, необходимое для инициирования разряда в исследуемом вакуумном промежутке, значение $(E_{LP})_{min}$ и пороговое значение $(E_{LP})_{thre}$ энергии излучения в лазерном импульсе зависит от материала катода и отличается для испытанных нами различных материалов примерно на один-два порядка величины. При малых E_{LP} в течении примерно 100-200 нс после окончания лазерного импульса в цепи разряда не фиксируется ток. При больших E_{LP} ток в цепи разряда фиксируется практически сразу после начала облучения поверхности катода.

При относительно малых E_{LP}, т.е. заведомо меньших порогового значения, исходя из того факта, что ток в цепи, коммутируемой вакуумным промежутком, не фиксируется в течение значительного времени после окончания лазерного импульса, можно предположить, что в межэлектродное пространство расширяется сгусток слабо ионизованного пара [3,4]. Вероятно, в указанной среде загорается слаботочный тлеющий разряд, а внешняя обращенная к аноду граница облака пара выполняет роль эмиттера электронов. Ток в цепи ограничен, в частности, объемным зарядом в межэлектродном пространстве. Замыкание межэлектродного промежутка проводящей средой и нейтрализация объемного заряда приводит к заметному увеличению тока, регистрируемого на осциллограммах.

При относительно больших E_{LP}, т.е. заведомо больших порогового значения, отличительной чертой разряда, по-видимому, становится эффективное влияние лазерного излучения на процесс ионизации паров материала катода-мишени и превращения ионизованных паров в хорошо проводящую среду – плазму, заполняющую межэлектродное пространство и обеспечивающую переход разряда в дуговую стадию.

Таким образом, проведенное исследование процесса коммутации вакуумного разрядника, поджигаемого излучением импульсного твердотельного лазера, продемонстрировало, что зависимость времени задержки срабатывания разрядника от энергии поджигающего импульса лазерного излучения носит монотонно убывающий характер и позволяет осуществлять управление временными параметрами разрядника в достаточно широким интервале значений.

Литература

1. Сливков И.Н. // Процессы при высоком напряжении в вакууме. М.: Энергоатомиздат,1986.-256 с.
2. Месяц Г.А. // Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. – М.: Наука, 2000, -424 с.
3. Ананьин О.Б., Афанасьев Ю.В., Крохин О.Н. // Лазерная плазма. Физика и применение: Монография. М.: МИФИ,2003.-400 с.
4. Cremers D.A., Radziemski L.J. // Handbook of Laser Induced Breakdown Spectroscopy, Wiley,New York,2006.

Особенности формирования проводящей среды в вакууме плазменным факелом

С.Г. Давыдов, А.Н. Долгов, А.В. Корнеев, А.А.Пшеничный, Р.Х. Якубов
Москва, ВНИИА им. Н.Л. ДУХОВА, ул. Сущёвская, д.22. E-mail: vniia4@vniia.ru

Представлены результаты изучения динамики процесса коммутации тока в коротком вакуумном промежутке, инициируемого вспомогательным разрядом по поверхности диэлектрика, путем высокоскоростной фоторегистрации плазмы разряда в оптическом диапазоне при субнаносекундных временах экспозиции. Выдвинуто предположение о существенной роли излучения катодного пятна и катодного факела при формировании токового канала в основном разряде.

Medium formation with plasma flame in vacuum. S. G. Davydov, A.N. Dolgov, A.V.Korneev, A.A.Pshenichnyi, R.Kh.Yakubov. *The results of high-speed photography of the process of switching a short vacuum gap by an auxiliary discharge plasma over the surface of a dielectric are presented. It is supposed that the cathode spot and cathode flare radiation play an important role in the formation of the current channel in the main discharge.*

В настоящее время управляемые малогабаритные вакуумные коммутаторы применяются в каротажной аппаратуре, устройствах подсветки быстропротекающих процессов импульсами оптического и рентгеновского излучения, а также в ряде других областей, где определяющими требованиями являются отсутствие накальных цепей, миниатюрность, широкий диапазон коммутируемых токов [1]. Цель представляемой работы – изучить процесс коммутации тока в коротком межэлектродном промежутке высоковольтного вакуумного диода плазмой катодного факела.

Анод – куполообразный или плоский, диаметром 6 мм, имеет продолжением токовод, который ввинчивается в основание диаметром 7 мм, выполненное из латуни. Расстояние между катодом и анодом составляет 1 мм. Толщина диэлектрической шайбы: 0,1 – 1 мм. Материал электродов – нержавеющая сталь. Материал шайбы – слюда, керамика. Диэлектрический каркас разрядного устройства выполнен из капролона (рис.1). Разрядное устройство размещается в вакуумной камере, откачиваемой до давления остаточного газа $10^{-2} – 10^{-3}$ Па и снабженной вакуумноплотными выводами-тоководами, позволяющими подключать электроразрядное устройство к внешним цепям, и оптически прозрачным окном для вывода за пределы камеры излучения плазмы разряда видимого диапазона.

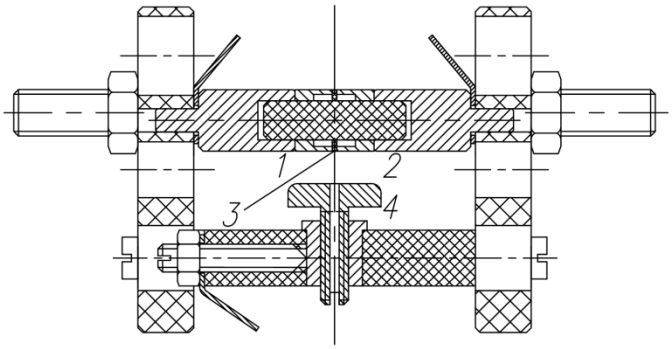


Рис.1. Конструкции макета высоковольтного вакуумного коммутатора:1 - катод, 2 - поджигающий электрод, 3 - диэлектрическая шайба,4 - анод.

Основные элементы электроразрядной системы – анод; катод; поджигающий электрод и плотно зажатая между ними диэлектрическая шайба, разделяющая катод и поджигающий электрод. Электроды закреплены в диэлектрическом каркасе. Катод, поджигающий электрод и диэлектрическая шайба – соосные цилиндры одного диаметра (6 мм). Катод и поджигающий электрод состоят из тоководов и держателей, непосредственно контактирующих с диэлектрической шайбой.

Катод диода заземлен, анод до начала коммутации находится под положительным потенциалом величиной до 3 кВ. Процесс коммутации промежутка катод-анод стартует при подаче на поджигающий электрод положительного относительно катода импульса напряжения амплитудой до 4 кВ и скоростью нарастания $(1\text{-}2)\times10^9$ В/с. Происходит пробой по поверхности диэлектрической шайбы и плазма, образованная продуктами эрозии, создает проводящую среду в промежутке катод-анод. Амплитуда тока в системе поджига – до 10 А, продолжительность импульса тока поджига – 30 нс. Длительность основного разряда в режиме короткого замыкания – 30 мкс.

При коммутации тока в промежутке катод-анод на осциллограмме (рис.2) вначале наблюдается сигнал «правильной» полярности, т.е. соответствующий протеканию тока в направлении приложенного электрического поля, отвечающий приходу на анод пучка электронов. Затем через ~ 20-25 нс после начала разряда появляется сигнал «неправильной» полярности, который может отвечать ионам материала катода с энергиями $\sim10^2$ эВ, если исходить из того, что выше приведенное время – это время пролета ионов в межэлектродном промежутке. Далее следует менее акцентированный всплеск тока в «правильном» направлении, максимум которого приходится на момент времени 200-250 нс после начала протекания тока, с последующим относительно медленным возрастанием силы тока в разряде. Мы считаем, что его появление обусловлено замыканием межэлектродного промежутка плазмой катодного факела и значительным увеличением проводимости токонесущей среды. Следует отметить, что в течение первых 60 нс после старта регистрируемого тока, т.е. на стадии первых двух сигналов, происходят сильные колебания напряжения на межэлектродном промежутке. Данное обстоятельство - свидетельство развития в межэлектродном пространстве сильной электронной неустойчивости в виде сильных колебаний напряжения, обусловленных изменениями омического сопротивления проводящей среды и связанных, вероятно, с раскачкой плазменных колебаний. Совокупность представленных экспериментальных данных хорошо вписывается в картину явлений, предсказанных в рамках модели Баренгольца, Месяца, Перельштейна [2].

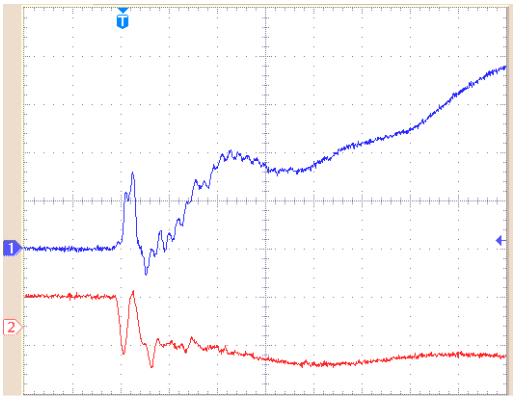


Рис.2.Осциллограмма. Развертка – 100 нс/дел. Луч №1 – ток в промежутке катод-анод, чувствительность – 20 А/дел. Луч №2 – напряжение на промежутке катод-анод(сигнал инвертирован), чувствительность – 2 кВ/дел.

С целью изучения динамики разряда в вакуумном промежутке была осуществлена в оптическом диапазоне фоторегистрация изображений плазмы разряда при временах экспозиции 5-100 нс. Средством получения изображений являлся ЭОП с использованием схемы стробирования по катоду.

Анализ полученных изображений позволяет разделить наблюдаемые разряды на два типа. Первый тип – оптимальный режим – связан с развитием дугового разряда в промежутке катод-анод, т.е. токовый дрейф заряженных частиц в проводящей среде – плазме – происходит по кратчайшей траектории между катодом и анодом (рис.3,4). Первый тип основного разряда реализуется в том случае, когда вспомогательный искровой разряд по поверхности диэлектрика, который инициирует разряд между катодом и анодом, возникает на участке системы поджига, расположенном на минимальном расстоянии от поверхности анода. Наиболее яркий источник излучения – это столб плазмы в промежутке катод-анод. Стоит обратить внимание на то обстоятельство, что катодное пятно, находящееся в основании столба на катоде, является центром диффузно светящейся области разряда, имеющей форму полушария. Именно в пределах пересечения указанной области с поверхностью анода, т.е. за пределами канала дугового разряда, видны многочисленные источники оптического излучения – вероятно, анодные пятна – размером порядка 0,1 мм и слой пара материала анода, который приподнят над поверхностью анода. В связи с этим мы предполагаем, что излучение катодного пятна дугового разряда в ультрафиолетовом диапазоне вызывает ионизацию разреженной газовой среды на периферии разряда и появление в ней тока, параллельного току в основном токовом канале, сильно излучающем в ультрафиолетовом диапазоне. Анодные пятна могут свидетельствовать о том, что на периферии разряд носит характер типа тлеющего.

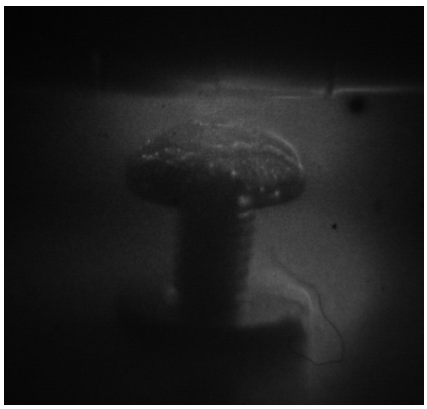


Рис.3. Фотография вакуумного разряда 1-го типа, начальная стадия.

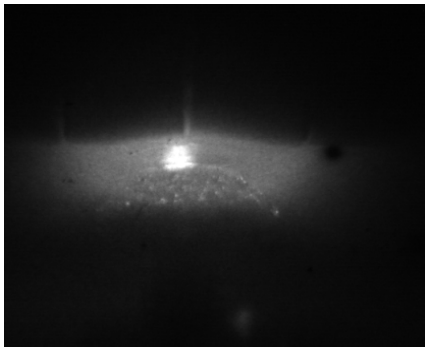


Рис.4. Фотография вакуумного разряда 1-го типа, дуговая стадия, I_{max}= 260 А.

Основной разряд второго типа реализуется в том случае, когда вспомогательный искровой разряд возникает на участке поджигающей системы, находящемся на расстоянии от поверхности анода, близком к максимальному. Поверхность анода, находящаяся на расстоянии 1 мм от поверхности катода, в указанной ситуации в развитии разряда между катодом и анодом видимого участия не принимает. Длина траектории, по которой происходит токовый дрейф заряженных частиц в этом случае, возрастает более чем на порядок величины (рис.5,6). Наблюдается катодное пятно и катодный факел, часто наблюдается анодное пятно на поверхности поджигающего электрода. В пространстве, окружающем электродную систему, наблюдается диффузное свечение, на фоне которого выделяется направленная к основанию анода излучающая полоса.



Рис.5. Фотография вакуумного разряда 2-го типа, начальная стадия.

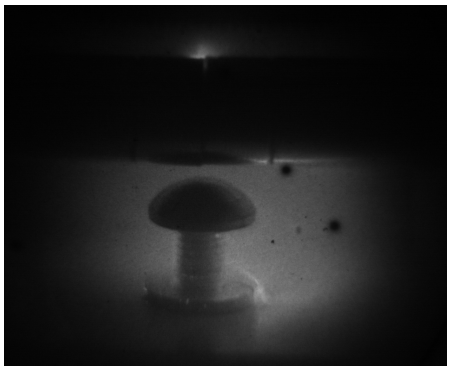


Рис.6. Фотография вакуумного разряда 2-го типа, дуговая стадия, I_{max}= 175А.

Второй тип разряда отличается от первого тем, что, во-первых, существующие в нем две токопроводящие области включены в электрическую цепь последовательно. Во-вторых, контракция токовых каналов в области с низкой плотностью вещества фиксируется только на начальной, по-видимому, искровой стадии разряда. Однако периферийная область с низкой плотностью вещества по-прежнему формируется под воздействием ультрафиолетового излучения, испущенного из области с высокой плотностью вещества – катодного пятна и плазменного факела.

В разряде первого типа время задержки основного разряда не превышает 100 нс, не наблюдается искажений формы импульса тока. В разрядах второго типа устойчиво наблюдается укороченный примерно до 2 мкс на полувысоте импульс тока с временной задержкой, длительность которой варьируется в пределах от 2 до 10 мкс, и затянутым до 6-8 мкс задним фронтом.

В случае разряда первого типа при напряжении U=3 кВ и расстоянием между катодом и анодом δ=1 мм, из закона «трех вторых» [3]:

$$j_{3/2} = 2{,}33 \cdot 10^{-6} \cdot U^{3/2} / \delta^2 , \qquad (1)$$

получим плотность тока $\sim 3 \cdot 10^5$ А/м^2. Если принять площадь поперечного сечения канала тока порядка площади поверхности анода, то достигаемая сила тока составит ~ 30 А. Для элементов, входящих в состав используемого материала электродов, величина порогового тока находится в пределах от 1,5 до 6 А [4]. Таким образом, при вовлечении в процесс формирования первоначального разряда значительной части поверхности анода возможен переход разряда в дуговую фазу. Пороговая сила тока, судя по регистрируемой скорости нарастания силы тока в промежутке катод-анод, будет достигнута за время $\leq$ 10 нс, т.е. до момента затухания инициирующего искрового разряда по поверхности диэлектрика. Распространение в межэлектродном промежутке плазмы катодного факела не способно обеспечить столь быстрое нарастание силы тока на начальном этапе развития разряда. Действительно, при определяющей роли тепловой скорости, которая составляет порядка 10^3 м/с, время замыкания межэлектродного промежутка плазмой катодного факела составит $\sim 10^{-6}$ с. Механизм амбиполярной диффузии, обеспечивающий скорость распространения плазмы $\sim 10^4$ м/с [4], способен дать время замыкания $\sim 10^{-7}$ с, т.е. также не способен обеспечить на начальном этапе развития разряда быстрое нарастание силы тока. Полученные изображения разряда свидетельствуют о том, что излучение катодного пятна и катодного факела способно путем ионизации остаточного газа быстро создать проводящую среду в промежутке катод-анод и тем самым создать условия для вовлечения в разряд значительной поверхности анода. Катодное пятно возникает при инициирующем искровом пробое по поверхности диэлектрика. Физический механизм перехода центральной части разряда в дальнейшем в самоподдерживающийся дуговой – это, по-видимому, ионизационно-перегревная неустойчивость тлеющего разряда, ведущая к контракции или шнурованию разряда [5]. Аналогичный механизм отвечает за появление анодных пятен на периферии разряда.

В случае разряда второго типа при δ=1 см (расстояние между электродами, взятое вдоль линий тока), протекание тока в среде остаточного газа, не рождающей в достаточном количестве носителей тока, не способно обеспечить переход разряда в дуговую фазу. Вероятно, на начальной стадии разряда второго типа на периферии он носит характер тлеющего. При этом в прикатодной области разряд носит характер искрового. Заполнение охваченного разрядом пространства плазмой, поступающей из катодного факела, приводит к достаточно резкому увеличению проводимости канала тока и разряд приобретает характер дугового. Судя по длительности времени задержки механизм амбиполярной диффузии плазмы в данных обстоятельствах не является определяющим, а скорость диффузии вещества катодного факела определяется скоростью теплового движения ионов. Вероятно, наличие окружающей среды в виде плазмы, пусть и разреженной, препятствует пространственному разделению зарядов на переднем фронте распространяющегося потока более плотной плазмы и реализации механизма амбиполярной диффузии.

Наблюдаемое характерное время затухания на заднем фронте импульса тока в разряде второго типа составляет от нескольких до десятка микросекунд. Численные оценки скорости распада плазмы остаточного газа, принимающие за основной наиболее эффективный механизм объемной рекомбинации в слабоионизованных газах и парах металлов, которым является диссоциативная рекомбинация [5], дают результаты, вполне согласующиеся с результатами наблюдений.

Действительно, в отсутствие поля (или при слабом поле, например, при переходе через ноль тока), концентрация заряженных частиц в плазме уменьшается с течением времени по закону:

$$n_e=1/(1+\beta\cdot n_{eo}\cdot t), \quad (2)$$

где n_{eo} и n_e – концентрация электронов в плазме начальная и в момент времени t, $\beta\approx10^{-13}$ м^3/с – коэффициент диссоциативной рекомбинации [5]. Характерное время распада плазмы оценивается как:

$$\tau\approx1/\beta\cdot n_{eo}. \quad (3)$$

Если принять начальную концентрацию заряженных частиц за пределами катодного факела с учетом диффузии частиц из него в окружающее пространство равной порядка 10^{18} м$^{-3}$, то получим в качестве оценки характерного времени распада плазмы в разряде второго типа величину $\sim10^{-5}$ с, в то время как для разряда первого типа данная величина составляет $\sim10^{-7}$ с

Таким образом, изучение динамики процесса коммутации тока в коротком вакуумном промежутке, инициируемого вспомогательным разрядом по поверхности диэлектрика, путем фоторегистрации изображений плазмы разряда в собственном оптическом излучении при временах экспозиции в субнаносекундном диапазоне дало следующие результаты.

1) Зафиксировано развитие разрядов двух типов.

2) Первый тип характеризуется развитием дугового разряда в промежутке катод-анод в результате замыкания промежутка плазмой катодного факела, т.е. токовый дрейф заряженных частиц в проводящей среде происходит по кратчайшей траектории между катодом и анодом.

3) Второй тип разряда характеризуется образованием катодного пятна на катоде, выбросом в окружающее пространство - но не в направлении анода - плазменного факела, продолжением которого является дугообразная диффузная область разряда, замыкающаяся на основание анода, и при этом визуальных признаков развития разряда по наиболее короткой траектории в промежутке катод-анод не наблюдается. Вероятно, на начальной стадии разряда второго типа он носит характер тлеющего, и развитие ионизационно-перегревной неустойчивости ведет к контракции разряда и формированию локализованных анодных пятен. Благодаря поступлению вещества из катодного факела разряд приобретает характер дугового, а режим работы анода переходит в диффузный. Механизм амбиполярной диффузии плазмы в данных обстоятельствах не является определяющим, а скорость диффузии вещества катодного факела определяется скоростью теплового движения ионов.

4) На основании анализа полученных экспериментальных данных высказано предположение о существенной роли излучения катодного пятна и катодного факела в процессе формирования токового канала в разряде при давлении остаточного газа не менее 10^{-2} Па.

Литература

1. Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника.М.: Наука, 2004,-704 с.
2. Баренгольц С.А., Месяц Г.А., Перельштейн Е.А. Феноменологическая модель неустойчивой стадии вакуумной искры // ЖТФ.2009.Т.79.№ 10.С.45-52.
3. Основы физических процессов в плазме и плазменных установках / С.К.Жданов, В.А.Курнаев, М.К. Романовский, И.В. Цветков; под ред. В.А. Курнаева. М: МИФИ, 2007, -368 с.
4. Месяц Г.Ф. // Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. – М.: Наука, 2000, - 424 с.
5. Райзер Ю.П. // Физика газового разряда. М.: Наука,1992.-536 с.

Модельные экспериментальные исследования одиночных и блочных сверхзвуковых струй

А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С. Яскин, К.А.Дубровин, В.Э.Художитков, С.Т.Чиненов
Новосибирск, Новосибирский государственный университет;
Новосибирск, НГУ, ул. Пирогова, 2.
E-mail: zarvin@phys.nsu.ru

В настоящей работе представлены экспериментальные исследования сверхзвуковых струй, истекающих из сверхзвуковых сопел в вакуум и в сильно разреженную среду. Приведены результаты спектральных измерений плотности по свечению, возбужденному сфокусированным электронным пучком, продольных и поперечных профилей плотности струй с использованием современной сканирующий техники, а также фотографических изображений струй при использовании техники сканирование электронного пучка. Обсуждены возможности и особенности каждого метода регистрации.

Model experimental studies of single and block supersonic jets. A.E. Zarvin, V.V. Kalyada, A.S. Yaskin, K.A. Dubrovin, V.E. Khudozhitkov, S.T. Chinenov. *Experimental studies of supersonic jets that flow from supersonic nozzles to vacuum and into a highly rarefied background are presented.The results of spectral measurements of the luminescence intensity excited by a focused electron beam, longitudinal and transverse density profiles of jets using modern scanning techniques, as well as photographic images of jets using the electron beam scanning technique are presented. The possibilities and peculiarities of each registration method are discussed.*

1. Введение

Перспективы развития аэрокосмической техники в настоящее время связаны с разработкой нового поколения космических аппаратов, В том числе это касается микроаппаратов формата SmallSatи CubeSat в связи с их простотой, низкой стоимостью изготовления и вывода в космос. Использование таких спутников приведет к существенному расширению научных и прикладных исследований. В ближайшее десятилетие ожидается запуск до 10тыс. спутников CubeSat. Судя по публикациям, исследования в этом направлении проводятся в США, Нидерландах, Японии, Китае.

Активно обсуждается проблема создания двигателей управления и ориентации для этих спутников. Создание таких аппаратов невозможно без решения ряда фундаментальных научных задач, связанных с газовой динамикой высокоскоростных потоков, которые являются критически важными для создания будущих образцов аэрокосмической техники. Экспериментальное моделирование в данной области позволит воспроизвести и изучить распределение течений, газодинамическое взаимодействие струй между собой и с элементами конструкции космических аппаратов.

Исследования на экспериментальных установках требуют определения условий моделирования истечения струй двигателей космических аппаратов по параметрам сверхзвукового сопла и рабочего газа. Реальные струи двигателей являются источниками высокотемпературных продуктов горения, воспроизведение для которых отношения удельных теплоемкостей при переходе к «холодным» струям модельного газа практически нереализуемо. Поэтому для моделирования необходимо определение критериев подобия, по которым осуществляется приближенное моделирование натурного процесса истечения струи. Принято выбирать геометрию сопла, число Маха M_a на срезе сопла, род газа и его температуру T, давление торможения P_0, давление в выходном сечении сопла P_a), расход газа при истечении в вакуум Q или степень нерасчетности $n = P_a/P_h$ при истечении в затопленное пространство с давлением P_h. Влияние угла раствора сопла в диапазоне от 0° до 15° при высокой степени нерасчетности в распределении параметров модельного и натурного полей практически не проявляется.

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 натурномуу моделирующего газа приводит к значительным погрешностям при моделировании. Однако переход к интегральным параметрам подобия, предложенным в работах [1-2] дает возможность обойти влияние γ на результаты моделирования. Показано, что параметром подобия для струй, истекающих в вакуум или сильно разреженное пространство, является значение относительного импульса газа на срезе сопла$\bar{J} = \bar{J}(\mathrm{M}_a, \gamma)$илихарактерный угол поля течения$\theta_+ = \theta_+(\bar{J})$. При равенстве предложенных параметров модельная струя воспроизводит геометрию поля течения натурной струи, и реализуется подобие в распределении основных параметров течения газа [3-4]. Для учета влияния конденсации на процесс истечения при относительно низких температурах торможения рекомендовано использование пониженных значений γ.

Экспериментальное исследование работы реальных двигателей космических аппаратов требует огромны материальных и финансовых затрат. Для моделирования распределения натурных струйных течений от двигателей и исследования обтекания аппаратов разреженными газами во второй половине прошлого столетия были созданы крупные высокопроизводительные вакуумные установки и комплексы [5-6]. 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 пуска привели к поиску более простых и дешёвых вариантов экспериментальных исследований интересующих процессов.

В работе [7] на предыдущей, 24-й конференции «Вакуумная наука и техника» 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 малотоннажных экспериментальных установках со сравнительно низкой производительностью вакуумных откачных систем. Изложен опыт отдела прикладной физики Новосибирского государственного университета по использованию различных вариантов установок для моделирования газодинамических струй, предложены пути решения возникающих проблем, приведены методики измерений, используемые в экспериментах.

В настоящей работе это оборудование использовано для моделирования процессов, сопутствующих истечению газов из сверхзвуковых сопел, полей течения струй из одиночного сопла и многосоплового блока при истечении газа в вакуум и сильно разреженное пространство.

2. Экспериментальное оборудование и методики

Исследования проведены на многофункциональном газодинамическом стенде ЛЭМПУС-2 отдела прикладной физики Новосибирского государственного университета[8], предназначенном, в частности, для работы при повышенных расходах газа с сохранением высокого разрежения в рабочей камере. Комплекс обеспечен высоковакуумными высокопроизводительными и безмасляными средствами откачки, позволившими достичь предельной массовой скорости вакуумной откачки по диоксиду углерода ~ 0,2 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 истечения. Моделирование истечения сверхзвуковых струй газов и газовых смесей проводилось с использованием миниатюрных сопел субмиллиметрового размера.

Аппаратура и диагностические методы, использованные на стенде, основаны навизуализации струй с фиксацией фотографического изображения и спектроскопических методах измерения параметров полей течения при электронно-пучковом возбуждении газа, истекающего из неподвижного или перемещаемого по заданной программе сопла. Электронный луч электронно-оптической системы стенда фокусировался до диаметра менее

1мм. 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 фактически в режиме on-line.

Уменьшение размеров газовых струй, истекающих из сопел, несколько увеличило методические погрешности, но в то же время упростило диагностику струйных течений для качественных и количественных измерений продольных и поперечных полей плотности невозмущающими методами.

3. Анализ полученных результатов

В работе рассмотрены три варианта измерений: 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.

3.1. Фотометрия

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, оказываются непригодными. Поэтому для визуализации таких потоков необходимо возбуждение излучения в струе. В качестве источника возбуждения в большинстве случаев используют высоковольтный электронный пучок [9]. Поскольку в газах электронами с энергией свыше 1 кэВ 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. 1. Здесь показано свечение струи азота, истекающей из одиночного сверхзвукового конического сопла с параметрами: диаметр критического сечения $d_* = 0{,}215$ мм, диаметр выходного среза $D_a = 3{,}80$ мм, длина диффузора $L_{диф\phi} = 17{,}0$ мм. Результат получен при давлении торможения $P_0 = 200$ кПа, давлении фонового газа $P_h = 8{,}7$ Па. Параметры возбуждающего электронного пучка: энергия электронов $E_e =$ 15кэВ, ток пучка $I_e = 17$ мА. Электронный пучок намеренно расфокусирован для расширения области первичной засветки.

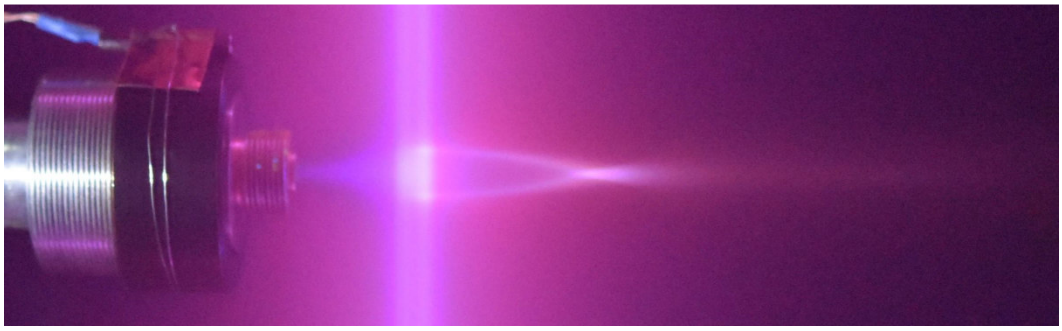


Рис. 1. Сверхзвуковая струя азота. Засветка высоковольтным электронным пучком.

В левой части фотографии хорошо видны элементы форкамеры сопла. Наблюдается веретенообразная структура сверхзвуковой струи, зона смешения (более яркие полосы по бокам), х-образная конфигурация, замыкающая первую бочку, Однако следует учитывать, фотографирование ведется сбоку, и хотя электронный пучок пересекает струю перпендикулярно оси, оценке изменений плотности 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 [10].

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, приведен на рис. 2. Фактически мы наблюдаем истечение в вакуум, поскольку отношение давлений составляет$P_0/P_h = 3\cdot10^6$. Угол разворота струи более 90^0.

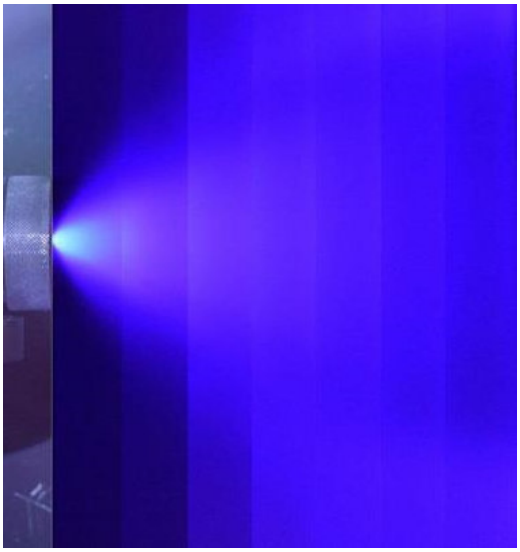


Рис 2. Составное изображение струи, «сшитое» из фотографий, полученных сканированием струи вдоль продольной оси. Минимальная ширина развертки луча 23 мм, шаг сканирования 22 мм. P_0 = 1200 кПа, P_h = 0,4 Па, T_0 = 295 К. Электронный пучок: E_e = 10 кэВ, I_e = 25 мА. Сверхзвуковое сопло.

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. Пример такой оценки из приведенной фотографии представлен на графике (рис. 3) для ряда сечений x, нормированных на радиус выходного сечения сопла R_a.

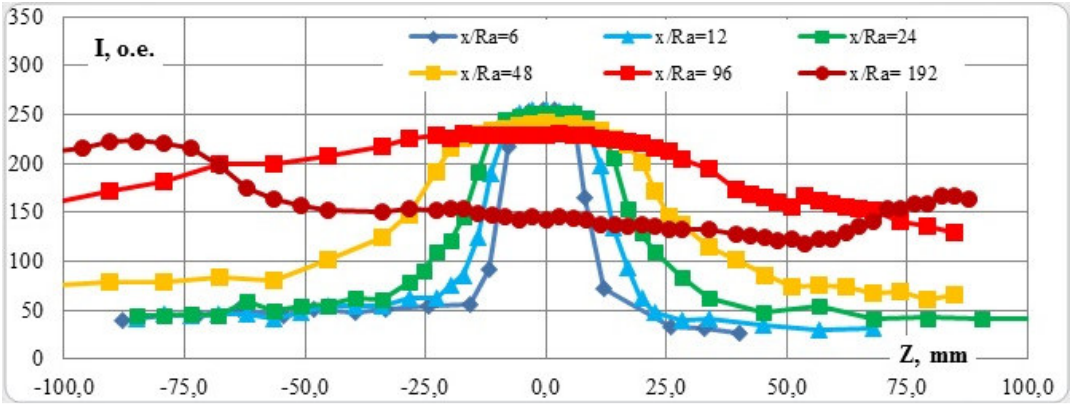


Рис. 3. Профиль интенсивности свечения в зависимости от вертикальной координаты Z (к рис. 2).

Несимметричность поперечного профиля обусловлена падением плотности тока электронного пучка вниз от оси струи (в «плюсовые» значения координаты Z) вследствие рассеяния на молекулах струи и конусности электронной «метлы». Для градуировки по плотности можно выбрать значения интенсивности сигнала на близких расстояниях от сопла при отрицательных значениях Z, которые, по-видимому, соответствуют фоновым значениям плотности.

3.2. Спектроскопия

Другой, известный способ определения распределений плотности в поле истекающих струй состоит в использовании спектральных измерений интенсивности свечения на выбранной длине волны (для атомарных газов) или интегральной интенсивности колебательной полосы (для молекулярных газов). Обязательным условием, в реальности 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 P_0.

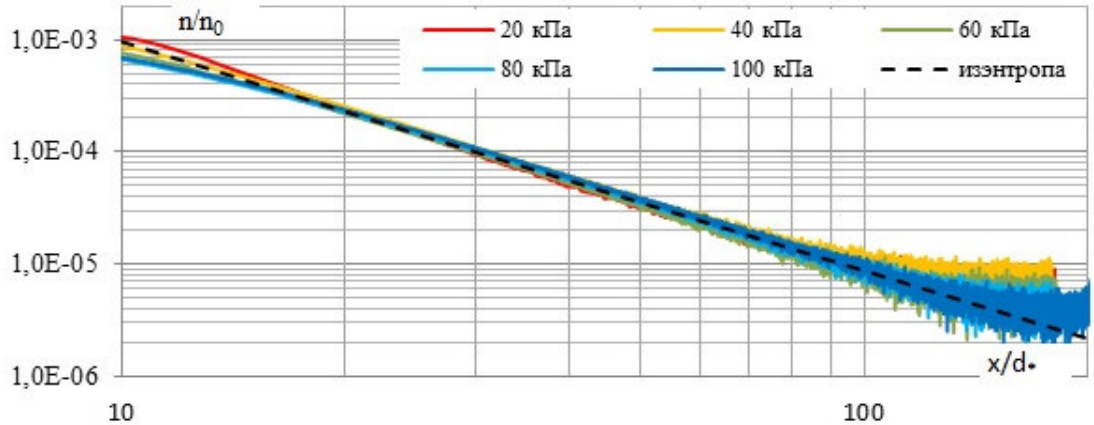


Рис. 4. Влияние давления P_0 на распределение численной плотности азота на оси струи. Звуковое сопло $d_* = 0{,}5$мм. Спектральная полоса $\lambda = 391$ нм.

Приведенные зависимости от x/d_* численной плотности, нормированной на плотность в форкамере сопла, n/n_0, сравнены с изэнтропическим расчетом [11]. Незначительное отклонение от изэнтропы при расстояниях $x/d_* < 20$, т.е. на физическом расстоянии менее 10 мм от среза

сопла, обусловлено электромагнитными наводками заземленной форкамеры сопла на электронный пучок, а также частичным столкновительным гашением флуоресценции при высоком уровне плотности. На расстояниях $x/d_* > 100$ оказывает влияние проникновение фонового газа при приближении к диску Маха. В целом совпадение с изэнтропой очень хорошее, что подтверждает возможность измерений распределений плотности в струях методом электронно-пучковой спектроскопии на малогабаритных установках и с миниатюрными соплами.

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 [12]. Принцип работы этого метода заключался в перемещении газового объекта относительно неподвижного электронного пучка с одновременным согласованным перемещением фотопленки, на которую с помощью оптической системы фокусировалось излучение, возбужденное этим пучком. В дальнейшем с помощью денситометрии фотопленки исследователи получали искомые развёртки газовых струй. Эта техника особенно хорошо зарекомендовала себя при изучении полей плотности за многосопловыми компоновками газовых струй, истекающих в затопленное пространство [13].

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 900x900 dpi. Считывание информации осуществляется в режиме on-linena микро-SD-карту. Таким образом, 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 рабочего газа через компоновк у четырех сверхзвуковых газовых источников представлен на рисунке 5.

Здесь приведены продольное (рис. 5,a) и поперечное сечения (рис. 5,b), потока. Снимки выполнены с серым светофильтром для устранения насыщения фотодатчиков сканера в областях с максимальной плотностью газа. Скорость сканирования 2 мм/с. Температура соплового блока T_0 = 300 К. Давление в форкамере - P_0 = 100 кПа. Давление окружающего фонового газа- P_h = 0,5 Па. Энергия электронов E_e = 10 кэВ, ток I_e = 30 мА. Диаметр электронного пучка не превышал 1 мм. Преимуществом данного способа измерений является быстрое получение информации в цифровом виде, которое позволяет практически в режиме реального времени с высоким разрешением получать графики распределений плотности по интересующим линиям тока.

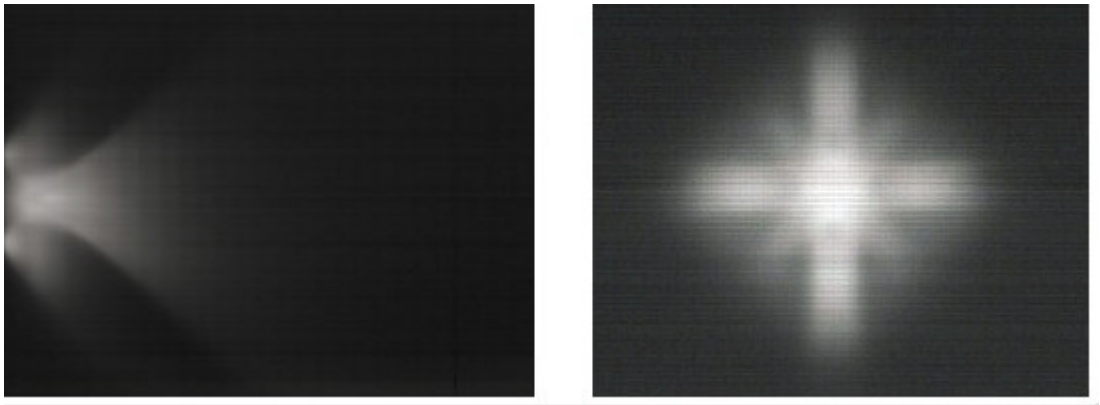


Рис. 5. Сканированные изображения продольного (a) и поперечного (b) профилей составной струи, истекающей из квадратной сборки сопел.

4. Выводы.

В результате выполнения работы продемонстрированы на примерах возможности использования на малогабаритной экспериментальной установке Новосибирского государственного университета методов и средств диагностики сверхзвуковых потоков, истекающих из одиночных сопел и сопловых блоков в вакуум, сильно разреженное, а также затопленное пространство, которые могут быть использованы для разработки авиационно-космических систем нового поколения.

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Прикладная физика» НГУ при финансовой поддержке грантов Министерства образования и науки РФ 3.5918.2017/ИТР и 3.5920.2017/ИТР.

Литература

1. Герасимов Ю.И., Ярыгин В.Н. // Электронный журнал. 2012, т. 13 (1), с. 1-22. www.chemphys.edu.ru/pdf/2012-07-13-001.pdf.
2. Герасимов Ю.И., Ярыгин В.Н. // Электронный журнал. 2012, т. 13 (2), с. 1-26. www.chemphys.edu.ru/pdf/2012-11-22-001.pdf/
3. Gerasimov Yu.I., Krylov A.N., Yarygin V.N. // XXV Internat.Symp. Rarefied Gas Dynamics (RGD25), St. Petersburg, 2006. Proc. 25th RGD, Novosibirsk. 2007. P. 610-615.
4. ГерасимовЮ.И., ЯрыгинВ.Н., КрыловА.Н., СагдуллинБ.А. // Теплофизика и Аэромеханика. 2009. Т. 16. №3.С. 395-404.
5. Бочкарев А.А., Великанов Е.Г., Ребров А.К., и др. // В сб. "Экспериментальные методы в динамике разреженных газов".Новосибирск. Изд-во ИТФ СО АН. 1974, с. 6-23.
6. http://www.math.spbu.ru/GAM/gdl.html
7. ЗарвинА.Е., КалядаВ.В., ЯскинА.С. // Вакуумная наука и техника. Материалы XXIV науч.-техн.конф. Под ред. С.Б.Нестерова, 16–23.09.2017, г. Судак. М.: Новелла. 2017 - 352 с. С. 100-105.
8. Zarvin A.E., Kalyada V.V., MadirbaevV.Zh. et al. // IEEE Trans. Plasma Sci. 2017. V. 45. Issue 5. P. 819-827.
9. Schumacher B.W., GadamerE O. // Can. J. Phys. 1958.V. 36(6). P. 659-671.
10. Зарвин А.Е., Яскин А.С., Каляда В.В. и др. // Вакуумная наука и техника. Материалы XXI науч.-тех. конф. Под ред. Д.В. Быкова. М.~: МИЭМ НИУ ВШЭ. 2014-382с. С. 33-36.
11. ЖоховВ.А., ХомутскийА.А. // Труды ЦАГИ. Вып. 1224. М.: ЦАГИ, 1970. 224 с.
12. Кисляков Н.И., Ребров А.К., Шарафутдинов Р.Г. // ПМТФ. 1975. № 2. С. 42-52.
13. Ярыгин В.Н., Герасимов Ю.И., Крылов А.Н. и др.// Теплофизика и аэромеханика. 2011. Т. 18. № 3. С. 345-372.

Энтальпии атомизации и образование газообразных нитридов (обзор)

Е.К. Казенас, Ю.В. Цветков, *М.Н. Есаулов, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова, О.А. Овчинникова, Н.А. Андреева, Т.Н. Пенкина, В.Б. Смирнова, А.А. Фомина
Москва, ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН)», Ленинский пр-т, д. 49, e-mail: kazenas@ultra.imet.ac.ru
****Москва, ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет (МИФИ)», Каширское шоссе, д. 31, e-mail: mesaulov@mail.ru***

Приведены данные по энтальпиям атомизации и образования газообразных нитридов.

Enthalpy of atomization and formation of gaseous nitrides (review). E.K. Kazenas, Yu.V. Tsvetkov, M.N. Esaulov, G.K. Astakhova, V.A. Volchenkova, O.A. Ovchinnikova, N.A. Andreeva, T.N. Penkina, V.B. Smirnova, A.A. Fomina. *The data on enthalpy of atomization and gaseous nitrides formation are presented.*

В докладе представлены обобщенные (литературные) экспериментальные результаты по энтальпиям атомизации и образования газообразных нитридов. Обзор по составу парогазовой фазы над нитридами опубликован нами ранее [1]. Основные результаты получены с помощью метода высокотемпературной масс-спектрометрии в ряде работ [1-10].

Используя экспериментальные результаты по парциальным давлениям парогазовых компонентов и оцененные приведенные энергии Гиббса в работах [1-10], рассчитаны энтальпии соответствующих реакций и с помощью третьего закона термодинамики определены энтальпии атомизации и образования газообразных нитридов.

Результаты приведены в таблице.

Таблица. Энтальпии атомизации и образования газообразных нитридов (ΔH, кДж/моль).

Газообразный нитрид	$\Delta H^o_{at,o}$	$\Delta H^o_{f,o}$	Газообразный нитрид	$\Delta H^o_{at,o}$	$\Delta H^o_{f,o}$
III B					
BN	376	500	AlN	360	440
B_2N	930		Al_2N	760	340
BN_2	836		Al_2N_2	1400	
B_3N	1410		GaN	920	
BN_3	1580		Ga_3N_3	1680	
B_2N_2	733				
B_3N_3	964		InN	830	
B_4N_4	1020		In_3N_3	1600	
BN_4	1920		TlN	730	
IV B					
CN	744	439	SiN	430	
NCN	1354	301	Si_2N	980	
CNN	1254	401	Si_3N	1300	510
CNC	1242	652			
CCN	1292	602			
C_2N_2	2057	309			
C_3N	740				
C_4N	807				
C_5N	556				

V B					
PN	620	190	SbN	467	260
AsN	560	196			
VI B					
NO	626	91	N_2O_4	1900	20
NO_2 (20+N)	930	40	N_2O_5	2150	13
NO_2 (0+2N)	1100	80	NS	480	280
N_2O_3	1590	90			
VII B					
NF	290	258	NCl	259	
NF_2	588	37	NCl_2	539	
NF_3	830	-130	NCl_3	920	
N_2F_2	1030	70	BrN	280	
N_2F_4	1260	-20	IN	161	
IV A					
TiN	514	426	HfN	589	502
ZrN	560	516			
V A					
VN	485	502	TaN	606	645
NbN	577	615			
VI A					
CrN	401	468	WN	564	757
MoN	493	648			
Лантаноиды					
SrN	468	380	LaN	481	334
YN	481	380			
Актиноиды					
ThN	576	470	PuN	468	
UN	527				

Литература

1. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Есаулов М.Н., Астахова Г.К., Волченкова В.А., Андреева Н.А. Состав пара над нитридами химических элементов в вакууме // Материалы XXIII научно-технической конференции Крым, Судак. 2016. С. 20-23.
2. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Термодинамика испарения нитридов. Наука, в печати. 2019. 550с.
3. Глушко В.П., Гурвич Л.В., Вейц И.В. и др. Термодинамические свойства индивидуальных веществ: Справочник. М.: Наука. 1978-1982. Т. 1-4.
4. Viswanathan R., Schmude R.W., Gingerich K.A. The standard molar atomization enthalpy and the standard molar enthalpy of formation of gaseous Si_2N from high-temperature mass spectrometry // J. Chem. Thermodyn. 1995. 27. № 12. C. 1303-1311.
5. Gingerich K.A. Gaseous metal nitrides. III. On the dissociation energy of thorium mononitride and predicted dissociation energies of diatomic group III-VI transition-metals nitrides // J. Chem. Phys. 1968. 49. № 1. P. 19-24.
6. Gingerich K.A. Dissociation energy of gaseous uranium mononitride // J. Chem. Phys. 1967. 47. № 6. P. 2192-2193.
7. Gingerich K.A. Mass spectrometric Determination of the Heat of Atomization of the Molecules Al_2N and BOCN // Communications 1970. V. 7. P. 441-442.
8. Kandalam A.K., Blanco M.A., Pandey R. Theoretical Study of Al_nN_n, Ga_nN_n and In_nN_n (n=4, 5, 6) Clusters // J. Phys. Chem. B 2002. V. 106. № 8. P. 1945-1953.
9. Ornellas Fernando R., Iwata Suehiro. Ab initio studies of silicon and nitrogen clusters: Cyclic or

linear Si_2N? // J. Phys. Chem. 1996. 100. № 26. C. 10919-10927.
10. Zmbov K.F., Margrave J.L. Mass spectrometric evidence for the gaseous Si_2N molecule // J. Amer. Chem. Soc. 1967. 89. № 10. P. 2492-2493.

Селекция мод в гиротроне на второй гармонике гирочастоты с помощью продольных дроссельных канавок

Н.А. Завольский, Е.В. Иляков, Ю.К. Калынов, И.С. Кулагин, А.С. Шевченко
Нижний Новгород, Институт прикладной физики РАН, 603950, ГСП-120, ул. Ульянова, 46
E-mail: ikulagin@appl.sci-nnov.ru

Предложен метод селекции мод в гиротроне на второй гармонике гирочастоты с помощью узких продольных дроссельных канавок в резонаторе. Глубина канавок выбирается в половину длины рабочей волны излучения. Такие канавки не являются препятствием для протекания поверхностного СВЧ тока рабочей моды, но разрывают токи мод на частотах основного циклотронного резонанса и других нерабочих гармоник гирочастоты, являющихся возможными конкурентами при установлении генерации в гиротроне.

Selection of modes with longitudinal choke grooves in a second-cyclotron-harmonic gyrotron. N.A. Zavolsky, E.V. Ilyakov, Yu.K. Kalynov, I.S. Kulagin, A.S. Shevchenko. *A method to select the operating mode at the second cyclotron harmonic in gyrotron by means of narrow longitudinal choke grooves cut in the cavity has been proposed. The depth of grooves is selected equaled to a half of wavelength of operating radiation. Such grooves do not break surface RF current of the operating mode, but they break currents of the fundamental and other non-operating harmonics, which are potential competitors when establishing a generation in gyrotron.*

1. Введение

Продвижение гиротронов на релятивистских электронных пучках в коротковолновую часть миллиметрового диапазона длин волн с сохранением мультимегаваттного уровня мощности [1-5] является актуальным с точки зрения применения источников такой мощности в ряде развивающихся научных и технических приложений. Повышение частоты генерации связано с ростом магнитного поля, достаточную величину которого в области релятивистских энергий электронов обеспечить труднее из-за релятивистского роста их массы.

Решить проблему можно переходом к работе гиротрона на гармониках циклотронной частоты. Использование, в частности, второй гармоники, взаимодействию с которой свойственны достаточно высокая эффективность и доступность решения проблемы селекции мод, позволяет увеличить частоту генерации вдвое без увеличения индукции магнитного поля [6]. В предыдущем эксперименте [7] с гиротроном на второй циклотронной гармонике с рабочей волной TE11.2 было получено излучение двухмегаваттного уровня мощности на частоте 55,67 ГГц с КПД 28%. Рост тока в этом генераторе сопровождался падением КПД из-за разброса электронов по скоростям. Наблюдалась также паразитная генерация, от которой, если не повышать ток, удавалось отстраиваться. Следует отметить, что структура рабочей моды TE11.2 такова, что у стенки резонатора сосредоточено довольно высокое СВЧ поле, поэтому повышению мощности препятствовала угроза возникновения СВЧ пробоя.

Однако, выбор благоприятной для гиротрона структуры рабочей моды (благоприятной в том отношении, что СВЧ поле в большей степени сосредоточено вблизи электронного пучка и в меньшей степени вблизи стенки резонатора) обычно ограничен тем, что такие моды находятся в окружении паразитных мод, плотность которых с ростом выбранного номера

циклотронной гармоники дополнительно возрастает. Один из методов, позволяющих предотвратить возбуждение некоторых паразитных мод, описан в настоящем докладе.

2. Метод селекции с помощью дроссельных канавок

Суть предлагаемого метода селекции заключается в следующем. Электронный пучок в гиротроне эффективно взаимодействует с СВЧ полем резонатора, представленным в виде одной (находящейся в циклотронном резонансе с пучком и в электромагнитном резонансе в резонаторе) рабочей моды. Резонансные условия выделяют рабочую моду среди прочих, если спектр мод достаточно разрежен. Все эти моды являются поперечно-электрическими, генерируемое СВЧ поле не имеет продольной электрической компоненты, но имеет продольную магнитную, скачок которой на границе резонатора порождает поперечный СВЧ ток, присущий любой моде гиротрона. Поэтому, если в резонаторе прорезать по всей длине достаточно много продольных щелей, можно предотвратить возбуждение любой моды по гиротронному механизму взаимодействия. Малое число щелей позволит возбуждаться таким азимутально неоднородным модам, азимутальные вариации которых укладываются в промежутках между щелями. Возможно также возбуждение таких комбинаций мод, для которых суммарный СВЧ ток на щели равен нулю. Прерывание щелью СВЧ тока приводит к возбуждению СВЧ поля с наружной стороны резонатора, что снижает его добротность.

Электромагнитные свойства резонатора со щелями можно сделать частотно зависимыми, если сквозные щели заменить канавками определенной глубины (дроссельными канавками), прорезанными в толстой стенке резонатора (см. рис. 1). Если глубина канавки составляет половину длины рабочей волны излучения, то на стыке канавки и резонатора СВЧ ток будет протекать беспрепятственно, как будто бы разрыв отсутствует. Другие, существенно отличающиеся по частоте СВЧ токи, будут испытывать разрыв.

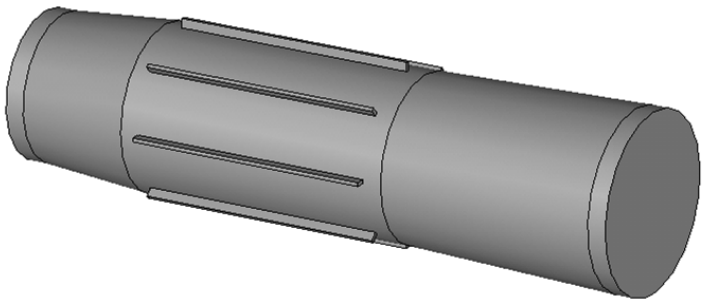


Рис. 1. Резонатор гиротрона с канавками (изображен вакуумный объем резонатора). Конические секции слева и справа – закритическое сужение и волноводный выход.

Параметры резонатора и глубину канавок можно настроить на рабочую моду, возбуждающуюся на второй или третьей гармонике гирочастоты. При этом паразитные моды на существенно отличающихся частотах других гармоник, включая основную, будут подавляться, что существенно проредит спектр конкурирующих мод.

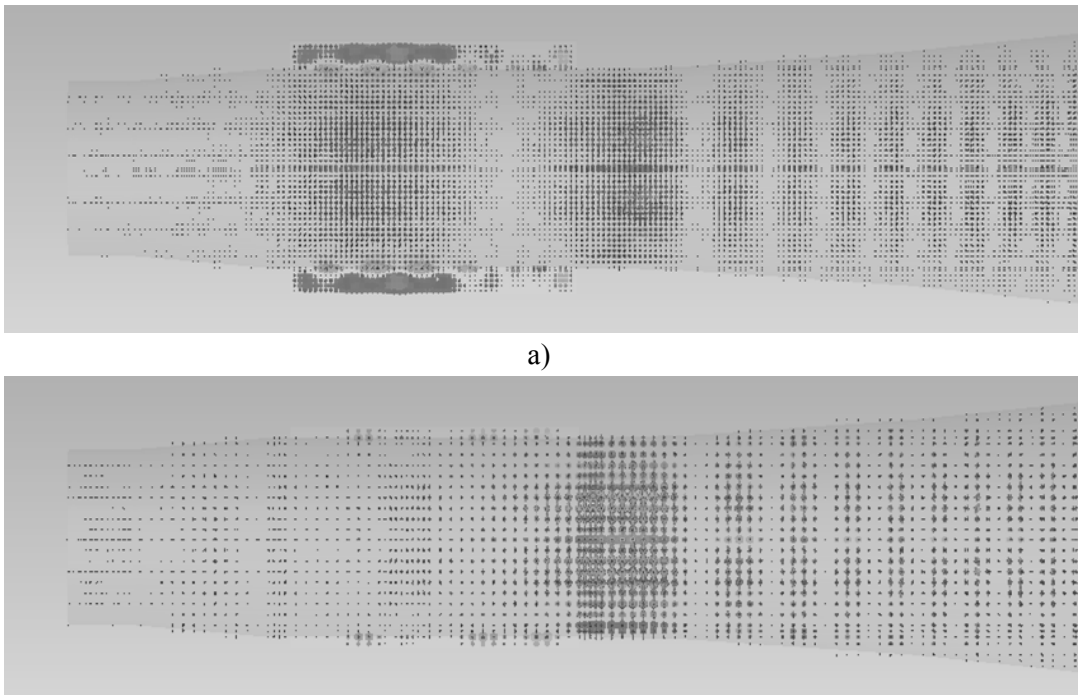
3. Проверка влияния канавок

Первоначально влияние канавок было проверено следующим образом. Было проведено моделирование электродинамических свойств резонатора в отсутствие электронного пучка. Со стороны выхода в сторону резонатора запускалась волна на рабочей моде резонатора и резонансной частоте. Были рассмотрены два случая с различной глубиной канавок: (*а*) канавки глубиной в полволны на частоте второй гармоники гирочастоты и (*б*) канавки глубиной в четверть волны (см. рис. 2).

Моделирование продемонстрировало для случая полуволновых канавок (см. рис. 2,*а*) отсутствие разрыва СВЧ тока на стыке канавки с резонатором: излучение естественным образом накапливалось в резонаторе, полуволновая вариация поля полностью занимала

канавку. Напротив, четвертьволновая канавка демонстрировала разрыв СВЧ тока, что выражалось в отсутствии существенного СВЧ поля внутри резонатора и отражении волны (имеющей ту же частоту, что и в случае полуволновых канавок) от выходного конуса резонатора (см. рис. 2,*б*).

Таким образом, было продемонстрировано, что канавки с глубиной, отличающейся от полволны излучения, препятствуют накоплению излучения в резонаторе, что означает подавление соответствующей генерации в гиротроне.



а)

б)

Рис. 2. Картина СВЧ поля при подаче внешней волны на рабочей моде и резонансной частоте справа в сторону резонатора гиротрона: а) – канавки глубиной в полволны; б) канавки глубиной в четверть волны.

4. Результаты численного моделирования генерации в гиротроне

Для проверки предложенного метода селекции моделированием по методу крупных частиц был взят резонатор с профилем, близким к [1], где в гиротроне на релятивистском электронном пучке на второй циклотронной гармонике с рабочей волной TE3.7 было получено излучение мегаваттного уровня мощности на частоте 50,4 ГГц с КПД 15%. В этом приборе был специально выбран режим пучка с настолько большим током (45 А при напряжении 255 кВ), что, согласно расчету стартовых токов (см. рис. 3), должно наблюдаться одновременное выполнение стартовых условий для мод TE4.3 и TE6.2 на основной циклотронной гармонике и мод TE3.7, TE1.8 и TE8.5 на второй циклотронной гармонике. Продольные канавки в резонаторе глубиной 2.5 мм (в половину длины волны излучения на второй гармонике) должны были предотвратить возбуждение мод TE4.3 и TE6.2.

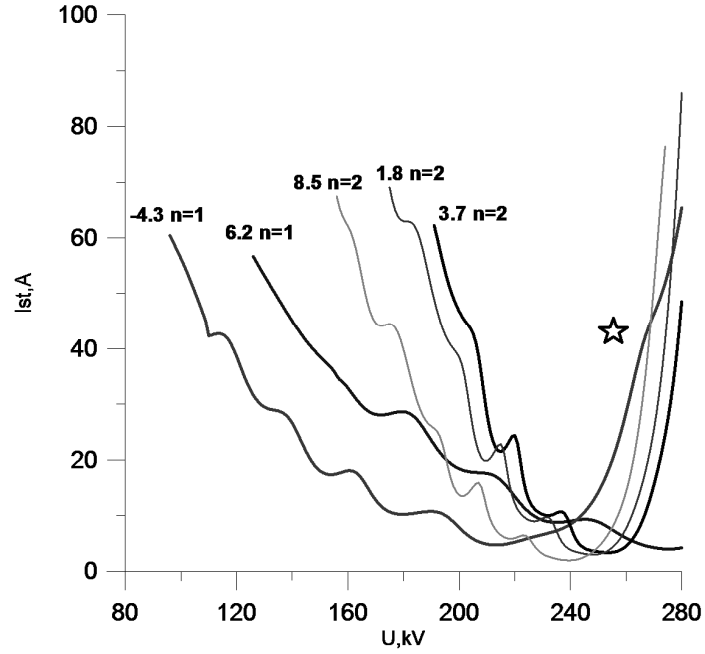


Рис. 3. Стартовые токи мод в зависимости от напряжения. Звездочка отмечает режим, в котором моделировалась работа гиротрона с селекцией с помощью дроссельных канавок.

Моделирование генерации в гиротроне методом крупных частиц подтвердило, что применение продольных дроссельных канавок полностью подавляет возбуждение мод на основной циклотронной гармонике. Получено селективное возбуждение рабочей моды TE3.7 при подавлении конкурирующих мод TE8.5 и TE1.8, по-видимому, благодаря выбранному магнитному полю.

Работа поддержана грантом РФФИ № 16-02-00745.

Работа также поддержана в рамках выполнения государственного задания ИПФ РАН на проведение научных исследований по теме №0035-2014-0012 и Программы фундаментальных исследований президиума РАН «Мощные ультракороткие электромагнитные импульсы, а также их взаимодействие с объектами и средами».

Литература

1. Завольский Н.А., Иляков Е.В., Калынов Ю.К. и др. // «Вакуумная наука и техника». Материалы XXIII научно-технической конференции. Под ред. С.Б. Нестерова. М.: Новелла. 2016. С.29-33.
2. Зайцев Н.И., Гинзбург Н.С., Завольский Н. А. и др. // Письма в ЖТФ, 2001, т.27, № 7, с.8-12.
3. Зайцев Н.И., Завольский Н.А., Запевалов В.Е. и др. // Изв. вузов. Радиофизика, 2003. Т.46. №10. С.914-918.
4. Абубакиров ЭБ., Гузнов Ю.М., Денисов Г.Г и др.// Изв. вузов. «ПНД», 2015. Т.23. №2. С.94-107.
5. Bratman V.L., Botvinik I.E., Grom Yu.D., et al. // Proc. SPIE of 16th Int. Symposium on discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Moscow - St. Petersburg, Russia, 1994, pp. 538-541.
6. «Гиротрон». Сборник научных трудов. Горький: ИПФ АН СССР, 1981.
7. Завольский Н.А., Иляков Е.В., Калынов Ю.К. и др. // Изв. вузов. Радиофизика, 2018. Т.61, №1. С.44-52.

Наблюдение СВЧ излучения, генерируемого электронами одностороннего мультипакторного разряда

Е.В. Иляков, И.С. Кулагин, В.Е. Нечаев, А.С. Шевченко
Нижний Новгород, Институт прикладной физики РАН, 603950, ГСП-120, ул. Ульянова, 46
E-mail: ilyakov@appl.sci-nnov.ru

Мультипакторный разряд, возникающий в мощной вакуумной СВЧ аппаратуре, способен как нелинейное явление генерировать гармоники излучения в пассивных волноводных системах. В докладе приводятся результаты измерения спектра излучения разряда в скрещенных сверхвысокочастотном электрическом и статическом магнитном полях, который может развиваться в мощных СВЧ приборах с магнитным сопровождением электронного пучка.

Observation of microwave radiation generated by the electrons of one-sided multipactor discharge. E.V. Ilyakov, I.S. Kulagin, V.E. Nechaev, A.S. Shevchenko. *Multi-pactor discharge, when arising in powerful vacuum microwave equipment, as a nonlinear phenomenon, can generate radiation harmonics at passive waveguide systems. The report presents the measurement results of radiation spectrum of the discharge in crossed RF electric and static magnetic fields. This type of discharge can arise in powerful microwave devices with magnetic guiding of an electron beam.*

1. Введение

В мощных СВЧ приборах, в которых для формирования и транспортировки интенсивных электронных потоков используется внешнее магнитостатическое поле, могут создаваться условия для развития одностороннего мультипакторного разряда в скрещенных сверхвысокочастотном электрическом и статическом магнитном полях [1]. Например, при работе гиротрона на второй циклотронной гармонике условие циклотронного резонанса совпадает с резонансным условием развития основной моды мультипакторного разряда на поверхности резонатора (в скрещенных радиальном СВЧ электрическом и продольном магнитном полях), а именно – $\omega \approx 2 \cdot \omega_H$, где ω – частота СВЧ колебаний, ω_H – циклотронная частота [2]. В этом случае при определенной структуре рабочей волны и величине электрического поля на стенке резонатора возможно развитие разряда.

В отличие от двухстороннего разряда такой разряд практически не зависит от расположения других поверхностей, поэтому не носит локального характера и может охватить значительную часть поверхности прибора. В теоретических [1, 3] и недавних экспериментальных исследованиях [4] было показано, что в 3-см диапазоне длин волн разряд такого типа развивается за 10-15 нс. За это время ток разряда достигает насыщения, а концентрация электронов в облаке разряда становится близкой к критической для данной частоты излучения. При этом максимальная удельная поглощённая разрядом мощность (в конечном итоге рассеиваемая в стенке волновода) в условиях эксперимента составляла более 4 кВт/см^2 и была ограничена мощностью входного СВЧ источника, а соответствующая плотность тока насыщенного разряда достигала 10 А/см^2. При транспортировке еще бóльших мощностей, как показывают оценки, уровень поглощаемой разрядом мощности может доходить до десятков и даже сотен киловатт на квадратный сантиметр [1, 3].

В результате такой разряд может нарушать работу мощных вакуумных СВЧ приборов за счет поглощения большой доли мощности выходного излучения, инициирования СВЧ пробоев, связанных как с локальным перегревом поверхности, так и с десорбцией остаточного газа при бомбардировке стенок прибора электронами разряда с последующей ионизацией [1, 3]. Также высокая концентрация электронов разряда может вносить дополнительную реактивную составляющую в свойства прибора и приводить к изменению расчетных параметров взаимодействия, в частности, к падению КПД [5]. Кроме того мультипактор - нелинейное резонансное явление и токи разряда могут возбуждать в приборе излучение на гармониках (это

явление наблюдалось в двустороннем мультипакторе [6]). К настоящему времени данные о влиянии мультипактора в скрещенных полях на спектральный состав излучения приборов по нашим сведениям отсутствуют. В то же время большой разрыв в скоростях сгустков электронов разряда при бомбардировке (прилете) поверхности и вылета с нее предполагает появление гармонических составляющих (гармоник) в исходном излучении см. рис. 1. В докладе приводятся результаты оценок и измерений спектрального состава излучения при возникновении мультипактора в скрещенных полях в прямоугольном волноводе 3-см диапазона длин волн.

2. Оценочные расчеты

Нелинейные колебания насыщенного сгустка электронов перпендикулярно поверхности создают ток $j_x(t)$, возбуждающий волны поля $E,H \propto j_x$, спектральный состав которых определяется скоростью электронов, $v_x(t)$.

Уравнение движения и его решение в разумных идеализациях выглядит следующим образом [3]:

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \omega_H^2 x = \frac{eE}{m}\sin(\omega t) \quad \Rightarrow \quad \ddot{x} + \Omega^2 x = \frac{eE}{m\omega^2}\sin(T); \qquad \Omega = \frac{\omega_H}{\omega}$$

$$x = \frac{eE}{m\omega^2(1-\Omega^2)}\left(\cos T_0 \frac{\sin\Omega(T-T_0)}{\Omega} + \sin T_0 \cos\Omega(T-T_0) - \sin T\right)$$

$$\frac{dx}{dt} = \frac{eE}{m\omega(1-\Omega^2)}\left(\cos T_0 \cos\Omega(T-T_0) - \Omega\sin T_0 \sin\Omega(T-T_0) - \cos T\right)$$

Здесь $T = \omega t$ - фаза.

Ограничимся рассмотрением варианта резонансного разряда в основной зоне, где он наиболее интенсивен [3]. Резонанс реализуется вблизи $\Omega = 0{,}5$. Для самой устойчивой начальной фазы $T_0 = 0$:

$$x(T) = \frac{\sin\Omega T}{\Omega} - \sin T; \qquad v(T) = \cos\Omega T - \cos T$$

Скорость движения является суперпозицией собственного и вынужденного колебания, на старте они гасят друг друга, а при ударе – наоборот. При $T = 2\pi$ скорость $v(T)$ имеет разрыв, что приводит к медленному спаду членов разложения $v(T)$ в ряд Фурье по мере роста номера гармоники. На рис. 1 приведены расчетные графики координаты перемещения электронов разряда перпендикулярно поверхности и соответствующая скорость от момента вылета с поверхности и до прилета.

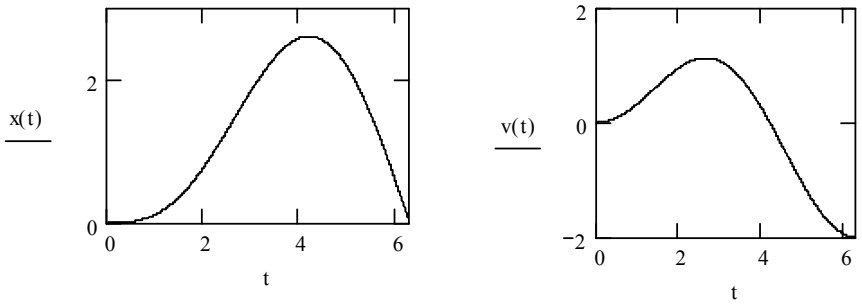


Рис. 1. Расчетные зависимости координаты перемещения электронов разряда перпендикулярно поверхности и соответствующая скорость от момента вылета с поверхности и до прилета.

3. Схема эксперимента и условия его проведения

Эксперименты по исследованию спектрального состава излучения мультипакторного разряда проводились на том же стенде, что и в предыдущем исследовании [4], в котором был зарегистрирован разряд на основной моде и измерены его основные характеристики. Схема эксперимента приведена на рис. 2. Излучение от магнетрона мощностью до 200 кВт с частотой излучения 9.1 ГГц, подавалось в СВЧ тракт прямоугольного волновода стандартного сечения 23х5 мм^2 со свернутым в незамкнутое кольцо рабочим участком. Разряд возникал в кольцевой части волновода, находящегося в зоне перпендикулярного к плоскости кольца однородного магнитного поля, создаваемого импульсным соленоидом. В этих условиях электроны разряда дрейфовали поперек силовых линий магнитного поля и могли совершать большое число последовательных циклов соударения с поверхностью, двигаясь по достаточно протяженным (примерно 24 см) в азимутальном направлении широким стенкам волновода, что обеспечивало размножение электронов и достижение режима насыщения разряда. При этом кривизна цилиндрической поверхности (радиус 40-45 мм) практически не должна была влиять на движение электронов ввиду малости масштаба траекторий – не более 0.5 мм для основной моды разряда. В узких стенках подводящих прямоугольных волноводах были сделаны отверстия, не искажавшие транспортировку волны и обеспечивавшие откачку вакуумного объема волноводного тракта.

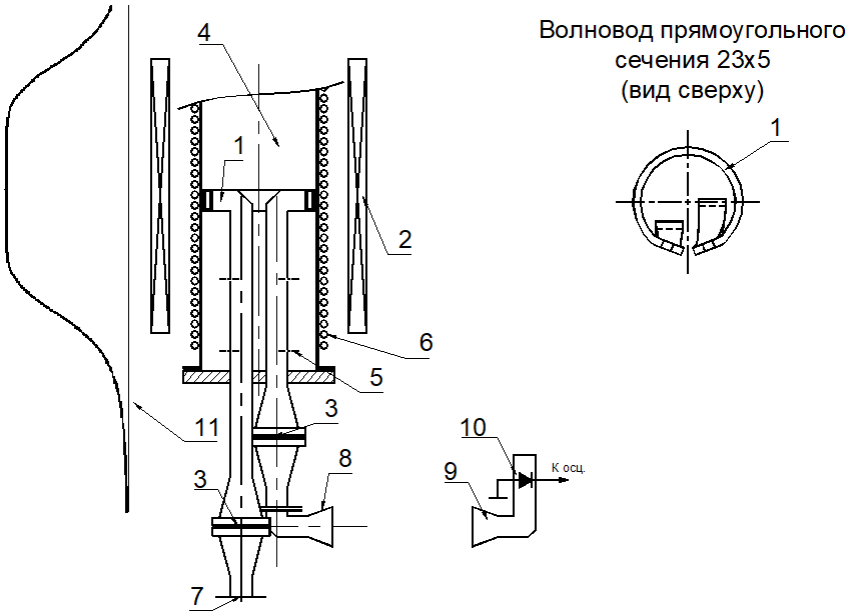


Рис. 2. Схема эксперимента: 1 – свернутый в кольцо волновод; 2 – импульсный соленоид; 3 – СВЧ окно; 4 – вакуумная камера; 5 – отверстия для откачки волновода; 6 – нагреватель; 7 – фланец входного волновода; 8 – выходной рупор; 9 – приемный рупор; 10 – детектор; 11 – распределение магнитного поля.

Разрядная поверхность волновода представляла собой сплав Л96, из которого делаются стандартные волноводные трубы с внутренним сечением 23х5 мм2. Магнетрон с помощью циркулятора был защищен от отражённой волны в случае возникновения пробоев в испытуемом волноводном тракте. Мощность магнетрона регулировалась напряжением источника питания. В качестве измерителя мощности служил импульсный твердотельный калориметр [7]. Для контроля падающей, отражённой и прошедшей через волновод волн в тракте прямоугольного сечения были установлены направленные волноводные ответвители. Для регистрации огибающих использовались детекторы с выходным сигналом, пропорциональным мощности СВЧ импульса. Излучение, прошедшее через испытуемый волновод, с помощью плавного рупора излучалось в безэховую камеру, часть которого

попадала в приемный рупор прямоугольного волновода, расположенный вблизи оси излучающего рупора (см. рис. 2). В предположении, что разрядный ток будет в основном возбуждать в волноводе волны гармоник основной моды, можно было ожидать, что примерно в том же соотношении по интенсивности, излучение гармоник будет и в приемном волноводе. Для анализа спектра излучения использовались запредельные волноводы и гетеродинный метод.

Эксперимент проводился при нагревании стенок вакуумной камеры и волноводов с целью удаления адсорбированных молекул с их поверхностей; с помощью специального нагревателя температура волновода или резонатора могла быть доведена до 400°С; вакуум 5×10^{-7} мм рт. ст. создавался с помощью криосорбционного насоса. Известно, что при изучении процессов, связанных с вторичной эмиссией, решающими условиями достоверности получаемых данных являются чистота исследуемой поверхности и степень вакуума. Один из способов получения чистой поверхности, заключается в том, что исследуемый материал прокаливается при высокой температуре и таким образом с его поверхности (и также, частично, из приповерхностного объема) удаляются молекулы загрязняющих веществ [8]. В то же время коэффициент вторичной эмиссии чистых металлов совсем или почти совсем не зависит от температуры [9]. Кроме того, устранение адсорбированных молекул с поверхности волновода предотвращает трансформацию вакуумного разряда в СВЧ пробой [10].

Исследование проводилось в режиме однократных импульсов.

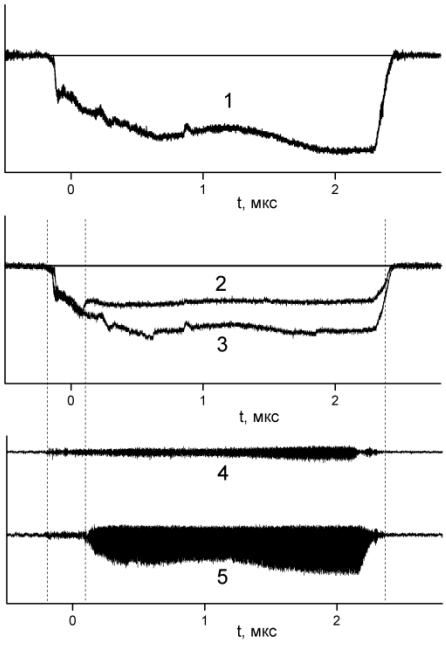


Рис. 3. Осциллограммы сигналов: огибающих входного (1) и выходного СВЧ излучения при нулевом (3) и резонансном (2) магнитном поле; на промежуточной частоте при нулевом (4) и резонансном (5) магнитном поле на частоте четвертой гармоники 18,2 ГГц.

4. Экспериментальные исследования

Исследования проводились при входной мощности излучения в волноводный тракт около 100 кВт значительная часть (около половины), которой поглощалась и рассеивалась в стенках волновода электронами первой моды разряда (см. рис. 3). На начальном этапе для оперативной проверки наличия излучения на высоких гармониках использовались запредельные волноводы со следующими критическими частотами: 13,15; 20,0; 25,0 и 30,0 ГГц. Отметим, что сам испытуемый волновод является запредельным для излучения на гармонике циклотронной частоты (4,6 ГГц) и, о ее присутствии можно будет судить только по появлению кратных более высоких частот в излучении. Измерения с помощью волновода с критической

частотой 13,15 ГГц показали, что небольшое прохождение сигнала происходит и в отсутствии разряда (выключено магнитное поле) (см. рис. 3). Как выяснилось позже, это связано с наличием второй гармоники в излучении самого магнетрона. Отметим, что уровень данного сигнала и остальных сигналов, прошедших через запредельные волноводы, был более чем на шесть порядков слабее по сравнению с сигналом магнетрона на основной частоте без запредельного волновода. В тоже время в момент появления разряда уровень прошедшего через запредельный волновод сигнала многократно увеличивался см. рис. 3. Измерения с последующими двумя запредельными волноводами показали, что сигнал продолжает проходить, хотя и уменьшаясь по амплитуде. С волноводом с критической частотой 30,0 ГГц сигнал зарегистрировать не удалось, что возможно было связано с ограниченной чувствительностью детектора и системы регистрации.

На следующем этапе для получения более точной информации спектр излучения измерялся с использованием гетеродинного метода. Для ослабления влияния на измерения мощного излучения на основной гармонике анализировалось излучение, прошедшее через волновод с критической частотой 13,15 ГГц. Было установлено, что в спектре прошедшего излучения присутствуют гармоники на частотах: 14,1 ГГц (третья гармоника); 18,2 ГГц (четвертая); 27,55 ГГц (шестая). Более высоких гармоник зарегистрировать не удалось.

Отметим, что регистрация третьей гармоники является показателем возбуждения гармоники на половинной частоте излучения магнетрона (определяется циклотронной частотой), которая не может распространяться в данном волноводе. В тоже время наличие этой гармоники характеризует механизм разряда.

Также отметим, что не удалось зарегистрировать пятую гармонику, хотя по оценкам ее интенсивность должна быть не ниже шестой гармоники. Возможно, это связано с тем, что разряд развивается на обеих широких стенках волновода, но вылет и прилет сгустков электронов разряда во времени сдвинут на полпериода и, как показывают оценки, это может приводить к взаимной компенсации излучения на нечетных гармониках. В пользу этого говорит и более низкая интенсивность излучения (в два-три раза) на третьей гармонике по отношению к излучению на четвертой и шестой гармониках, хотя по оценкам ее интенсивность должна быть выше.

Таким образом, исследования показали, что мультипактор в скрещенных полях способен возбуждать излучение на гармониках в широком диапазоне частот, в т. ч. и на частотах ниже частоты излучения, включающего разряд (вблизи циклотронной частоты), и тем самым разряд может увеличивать уровень шумов в выходном излучении приборов. По характеру спектра излучения, в принципе, можно судить о наличии данного типа разряда в приборе и в случае необходимости предпринимать меры для его подавления.

Работа поддержана грантом РФФИ № 15-02-00890.

Работа также поддержана в рамках выполнения государственного задания ИПФ РАН на проведение научных исследований по теме №0035-2014-0012 и Программы фундаментальных исследований президиума РАН «Мощные ультракороткие электромагнитные импульсы, а также их взаимодействие с объектами и средами».

Литература

1. Александров А.Ф., Бляхман Л.Г., Галузо С.Ю., Нечаев В.Е. // Релятивистская высокочастотная электроника: Горький, ИПФ АН СССР, 1983. Вып.3. С.219-240.
2. Завольский Н.А., Иляков Е.В., Калынов Ю.К. и др. // Изв. вузов. Радиофизика. 2018. Т.61, № 1. С.44-53.
3. Бляхман Л.Г., Горшкова М.А., Нечаев В.Е. // Изв. вузов. Радиофизика. 2000. Т.43, №11. С.1004-1015.
4. Иляков Е.В., Кулагин И.С., Нечаев В.Е. // Изв. вузов. Радиофизика. 2009. Т.52, № 12. С.979-986.
5. Вихарев А.А., Иляков Е.В., Кузиков С.В., Кулагин И.С. // Изв. вузов. Радиофизика, 2011, т.54, №12, с.908-916.

6. Jim´enez M., Gimeno B., Miquel-Espanya C. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. 43 (2010) 395501 (7pp).
7. Зайцев Н.И., Иляков Е.В., Ковнеристый Ю.К. и др. // ПТЭ, 1992. №2. С.153.
8. Бронштейн И.М., Фрайман Б.С. Вторичная электронная эмиссия. М.: изд. «Наука», 1969. – 408 с.
9. Брюнинг Г. Физика и применение вторичной электронной эмиссии. М.: Сов. Радио. 1958. 192 с.
10. Ilyakov E.V., Korablyov G.S., Kulagin I.S., Zaitsev N.I. // IEEE Trans. on Plasma Science. 1998. V.26, No.3. P.332.

Формирование и распад вихревой системы в сверхтекучем гелии

В.Б.Ефимов
Черноголовка, Московской обл., Институт физики твердого тела РАН
efimov@issp.ac.ru

Сверхтекучий гелий остается жидким до абсолютного нуля температуры. При этом при понижении температуры количество возбуждений в гелии вымерзает (экспоненциально для ротонов и степенным образом для фононов). Таким образом, гелий является модельной средой, имеющей свойства физического вакуума. В таком физическом вакууме возможно контролируемым образом вводить такие возбуждения, как квантовые вихри, изучать процессы формирования вихревой системы, условия ее существования и характеристики распада.

Formation and decay of vortex system in superfluid helium. V.B. Yefimov*. Superfluid helium remains liquid up to absolute zero temperature. Cooling of helium leads to reduction of the amount of excitation, which freezes exponentially for rotons and in a power-law dependence for phonons. So, liquid helium is a model medium having the properties of physical vacuum. In such physical vacuum it is possible to introduce excitations such as quantum vortices in a controlled manner and to study the process of formation of a vortex system, the conditions of its existence, and the characteristics of decay of a vortex tangle.*

Под вакуумом традиционно понимается пространство свободное от вещества. В технике и прикладной физике под вакуумом понимают среду, состоящую из газа при давлении значительно ниже атмосферного. При этом вакуум характеризуется соотношением между длиной свободного пробега молекул газа λи характерным размером сосуда d. При этом различают низкий вакуум, когда $\lambda<<d$ и высокий вакуум $\lambda>>d$. В микропорах высокий вакуум может достигнут при существенно более высокой остаточной концентрации молекул газа.

Важным свойством абсолютного вакуума является отсутствие сопротивления движению тел из-за отсутствия частиц, увеличивающих свой импульс и энергию при взаимодействии. Уменьшение количества частиц газа при высоком вакууме так же уменьшает теплоперенос через среду.

Под физическим вакуумом (вакуумное состояние) в квантовой физике понимают низшее (основное) энергетическое состояние квантованного поля, обладающее нулевым импульсом, моментом импульса и других квантовых чисел. При этом такое состояние не обязательно соответствует пустоте: поле в низшем состоянии может быть, например, полем квазичастиц в твердом теле. В этом смысле сверхтекучий гелий-4 является физическим вакуумом, в котором переход к сверхтекучести связан с образованием конденсата Бозе-Эйнштейна. При этом большое число атомов оказываются в своих минимально возможных

квантовых состояниях, и квантовые эффекты начинают проявляться на макроскопическом уровне. Одно из наиболее ярких проявлений квантового поведения макроскопической системы является существование сверхтекучего гелия в жидком состоянии при нулевых температурах при давлении меньше 25 атм. При фазовом λ-переходе концентрация нормальной компоненты начинает уменьшаться и падает до нуля при нулевой температуре. При этом уменьшается количество тепловых возбуждений таких как фононы (вымерзают по степенному закону) и ротоны (концентрация падает экспоненциально). Таким образом сверхтекучий гелий при температуре близкой к 0 К представляет из себя среду со свойствами физического вакуума с малым количеством возбуждений.

Сверхтекучий гелий при низких температурах (ниже 0,1 К) так же как и вакуум не создает реального сопротивления движению тел с малыми скоростями. Так, например, затухание колебаний сетки, натянутой на круговую оправку и являющейся мембранным осциллятором, помещенной в сверхтекучий гелий определяется добротностью этой системы в вакууме. Такое поведение сверхтекучей жидкости наблюдается до тех пор пока скорость движения гелия не превысит критическую и тогда в идеальном физическом вакууме сверхтекучего гелия начнут рождаться возбуждения – квантовые вихри. Для движения тел в сверхтекучем гелии со скоростями выше критических (хотя бы локально) появится реальная вязкость. Возбуждения в виде квантовых вихрей появляются и при противотоке нормальной и сверхтекучей компонент, возникающем при протекании через гелий теплового потока. В этой ситуации в «сверхтеплопроводном» гелии появляется градиент температуры. В данной статье мы обсудим возможности формирования таких неравновесных возбуждений как квантовые вихри в сверхтекучем гелии, условиях их существования и динамики распада вихревой системы.

Генерация вихрей в сверхтекучем гелии колеблющимися телами.

Особенностью сверхтекучего гелия, объясненного Ландау в рамках двух жидкостной гидродинамики, является нарушение сверхтекучести при превышении скорости движения жидкости критической величины. При достаточно больших скоростях протекания жидкости по узким щелям или при обтекании препятствий рождаются вихри, скорость циркуляции сверхтекучей компоненты v_s в которых вокруг оси вихря подчиняется законам квантования: $\oint_L^n v_s dl = n\frac{h}{m}$, где скорость n – целое число, h– постоянная Планка, m– масса атома гелия. Скорости на границе кора – центральной оси вихря – достигает критических величин ~60 m/s. При отсутствии диссипации сверхтекучей компоненты такие вихри должны существовать при низких температурах бесконечно долго. Начинаться они могут от стенок прибора, на границах раздела или замыкаться сами на себе, образуя вихревые кольца. Одной из проблем низкотемпературной физики, понимания особенностей поведения сверхтекучего гелия, являются вопросы рождения таких возбуждений, как квантовые вихри, условия их стационарного существования и физические причины их исчезновения. Рождение вихрей возможно при движении различных тел в сверхтекучем гелии. Такими телами являются сферы, сетки, кварцевые камертоны (“tuningfork”), колеблющиеся в резонансных условиях под действием внешних сил. При этом добротность такой системы в резонансе будет определяться, в том числе, и передачей энергии в вихревую систему – способностью генерировать квантовые и обычные вихри. Пример такого резонатора (металлической сетки, являющейся мембранным центральным электродом двойного конденсатора) приведен на рис. 1. Изменение переменного напряжения на одной из внешних обкладок конденсатора выступает в качестве внешней силы для создания вынужденных колебаний. При совпадении частоты вынуждающей силы с собственными резонансными частотами центральной мембраны, амплитуда колебаний последней начинает резко возрастать. При этом амплитуда и скорость колебаний сетки регистрируется через величину тока смещения на другой внешней обкладке конденсатора.

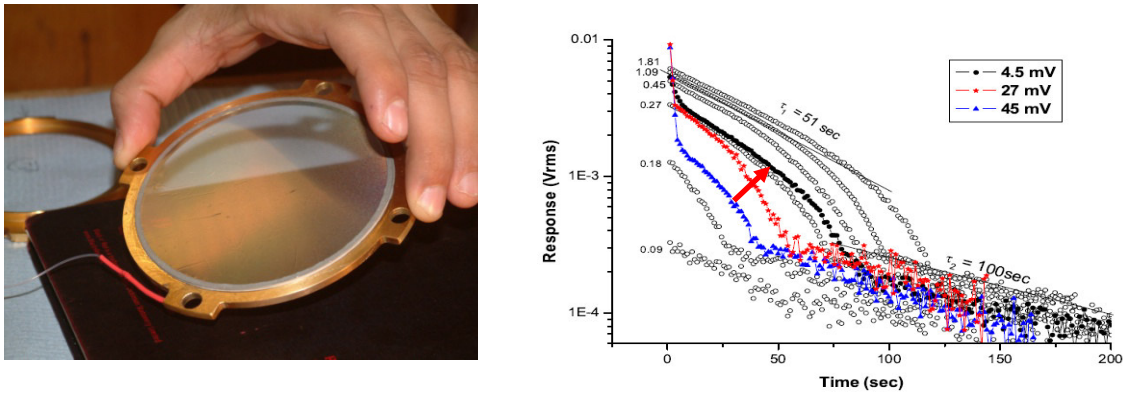


Рис. 1. Мембрана, использованная в резонансных экспериментах и временная зависимость амплитуды колебания при выключении накачки, T=44 мК, P=5 атм., особо чистый ^{4}He.

На правой части рис.1 приведена временная зависимость затухания колебаний мембраны из сетки при выключении внешней накачки в зависимости от величины этой внешней накачки и, соответственно, от амплитуды (скорости) установившихся колебаний. Режим затухания колебаний можно разделить на три области. При большой амплитуде установившихся колебаний потеря энергии в первые несколько секунд происходит экспоненциально быстро. Этот режим характеризуется формированием каскада вихрей, образованием турбулентного клубка вблизи мембраны. Затем энергия, запасенная в колеблющейся мембране, начинает теряться значительно медленнее. Этот процесс характеризуется рождением одиночных вихрей. Время этого процесса может составлять от десятков до сотен секунд. На последней стадии (участок 3) скорости движения сеточной мембраны уже недостаточно для рождения вихрей и затухание определяется добротностью мембраны в вакууме, возбуждения в гелии уже не генерируются и гелий опять представляет собой физический вакуум.

В последнее время обычные кварцевые резонаторы (“tuningforks”) нашли широкое применение в физике низких температур. Оказалось, что часовые кварцевые камертоны со стандартной частотой $f=2^{15}=32768$ Hz обладают высокой чувствительностью благодаря малой массе и высокой добротности, их параметры воспроизводимы после многократных термоциклирований, они удобны в монтаже и, кроме того, они дешевы. Одно из применений высокой добротности таких камертонов в физике гелия это их использование в качестве генератора и детектора квантовых вихрей. При приложении к камертону переменного тока на резонансной частоте скорость движения ножек камертона может достигать величины до 10 m/s, что вполне достаточно для генерации квантовых вихрей. Для определения параметров колебания камертона, как электрического резонатора применяют теорию электро-механического соответствия с вычислением электро-механической константы при колебании камертона в идеальных условиях, например, в вакууме при низких температурах. Вынуждающая сила Fдля колебаний ножек камертона будет пропорциональна приложенному напряжению U, а скорость движения ножек v – пропорционально току смещения J. Таким образом, измеряя отклик камертона, как гармонического резонатора, на внешний электрический сигнал, можно измерить зависимость скорости движения ножек камертона как функцию приложенной силы.

При малых амплитудах колебания камертонов движение жидкости, обтекающей ножки камертонов, ламинарно, и скорость движения ножек пропорциональна приложенному напряжению $J\sim v\sim U\sim F$. Увеличение скорости движения выше 10-15 cm/s приводит к генерации каскада вихрей, при этом энергия внешнего источника расходуется на создание возбуждений в среде. В турбулентном режиме наблюдается зависимость $J\sim v\sim U^2\sim F^2$.

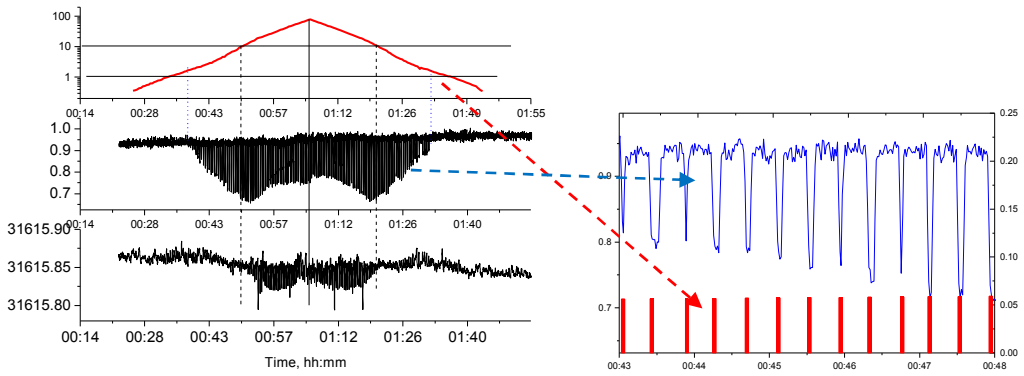


Рис. 2. Влияние амплитуды колебаний одного из камертонов, как генератора вихрей (верхняя кривая на левом графике, красные пики на правом), на добротность и резонансную частоту второго камертона, как детектора вихрей в системе (нижние пики слева и синие пики справа) при телеграфной подачи возбуждения на резонансной частоте на камертон-генератор.

Для определения возможности использовать кварцевые камертоны для детектирования квантовых возбуждений нами была создана измерительная ампула, в которой были помещены два камертона, имеющих резонансы на несколько отличных частотах (31 615 Hz и 32 102Hz) так что ни электрически, ни механически камертоны не влияли друг на друга. Размеры камертонов были: длина – 3.65 мм и 3.6 мм, ширина ножек камертона – 0.56 мм, их толщина – 0.202 мм. Камертоны располагались на расстоянии в 1 см друг от друга так, что плоскости колебаний ножек камертонов были параллельны, а их оси располагались под углом в 120° .

Эксперименты проводились при базовой температуре рефрижератора (T=10 мК) и давлении сверхтекучего гелия P=5 атм. На один из камертонов (детектор), подавался гармонический сигнал на резонансной частоте, вызывающий колебания с амплитудой, ниже первой критической скорости. На второй камертон на резонансной частоте этого камертона подавался сигнал с генератора, амплитуда которого плавно менялась. Оказалось, что камертон-детектор менял свою добротность при превышении камертоном-генератором скорости движения выше первой критической (~1 cm/s, режим 2 в предыдущем эксперименте). Отклик детектора менялся еще раз при превышении генератором второй критической скорости (~15cm/s, режим 1). Это хорошо видно при «телеграфном» включении сигнала накачки на камертон-генератора, когда после 20 секундного ожидания гармонический сигнал включался на 2 секунды (рис.2). Хорошо видна корреляция изменения сигнала детектора при генерации вихрей вторым камертоном. Вторая критическая скорость соответствует генерации турбулентного клубка вихрей, что приводило к резкому уменьшению отклика детектора на возбуждения. Это свидетельствует об экранировке движения вихрей от камертона-генератора при их турбулентности, их взаимодействии друг с другом и реконекции. Таким образом, можно видеть, что как и для условий хорошего вакуума, длины пробегов возмущений (квантовые вихри) при низких температурах в сверхтекучем гелии могут составлять величину в сантиметры, что сравнимо с размерами сосуда.

Генерация вихрей противотоком нормальной и сверхтекучей компонент.

Для ответа на вопрос о времени установления и распада системы квантовых возбуждений в сверхтекучем гелии нами был поставлен эксперимент с пропусканием коротких одиночных тепловых импульсов, как детектора плотности вихрей. Создание вихревой системы осуществлялось пропусканием постоянного теплового потока по длинному кварцевому капилляру, нагреватель в котором занимал почти все сечение и мог быть установлен на любом расстоянии от болометра, регистрировавшем сигналы второго звука. Противоток нормальной и сверхтекучей компонент при пропускании стационарного теплового потока создавал равновесную плотность квантовых вихрей, рассеяние на которых уменьшало амплитуду и энергию пробных импульсов. Результаты записи таких импульсов через временные

промежутки от 1 до 300 сек после в включения или выключения постоянного теплового потока, поддерживающего стационарную плотность вихрей в объеме, приведен на рис. 3.

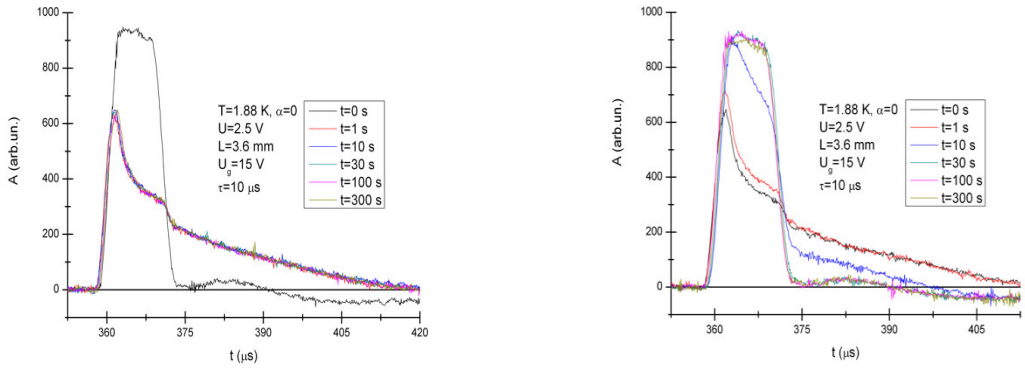


Рис. 3. Запись одиночного пробного импульса (U_G=15 V, τ=10 μs) через 1-300 s после включения постоянного теплового потока (левый график) и его выключения (правый). Плотность вихрей, соответствующая стационарному тепловому потоку,N~$10^6 см^{-2}$

Как хорошо видно из графиков стационарная вихревая система устанавливается за времена t_F меньше 1 s, в то время как времена ее распад t_D больше десятка секунд.

Таким образом, экспериментально было показано, что при низких температурах T<0.1 K сверхтекучий гелий демонстрирует свойства физического вакуума, движения тел в котором происходит, как и в техническом вакууме, без сопротивления. Движущиеся в сверхтекучем гелии тела могут рождать квантовые возбуждения, длины пробега которых сравнимы с размером системы. Времена формирования стационарной концентрации квантовых вихрей при возбуждении вихрей противотоком нормальной и сверхтекучей компонент меньше секунды, в то время как распад вихревого клубка составляет величину в десятки секунд.

Автор благодарен соавторам приведенных в статье экспериментальных результатов Depaak Garg, P.V.E. McClintock, А.Орловой.

Работа была выполнена в рамках ГосЗадания ИФТТ РАН.

Исследование поджига и напряжения горения вакуумного дугового разряда в двухэлектродной системе

Д. С. Лосенко, А. Б. Соколов
Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», ул. Сущевская, д. 22
E-mail: vniia4@vniia.ru

В работе проведены исследования влияния материала катода ионного источника на величину напряжения поджига и горения вакуумной дуги в двухэлектродной системе.

Methods of increasing deuterons component of the ion current in the two-electrode ion source for neutron tube. D. S. Losenko, A. B. Sokolov. *Researches of the cathode material impact on voltage of vacuum breakdown and combustion voltage of vacuum arc in the two-electrode ion source are submitted in this paper.*

В данной работе исследовался двухэлектродный ионный источник (ИИ) с насыщенными дейтерием электродами. При использовании анодного электрода в качестве основного поставщика дейтонов, роль катода сводится к обеспечению как можно более высокого напряжению горения дуги, которое зависит в основном от материала катода. При переходе к более тугоплавким материалам катода имеется тенденция к увеличению как величины напряжения при данном значении тока, так и наклона функции *dV/dI*.

При использовании двухэлектродной схемы ионного источника, то есть, при отсутствии поджигающего электрода, разряд зажигается в результате подачи напряжения между катодным и анодным электродами. В связи с тем, что повышенное напряжение поджига может привести к отказу срабатывания ионного источника, величина напряжения поджига разряда имеет важное значение.

В работе проведено исследование влияния материала катода на величину напряжения поджига разряда и напряжение горения дуги ионного источника.

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

Результаты исследований газопроницаемости, газовыделения и герметичности алюмокерамических оболочек

С.А. Бушин, С.С. Галкин, А.И. Ядровский
Москва, ФГУП ВНИИА им. Н.Л. Духова, ул. Сущевская д.22
e-mail: vniia4@vniia.ru

Представленные материалы содержат результаты экспериментальных исследований по оценке явлений газопроницаемости, связанных с прохождением пробного(рабочего) вещества(газа) сквозь алюмокерамические оболочки миниатюрных приборов, а также результаты газовыделения материалов, из которых изготовлены данные оболочки, и их испытаний на герметичность.

The results of studies of gas permeability, gas emission and tightness of alumina-ceramic shells. S.A. Bushin, S.S. Galkin, A.I. Yadrovsky. *The presented materials contain the results of experimental studies on the evaluation of gas permeability phenomena associated with the passage of a test (working) substance (gas) through the alumino-ceramic shells of miniature instruments, as well as the results of gas evolution of the materials from which these shell are made, and their tests for tightness.*

Особое значение в области высокочувствительного контроля на герметичность, в том числе и при обнаружении малых утечек, занимают вопросы газопроницаемости. Явления связанные с проникновением газов через твердотельные перегородки (металл, керамика и др.) обусловлены способностью отдельных газов диффундировать через толщу материала с выходом последних с другой стороны перегородки, под влиянием внешних воздействий. С точки зрения герметичности, особенно, если это касается приборостроения, проникновение газов через оболочки может приводить к существенному изменению исходных параметров газовой среды в реципиенте, что может повлечь за собой нарушение рабочих и эксплуатационных характеристик и, что крайне нежелательно, может привести к возникновению несанкционируемых отказов контролируемого объекта.

Целью данной работы являлось проведение исследований, направленных на оценку практической возможности выявления газопроницаемости разработанных алюмокерамических корпусов приборов, а также анализа газовыделений в вакууме с использованием параметризации на уровне феноменологического подхода. Другими словами, необходимо было провести натурную оценку целостности материалов и их соединений для конкретных оболочек при внешних воздействиях, а также получить данные о газовом составе последних от десорбции при их нагреве.

Методика исследований основывалась на экспериментах, в которых использовались две отличающиеся по конструкции алюмокерамические оболочки (~ 1 $см^3$ и ~ 1.5 $см^3$) с толщиной стенок приблизительно 1.5 мм, имеющих разное количество соединений "металл-керамика, металл-металл" (6 и 10, соответственно) с толщиной слоя герметизации (далее - спая) ~ (1-2) мкм, заполненные неоном на уровне 8 и 6 ати (динамический вариант метода проницаемости).

Количественная оценка порций ожидаемого парциального компонента (Ne) в объеме накопления осуществлялась с использованием методики финишного контроля герметичности для миниатюрных газонаполненных приборов(разрядников) по истечению рабочего газа [1]. Отмеченное выше относится к проведению экспериментов как при комнатных, так и при высоких температурах.

Для проведения исследований использовалась универсальная масс-спектрометрическая вакуумная установка УФКГ [2-5], предназначенная для поиска утечек у газонаполненных

приборов. В свою очередь, установка предусматривает проведение всего исследовательского цикла, включая настройку, калибровку, измерения, проводимые в как автоматическом, так и ручном режимах с записью и хранением полученных результатов.

Особый интерес при исследованиях алюмокерамических оболочек вызывали три области составных оболочек 1) это слой корундовой керамики ВК94-1 и сплава из АМц , 2) диффузионный слой с границами раздела поверхностей между ВТ1-0 и АМц [6] и 3) соединение, образуемое из материалов – монокристалла Al_2O_3 (лейкосапфира) и сплава АМц (см. рис. 1) [7].

Общеизвестно, что механизмы переноса газов в различных по структуре материалах существенно различаются. Для металла кинетика проникновения, например активного газа, начинается с его осаждения в виде адсорбированного слоя на поверхности металла, далее молекулы газа диссоциируют на атомы с последующим растворением в металле и их диффузией по междоузлиям решетки. Прошедшие сквозь металл атомы ассоциируются на поверхности в молекулы с последующей их десорбцией. Другими механизмами диффузии могут являются: обмен местами атомов с незанятыми местами кристаллической решетки (вакансиями), прямой обмен местами двух атомов и др.

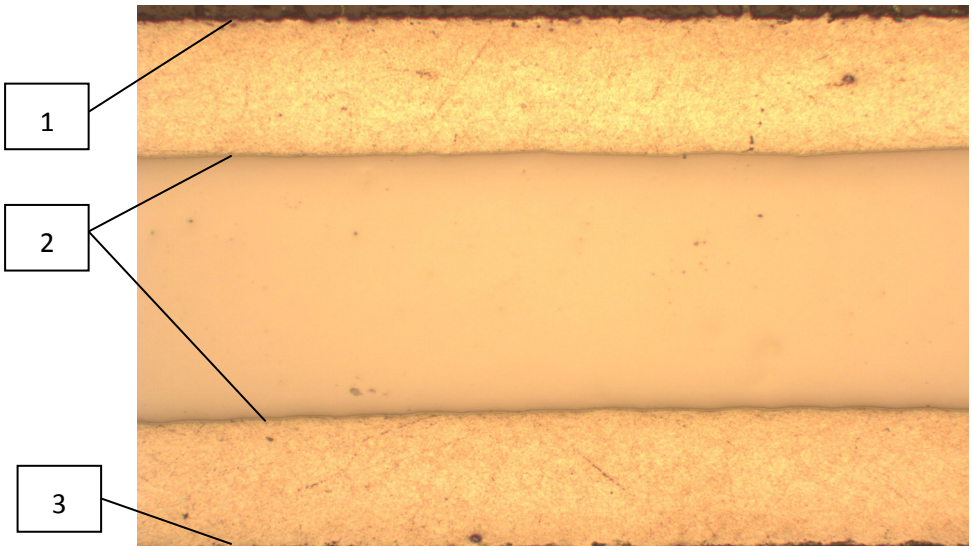


Рис. 1. Фотографический снимок шлифа оболочки прибора, с четырьмя соединениями, полученными с использованием диффузионной сварки (увелич. х200).

В твердых телах диффузия может протекать различными путями, особенно при наличии искажений части стуктуры решетки, что усложняет процесс газовыделения. Для них свойственен целый набор разного типа дефектов. При отсутствии сведений о типах и размерах дефектов, их распределениях в объеме материала расчетная оценка диффузионной подвижности тех или иных газов весьма затруднительна [8].

Здесь следует отметить, что и экпериментальная оценка также может оказаться трудновыполнимой из-за недостатка информации о кинетике протекающих процессов и возможности их раздельной идентификации. Это очевидно, поскольку при повышении температуры материала, как правило, это приводит как к увеличению скорости десорбции, так и миграции растворенного газа в объеме материала, а также и выходу десорбированных и рекомбинированных молекул со стороны оболочки (перегородки) противоположной максимально насыщенной газом поверхности бомбардируемой молекулами с высокими энергиями.

На рис. 2 представлено изменение ионного тока (с учетом фона), характеризующего парциальное давление водорода в объеме измерительной системы установки УФКГ, вследствие воздействия температурного поля на материал алюмокерамической оболочки и материалы, из

которых данный объем изготовлен. При сравнительно низкой молекулярной концентрации водорода в составе атмосферного воздуха [$1{,}38\cdot10^{21}$ ($1/м^3$) что соответствует парциальному давлению $5.1\cdot10^{-3}$ Па], для повышения давления в полости измерительной системы при комнатной температуре до $2.2\cdot10^{-3}$ Па потребуется менее 6 мин (основные материалы элементов и узлов установки выполнены из нержавеющей стали 12Х18Н10Т). С повышением температуры скорость и количество выделяемого газа значительно увеличивается: так, при нагреве до темпрературы 100 ^{0}С, давление возрастает до $9.8\cdot10^{-4}$ Па за 100 с, а при повышении температуры до 250 ^{0}С давление возрастает до значения ~ $8.0\cdot10^{-3}$ Па уже за 41 с. Однако, по характеру кривых на рис.2 нельзя сказать с уверенностью, что налицо диффузное проникновение водорода извне, несмотря то, что проницаемость атомарного водорода начинает проявляться, начиная именно с этих значений (во всяком случае, для температур от 200 ^{0}С и выше). Наиболее вероятным, здесь является процесс газовыделения водорода растворенного в материалах из металла. Следует также отметить, что характер изменения во времени сигнала от водородной составляющей, как одной из наиболее доминирующих по результатам анализа, примерно одинаков по динамике и величине уровня регистрируемого сигнала также и для другого газового компонента, а именно – окиси углерода; содержание остальных газовых компонентов в общем соотношении составляет не более 1 % в объемных долях.

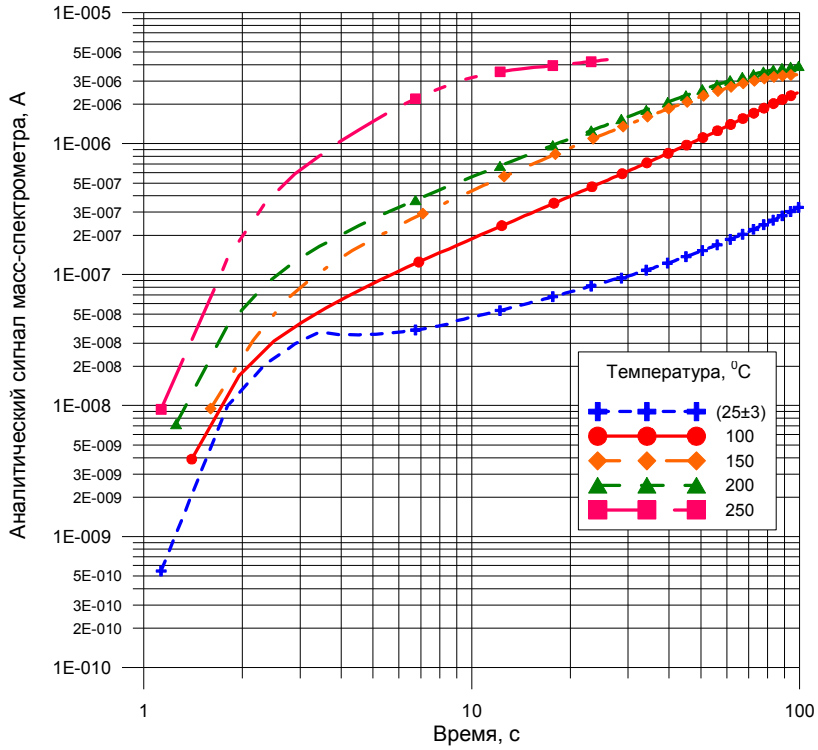


Рис. 2. Результаты термостимулированного газовыделения водорода при совместном нагреве контролируемой оболочки и полости (объема) накопления измерительной системы установки УФКГ.

В ходе проводимых исследований наблюдения велись на разных температурных уровнях и имели различную продолжительность. В условиях комнатных температур оба алюмокерамических образца наблюдались более 7 месяцев, при этом обозначилась тенденция к уменьшению первоначального уровня сигнала. В свою очередь, это может означать, 1) что самопроизвольного появления течи(ей) в указанный период не зафиксировано и 2) проявление какой-либо диффузионной активности также не выявлено.

С тем, чтобы увеличить энергию активация проникновения газа-неона, температуры оболочек повышались до значений в пределах следующего дискретного ряда: 100, 150, 200, 250 ^{0}С. При повышении температуры до 100 ^{0}С образцы в данных условиях находились в

течение 18,7 ч, при этом количество полученных отсчетов полезного сигнала составило шесть значений; диффузионные явления не обнаружены. Следует отметить, что установленное время повышения температурного фронта для 100 ^{0}C составляло 30 мин; при этом оно увеличивалось ровно на 10 мин при каждом последующем переходе на новый температурный уровень. При 150^{0}C общая продолжительность составила 71,2 ч; получены семнадцать отсчетов, характеризующих парциальное давление по контрольному газу без видимых признаков проникновения контрольного газа через материалы оболочки. Подъем температуры до 200 ^{0}C в диапазоне времени, составляющем 11,7 ч с проведенными замерами в количестве шести, также как и в двух предыдущих случаях не выявил заметного приращения парциального давления на стороне пониженного давления. После пребывания в течение 20 ч при температуре 250 ^{0}C у образца, имеющего шесть спаев с давлением внутри оболочки (8 ати), характер зависимости I=f(t) масс-спектрометра (см. рис.3) от времени по 20-му массовому числу (M/e) имел незначительный прирост по уровню выходного сигнала. К сожалению, на общей временной отметке в 21,2 ч при 250 ^{0}C в результате образования течи произошло самопроивольное истечение рабочего (контрольного) газа из полости образца: датчики давления сразу зафиксировали сооветствующее повышение давления в измерительном объеме. Уровень аналитического сигнала возрос до значения максимально возможного, после чего произошло автоматическое отключение катода.

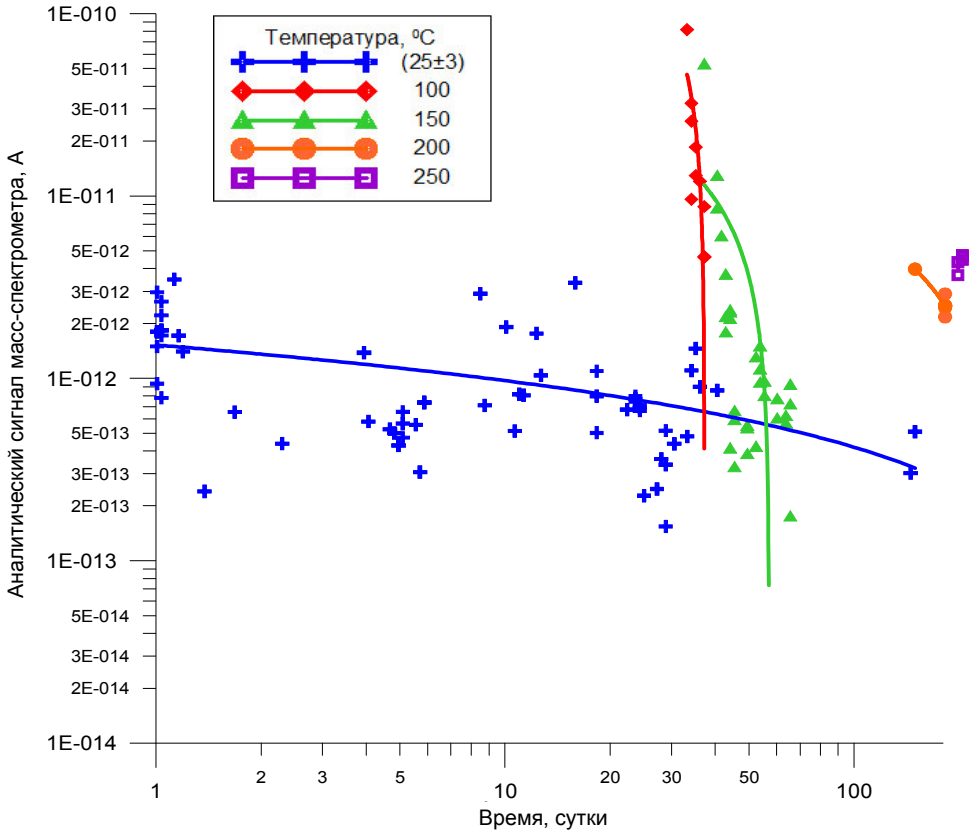


Рис. 3. Динамика изменения аналитического сигнала масс-спектрометра во времени, характеризующего присутствие контрольного газа в измерительном объеме при оценке проницаемости алюмокерамического образца с 6-ю спаями (не считая уплотнения на штенгеле), наполненного до 8 ати неоном при разных уровнях температуры поверхности оболочки.

Потребляемая мощность турбомолекулярного насоса (относительно уровня достигаемого при давлении <2·10^{-5} Па), во время появления течи увеличилась в 7 раз. Как только стало возможным произвести включение катода после достижения безопасного уровня разрежения, сразу

же был запущен программный проект "Большие течи" [9]. Оценка величины утечки составила примерно $2.7 \cdot 10^{-5}$ Па·м^3/с. Образец продолжал оставаться в камере накопления под вакуумом в течение 12 ч. По их истечению в условиях комнатной температуры была проведена опрессовка в течение 45 мин при парциальном давлении неона близкому к атмосферному. Измеренное текущее значение утечки при этом понизилось почти на семь десятичных порядков и составило ~ $2.8 \cdot 10^{-10}$ Па·м^3/с. Это, в свою очередь, могло быть интерпретировано как закрытие течи, и поэтому принято было решение провести повторный прогрев до 250 ^{0}C с параллельной опрессовкой при 1 атм неона также приблизительно в течении 45 мин. Анализ результатов повторно проведенных исследований показал наличие большой течи, т.е. проявление дефекта обозначилось только при повышенной температуре до вышеуказанного уровня; оценки величин потоков утечки составляли значения (0.34...1.3) 10^{-3} Па·м^3/с.

Для выявления места утечки использовался гелиевый масс-спектрометрический течеискатель [10]. После проведения опрессовки в среде гелия в горячем состоянии (250 ^{0}C) место течи было установлено. Течь проявилась на узком участке одного из стыков, образуемых керамической вставкой, и диска из сплава АМц с приваренным штенгелем. При чем с момента выгрузки оболочки из зоны основного нагрева при контроле на течеискателе она в течение 3-4 мин (этого времени оказалось достаточно, чтобы обнаружить место утечки) находилась под локальным нагревом (~150 ^{0}C), с тем чтобы канал течи не закрылся раньше того, как он будет обнаружен.

Результаты иследования второй алюмокерамической оболочки имеют аналогичные показатели, при этом наличие течи зафиксировано не было; исследования продолжаются.

Таким образом, проведены работы по сбору экспериментального материала по оценке процессов, связанных с диффузией и растворимостью газов в реальных миниатюрных алюмокерамических оболочках. Основные данные получены с помощью методики основанной на контроле газовой фазы. В отсутствии идентификации сложного процесса миграции газа в объеме материала при внешних воздействиях с использованием контроля твердой фазы на основе радиоактивных изотопов, исследование кинетики адсорбционного и диффузионного газовыделения от времени, при заданной температуре и давлении по обе стороны оболочек можно считать достаточно состоятельным. Определены основные газовые составляющие выделяемые при повышении температуры поверхности оболочек, а также наметился круг параметров, которые требуют дальнейших исследований и проработки после набора статистики.

Литература

1. С.А., Методика и установка для финишного контроля герметичности газонаполненных разрядников //Материалы восемнадцатой научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника". Судак, 2011.
2. Бушин С.А., Галкин С.С. Результаты опытной эксплуатации вакуумной автоматизированной установки контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 23 (вып.1), Санкт-Петербург, 2014. − с.39-41.
3. Бушин С.А., Неразрушающий контроль герметичности малогабаритных газонаполненных приборов //Сборник трудов XXI Всероссийской конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике. Москва, 2017. − с.275-88.
4. Bushin S.A., Kozlovskaya T.I. Automated equipment for final leak tightness inspection of miniature gas-filled instruments //Proc. 15th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing (APCNDT2017), 13-17 november 2017, Singapore, published at NDT.net (http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31_Bushin_Rev4.pdf).
5. Патент №101072 на промышленный образец РФ, МКИ G 01 M 3/02, 3/26. Автоматизированная установка финишного контроля герметичности /Смирнов Г.А., Хапов А.С., Козловская Т.И., Бушин С.А., Баканов А.П., Черных Е.В., Галкин С.С. ФГУП ВНИИА, Заявл. 24.08.15. Опубл. 28.11.16.

6. Пономарев Д.В. Исследование процессов термомеханического взаимодействия титановых и алюминиевых сплавов при диффузионной сварке / Диссер. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук, ДК04.200.02080, Курск, 2008.
7. Каракозов Э.С., Харламов Б.А., Равич А.М. и др. Механизм образования соединения между сплавом АМц и корундовой керамикой при диффузионной сварке//Сварочное производство, №12, 1987. - с. 33-36.
8. Тажибаева И.Л., Чихрай Е.В. Численное моделирование диффузии газов в твердых телах при облучении. Методическое пособие для студентов. Алматы, 1999. - с.78.
9. Бушин С.А., Каменев В.Г., Халькина Е.С., Галкин С.С. Прикладное программное обеспечение для установки финишного контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 25 (вып.2), Санкт-Петербург, 2015. - с.77-82.
10. Каталог фирмы “Adixen Vacuum Products by Pfeiffer Vacuum”, Франция.

Динамические характеристики вакуумной системы для диагностики отказов механизмов

Е.А. Деулин, В.П. Михайлов, Р.О. Емельяненко
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, д. 5
E-mail: deulin@bmstu.ru, mikhailov@bmstu.ru

В работе приведена оценка динамических характеристик средств откачки и измерения давления вакуумной системы для диагностики отказов механизмов (времени выхода на заданное давление при воздействии быстропеременных потоков). Определены регистрируемые частоты действия прямоугольных импульсов газового потока из пар трения при диагностике состояния механизма и прогнозировании времени отказа.

Dynamic characteristics of the vacuum system for the mechanisms failure diagnosis. E.A.Deulin, V.P.Mikhailov, R.O. Emelianenko. *The dynamic characteristics of pumping and pressure measurement of the vacuum system for the mechanisms failure diagnosis (time of output to a given pressure under the influence of fast-changing flows) are evaluated. The frequency of the rectangular pulses of the gas flow of friction pairs is determined by the diagnosis of the mechanism and predicting the time of failure.*

Метод диагностики отказов механических элементов вакуумного оборудования [1], основан на частотном анализе потока газовыделения из пар трения механизма и трудности расшифровки получаемых сигналов. Это объясняется несколькими факторами: потоки газовыделения из механизмов малы и заметны лишь в сверхвысоком вакууме; происходит уменьшение амплитуды и изменение формы измеряемого потока газовыделения из-за процесса откачки; характеристики средств измерения и оцифровки сигнала давления влияют на точность измерения; колебание базового давления в вакуумной камере влияет на результаты измерения.

Схема вакуумной системы для диагностики отказов механизмов представлена на рис. 1. Система содержит диагностируемый механизм 1, вакуумную камеру 2, вакуумный насос 3, пьезонатекатель 4, вакуумметр термопарный 5, вакуумметр ионизационный 6 и термопарный 7, вакуумметр ионизационный 8.

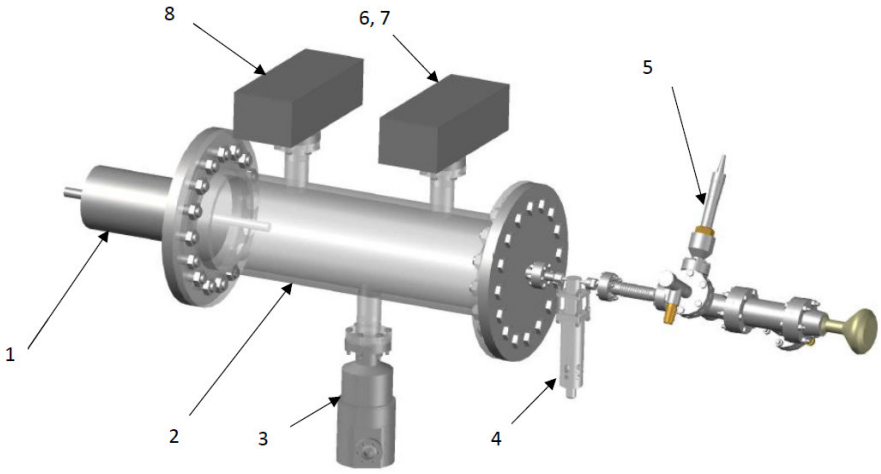


Рис.1. Схема вакуумной системы для диагностики отказов механизмов.

В качестве примера диагностируемого механизма рассмотрим сильфонный ввод вращения, схема которого показана на рис. 2. Ввод содержит входной эксцентриковый вал 1, корпус 2, сильфон 3, первый, второй и третий вакуумные шарикоподшипники 4,5,6, выходной эксцентриковый вал 7. При вращении выходного эксцентрикового вала 7 из узлов трения – первого, второго и третьего вакуумных шарикоподшипников выделяются газовые потоки Q1, Q2, Q3.газа, имитирующие импульсы газовыделения из механизма с частотой до 10^4 Гц и амплитудой газового потока до 10^2 м^{3}Па/с.

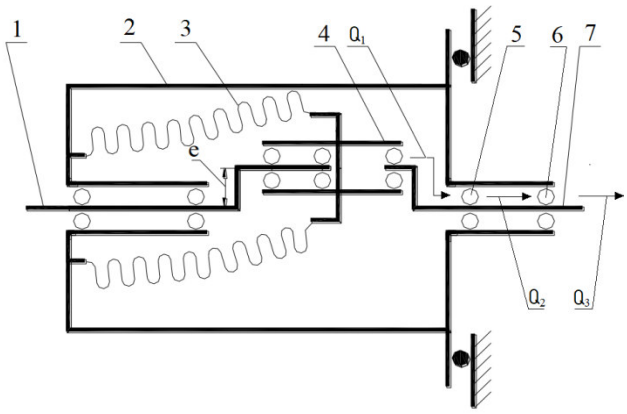


Рис.2. Схема сильфонного ввода вращения.

Пример суммирования сигналов потоков газовыделения из работающего в вакууме механизма и случайного проявления всплесков суммарного давления P как функции времени приведён на рис.3, где наглядно видна сложность расшифровки сигнала рабочего давления в вакуумной камере, реагирующего на моменты пуска(start) и остановки (stop). Связь этого сигнала с исходным сигналом частоты вращения шарикоподшипника требует использования научных методов, показанных ниже.

На рис.4. показан типовой график изменения потока газовыделения из пар трения вакуумных механизмов для разных условий работы (разных контактных напряжений $\sigma_к$ и скоростей скольжения $V_{ск}$). Большое газовыделение в начальный период объясняется приработкой пар трения и удалением с трущихся поверхностей сорбата. Следующий период является периодом установившейся работы, когда устанавливаются стационарный температурный режим и постоянная скорость изнашивания покрытия поверхностей трения. После износа покрытия начинается взаимодействие «чистых» поверхностей, насыщенных водородом, сопровождающееся возрастанием коэффициента трения и температуры. Эти

явления являются следствием изменения фрикционного взаимодействия и появления когезионного взаимодействия. В период появления когезионного трения, являющегося показателем катастрофического износа, резко возрастает не только поток газовыделения за счет повышения температуры в контакте, но и изменяется состав выделяющихся газов, так как с поверхности металла начинает выделяться водород, растворенный в приповерхностном слое. Увеличение контактных напряжений $\sigma_к$ и скоростей скольжения $V_{ск}$ в парах трения оказывает слабое влияние на число циклов работы механизма, но приводит к значительному росту потока газовыделения.

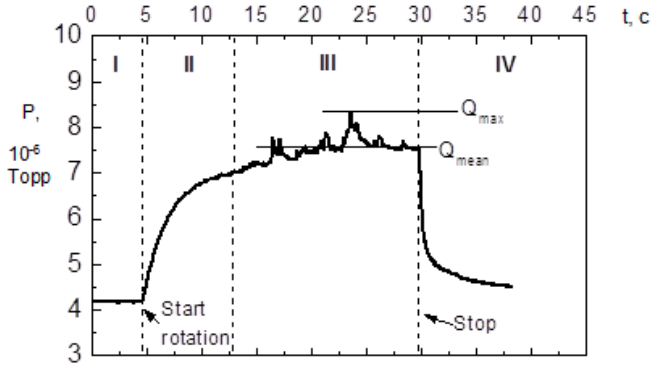


Рис.3. Рабочее давление в вакуумной камере как функция процесса «start-stop» (пуска–остановки) работы механизма, использующего шарикоподшипники.

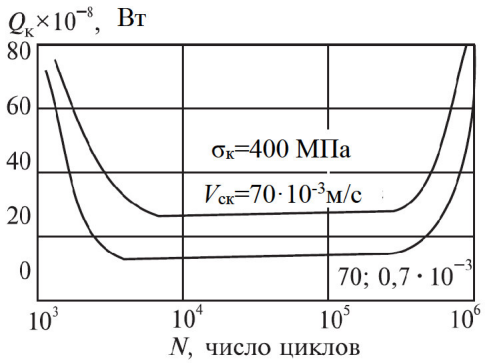
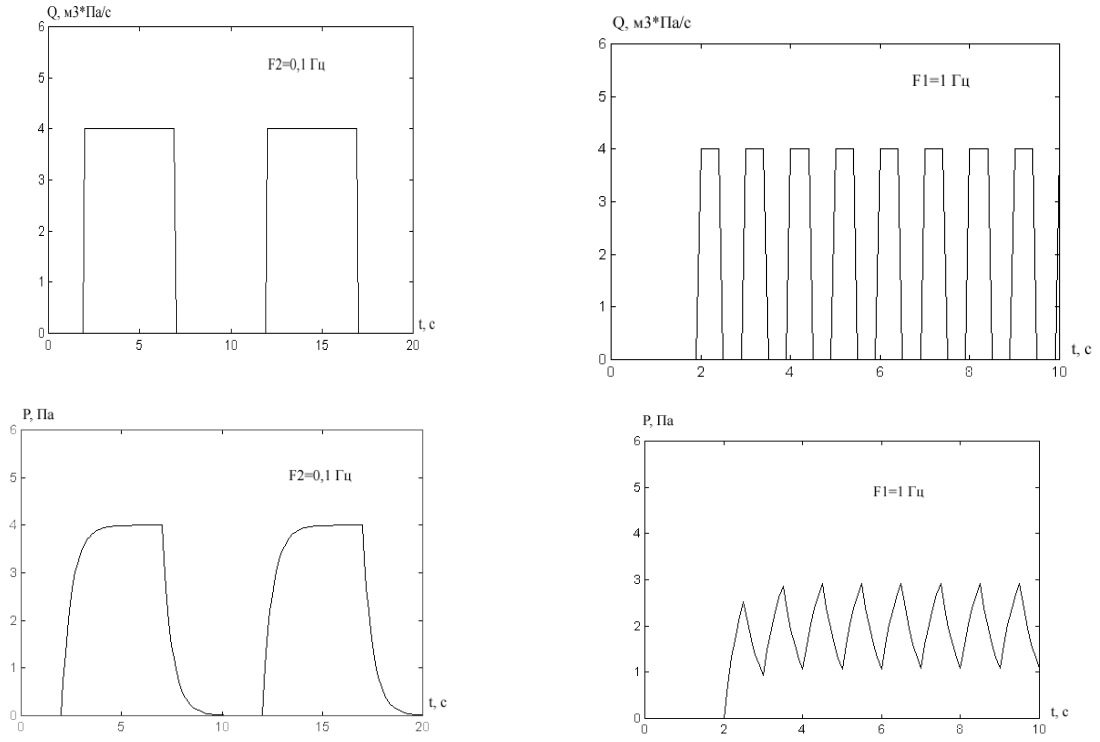


Рис.4. Изменение потока газовыделения из пар трения вакуумных механизмов.

Практическая задача диагностирования вакуумного сигнала заключается в теоретическом восстановлении амплитуды и формы исходного сигнала газовыделения, знание которых позволяет ставить диагноз «состоянию здоровья» диагностируемого механизма. Инструментом, удобным для «восстановления» исходного сигнала газового потока, выделяющегося из вакуумного механизма, является прецизионный импульсный вакуумный пьезонатекатель 4 (рис. 1), преимуществом которого является способность создавать импульсные малые потоки газа, имитирующие импульсы газовыделения из механизма с частотой до 10^4 Гц и амплитудой газового потока до 10^2 м^{3}Па/с.

Рассмотрим пример решения задачи создания модели диагностики с помощью пьезонатекателя 4 (рис. 1). В нашем примере мы полагаем, что пьезонатекатель 4 имитирует пульсирующий поток газовыделения из вакуумного механизма: зубчатого зацепления, шарикоподшипника или др. Верхние графики на рис. 5. представляют сигналы газового потока, получаемого в вакуумной камере от импульсов, генерируемых пьезонатекателем при разных частотах, нижние графики показывают изменения давления в вакуумной камере. Сопоставление диаграмм изменения давления, получаемых при напуске потоков газа, генерируемых пьезонатекателем, показывает возможность решения задачи, стоящей при создании системы диагностики. Для развития способов решения задачи рассмотрим график на рис. 5, где показаны входные и выходные сигналы при изменении частоты входного сигнала газового потока, от 0,1 до 1 Гц, при скорости откачки 0,05 м^3/с и объёме вакуумной камеры 0,04 м^3.



а) *б)*

Рис.5. Примеры напускаемых потоков Q и исследуемых сигналов давления P: а) диаграммы при частоте исходного сигнала F_1=0,1 Гц, б) при частоте исходного сигнала F_2=1 Гц.

Сложность применения частотного анализа для расшифровки сигнала потока в вакуумной камере связана с трудностью выделения спектров потоков газовыделения из различных элементов механизма. Это объясняется тем, что имеет место «смазывание сигнала» – уменьшение амплитуды сигнала давления под влиянием объёма камеры и быстроты откачки.

Проведем динамическое моделирование и рассмотрим функциональную схему вакуумной системы диагностики отказов механизмов (рис. 6) на примере диагностики отказов сильфонного ввода вращения, схема которого показана на рис. 2. При вращении входного вала на величину X (рис. 6) потоки газовыделения Q_1, Q_2, Q_3 из узлов трения – шарикоподшипников 1, 2, 3 суммируются и составляют поток Q из вакуумного механизма 4. Этот поток поступает в вакуумную камеру 5 объёмом V, которая откачивается со скоростью S_0. В результате в вакуумной камере увеличивается давление P, которое регистрируется при помощи ионизационного манометра 6, преобразующего давление P в величину ионного тока I. Сигнал ионного тока I подается на аналого-цифровой преобразователь 7, преобразуется в цифровую форму напряжения U и анализируется в управляющем компьютере 8.

Уравнение газового баланса в камере 2 (рис. 1) описывается уравнением [2]:

$$Q = PS_0 + V\frac{dP}{dt}, \qquad (1)$$

где Q - суммарный поток в вакуумной камере; P - давление в вакуумной камере; V - объём вакуумной камеры; S_0 - скорость откачки, которое можно преобразовать в уравнение апериодического звена, разделив обе части уравнения на S_0 и получив коэффициенты уравнения: $T=V/S_0$ - постоянную времени вакуумной системы, $k=1/S_0$ - коэффициент усиления вакуумной системы:

$$T\frac{dx_2}{dt} + x_2 = kx_1, \qquad (2)$$

где x_1 - входное воздействие на систему; x_2 - выходной сигнал (отклик) системы; T - постоянная времени системы; k - коэффициент усиления системы.

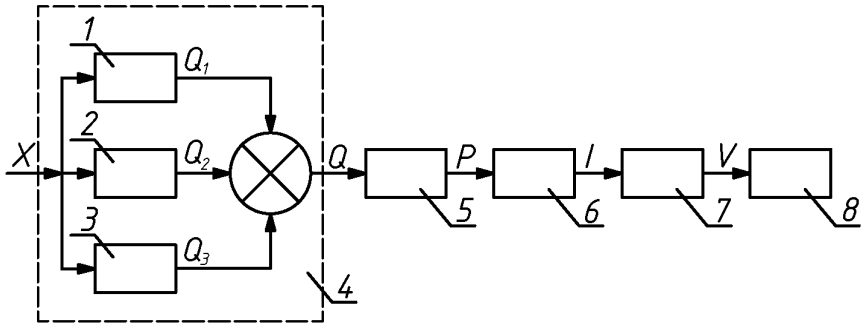


Рис. 6. Функциональная схема вакуумной системы диагностики отказов механизмов.

Для вакуумной камеры 5 входным воздействием будет поток газовыделения из механизма Q, а выходным сигналом (откликом системы на входное воздействие) - давление P в вакуумной камере. Выполним преобразование Лапласа для уравнения 2, т.е. проведем замену операции дифференцирования по времени на оператор Лапласа S. Найдем передаточную функцию вакуумной системы:

$$W_v = \frac{x_2(S)}{x_1(S)} = \frac{k}{TS+1}. \tag{3}$$

Рассматриваемая нами вакуумная система является динамической системой, которая описывается передаточной функцией для апериодического звена [4]. Ионизационный манометр 6 состоит из ионизационного преобразователя и электронного блока, включающего микроамперметр, регистрирующий величину ионного тока. Найдем передаточную функцию ионизационного преобразователя. Для этого запишем уравнение ионизационного преобразователя:

$$P = \frac{I}{K}, \tag{4}$$

где I – величина ионного тока в преобразователе;
K – постоянная ионизационного преобразователя.

Тогда передаточная функция ионизационного преобразователя из уравнения 4 будет иметь вид:

$$W_i = \frac{I(S)}{P(S)} = K. \tag{5}$$

Таким образом, ионизационный преобразователь представляет собой усилительное звено с коэффициентом усиления K. Этот преобразователь является практически безынерционным, т.к. время перемещения образующихся при ионизации ионов под действием разности потенциалов от сетки-анода до коллектора ионов составляет около 0,05 мс. Именно эти ионы образуют ионный ток, по которому определяется величина давления P в вакуумной камере. Величина ионного тока измеряется при помощи микроамперметра за время около 10 мс. Если частота сигнала газового потока из пьезонатекателя или зоны трения контактных поверхностей в тестовом режиме не превышает 10 Гц, то этим временем измерения можно также пренебречь.

Определим постоянную времени T и коэффициент усиления k вакуумной системы (V=4·10^{-2}м^3, S_0=5·10^{-2}м^3/*с)*: T=4·10^{-2}/5·10^{-2}=0,8*с*, k=1/5·10^{-2}=20с/м^3. Если длительность прямоугольного импульса газового потока не менее 0,8с, то форма импульса давления будет

иметь форму апериодического сигнала, как на рис.4а. При длительности прямоугольного импульса газового потока меньше, чем 0,8с форма импульса давления принимает вид пилообразного сигнала с уменьшенной амплитудой (рис.4б). Таким образом, динамические характеристики вакуумной системы накладывают ограничения на частоту следования и длительность импульсов газового потока из прецизионного пьезонатекателя 4 (рис. 1) или элементов трения вакуумного механизма. При этом можно проводить диагностику вакуумного механизма и при более высоких частотах, но амплитуда колебаний сигнала давления будет уменьшаться с ростом частоты, что будет затруднять процедуру диагностики и создавать ошибочное представление об отказе механизма. Калибровка вакуумной системы диагностики отказов механизмов в тестовом режиме происходит следующим образом: через пьезонатекатель 4 (рис. 1) задается частота и длительность прямоугольных импульсов газового потока, соответствующие частоте и длительности газовыделения из пар трения вакуумного механизма; определяются амплитуда колебаний и форма сигнала давления в вакуумной камере 2 при помощи ионизационного преобразователя 8, полученные данные используются при расшифровки сигнала потока газовыделения из вакуумного механизма.

Из теории газообмена [3] известно также, что процесс механически стимулированной десорбции происходит при выходе поверхностей из контакта, поэтому для системы диагностики важно учитывать тот факт, что выделение газа из пар трения происходит в такт процессу контактирования поверхностей вакуумных механизмов, и поэтому, для моделирования потоков газовыделения из работающих кинематических пар вакуумных механизмов наиболее близким сигналом является сигнал в форме меандра. Представленная модель диагностики позволяет применять её для всех видов вакуумных систем. Таким образом, можно сделать следующие выводы: 1) показано, что динамика изменения потока газовыделения и давления связана с процессами в зоне трения контактных поверхностей и характеристиками вакуумной системы; 2) анализ динамической модели вакуумной системы позволяет по параметрам измерения давления газов восстанавливать поток газовыделения, являющийся диагностируемым показателем «здоровья» механизма; 3) динамические характеристики вакуумной системы накладывают ограничения на частоту следования и длительность импульсов газового потока из прецизионного пьезонатекателя или элементов трения вакуумного механизма; 4) диагностику вакуумного механизма можно проводить и при более высоких частотах, но амплитуда колебаний сигнала давления будет уменьшаться с ростом частоты, что будет затруднять процедуру диагностики.

Благодарности

Авторы выражают благодарности студентам МГТУ им. Н.Э. Баумана Глущенкову А.В. и Тютюкину Е.Р. за помощь в подготовке статьи.

Литература

1. Патент №1835065, Способ диагностики технического состояния циклически нагруженных элементов вакуумного оборудования. 15.08.1993. Бюл. №30.
2. Л. Н. Розанов. Вакуумная техника - М.: Высшая школа. 1990 - 320 с.
3. Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms/ Deulin E.A., Mikhailov V.P., Panfilov Y.V., Nevshupa R.A. / Springer edition.- 2012, 234pp.
4. Юревич Е.И. Теория автоматического управления. СПб.: БХВ-Петербург, 2007. 560 с.

Применение встроенного магнитного электроразрядного насоса в процессе откачки ЭВП

С.А. Вашин, Г.Ф. Корепин, Н.Н. Климова, Д.Н. Петрашева
АО «НПП «Исток» им. Шокина», РФ, 141190 Московская обл.,
г. Фрязино, ул. Вокзальная, д.2а
E mail: info @ istok mw.ru

В работе рассмотрены некоторые проблемы, которые возникают в процессе откачки и обезгаживания ЭВП на откачном посту. Показаны способы контроля процесса откачки, возможности применения магнитного электроразрядного насоса (МЭН) в качестве средства откачки и преобразователя давления, определения давления, соответствующего молекулярному течению газа в ЭВП на любом этапе откачки, оптимизации некоторых процессов откачки, измерения проводимости вакуумной системы откачного поста.

Application of the built-in magnetic electric discharge pump by electronic vacuum devices pumping. S.A. Vashin, G.F. Korepin, N.N. Klimova, D.N. Petrashova. *The paper considers some problems that arise in the process of evacuation and degassing of the EVD on the pumping station. The methods to monitor the pumping process, the possibility of using a magnetic electric discharge pump (MEP) as a pumping means and a pressure transducer, determining the pressure corresponding to the molecular flow of gas in the EVD at any stage of evacuation are shown, as well as optimizing some pumping processes, measuring conductivity of the vacuum system of the pumping station.*

В процессе откачки ЭВП возникает ряд проблем и задач, которые необходимо решить:
- какой уровень максимально допустимого давления газа может быть допустим в ЭВП в процессе откачки на любом ее этапе, при этом давление должно измеряться преобразователем вакуумной системы в том числе и при температуре обезгаживания ЭВП;
- как обеспечить молекулярное или иное течение газа в ЭВП и в вакуумной системе[1];
- как контролировать достаточность обработки катодно-подогревательного узла или другого конструктивного элемента ЭВП;
- что и каким образом может соответствовать достаточности обезгаживания ЭВП в процессе откачки и обезгаживания до отпайки прибора с откачного поста;
- каким образом температура влияет на изменение режима течения газа непосредственно в ЭВП и как это проконтролировать;
- как влияют габаритные размеры ЭВП на процесс его откачки и обезгаживания;
- каким образом может изменяться температура отдельных конструктивных элементов ЭВП в процессе откачки и обезгаживания прибора;
- насколько сильно влияние обратного потока газа на результат откачки ЭВП[2,3];
- как оценить влияние миграции газа в ЭВП при вводе его в эксплуатацию после длительного хранения;
- как повысить чувствительность течеискания в процессе откачки ЭВП [4,5];
- каким образом поверхностно адсорбированные газы могут влиять на развитие электрического пробоя между электродами [6,7]?

Очевидно, что практически все поставленные вопросы, так или иначе, связаны с измерением давления газа в процессе откачки непосредственно в самом ЭВП или высоковакуумным преобразователем откачного поста с использованием известных методов расчета вакуумных систем.

Упрощенная эквивалентная схема откачки ЭВП представлена на рис.1. На данной схеме не показаны некоторые элементы: например, вакуумные клапана, переходы, особенности их конструкции, которые оказывают непосредственное влияние на проводимость вакуумной системы откачки ЭВП.

Известно, что нежелательные процессы окисления некоторых деталей ЭВП при его обезгаживании могут происходить в том случае, если в ЭВП не соблюдается режим молекулярного течения газа[1, 2]. Произведение давления газа на характерный размер конструктивного элемента ЭВП не должно превышать 0,004 Па·м[3, 8], то есть:

$$P_{\text{макс}} d \leq 0{,}004 \text{Па} \cdot \text{м} \tag{1}$$

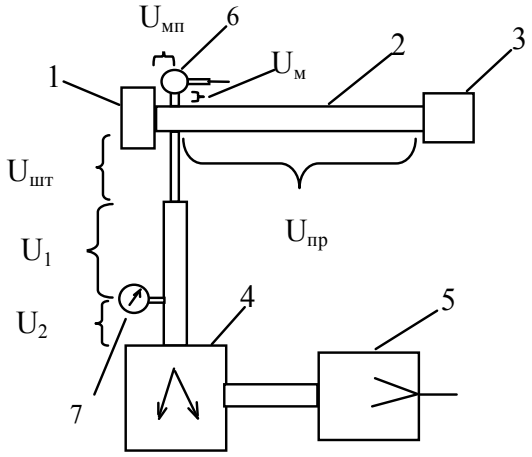


Рис.1. Эквивалентная вакуумная схема откачки ЭВП
(1 – электронная пушка; 2 – замедляющая система; 3 – коллектор ЭВП; 4 – высоковакуумный насос; 5 – форвакуумный насос; 6 – МЭН; 7 – преобразователь. Проводимости: $U_{шт}$ – штенгеля;$U_{мп}$ – прибор - пушка;$U_{м}$ – прибор - МЭН; $U_{пр}$ – штенгель - коллектор; U_1 – штенгель - преобразователь; U_2 – преобразователь -высоковакуумный насос откачного поста).

Согласно схеме рис.1 наибольшее давление газа будет в области коллектора 3. Так как при обезгаживании ЭВП возможен контроль давления газа только преобразователем 7, то для дальнейших расчетов необходимо знать быстроту $S_д$откачки в области преобразователя

$$S_{\text{д}} = \frac{S_{\text{н}} + U_2}{S_{\text{н}} U_2} \tag{2}$$

Тогда давление газа в приборе в области, примыкающей к штенгелю, составит:

$$P_{\text{пр}} = \frac{P_{\text{д}} S_{\text{д}}}{S_{\text{пр}}} \tag{3}$$

Давление газа в коллекторе, соответствующее молекулярному течению газа, определяется формулой (4), а давление газа в области преобразователя 7 формулой *(5):*

$$P_{\text{кол}} = \frac{P_{\text{д}} S_{\text{д}}}{S_{\text{кол}}} \leq \frac{0{,}004}{d_{\text{кол}}} \tag{4}$$

$$P_{\text{д}} \leq \frac{S_{\text{кол}}}{S_{\text{д}}} \frac{0{,}004}{d_{\text{кол}}} \tag{5}$$

Так как измерение давления газа проводится по показаниям преобразователя, который находится при комнатной температуре, а соблюдение режима молекулярного течения следует обеспечить в ЭВП, который обезгаживается, то в показаниях преобразователя необходимо учесть фактор нагрева ЭВП. Поэтому давление $P_{\text{кол}}$ может быть сравнено с давлением $P_Д$в предположении действия только явления транспирации по формуле (в предположении равновесного состояния без учета потока газа при обезгаживании ЭВП):

$$\frac{P_{\text{д}}}{P_{\text{кол}}} = \sqrt{\frac{T_{\text{д}}}{T_{\text{кол}}}} \tag{6}$$

Из формулы (6) следует, что измеряемое давление $P_Д$ будет несколько занижено по отношению к $P_{кол}$ и предыдущие формулы (4) и (5) будут иметь ошибки. Однако проводимости

ЭВП вместе со штенгелем обычно много меньше проводимостей каналов вакуумной системы откачного поста. Следовательно, основную роль в изменении проводимостей общей системы откачиваемый прибор – вакуумная система определяются температурными условиями прибора. В общем виде проводимость может быть представлена формулой:

$$U = A\sqrt{\frac{T}{M}} \tag{7}$$

Согласно формулам (6) и (7) можно допустить, что во сколько раз занижается давление $P_Д$при разогреве ЭВП, примерно во столько же раз увеличивается проводимость за счет изменения проводимости ЭВП со штенгелем при повышении температуры. Таким образом, два явления понижение измеряемого давления и повышение проводимости прибора и штенгеля откачиваемого прибора взаимно компенсируют друг друга и в расчет для определения перепада давления между коллектором и преобразователем откачного поста могут не учитываться. Если проводимости штенгеля и прибора сравнимы с проводимостью вакуумной системы U_1и U_2, то принятое допущение неверно и требуются уточняющие расчеты.

Очевидно в формулы (4) и (5) следует внести уточнение в связи с изменением длины свободного пути молекул при повышении температуры0[3], что определяется формулой:

$$L_T = L_1 \frac{T^2(T_1 + C)}{T_1^2(T + C)} \tag{8}$$

Если провести соответствующие расчеты, то формула (5) по воздуху для температуры обезгаживания ЭВП 400°С и 500°С соответственно с учетом коэффициента $К_{зап}$, отвечающего изменению проводимости при повышенной температуре ЭВП, будет иметь вид:

$$P_д \le К_{зап} \frac{S_{кол}}{S_д} \frac{0{,}004}{d_{кол}} \le \frac{S_{кол}}{S_д} \frac{0{,}0122}{d_{кол}} \tag{9}$$

$$P_д \le К_{зап} \frac{S_{кол}}{S_д} \frac{0{,}004}{d_{кол}} \le \frac{S_{кол}}{S_д} \frac{0{,}0131}{d_{кол}} \tag{10}$$

Для разработки процесса откачки следует знать габаритные размеры каналов откачки, чтобы рассчитать проводимости, что далеко не всегда известно. Поэтому требуется простой способ определения таких проводимостей для расчета давлений $P_{пр}$ и $P_{кол}$.

Давление в приборе может быть вычислено по броску тока встроенного в ЭВП магнитного электроразрядногоМЭН во время его включения, но при этом давление должно определяться только газом вакуумного объема без учета десорбированного газа со стенок разрядной ячейки насоса в момент включения насоса. Этому давлению, как правило, соответствует давление выше 10^{-4} Па. Следовательно, необходимо выбрать такую часть технологического процесса откачки ЭВП, при котором такое давление может иметь место. Одновременно при отсутствии выделения газа необходимо, чтобы давление газа было не менее, чем на 1 – 2 порядка ниже, чем в процессе обезгаживания ЭВП. При этом давление, например, в приборе, в области, примыкающей к штенгелю, может быть определено по формуле:

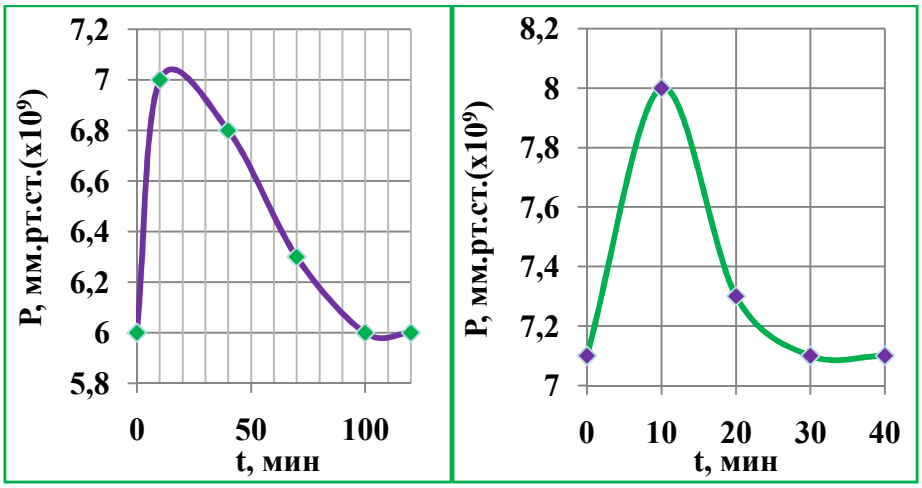
$$P_{пр} = К \cdot I_{макс\ МЭН} \tag{11}$$

Таким образом, формула (3) становится полностью определенной.

Откачиваемые мощные ЭВП по типу «вакуум в вакууме», у которых обработка катода производится при высокой температуре, часто нельзя охладить до требуемой температуры при одновременной работе цепи накала катода из-за высокой мощности, рассеиваемой подогревателем ЭВП.В этой связи представляет интерес вопрос о сорбции обратного потока газа катодно-подогревательным узлом при снижении температуры ЭВП с отключенным накалом катода или при выдержке ЭВП после снижения температуры.

На рис.2 приведены примеры выделения газа катодом при его нагреве после выдержки ЭВП в течение разного времени без включения рабочего режима накала катода.Оба прибора откачаны по одной и той же технологии, в том числе подогреватель катода отключен при 300°С, ЭВП охлаждался до 100°С при снижении температуры печи. Затем проводилось охлаждение приборов после напуска в вакуумную камеру откачного поста атмосферного газа,

причем на приборе, обозначенном а), выдержка ЭВП в атмосфере составила 27 часов, а на приборе б) –30 минут. Из графиков следует, что воздействие обратного потока на ЭВП может легко контролироваться как преобразователем откачного поста, так по показаниям встроенного МЭН. Альтернативой показанным негативным процессам может быть только оптимизация времени выключения накала катода и по возможности последующая быстрая отпайка прибора с откачного поста, атакже интенсификация скорости охлаждения ЭВП и другие мероприятия, снижающие действие обратного потока.



а) *б)*

Рис.2. Десорбция газа при нагреве катода после выдержки ЭВП при температуре ниже 100°С в течение: а) - 27 часов; б) -30 минут.

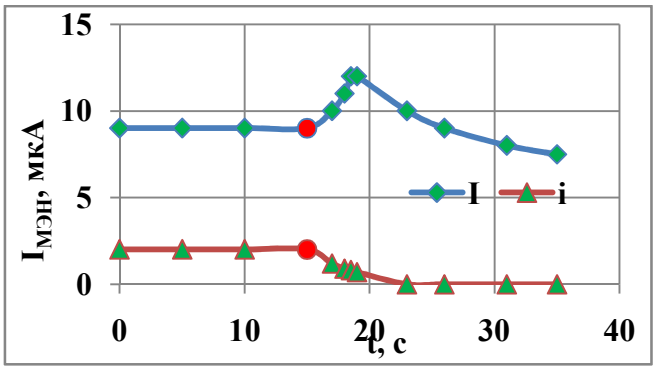


Рис.3. Изменение тока встроенного в ЭВП магнитного электроразрядного насоса после отключения нагрева катода (момент отключения отмечен точкой).

Другим примером успешного применения встроенного МЭН может быть его применение в качестве датчика давления при поиске течей ЭВП в процессе их откачки, особенно после проведения обезгаживания и снижения температуры ЭВП. Так как быстрота откачки МЭН много меньше, чем быстрота откачки высоковакуумного насоса откачного поста, то чувствительность течеискания по показаниям тока МЭН может быть выше, чем при использовании преобразователя откачного поста.

В том случае, если в отпаянном ЭВП после проведения его откачки наблюдается повышение тока МЭН при отключении накала катода, а затем снижение ниже уровня этого тока, предшествующему отключению цепи накала, то имеет место повышенный поток газа из КПУ, следовательно, имеет место недостаточный уровень его обезгаживания (верхняя кривая рис.3).

Выводы

Встроенный в ЭВП магнитный электроразрядныйнасос может быть успешно использован не только для целей откачки и измерения давления газа в вакуумном объёме прибора, но и для других целей:

- построения оптимального технологического процесса откачки и обезгаживания ЭВП;
- исследований адсорбции газа откачиваемого и откачанного ЭВП;
- течеискания откачиваемого прибора;
- оценки достаточности обезгаживания отдельных узлов ЭВП;
- оценки влияния обратного потока газов вакуумной системы на ЭВП и введения соответствующей корректировки в технологический режим откачки и обезгаживания;
- оценки парциального состава газов и качественных показателей вакуумной системы откачного поста.

Дополнительные возможности использования встроенного магнитного электроразрядного насоса открываются после отпайки ЭВП с откачного поста.

Литература

1. Корепин Г.Ф. Проблемы откачки металлокерамических ЭВП СВЧ / Г.Ф. Корепин // Электронная техника. Сер.1. СВЧ - техника. – 2008. – № 4. – С. 23 –46.
2. Черепнин Н.В.. Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике./Н.В. Черепнин // – М.: Советское радио, 1967. – С. 408.
3. Розанов Л.Н. Вакуумная техника./Л.Н. Розанов // – М.: Высшая школа, 2007. – С.391.
4. Корепин Г.Ф. Ограничение чувствительности течеисканияотпаянных ЭВП / Г.Ф. Корепин //Вакуумная техника и технология. – Тезисы докладов Всероссийского семинара «Вакуумная техника и технология-2006». – Санкт-Петербург. – Т.16, № 1. – 2006. – С.23 – 24.
5. Корепин Г.Ф. О применении магнитных электроразрядных насосов ЭВП СВЧ / Г.Ф.Корепин// Вакуумная техника и технология. – Тезисы докладов научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология-2011». – Санкт-Петербург. – 2011. – Т.21, № 2. – С.80 – 82.
6. Корепин Г.Ф. Стоки и истоки поверхностных газов отпаянных ЭВП / Г.Ф. Корепин, А.Н. Юнаков // Вакуумная техника и технология. – 2010. – Т.20, №2. – С. 71 –76.
7. Корепин Г.Ф. Особенности эксплуатации магнитных электроразрядных насосов / Г.Ф.Корепин // Электронная техника. Сер.1. СВЧ – техника. Выпуск 3(518). – Труды юбилейной конференции 70-летию ФГУП « НПП «Исток». – часть 1 – 2013. – С.259 – 265
8. Деулин Е.А. Физика вакуумной механики / Е.А. Деулин // М.: Горячая линия – Телеком, 2017. – С.284.

Предсказание отказов вакуумных механизмов по параметру рабочее давление

Р. О. Емельяненко, Е. Р. Тютюкин, Е.А. Деулин
Мосва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
E-mail: novator90@yandex.ru, ert197@ya.ru, deulin@bmstu.ru

Представлена система предсказания отказов вакуумных механизмов, основанная на компьютерной обработке вакуумных параметров, как измеряемых в текущем режиме на эксплуатируемом оборудовании, так и стационарных механизмов, установленных на стенде.

The vacuum mechanisms failure forecasting based on pressure parameter. R.O.Emelyanenko, E.R.Tyutyukin, E.A.Deulin. *A system for predicting failures of vacuum mechanisms is presented. It is based on computer processing of vacuum parameters, measured in the current mode on the equipment being used and on stationary mechanisms.*

Базой для методики предсказания является диаграмма изменения потока газовыделения, характеризующая суммарный поток газовыделения на всем жизненном периоде работы механизма, начиная от момента запуска механизма, и заканчивая катастрофическим разрушением его кинематических (фрикционных) пар.рис 1, наглядно представленная в работах [1], [2].

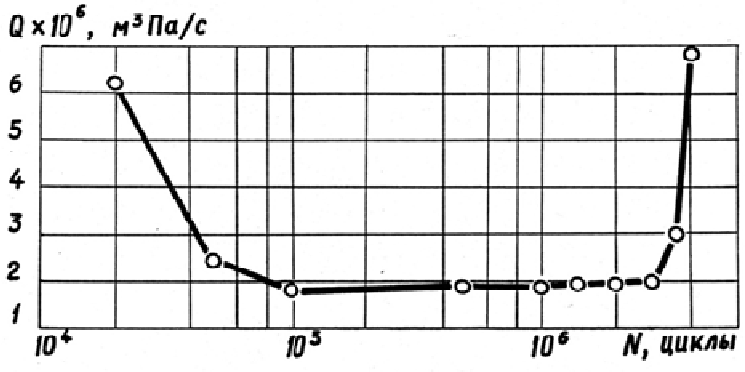


Рис.1. Характерная диаграмма изменения потока газовыделения [Вагин Н.С Марусов В.А. Кужман А.Г. Попов Е.Н.] за жизненный период работы механизма N циклов.

По оценке авторов диаграмма изменения потока газовыделения за весь период работы является ключом к диагностике механизма [2]. Отметим, что поток газовыделения после трогания механизма характеризуется интенсивным убыванием, переходящим в период стабильности, который заканчивается резким увеличением, определяемым началом катастрофического износа.

Отметим, что стабильность потока является усредненным показателем зависящим от мгновенных контактных взаимодействий элементов механизма. Характер «мгновенного» изменения потока газовыделения при контактных взаимодействиях элементов механизма отражен на рис.2, где показаны как мгновенные изменения потока (пунктир), так и давление P в вакуумном объеме, являющееся функцией потока Q, быстроты откачки So, объема вакуумной камерыV.

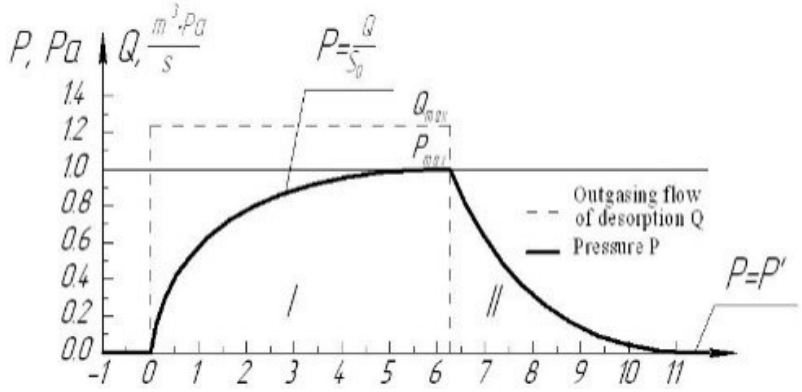


Рис.2 Диаграммы исходного потока газовыделения Qмех (пунктир)и результирующего давления в вакуумной камере Р (широкая линия).

Из курса вакуумной техники [3] известно, что давление в вакуумной камере с установленным на ней механизмом характеризуется зависимостями, представленными на рис. 2, где:V – объем вакуумной камеры, м^3; So – быстрота откачки, м^3/с; Q_Σ- суммарный поток газовыделения, м^{3}Па/с; Qм – поток газовыделения из механизма, м^{3}Па/с; t – время, с.

Основы методики предсказания

Представленное на рис. 2 изменение давления в системе позволяет оценивать газовыделение из механизма, установленного на вакуумной камере, но эта оценка усложняется тем, что указанные параметры в совокупности оказывают сглаживающее влияние на изменение давления при изменении потока газовыделения [2] из механизма, как показано на рис.3.Авторами создана методика, позволяющая избежать ошибок при оценке потока газовыделения из механизма, являющегося ключом к диагностике механизма.

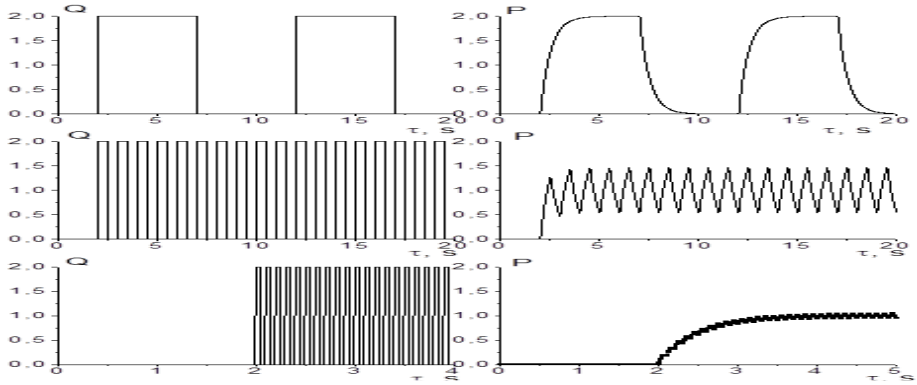


Рис.3 Трансформация показателей потока газовыделения механизма Q_Σ(диаграммы слева)в параметр давления в вакуумной камере Р диаграммы справа).

Характерной ошибкой при оценке состояния механизма является уменьшение амплитуды колебания давления при увеличении частоты работы элементов механизма. Внешне такое уменьшение амплитуды выглядит как предполагаемое уменьшение суммарного потока газовыделения из механизма, хотя реальный поток увеличивается, как показано на рис.3. Реальную картину позволяет получить математическое решение этой задачи трансформации показателя Q_Σ в параметр Р, основанное на знании физики вакуумной техники. (Рис.4). (Увеличение частоты импульсного потока приводит к уменьшению амплитуды измеряемого давления, что создает **ошибочное представление** об отказе механизма)

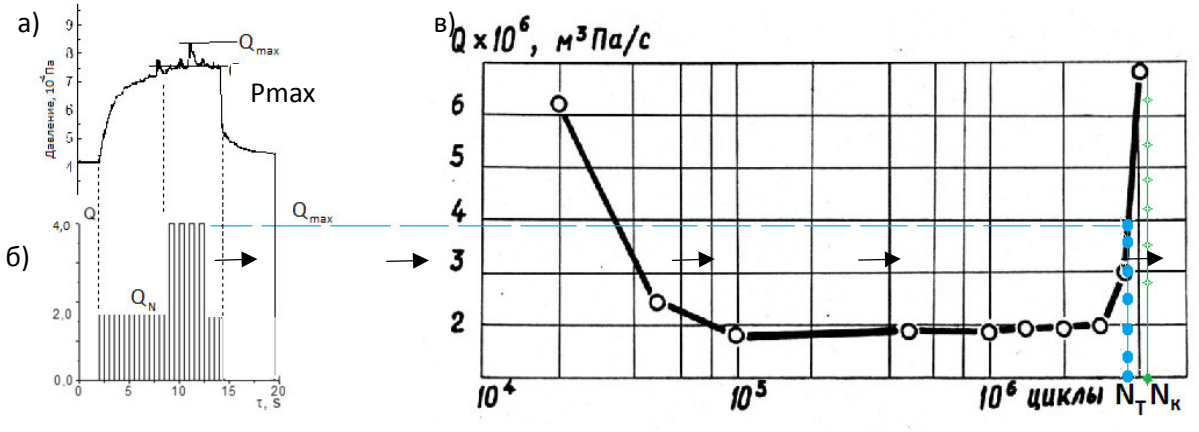


Рис.4. Иллюстрация алгоритма предсказания отказа вакуумного механизма по параметру «катастрофический поток газовыделенния»(Qмах – допустимый поток газовыделения из механизма): а) Замер давления Р на стенде; б) Расчет потока Q по результатам замеров на стенде; в) Диаграмма изменения потока газовыделенияза жизненный период эксплуатации.

Поток газовыделения из механизма формируемый в виде прямоугольных импульсов в моменты контактов кинематических пар может моделироваться с помощью компьютерного программирования потоков газовыделения из «виртуальных механизмов», создаваемых программным методом и установленным на стенде автоматизированным пьезонатекателем.Вакуумная система может быть представлена в виде апериодического звена с потоком МСГ ***Q(t)*** на входе и давлением ***p(t)*** на выходе (см.рис.4, шкала Q):

$$V\frac{d\left(p_a - p_0\right)}{dt} = -S\cdot\left(p_a - p_0\right) + Q\left(t\right) \qquad (1)$$

где $p_a(t)$ –текущее абсолютное давление в вакуумной системе, V - объём вакуумной камеры, S - эффективная скорость откачки системы, $Q(t)$ - исследуемый поток, p_0 - предельное давление в вакуумной системе.

Сигнал Механо-Симулированого Газовыделения (МСГ) демпфируется вакуумной системой, т.е. пики давления, соответствующие пикам МСГ, имеют сглаженную форму и меньшую амплитуду, особенно при малых длительностях импульсов. Восстановление сигнала потока из экспериментально полученной записи сигнала давления $p = f(t)$ возможно путем численного решения дифференциального уравнения (1). Недостатком этого метода является высокая чувствительность к шуму, которая увеличивается с уменьшением длительности пиков [5].

Для случая, когда сигнал потока МСГ имеет вид периодической последовательности пиков с малым разбросом по высоте, параметры потока МСГ могут быть подобраны путем подгона заданной модели к экспериментальным данным. В этом случае поток МСГ моделируется последовательностью импульсов заданной формы, после чего для данной последовательности отыскивается сигнал давления путем интегрирования. Для подгона параметров модели необходимо знать функциональные зависимости параметров сигнала давления от параметров сигнала потока МСГ. В работе [4] рассмотрен случай сигнала в виде прямоугольных импульсов. Поскольку физический механизм МСГ определяется диффузией, десорбцией и химическими реакциями, естественно предположить, что экспоненциальные функции более адекватно описывают процесс газовыделения по сравнению с прямоугольными пиками. Целью настоящей работы является разработка модели формирования сигнала давления для случая потока МСГ в виде последовательности пиков, описываемых экспоненциальными функциями.

Математическая модель давления в вакуумной камере при нестационарном газовыделении

Величина исследуемого потока может быть представлена как произведение амплитудного значения потока Q_m и безразмерной функции ***q(t)***. Функция ***q(t)*** задается экспоненциальной зависимостью от времени ***t***:

$$q(t)=\left(1-\exp\left[\frac{-t+(b-t)H}{t_{01}}\right]\right)\exp\left[\frac{(b-t)H}{t_{02}}\right] \qquad (2)$$

Функция (2) определяет обе фазы пика - фронт и спад - при помощи функции Хевисайда (пороговой функции) ***H***.Параметр ***b*** равен длительности фронта, а параметры t_{01} и t_{02} являются постоянными времени фронта и спада соответственно. Пороговая функция принимает значения

$$H = \begin{cases} 0, 0 \le t \le b \\ 1; t \ge b \end{cases}.$$

На фазе спада значение экспоненты стремиться к нулю при $t\to\infty$,однако не достигает нуля. Для практического использования выражения (2) можно принять, что поток обращается в ноль, если его относительная интенсивность, т.е. отношение величины потока к амплитудному значению, не превышает некоторой заданной малой величины Δ, определяемый по формуле.

$$\Delta = \exp\left[\frac{b-t}{t_{02}}\right]$$

В практических расчетах величину Δ можно принять равной 0,05.

После подстановки (2) в уравнение (1) и интегрирования получаем зависимость давления в вакуумной системе от времени и параметров потока газовыделения и вакуумной системы:

$$p=\frac{Q_m\exp\left[\frac{H}{t_{02}}(b-t)\right]}{V\left(N-\frac{H}{t_{02}}\right)}-\frac{Q_m\exp\left[b\left(\frac{H}{t_{02}}-\frac{H}{t_{01}}\right)+\left(-\frac{H}{t_{02}}+\frac{H-1}{t_{01}}\right)t\right]}{V\left(-\frac{H}{t_{02}}+\frac{H-1}{t_{01}}+N\right)}+c\exp\left[-Nt\right], \qquad (3)$$

где***c***- постоянная интегрирования, зависящая от начальных условий, а $\frac{1}{N}=\frac{V}{S}$ - постоянная времени вакуумной системы. Для простоты уравнение (3) записано для относительного давления $p=p_a-p_0$.

Путём перехода к безразмерным переменным: безразмерного давления $\rho=\frac{pS}{Q_m}$, безразмерных объединенных постоянных времени процесса МСГ и вакуумной системы $R_1=Nt_{01}$ и $R_2=Nt_{02}$, безразмерного параметра фазы фронта $b_1=\frac{Sb}{V}$ и безразмерного времени $t_1=\frac{St}{V}$, - уравнение (3) примет вид:

$$\rho=\frac{\exp\left[\frac{H}{R_2}(b_1-t_1)\right]}{1-\frac{H}{R_2}}-\frac{\exp\left[H\left(\frac{1}{R_2}-\frac{1}{R_1}\right)(b_1-t_1)-\frac{t_1}{R_1}\right]}{1-\frac{H}{R_2}+\frac{H-1}{R_1}}+C\exp\left[-t_1\right] \qquad (4)$$

Постоянная интегрирования $\boldsymbol{C}$ в (4) имеет значение отличное от постоянной $\boldsymbol{c}$ в (3). Следует отметить, что постоянные времени, входящие в уравнение для давления (4), равны отношению постоянной времени соответствующей фазы пика газовыделения $\boldsymbol{R_i}$ и постоянной времени вакуумной системы. Это означает, что постоянные времени вакуумной системы и постоянные времени процессов газовыделения имеют равнозначное и противоположное влияние на постоянную времени сигнала давления.

Поскольку уравнение (4) описывает обе фазы процесса, постоянная интегрирования принимает различные значения для каждой фазы. Значение постоянной для фронта $\boldsymbol{C_1}$ (H = 0) определяется из условия $\rho(\boldsymbol{t} = 0) = 0$, а для фазы спада $\boldsymbol{C_2}$ (H = 1) – из условия неразрывности давления между фазами:

$$C_1 = \frac{1}{R_1 - 1},\ C_2 = \exp\left[b_1\right]\left(1 - \frac{R_2}{R_2 - 1}\right) + \exp\left[b_1 - \frac{t_1}{R_1}\right]\left(\frac{R_2}{R_2 - 1} - \frac{R_1}{R_1 - 1}\right) + \frac{1}{R_1 - 1}. \quad (5)$$

На Рис.5 представлены зависимости давления и потока от времени при различных значениях параметра $\boldsymbol{b_1}$: ($\boldsymbol{b_1}$= 4; 8; 12). Значения постоянных времени в расчетах приняты $\boldsymbol{R_1}$= 2 и $\boldsymbol{R_2}$= 1.5.

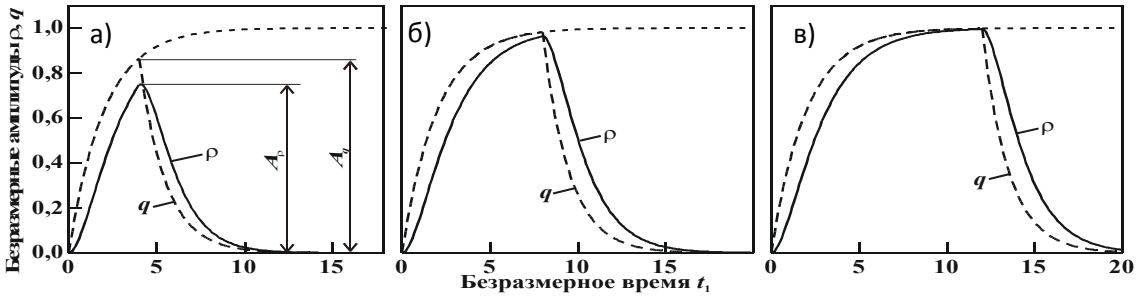


Рис. 5. Давление в вакуумной системе при различных формах пиков газовыделения.

Выводы.

Анализ результатов показывает, что с увеличением параметра $\boldsymbol{b_1}$при остальных неизменных параметрах пик газовыделения изменяет свою форму от близкой к треугольной до формы, близкой к прямоугольной, при этом изменение формы пика давления имеет ту же тенденцию, что и для пика газовыделения.

Показано что характер изменения рабочего давления в камере с установленными механизмами является важным инструментом для оценки состояния механизмов.

Литература

1. Mechanicsand Physics of Precise Vacuum Mechanisms/ Deulin E.A., Michailov V.P., Panfilov Y.V., Nevshupa R.A. / Springer edition.- 2012, 234pp.
2. Деулин Е.А., Физика вакуумной механики – М: Горячая линия – Телеком, 2018.– 282 с.
3. Розанов Л. Н. Вакуумная техника. – М.: Высшая школа, 1990. – 320 с.
4. Деулин Е.А., Пересадько А.Г. Контроль. Диагностика, №5, 1998. – с. 21-28.
5. Peresadko A.G., Nevshupa R.A., Deulin E.A..Vacuum 64(2002) 451-456.

Расширение диапазона рабочих давлений насоса типа Рутс

А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, *А.В. Тюрин
Казань, КНИТУ, ул. К. Маркса, 68
****Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58***
Email: burm@kstu.ru

Рассмотрены способы работы двухроторного вакуумного насоса типа Рутс при высоких давлениях на входе и высоких перепадах давлений между выходом и входом, Показано, что одним из наиболее эффективных способов является регулирование частоты вращения электродвигателя в зависимости от нагрузки. Проведены испытания ДВН с частотным преобразователем при различных входных давлениях и показано, что данный вариант имеет преимущества по сравнению с использованием перепускного клапана.

Widening of working pressures range of Roots pump. A.V.Burmistrov, A.A.Raykov, S.I.Salikeev , A.V.Tyurin. *Modes of Roots pump working with high pressure at the inlet and high pressure difference between the outlet and the inlet are considered. One of the most effective means is adjustment of electric motor rotating frequency depending on the load. Tests of the Roots pump with frequency converter at different inlet pressures were carried out. It is shown that this method is advantageous in comparison with bypass valve usage.*

Двухроторные вакуумные насосы типа Рутс (ДВН) [1, 2] широко применяются в химической и пищевой промышленности, металлургии, напылительных и сублимационных вакуумных установках. Основное достоинство ДВН - высокая быстрота действия ДВН позволяет повсеместно использовать их в установках для создания низкого и среднего вакуума, не содержащего паров рабочей жидкости. Вместе с тем, ДВН типа Рутс – машина с внешним сжатием, что определяет ее основной недостаток – высокая потребляемая мощность, которая растет с увеличением давления и перепада давлений между выходом и входом насоса. Это приводит к интенсивному нагреву ДВН, что, в свою очередь, может повлечь заклинивание роторов и выходу из строя насоса. Поэтому ДВН практически никогда не включаются с атмосферного давления, а в конструкции предусматриваются те или иные меры по предотвращению перегрузки.

Чаще всего для предохранения от перегрузок в корпус ДВН встраивается перепускной клапан (рис.1), настроенный на определенный перепад давлений, при превышении которого, клапан открывается, и газ частично перепускается с выхода на вход, предотвращая, тем самым, перегревание и заклинивание насоса. Такое решение, безусловно, нельзя считать оптимальным, в первую очередь из-за увеличения массогабаритных показателей насоса. И данное решение не позволяет полностью решить проблему с перегревом насоса. Кроме того, при открытии перепускного клапана насос фактически перестаёт осуществлять откачку.

Существовали машины, в которых охлаждение роторов обеспечивалось циркуляцией масла через полый вал ротора. При этом масло охлаждалось водой во внешнем теплообменнике. Такое устройство является настолько сложным, что его применение оправдано только в очень больших насосах. Корпус насоса обычно имеет воздушное и гораздо реже водяное охлаждение.

Для охлаждения роторов и расширения диапазона рабочих давлений в некоторых типах ДВН внутри выпускного патрубка в непосредственной близости от роторов устанавливают пластинчатый холодильник. Частые пульсации потока откачиваемого газа повышают эффективность переноса тепла от роторов к холодильнику. Дополнительным преимуществом такого решения является то, что и в форвакуумный насос поступает охлаждённый газ.

Представленные вариации существенно усложняют конструкцию ДВН по сравнению с базовым вариантом.

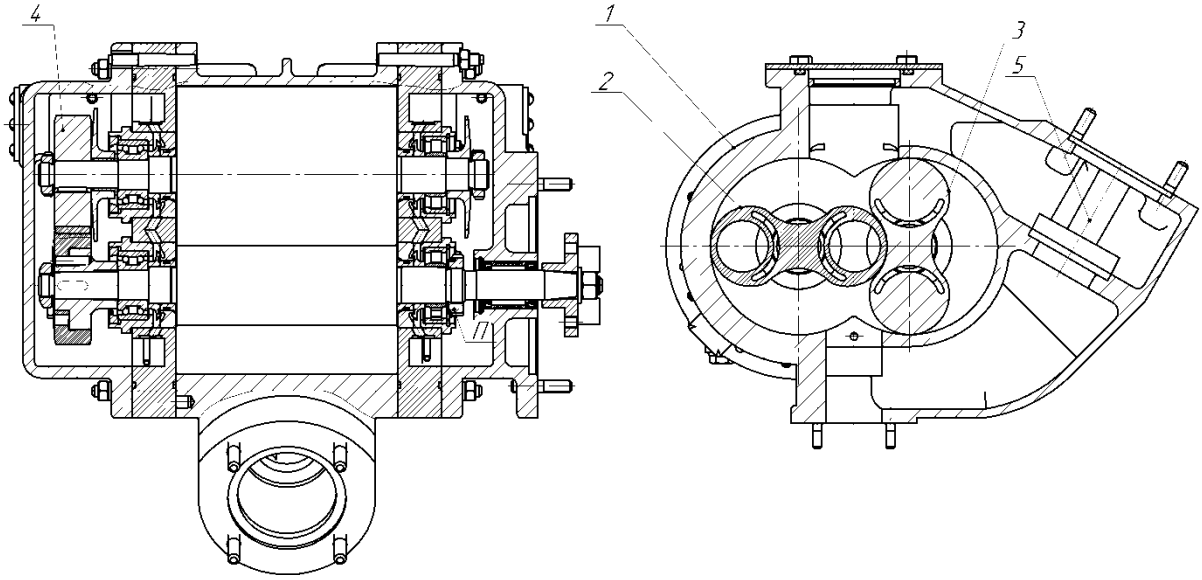


Рис. 1. Схема двухроторного вакуумного насоса типа Рутс:
1 – корпус; 2,3 – ротора; 4 – синхронизирующие шестерни; 5 – перепускной клапан.

Решением проблемы перегрева насоса может быть снижение частоты вращения двигателя при превышении заданного тока на электродвигателе. В России подобные конструкции не выпускаются. Поэтому для определения предельной силы тока и исследования работы насоса при различных частотах вращения роторов необходимо провести экспериментальные исследования. В работах [2-4] приведены характеристики ДВН в зависимости от частоты вращения, но не представлены величины мощности и силы тока на обмотках двигателя.

Для исследования работы насоса с частотным преобразователем был спроектирован стенд, состоящий из НВД-200 [5], работающего в агрегате с пластинчато-роторным насосом 2НВР-5ДМ. Для измерения давлений на входе и выходе из ДВН использовались вакуумметры ВДТО-2 и ВДТО-3. Расход газа измерялся регуляторами расхода газа и газовыми счетчиками. Температура двигателя и насоса контролировалась термопарным блоком. Мощность электродвигателя и ток на его обмотках измерялись анализатором тока ЩМ120. Для регулирования частоты вращения использовался частотный преобразователь.

По результатам эксперимента построены зависимости силы тока, усредненной по трем обмоткам, и активной мощности от частоты вращения электродвигателя при различных давлениях на входе в ДВН (рис. 2). Графики показывают, что при увеличении частоты вращения потребляемая мощность непрерывно растет, в то время как ток на обмотках, имеет максимум при частоте вращения 1500-1700 об/мин. Это предположительно связано с тем, что оптимальной частотой для используемого двигателя является 3000 об/мин. При меньшей частоте падает его КПД, и увеличивается доля мощности, уходящая на нагрев.

Испытания насоса при различных частотах вращения и входных давлениях показали, что при силе тока на обмотках до 2,4 А перегрева двигателя не происходит. Поэтому была разработана микропрограмма для частотного преобразователя, понижающая частоту вращения до достижения величины номинального тока электродвигателя.

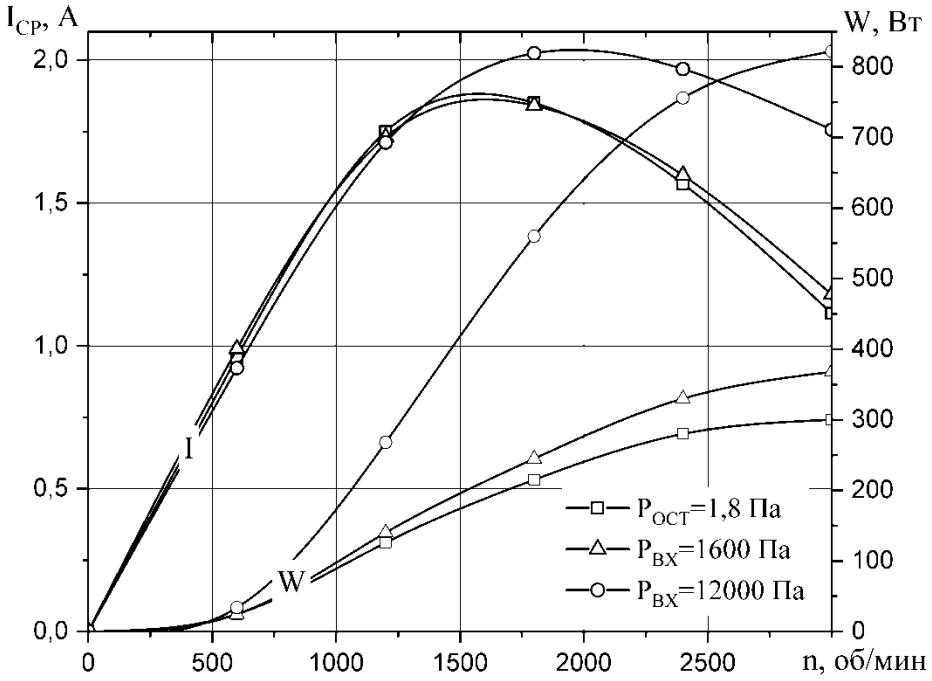


Рис. 2 – Зависимость мощности и усредненной по трем обмоткам силы тока на обмотках двигателя от частоты вращения.

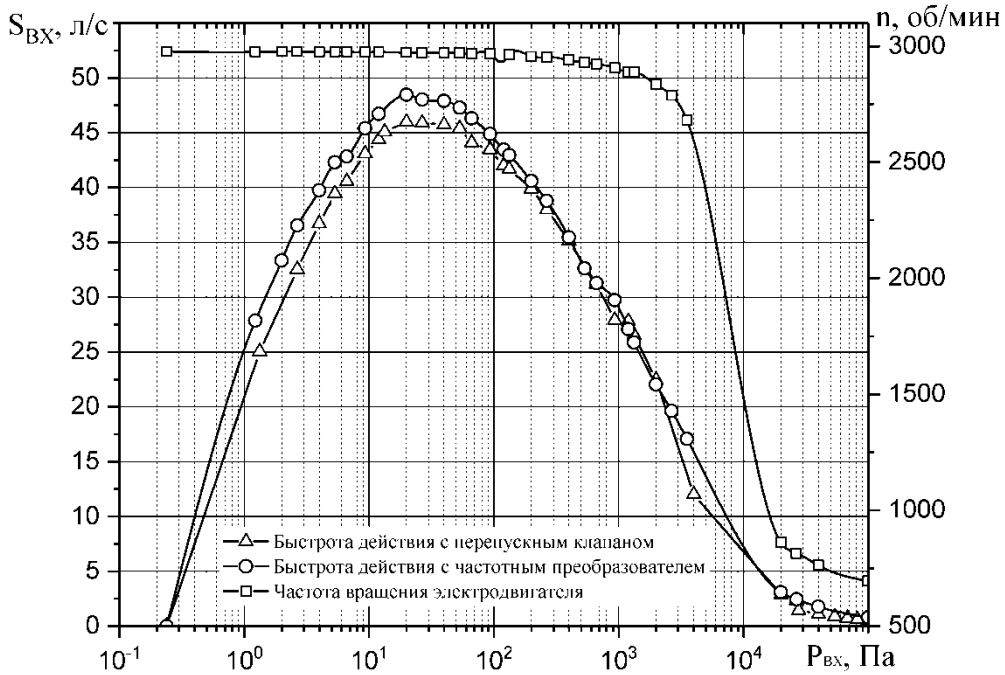


Рис. 3 – Зависимость быстроты действия и частоты вращения от входного давления в режиме ограничения силы тока.

На рис. 3 приведены характеристики насоса с частотным преобразователем в режиме указанного ограничения силы тока. При входных давлениях ниже 1 кПа частота вращения двигателя составляет 3000 об/мин. При повышении входного давления ток на обмотках достигает 2,4 А и для его снижения происходит уменьшение частоты вращения. При атмосферном давлении частота вращения составляет 700 об/мин. На этом же графике представлена характеристика при работе ДВН с перепускным клапаном. При давлении выше

30 кПа происходит открытие перепускного клапана и снижение быстроты действия. В этом режиме использование частотного преобразователя повышает быстроту действия почти в 2 раза.

Таким образом, дополнение двухроторного насоса частотным преобразователем позволило производить его запуск при атмосферном давлении на входе без опасности перегрева и выхода из строя. Кроме того, эксперименты показали, что при низких давлениях существует запас по силе тока, что позволит повышать частоту вращения выше 3000 об/мин и тем самым увеличивать быстроту действия насоса.

Литература

1. 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.
2. Бурмистров А. В. Создание и исследование бесконтактных вакуумных насосов Автореф. дис… докт. техн. наук: 05.04.06. – МГТУ им. Н.Э. Баумана. – Москва, 2006. -32 с.
3. Бурмистров А.В. Влияние частоты вращения роторов на предельное остаточное давление двухроторных вакуумных насосов // Материалы IX научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ, 2002. – С. 81-85.
4. Бурмистров А.В., Караблинов Д.Г. Влияние скорости роторов на перетекание в межроторном канале двухроторного вакуумного насоса // Материалы X научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ, 2003. – С. 97-100.
5. НВД-200 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://vacma.ru/products/roots_pump/nvd/382/, свободный.

Перспективы развития и основная проблематика создания эталонной базы единицы потока газа в вакууме в РФ

Д.М. Фомин, А.А. Чернышенко
Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»,пр. Московский, 19
E-mail: vacuum@vniim.ru

В статье рассматриваются основные проблемы создания эталонной базы единицы потока газа в вакууме, а также перспективные разработки в данной области измерений.

***Prospects of development and main issues of establishing of gas flow standard base unit in vacuum**. **D.M. Fomin, A.A. Chernyshenko.** The article discusses the main problems of creating of the standard base unit of the gas flow in vacuum and promising developments in these measurements.*

Приборы для контроля герметичности такие как течеискатели масс-спектрометрические, меры потока, щуповые течеискатели различного принципа действия применяются в различных отраслях промышленности, а в частности: в атомной, космической, авиационной, химической промышленности, а также в производстве микро- и наноэлектроники с середины прошлого века. Однако до настоящего времени в РФ не существует государственной эталонной базы.

Это обусловлено в первую очередь тем, что до 2007 года течеискатели масс-спектрометрические в РФ не являлись средством измерений (СИ) и не подлежали первичной и периодической поверке. Данная ситуация выглядела довольно странно, особенно учитывая тот

факт, что основным прибором для контроля и испытаний на герметичность в методах, описанных в ГОСТ 28517-90, являются течеискатели масс-спектрометрические[1].

В настоящее время в качестве средств измерений утверждено 9типов серийно-производимых течеискателей масс-спектрометрических гелиевых (из них 2 типа отечественного производства) и 2 типа мер потока (из них 1 тип отечественного производства), так же существует большой парк приборов не утвержденных в качестве СИ, однако пользователи хотят проводить периодическую калибровку приборов для контроля достоверности показаний.

В связи большим спросом на метрологические услуги в данной области измерений необходимо в ближайшее время поставить задачу разработки и создания государственного первичного эталона (ГПЭ) единицы потока газа в вакууме в диапазоне $1{,}0\cdot10^{-16}$… $1{,}0\cdot10^{-4}$ моль/с ($2{,}5\cdot10^{-13}$… $2{,}5\cdot10^{-1}$ Па·м^3/с). Создание эталона позволит решить следующие основные задачи:

- Обеспечение единства измерений потока газа в вакууме.
- Создание современного ГПЭ единицы потока газа в вакууме, характеристики которого не уступают характеристикам аналогичных комплексов развитых стран.
- Создание современной системы метрологического обеспечения измерений потока газа в вакууме в РФ.
- Разработка государственной поверочной схемы для средств измерений потока газа в вакууме.
- Участие нового ГПЭ в очередных ключевых международных сличениях.

Следующим шагом развития эталонной базы после создания ГПЭ должно стать обеспечение установками для проведения поверки и калибровки СИ в данной области измерений территориальные центры стандартизации и метрологии (ЦСМ). На рис. 1 представлен внешний вид установки для поверки мер потока разработанной во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Данный шаг позволит сделать более доступным предоставление метрологических услуг в регионах РФ.



Рис. 1. Внешний вид установки для поверки мер потока.

На данный момент существует огромная проблема, связанная с применение на предприятиях старого оборудования для проведения контроля герметичности выпускаемой продукции. В частности, этими приборами являются течеискатели масс-спектрометрические гелиевые ПТИ-7, ПТИ-10, ПТИ-14, ТИ1-22, ТИ1-30, а также различные модификации иностранных течеискателей выпущенных до проведения процедуры испытаний с целью утверждения типа. Данные приборы всегда считались индикаторными и не внесены в

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (Госреестр РФ). При отсутствии метрологического контроля и надзора за течеискателями велика вероятность ошибочного принятия нормы герметичности, что влечет за собой увеличения вероятности возникновения ошибочных решений, как первого, так и второго рода. Ценой ошибки первого рода станут финансовые потери предприятия от признания небракованных изделий бракованными. Цена ошибки второго рода значительно существеннее – человеческая жизнь, человеческое здоровье, потеря дорогостоящего комплекса, составной частью которого оказалось бракованной изделие и т.д.[1]

В последние время возросло количество обращений от предприятий, особенно от предприятий, работающих на военно-промышленный комплекс, о метрологическом обеспечении старых приборов. Решением данной проблемы может стать калибровка приборов по разработанной методике калибровки. В методике калибровки должны отображаться точностные характеристики прибора (неопределенность измерений), также должна существовать возможность проведения калибровки в различных диапазонах по запросу предприятия.

Следующей проблемой является разработка и серийный выпуск мер потока, отечественного производства с возможностью наполнения различными газами (водород, азот, аргон, фреон и т.д. Данные меры потока необходимы для калибровки щуповых течеискателей. Также необходимо проведение государственных испытаний с целью утверждения типа для определения метрологических характеристик данных мер потока. На данный момент в Госреестре РФ нет утвержденных в качестве СИ мер потока с возможностью наполнения другим газом, кроме He4.

Для точных измерений молекулярных потоков газа в вакууме необходимо разработать и создать механический потокомер постоянного давления [2]. Конструктивно потокомер представляет собой вакуумно-герметичную систему поршень-цилиндр. Также для реализации потокомера необходимо проработать реализацию привода и измерителя перемещения. В качестве измерителя перемещения предполагается использовать различные оптические измерители перемещения, имеющие высокую точность измерений, а в качестве привода предполагается использовать шаговый двигатель. В конструкции потокомера необходимо будет проработать систему термостабилизации, что позволит свести к минимуму воздействия температурных колебаний на качество измерений.

Разработка и создание потокомера позволит проводить качественные измерения мер потока с наполнением различными газами, также с истеканием, как на вакуум, так и на атмосферу. Также следует отметить, что подобными потокомерами оснащено большинство первичных эталонов ведущих стран мира.

Создание в стране четкой системы измерений в области молекулярных потоков газа в вакууме позволит существенно повысить качество проводимых измерений с помощью данного оборудования, тем самым повысить качество производимой продукции, сократить вероятность принятия ошибочного решения в отношении испытуемых объектов.

Литература

1. Фомин Д.М. Метрологическое обеспечение течеискателей масс-спектрометрических гелиевых // «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М. 2015. pp. 66-69.
2. Чернышенко А.А. Теоретико-прикладные положения поверки средств измерений потока газа в вакууме. СПб: «Студия «НП-Принт», 2014. 136 с.

Современный прецизионный манометр низких абсолютных давлений с расширенным диапазоном измерений

В.Н. Горобей, Е.К. Израилов
Санкт-Петербург, ФГУП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, Московский пр.,19
E-mail: V.N. Gorobey @ vniim.ru

В докладе обсуждается возможность расширения диапазона измерений современного прецизионного мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией (МЕПК) низких абсолютных давлений на установке, основанной на применении метода редукции давления.

Modern precision manometer of low absolute pressures with extended measuring range*.* ***V.N. Gorobey, E.K. Izrailov.*** *This report presents discussion of possibility to expand measuring range of precision membrane-capacitive electro-statically compensated manometer using installation based on the pressure reduction method.*

С начала 2000-х годов начались разработки нового эталона единицы абсолютного давления на базе модернизации Государственного специального эталона для области низких абсолютных давлений ГЭТ 49-80, который был введен в эксплуатацию в 1981г. Эталон был создан на основе мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией (МЕПК).

Следует отметить, что все существующие мембранно-емкостные вакуумметры отечественной и зарубежной промышленности требуют при измерениях калибровку. При этом остаточное давление в их камерах обеспечивается автономными системами откачки или геттерными узлами, которые со временем насыщаются и требуют обезгаживания под откачкой (или полной замены), что представляет значительные технические трудности. Конструкция нового эталона должна исключить указанные недостатки.

Манометр имеет широкий диапазон измерений от 10^{-3} до 40 Па. Нижний предел измерений (10^{-3} Па) ограничен явлением сорбции и десорбции, а также предельной чувствительностью мембраны и измерительного электронного устройства.

Измерениям более низких давлений также препятствует недостаточная чувствительность используемых систем регистрации деформации мембраны, а также отсутствие подробных теоретических и практических исследований возможностей мембранно-емкостного метода измерений абсолютных давлений.

Как показала практика, проблему расширения рабочей области измерений вакуумметров в сторону высокого вакуума удается решить лишь с помощью емкостных способов измерения микродеформаций мембраны. Поэтому большой интерес в последнее время проявляется к возможностям мембранно-емкостных вакуумметров, а проведение исследований по расширению области измеряемых эталоном ГЭТ 49-80 абсолютных давлений [1] является перспективным и актуальным с точки зрения получения наивысшей точности и широкого диапазона измерений.

Эталонный мембранно-емкостный преобразователь.

Сущность работы МЕПК (рис. 1) состоит в том, что давление, вызывающее прогиб мембраны в измерительной камере К компенсируется электрическим воздействием, приводящим мембрану в исходное положение.

Уравнение измерения МЕПК, как известно [1], имеет вид:

$$P_1 = K_1 \cdot U^2 + P_2, \qquad (1)$$

где $$K = \frac{\varepsilon_0}{2d_o^2} * \frac{S_э}{S_м}, \quad (2)$$

U – компенсирующее напряжение, возвращающее мембрану в исходное положение,

d_o – расстояние между мембраной и компенсирующим электродом $Э_1$ при отсутствии разности давлений между камерами преобразователя,

$S_э$ и $S_м$ – площади электрода и мембраны соответственно,

ε_o – электрическая постоянная вакуума,

P_2 – остаточное давление в сравнительной камере МЕПК, поддерживаемое пренебрежимо малым (на 3 порядка меньше измеряемого).

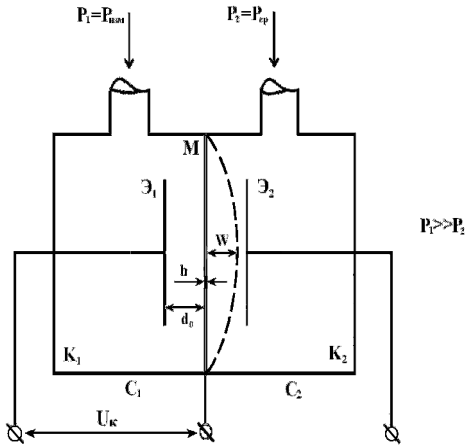


Рис. 1. Принципиальная схема мембранно-емкостного преобразователя компенсационного типа (МЕПК).

В преобразователе компенсационных измерений рабочая часть мембраны имеет диаметр 41 мм и толщину h=25 мкм, а электрод измерительной камеры имеет плоскую рабочую поверхность и расположен на расстоянии d_0=100 мкм от мембраны.

Емкости между мембраной M и электродами $Э_1$ и $Э_2$ в преобразователе примерно равны между собой и имеют величину 110-130 пФ.

Рабочая поверхность электрода $Э_2$ преобразователя имеют вогнутую сферическую форму с радиусом сферы ~2 м. Такая форма поверхности защищает мембрану от повреждений в случае возникновения в измерительной камере давления, значительно превышающего диапазон измерений, а также расширяет область линейной зависимости изменения емкости от давления.

На рис. 2 показан преобразователь компенсационных измерений в разобранном виде и семь основных его элементов.

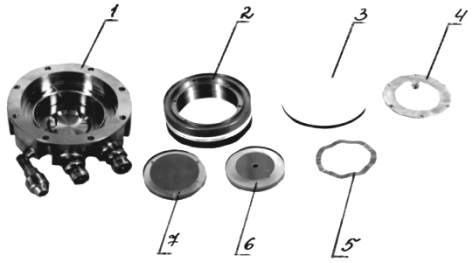


Рис. 2. Мембранно-емкостный преобразователь. Внешний вид в разобранном виде: 1 – половина корпуса; 2 – мембранный узел; 3 – прокладка; 4 – прижимная шайба; 5 – пружина; 6 – сферический электрод сравнительной камеры; 7 – плоский электрод измерительной камеры.

Внешний вид в сборе компенсационного МЕП показан на рис. 3.

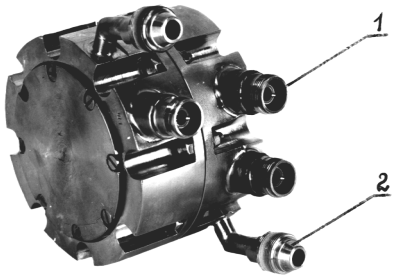


Рис. 3. Мембранно-емкостный преобразователь в сборе: 1 – электрический ввод; 2 – вакуумный ввод.

Постоянную K можно рассчитать или непосредственно по геометрическим размерам преобразователя до сборки (многократными измерениями d_0, $R_{эл}$ и $R_м$ в 4-х сечениях) или по многократному измеренному значению емкости C_1 (между мембраной и измерительным электродом) с последующим ее расчетом по формуле:

$$K = \frac{1}{2\varepsilon_0 \pi^2}\left(\frac{C_1}{R_м \cdot R_{эл}}\right)^2, \qquad (3)$$

где $R_{эл}$ и $R_м$ – радиусы электрода $Э_1$ и мембраны M соответственно.

К модернизации МЕПК относится решение проблемы снижения предельного остаточного давления, создаваемого сверхвысоковакуумным насосом, Проблема решается путем перехода к откачным системам, использующим высоковакуумные турбомолекулярные или криогенные насосы с предельным остаточным давлением $< 5\cdot10^{-7}$ Па.

Уменьшения десорбции газа со стенок измерительной камеры и снижения натекания в вакуумные камеры извне можно добиться использованием специальной технологии их покрытия слоем крупнозернистого алюминия высокой чистоты (~99,999 %). При этом процесс обработки камер планируется осуществлять путём:

- полировки внутренней поверхности камер;
- тщательного их обезжиривания;
- последующего обезгаживание камер в вакууме (прогрев при 300…350°C);
- напыление в атмосфере гелия при вращении образца из чистого алюминия.

Работа модернизированного манометра МЕПК в значительной мере зависит от герметичности камер, что является необходимым условием работоспособности и достижения требуемых его параметров.

Проверка герметичности различных узлов данной конструкции МЕПК связана со сложной конфигурацией вакуумных его соединений. Обычные методики позволяют обнаружить негерметичность манометра в целом, но трудно применимы для определения конкретных, локальных мест вакуумных течей. Поэтому были разработаны практические рекомендации по обеспечению и контролю герметичности.

Метод редукции для расширения диапазона измерений МЕПК

С целью расширения диапазона измерений МЕПК в область высокого и сверхвысокого вакуума можно использовать метод редукции давления [2], основанный на предположении о стационарном течении газа в вакуумной системе. Анализ динамического метода воспроизведения единицы давления показывает, что установившееся течение газа в камере наступает через промежуток времени, равный

$$\Delta t = \frac{V}{S} \cdot \ln \frac{\left(\frac{p_0}{p_1} - 1 \right)}{[\delta_1]}, \qquad (4)$$

где V – объем камеры;

S – скорость откачки газа из камеры;

p_0– начальное давление в камере;

$p_1 = \frac{Q}{S}$ - установившееся давление в камере;

Q – поток газа, поступающий в камеру;

$\delta_1 = e^{-\frac{S}{V}\Delta t} \cdot \left(\frac{p_0}{p_1} - 1 \right)$ - поправка на неустановившейся режим течения газа.

Из (4) следует, что давление в камере достигает равновесного значения тем быстрее, чем меньше объем камеры V и чем больше скорость откачки газа S.

Как правило, при конструировании вакуумной системы с целью уменьшения времени установления стационарного течения газа обычно стремятся в первую очередь, уменьшить объем камеры, поскольку выбор средств откачки ограничен.

На рис. 4 приведена принципиальная схема динамической градуировочной установки, основанная на МЕПК и методе редукции давления.

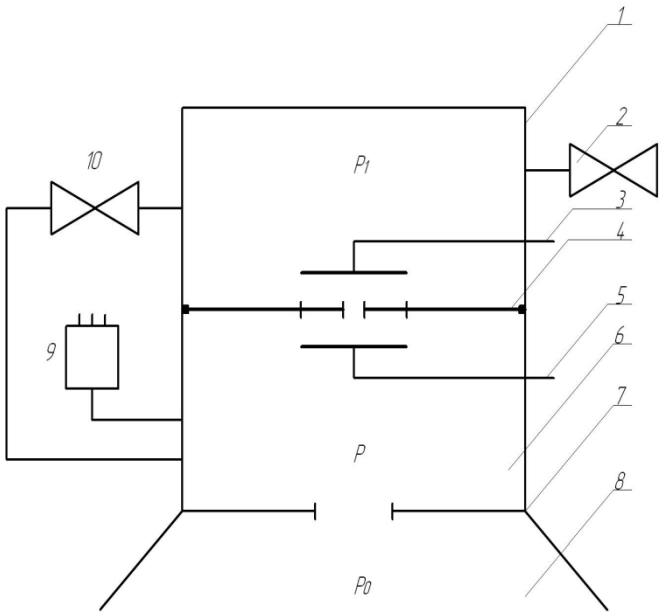


Рис. 4. Принципиальная схема установки, где 1 – камера исходного давления; 2 – натекатель; 3,5 – изолированные электроды, 4 – малая диафрагма; 6 – градуировочная камера; 7 – диафрагма; 8 – высоковакуумный насос; 9 – градуируемые манометрические преобразователи, 10 – вакуумный клапан.

Принцип работы установки заключен в том, что в камере 1 поддерживают постоянное давление при помощи крана - натекателя 2 и высоковакуумного насоса 8, откачивающего газ из камеры 1 через диафрагму 7, камеру 6 и диафрагму 4. При этом градуируемые манометрические преобразователи 9 вакуумноплотно присоединяются к градуировочной камере 6.

Давления p в камере 6 и p_1 в камере 1 связаны зависимостью, которую можно представить в виде

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{p_1 - p}{p} = \frac{U}{U_1} \tag{5}$$

при условии, что

$$U << S_0 \text{ и } q << Q,$$

где U_1 и U – проводимости диафрагм 4 и 7 соответственно;

S_0 – быстрота откачки насоса 8;

q – газоотделение в камере 6 со стенок;

Q – поток газа через натекатель 2.

Отличительная особенность этой установки состоит в том, что в измерительном конденсаторе (в центре рисунка) диафрагма 4 представляет собой тонкую мембрану с очень малым отверстием в центре.

По обе стороны от диафрагмы 4 расположены два изолированных электрода 3 и 5, которые образуют с ней конденсаторы с емкостями C_1 и C_2 соответственно. Конденсатор с емкостью C_2 включают в одно из плеч моста (на рисунке не показан), балансировку которого производят перед измерениями при равенстве давлений в камерах 1 и 6 при открытом клапане 10. Конденсатор с емкостью C_1 соединяют с регулируемым источником электрического напряжения. При градуировке манометрических преобразователей 9 закрывают клапан 10 и с помощью натекателя 2 устанавливают такое течение газа, при котором достигается необходимая разность давлений $\Delta p = p_1 - p$, под действием которой диафрагма 4 прогибается и нарушает равновесие емкостного моста.

Диафрагму 4 возвращают в исходное положение с помощью сил электростатического взаимодействия, обусловленных разностью потенциалов U между электродом 3 и диафрагмой 4, которое контролируют по балансу емкостного моста. При этом разность давлений Δp можно рассчитывать из выражения (1):

$$\Delta p = p_1 - p = K_k \cdot U_k^2, \tag{6}$$

где K_k – постоянная, зависящая от параметров измерительного конденсатора, образованного электродом 3 и диафрагмой 4,

U_k – напряжение компенсации.

Соответственно, искомое давление p, как следует из (2), составит

$$p = \frac{U_1}{U} \cdot K_k \cdot U_k^2. \tag{7}$$

Из уравнения (7) следует, что относительная дисперсия значения p может быть оценена как

$$\frac{D(p)}{p^2} = \frac{D(K_k)}{K_k^2} + \frac{D(\Delta U_k)}{U_k^2} + \frac{D(U)}{U^2} + \frac{D(U_1)}{U_1^2}, \tag{8}$$

где $D(K_k)$ – дисперсия определения параметров измерительного конденсатора,

$D(\Delta U_k)$ – дисперсия, обусловленная случайными погрешностями измерения напряжения компенсации.

Для конденсатора с диаметром электрода 4см и диаметром мембраны 4,5 см при расстоянии между ними 0,01 см величина $\frac{D(K_k)}{K_k^2}$ не превышает $0{,}25 \cdot 10^{-4}$. Для измерения

напряжения компенсации может быть применен цифровой вольтметр, для которого значение $\frac{D(\Delta U_k)}{U_k^2}$ не превышает $0{,}01\cdot10^{-4}$.

Для отверстия в диафрагме 7 диаметром *d=10,1мм* и глубиной ℓ *=0,1мм* (*U*=$9{,}3\cdot10^{-3}$ м^3/с) дисперсия $\frac{D(U)}{U^2} = 2{,}5\cdot10^{-5}$. Средняя квадратичная погрешность вычисления большой проводимости *U* по результатам измерений размеров отверстия, была $\sigma_0(U) = 0{,}5\%$.

Ранние исследования, проведенные во ВНИИМ, показали, что проводимость малых отверстий U_1 (диаметром ~20 мкм) нельзя было точно вычислить теоретически обычными методами, так как в процессе их изготовления не удается обеспечить правильную круглую форму и постоянную глубину отверстий.

Однако последующие наши исследования показали [3], что эта задача непосредственно связана с разработкой новой технологии и внедрением ее в практику производства субмикронных каналов или диафрагм, получаемых методом микромеханики с использованием прецизионного анизотропного травления в монокристалле кремния Si(100), позволяющем находить их проводимости расчетным путем.

Относительная средняя квадратичная погрешность значения малой проводимости U_1 оказалась равной $\sigma_0(U_1) \approx 1\%$. Для проводимости отверстий порядка $U_1 = 2{,}16\cdot10^{-7}$м^3/с дисперсия $\frac{D(U_1)}{U_1^2}$ не превышает $2{,}5\cdot10^{-4}$, $\frac{D(p)}{p^2} \approx 2{,}5\cdot10^{-4}$.

Таким образом, установка, основанная на применении метода редукции давления для расширения диапазона измерений МЕПК в область высокого вакуума, позволяет: воспроизводить единицу давления со средней квадратической погрешностью не превышающей $\sigma_{0_p} \approx (1{,}6-2)\%$. в области низких давлений до 10^{-6}-10^{-7}Па.

Литература

1. Горобей В.Н., Израилов Е.К., Полякова А.А. Эталонный мембранно-емкостный манометр низких абсолютных давлений с электростатической автокомпенсацией - Доклад на XVI научно-технической конференции “Вакуумная наука и техника“, 2009, С.34-39.
2. Ерюхин А.В., Кузьмин В.В. Образцовая установка для воспроизведения единицы давления в диапазоне 10^{-3}-10^{-6} Н/м^2. – «Измерительная техника», 1969, №4, С.22-26.
3. Горобей В.Н., Израилов Е.К. Эталонная вакуумметрическая установка нового поколения в диапазоне 10^4 …10^{-8} Па– «Приборы», 2007, №8(86), С.56-58.

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Перспективные вакуумно-плазменные процессы и экспериментальное оборудование

В.В. Одиноков
Москва, Зеленоград, ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», Панфиловский проспект, д. 10
e-mail: vodinokov@niitm.ru

Рассмотрены актуальные вакуумно-плазменные процессы и экспериментальное оборудование: атомно-слоевое осаждение, плазмохимическое травление, формирование мелкощелевой изоляции и очистка поверхности пластин.

Perspective vacuum-plasma processes and experimental equipment. V.V. Odinokov*. Current vacuum-plasma processes and experimental equipment are considered: atomic-layer deposition, plasma-chemical etching, fine-gap insulation formation and surface cleaning of plates.*

ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения» освоило новые вакуумно-плазменные технологические процессы и разработало экспериментальное автоматизированное оборудование для производства изделий микроэлектроники.

I.Атомно-слоевое осаждение

Согласно дорожной карте развития микроэлектроники к 2020 году минимальный характерный размер топологии интегральных микросхем будет достигать 5-10нм, а формируемые тонкопленочные покрытия должны обладать комплексом свойств, обеспечивающих надежность работы полупроводниковых устройств. Существующее технологическое оборудование для формирования тонкопленочных покрытий вакуумно-плазменными методами (PVD и CVD) не обеспечивает требуемые параметры качества формируемых сверхтонких пленок.

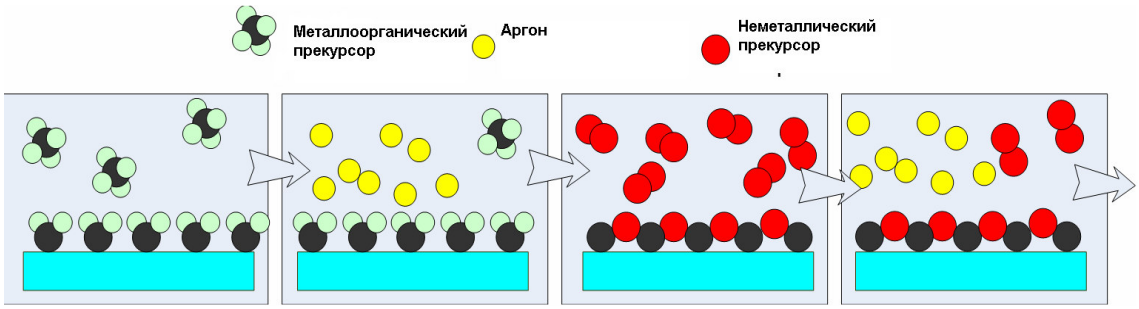
Атомно-слоевое осаждение (АСО) позволяет создавать тонкие пленки нанометровой толщины. Кроме того, сверхтонкие покрытия, полученные по методу АСО, обладают рядом уникальных характеристик (конформность, сплошность, стехиометрия), которые способствуют их применению, например, в следующих отраслях:

- Микроэлектроника (подзатворные диэлектрики, металлические слои затворного электрода, затравочные и барьерные слои в технологии сквозных отверстий TSV и т.д.)
- Солнечная энергетика (пассивирующий слой, проводящие оксиды, промежуточные многослойные многокомпонентные структуры и т.д.)
- Производство твердотельных топливных элементов (анодные слои, слои электролита, катодные слои и т.д.)
- Машиностроение (коррозионностойкие покрытия, пары трения и т.д.)
- Медицина (биосовместимые покрытия для имплантов)

АСО реализуется в виде повторно-циклируемой химической реакции с последовательной адсорбицией на подложке двух реагентов – прекурсоров, продукт взаимодействия которых формирует пленку диэлектрика либо металла. В АСО фазы сорбции прекурсоров и собственно реакции между прекурсорами удаляются продувкой инертным газом и откачкой объема реактора для удаления излишков прекурсоров и газообразных продуктов реакции. Ростовой процесс в каждом цикле самоограничивается толщиной одного монослоя выращиваемой пленки. Схематически фазы атомно-слоевого цикла показаны на рис. 1. На

рисунке 2 показаны примеры химических процессов, протекающих на поверхности образца при осаждении пленок оксида алюминия Al_2O_3, оксида титана TiO_2 и оксида цинка ZnO.

Схема процесса



$$2Al(CH_3)_3 + 2H_2O \rightarrow Al_2O_3 + 3CH_4 \text{ (А)}$$

$$TiCl_4 + 2H_2O \rightarrow TiO_2 + 4HCl \text{ (Б)}$$

$$Zn(CH_2CH_3)_2 + H_2O \rightarrow ZnO + 2C_2H_6 \text{ (В)}$$

Рис. 2. Химические реакции, протекающие на поверхности образцов при атомно-слоевом осаждении сверхтонких пленок оксида алюминия Al_2O_3 (А), оксида титана TiO_2(Б) и оксида цинка ZnO (В).

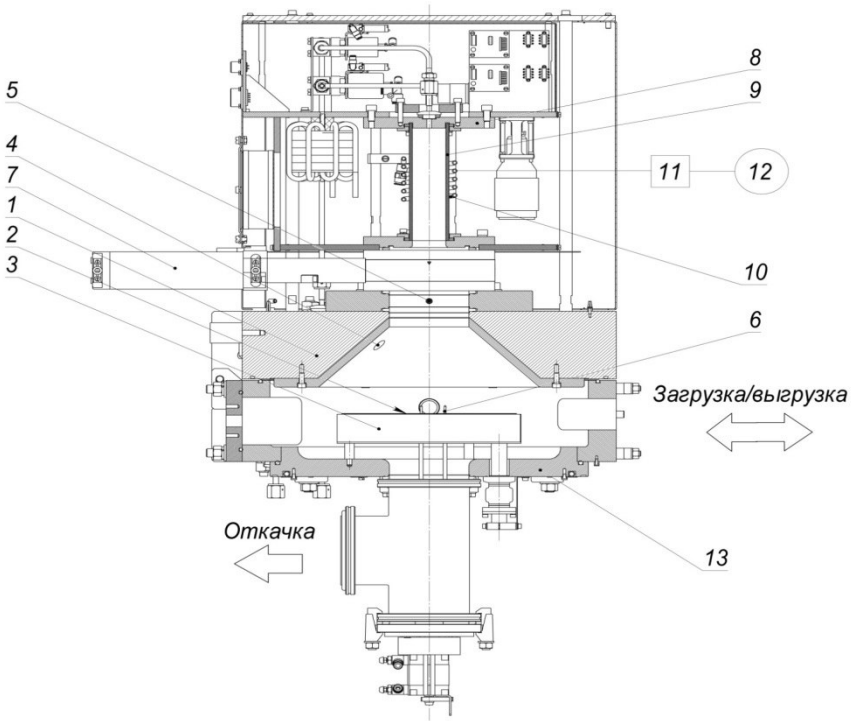
Преимуществом метода атомно-слоевого осаждения является хорошее управление стехиометрическим составом наносимых пленок с высокой степенью однородности по площади пластины. Их толщина образуется в процессе роста с точностью до одного мономолекулярного слоя. Температура пластины в процессе нанесения пленки не превышает 300 ^oC. Однако скорость осаждения оказывается существенно ниже, чем при использовании других методов, что ограничивает применение АСО только задачами прецизионного нанесения сверхтонких пленок.

Для повышения производительности процесса АСО применяется удаленный источник плазмы на основе индуктивно-связанного ВЧ газового разряда. Технологические газы, проходя через область горения разряда, разлагаются на радикалы, которые участвуют в формировании пленок на поверхности образцов. Чтобы плазма в источнике не оказывала радиационного воздействия на образцы и не повреждала структуру пленок, выходная апертура источника удалена от реактора на значительное расстояние и отделена от него быстродействующим вакуумным затвором.

Сам по себе процесс АСО имеет довольно простой алгоритм работы, но вот оборудование для его реализации должно оснащаться большим количеством надежных узлов, так как используется воспламеняющиеся и вредные для здоровья химические реактивы, которые необходимо быстро повторно-циклично подавать в реактор.

На рисунке 3 и 4 показаны конструкция реактора АСО и схема установки АСО с плазменной активацией и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры. Установка АСО предназначена для проведения низкотемпературного плазмостимулированного атомарно-слоевого осаждения (ПАСО) барьерных, зародышевых слоев в технологиях TSV, получения диэлектрических слоев Al_2O_3, включая жесткие маски, для осаждения металлических слоев (cappinglayer), нитрида гафния HfN, нитрида титана, а также осаждения подзатворного диэлектрика HfO_2 для технологии с топологическим размером 65-45-32 нм., в том числе high-kподзатворных ферроэлектрических и/или сегнетоэлектрических диэлектриков для оперативных энергонезависимых ЗУ типа FRAM (Ferroelectric Random Access Memory) и др. На рис. 5 показана схема подготовки и подачи прекурсоров. Прекурсорами называются химические реактивы, компоненты которых реагируют с компонентами на

поверхности образцов, в результате чего формируется один молекулярный слой вещества с образованием летучих соединений, которые затем удаляются продувкой реактора. Прекурсоры - в основном металлоорганические соединения, с различным уровнем давления насыщенных собственных паров. Если давление на поверхности металлоорганической жидкости меньше 133,33 Па, то такое соединение называют прекурсором с низким давлением – его необходимо применять нагретым до температуры от 50 до 80 ^{0}C. Для подачи такого прекурсора в реактор также следует выполнять барботирование - прокачивать инертный газ с определенным расходом через ампулу (барботер), в которой находится прекурсор. Если давление на поверхности металлоорганической жидкости больше 133,33 Па, то такое соединение называют прекурсором с высоким давлением и для подачи в реактор его необходимо охлаждать до температур от 10 до 20 ^{0}C. Пропускание инертного газа через барботер в этом случае не требуется.



1 – верхняя камера;
2 – кремниевая пластина диаметром 200 мм;
3 – подложкодержатель;
4 – отверстие для подачи прекурсоров;
5 – отверстие для подачи продувочного газа;
6 – механизм вертикального перемещения;
7 – вакуумный клапан;
8 – источник плазмы;
9 – керамическая колба;
10 – индуктор;
11 – согласующее устройство;
12 – ВЧ – генератор;
13 – присоединительный фланец подложкодержателя

Рис.3. Конструкция реактора установки АСО.

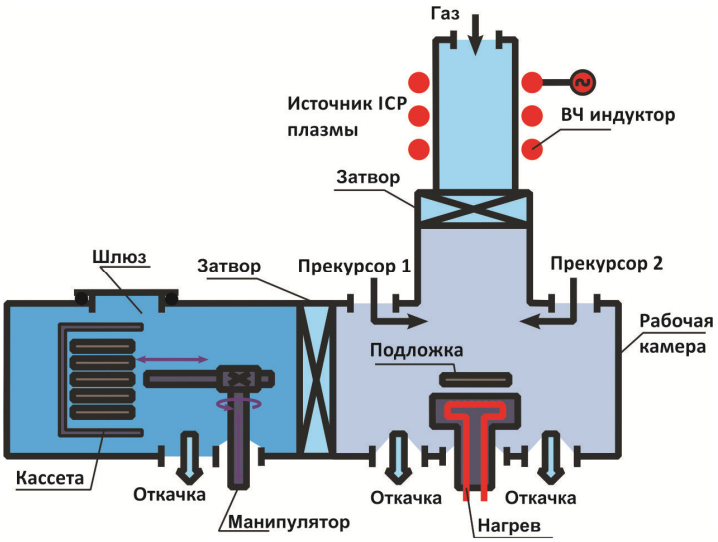


Рис. 4. Схема установки АСО с плазменной активацией и загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

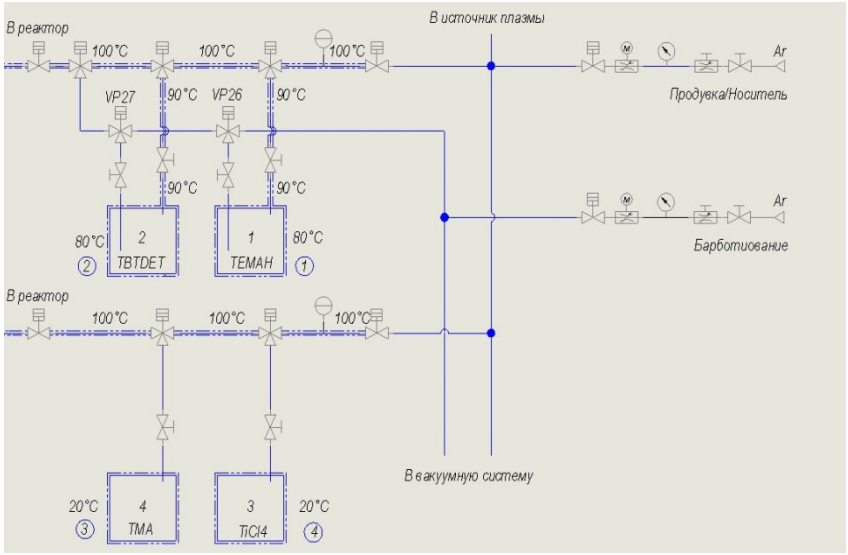


Рис. 5. Схема подготовки и подачи прекурсоров в реактор.
1 – барботер с металлоорганическим прекурсором гафния (TEMAH) с низким давлением насыщенных паров, 2 - барботер с металлоорганическим прекурсором тантала (TBTDET) с низким давлением насыщенных паров,3 - барботер с металлоорганическим прекурсором алюминия (TMA) с высоким давлением насыщенных паров, 4 - барботер с металлоорганическим прекурсором титана ($TiCl_4$) с высоким давлением насыщенных паров.

II. Глубокое анизотропное травление.

По прогнозам производителей ИС на годы 2020-2025, физические размеры минимальных элементов КМОП уменьшатся ниже порога 10 нм. Несмотря на разработку перспективных туннельных транзисторов, становится ясно, что скоро будут достигнуты геометрические пределы, поэтому сейчас ведутся активные исследования трехмерных структур с возможностью укладывать стоки транзисторов друг на друга. Такой 3D-подход позволит продолжать наращивать количество компонентов на квадратный миллиметр, даже если

горизонтальные физические размеры больше не будут поддаваться дальнейшему масштабированию.

Одна из технологий создания трехмерных систем-глубокое анизотропное травление, которое в наибольшей степени актуально для формирования структур MEMSи TSV, а также DRAM-конденсаторов.

Процесс глубокого анизотропного травления (Bosch-процесс) является двухстадийным и циклическим. На первой стадии (рис. 6) осуществляется быстрое изотропное травление кремния в плазме SF_6 газа, на второй - осаждение полимерной пленки во фторуглеродной плазме. Эти стадии циклически повторяются. На первой стадии следующего цикла под действием ионной бомбардировки ионами Ar происходит быстрое удаление пассивирующей пленки со дна канавки, с последующим удалением кремния. На боковых стенках пассивирующая пленка остается, за счет отсутствия ионной компоненте при ее травлении.

Основными преимуществами Bosch процесса являются контролируемый и стабильный профиль травления, хорошая селективность к маске, высокая скорость травления и высокое аспектное соотношение. Основной недостаток – шероховатость стенок вследствие цикличности травления.

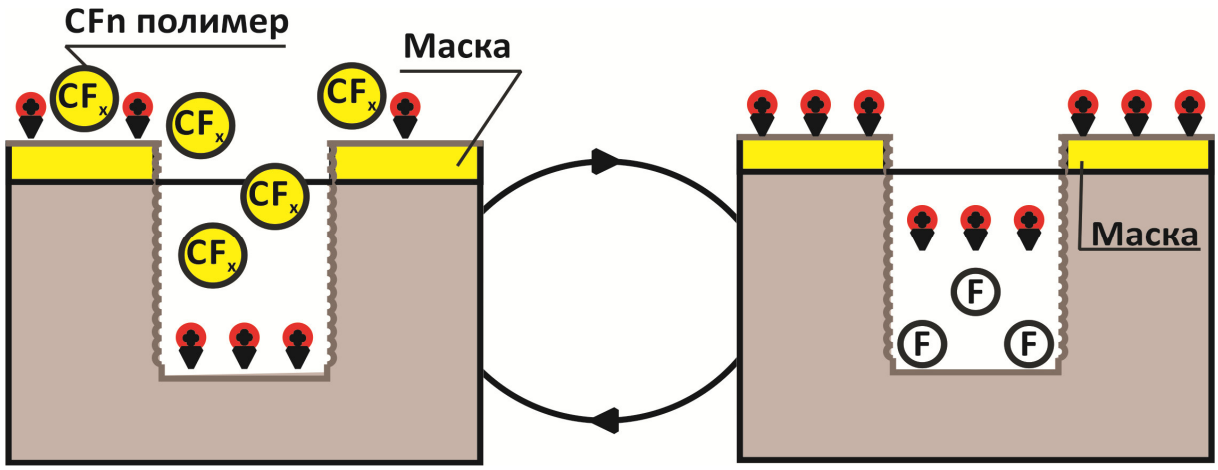


Рис. 6. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих один цикл Bosch процесса.

На рис. 7 представлен результат глубокого анизотропного травления отверстий диаметром 13 мкм на глубину 112 мкм при режимах, приведенных в таблице 1. Неравномерность травления по пластине составила ±3,5%.

Таблица 1. Режимы травления отверстий диаметром 13 мкм

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Кол-во циклов SF_6	Время, с	
Ar	SF_6	C_4F_8		Источника плазмы	Столика			C_4F_8	C_4F_8
3	6	2,2	9	500	10	30	260	11	4

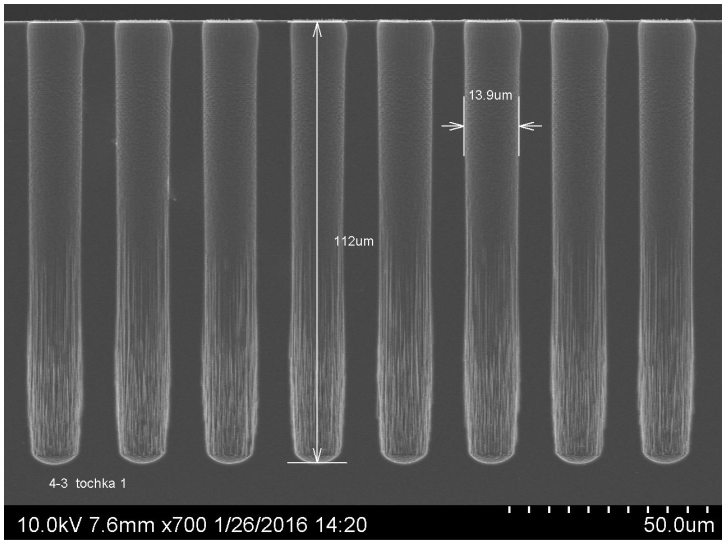


Рис. 7. Травление отверстий диаметром 13 мкм на глубину 112 мкм.

На рис.8 представлен результат глубокого анизотропного травления щелей шириной 1,5 мкм при режимах, приведенных в таблице 2. Неравномерность травления по пластине составила ±3,5%.

Таблица 2. Режимы травления щелей, шириной 1,5 мкм

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Кол-во циклов	Время, с	
Ar	SF_6	C_4F_8		Источника плазмы	Столика			SF_6	C_4F_8
3,6	6	4	9	600	15	50	60	11	4

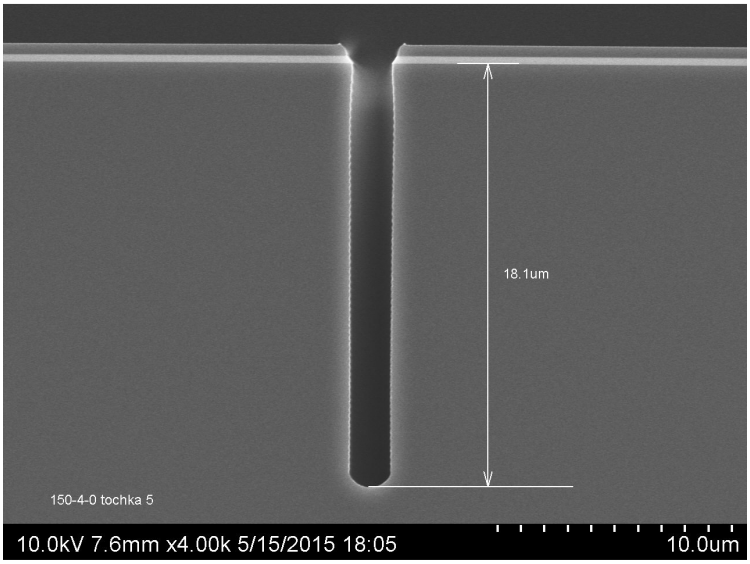


Рис. 8. Травление щелей шириной 1,5 мкм на глубину 18,1 мкм.

На рис. 9 и 10 приведена схема установки глубокого анизотропного травления с поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры. Установка предназначена для плазмохимического высокоскоростного анизотропного селективного глубокого травления кремния на базе Bosch - процесса для формирования сквозных отверстий в

кремнии (Through SiliconVias-TSV) для производства, в частности, TSV-интерпозеров для 2,5-3D –микросборок, МЭМС и др.

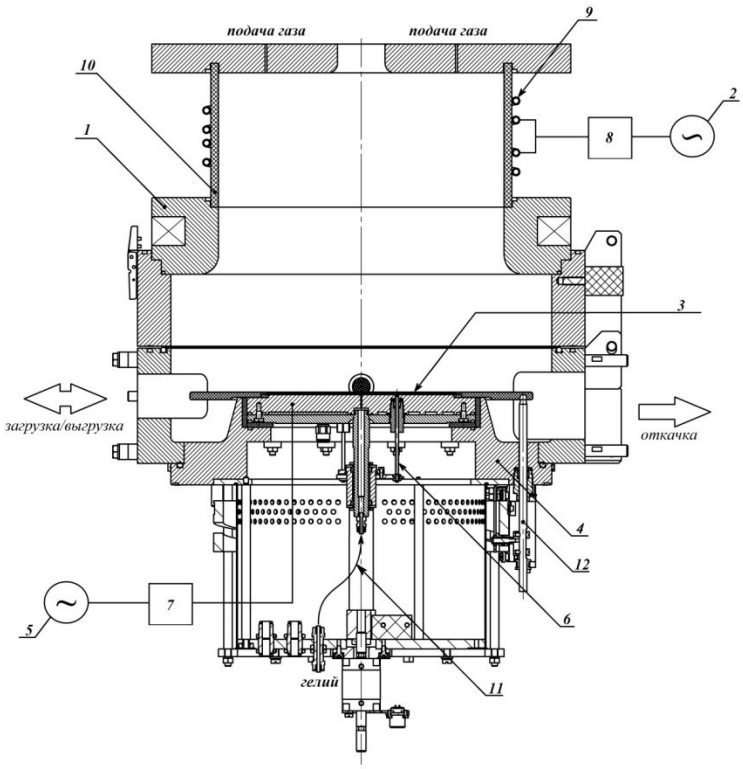


Рис. 9.Конструкция реактора установки для Bosch-процесса.

1 – источник плазмы; 2 – ВЧ-генератор; 3 – рабочая пластина; 4 – подложкодержатель; 5 – ВЧ-генератор; 6 – механизм вертикального перемещения; 7 – устройство автоматического согласования; 8 – устройство согласования; 9 – индуктор; 10 – кварцевая колба; 11 – гелиевое охлаждение; 12 – механический прижим.

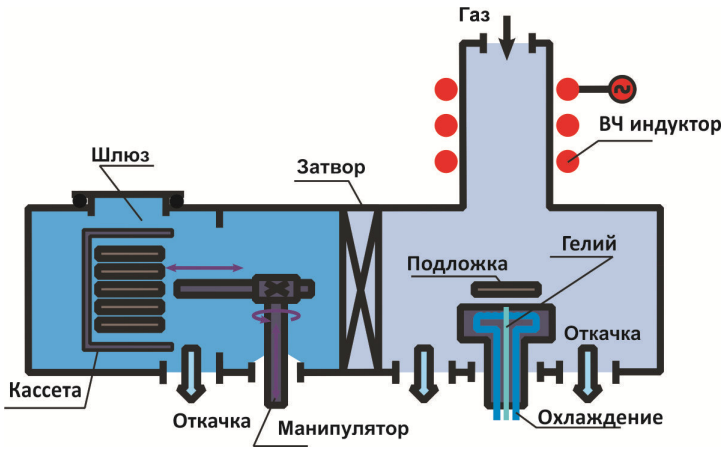


Рис. 10. Схема установки глубокого анизотропного травления с кассетным загрузчиком для пластин диаметром до 200 мм.

III.Формирование мелкощелевойизоляции.

С развитием нанотехнологии, плазмохимическое травление стало практически единственным инструментом для переноса рисунка ИС в маскирующем слое в материал подложки. Кроме того важным этапом формирования ИС является изготовление изоляции элементов в кремниевой подложке. После того как полупроводниковая промышленность достигла критического размера 0,25 мкм, стала применяться технология мелкощелевой изоляции элементов (shallowtrenchisolation, STI). С каждым годом критические размеры ИС продолжают уменьшаться, и требования к изоляции элементов становятся все более высокими.

Травление кремния с формированием гладких щелей осуществляется при одновременной подаче в камеру травящего и образующего полимер газа. В результате процессы травления кремния и образования полимера на поверхности пластины происходят одновременно, но за счет напряжения смещения травление идет преимущественно в вертикальном направлении (рис.11).

Основное преимущество процесса - контролируемый профиль травления, селективность к маске и высокое аспектное соотношение. Однако при травлении на большие глубины процесс становится трудно контролируемым, что делает его нежелательным в технологии TSV.

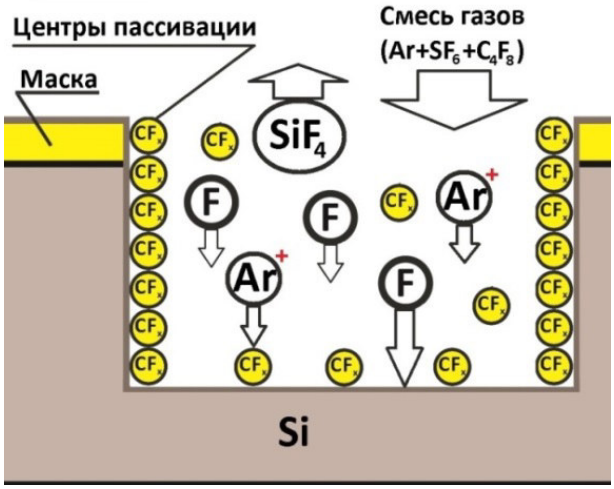


Рис. 11. Схематическое представление поверхностных реакций, формирующих в процессе травления структур с гладкими стенками.

На рис.12 показан результат процесса травления структуры с гладкими щелями, шириной 1,5 мкм, при режимах, приведенных в таблице 3. Равномерность травления по пластине составила ± 3,5%.

Таблица 3. Режимы травления щелей шириной 1,5 мкм

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Время, с
Ar	SF_6	C_4F_8		Источника плазмы	Столика		
3,6	4	6	9	600	20	85	450

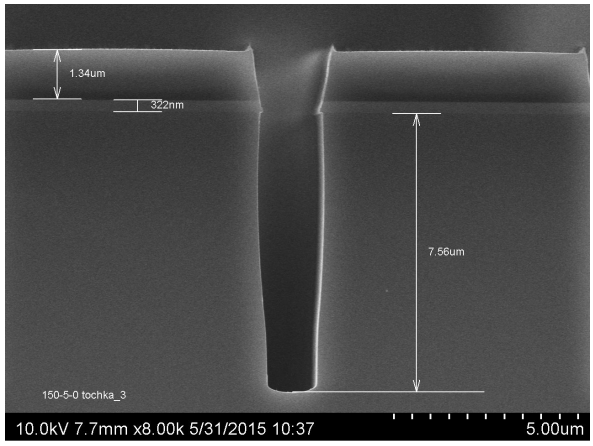


Рис. 12. Травление щелей шириной 1,5 мкм на глубину 7,5 мкм.

На рис. 13 и 14 представлены схема установки формирования мелкощелевой изоляции на пластинах диаметром до 200 мм. Установка предназначена для плазмохимического анизотропного селективного травления поликристаллического кремния, нитрида кремния, траншей с гладкими щелями для щелевой изоляции на стадии FEOLпроизводства СБИС.

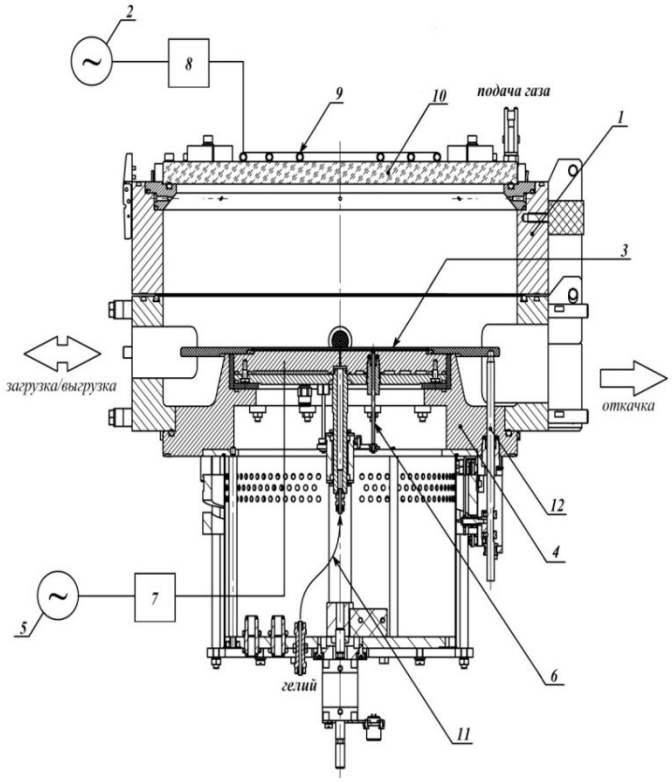


Рис. 13. Конструкция реактора установки для травления мелкощелевой изоляции с гладкими стенками.
1 – Источник плазмы; 2 – ВЧ-генератор; 3 – рабочая пластина; 4 – подложкодержатель; 5 – ВЧ-генератор; 6 – механизм вертикального перемещения;
7 – устройство автоматического согласования; 8 – устройство согласования;
9 – индуктор; 10 – кварцевое окно; 11 – гелиевое охлаждение; 12 – механический прижим.

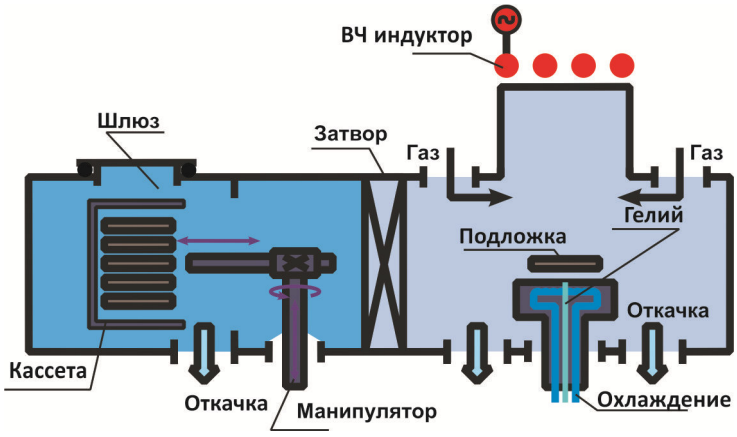


Рис. 14. Схема установки формирования мелкощелевой изоляции с кассетным загрузчиком для пластин диаметром до 200 мм.

IV. Очистка поверхности с использованием СВЧ источника плазмы.

Процессы удаления фоторезистивной маски остаются одной из самых распространенных операций в микроэлектронике. С развитием технологий возникают все новые задачи при удалении фоторезиста и очистки пластин, например, удаление остатков полимера после процессов глубокого анизотропного травления в TSV-структурах.

Удаление фоторезистивной маски и полимеров проводится в ректоре с удалённым СВЧ-источником плазмы.

Удаленная плазма изолирует пластину от ионов и электромагнитных полей, что уменьшает нежелательные эффекты встроенного заряда, которые могут повредить активные области микросхемы на пластине. Изотропная обработка происходит с помощью химически активных частиц в отсутствии электромагнитных полей.

СВЧ плазма (2.45 ГГц) по сравнению с ВЧ плазмой (13,56 МГц) имеет ряд преимуществ. Микроволновая плазма характеризуется более высокой концентрацией нейтральных частиц, большими скоростями удаления фоторезиста и др. загрязнений, меньшей концентрацией ионизированных частиц, что, в свою очередь ведет к меньшему повреждению других слоев, вызванному зарядом, а также более высокой селективности травления по отношению к нижележащим и проэкспонированным пленкам.

Для предотвращения диффузии ионов в диэлектрические или оксидные слои, пластину нагревают до температуры не более 270^0C.В процессе очистки радикалы могут включать следующие элементы: *F*, *Cl*, *O*, *H* и CF_x, где x = 1, 2 или 3.

При удалении фоторезиста радикалы *O* перемещаются к поверхности пластины, где происходит их адсорбция (рис. 15). Затем эти радикалы вступают в химическую реакцию с атомом *C*, с образованием молекулы CO_2 и последующей десорбцией.

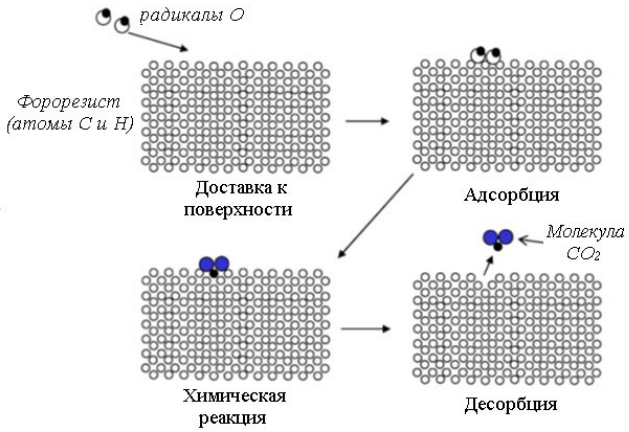


Рис. 15. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций в процессе очистки.

Основные реакции взаимодействия радикалов с фоторезистом и полимерной пленкой протекают следующим образом:

- с фоторезистом:

$C + 2O \rightarrow CO_2$
$2H + O \rightarrow H_2O$
$N + 2O \rightarrow NO_2$
$S + 2O \rightarrow SO_2$

- с полимером:

$(CH)x + 2O \rightarrow CO2$
$CxSiyOz + F \rightarrow CO2+SiF4$

Продукты реакции впоследствии удаляются откачной системой установки.

Таким образом, удаленный источник СВЧ плазмы изолирует пластину от ионов и электромагнитных полей, которые могут повредить активные области микросхемы, а радикалы обеспечивают очистку изделия и удаление фоторезистивных или полимерных слоев.

Схема установки с источником СВЧ плазмы для удаления фоторезиста или полимерной пленки приведена на рис. 16 и 17.

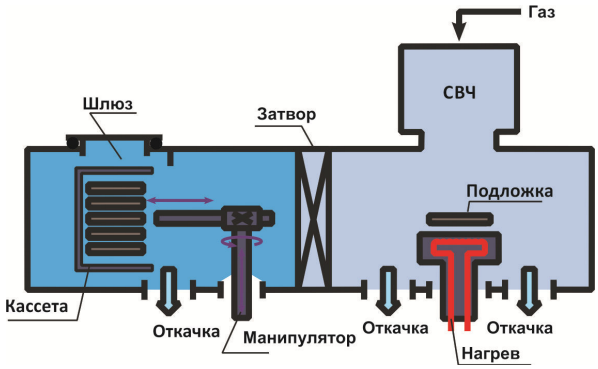


Рис. 16. Схема установки очисткис кассетным загрузчиком для пластин диаметром до 200 мм.

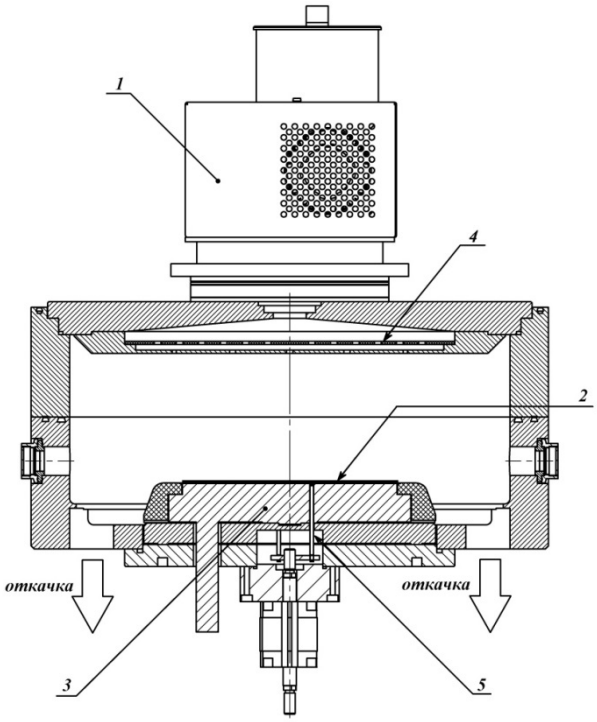


Рис.17.Конструкция реактора установки с СВЧ источником для очистки пластин.
1 – источник плазмы; 2 – рабочая пластина; 3 – подложкодержатель; 4 – защитная сетка; 5 – механизм вертикального перемещения.

Общий вид установок для проведения процессов атомно-слоевого осаждения, плазмохимического травления, формирования микрощелевой изоляции и очистки поверхности пластин представлен на рисунке 18.



Рис.18. Четыре вида установок с загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

Установка предназначена для проведения плазмохимического селективного изотропного удаления фоторезистивной маски (ФРМ) и очистки пластин, в том числе стенок (TSV) структур от полимерных продуктов реакции, оставшихся после травления кремния на базе Bosch-процесса и др.

Реакторы указанных установок встраиваются в транспортно-загрузочную систему со СМИФ контейнерами образца кластерной установки с четырьмя технологическими модулями. (рис.19).



Рис. 19. Транспортно-загрузочная система пластин диаметром 200 мм с использованием СМИФ контейнеров.

Литература

1. Гущин О.П., Валеев А.С., Чамов А.А., Мицын Н.Г., Долгополов В.М., Одиноков В.В., Немировский В.Э., Иракин П.А. Разработка оборудования и исследование технологии глубокого травления кремния/Электронная техника. Серия 3. Микроэлектроника.2015. Вып.3 (159).с. 50-54.
2. Данила А.В., Долгополов В.М., Иракин П.А., Немировский В.Э., Одиноков В.В., Павлов Г.Я./Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы.2015. Вып.5 (239). С.42-48.
3. Одиноков В.В., Панфилов Ю.В. Выбор типа вакуумнонанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности / Наноинженерия. 2011. №11. С.7-18.

Исследование частотных характеристик актюаторов на основе магнитореологических эластомеров платформы активной виброизоляции для прецизионного вакуумного оборудования

А.М. Базиненков, И.В. Макеев, Д.А. Иванова, А.П. Ротарь
Москва, ФГБОУ ВО МГТУ им. Н.Э. Баумана (Национальный исследовательский университет), 2-ая Бауманская ул, д.5, стр.1
E-mail: ambazinenkov@bmstu.ru

Современное вакуумное исследовательское и технологическое оборудование чаще всего не может корректно функционировать без системы вибрационной защиты. Перспективным материалом для систем виброизоляции является магнитореологический эластомер (МРЭ).

В работе описаны экспериментальные исследования частотных характеристик магнитореологических демпферов, входящих в состав платформы активной виброизоляции прецизионного вакуумного исследовательского и технологического оборудования. Для каждого из четырех МРЭ демпферов платформы проводились вибрационные испытания в диапазоне частот от 15 до 200 Гц с постоянной амплитудой виброперемещений. Получены зависимости коэффициента передачи амплитуды виброперемещений от частоты для каждого из четырех демпферов при различных значениях управляющего тока на катушке индуктивности демпфера, а также графики изменения резонансных частот и КПАВ в зависимости от управляющего сигнала.

Investigation of amplitude-frequency characteristics of magneto-rheological elastomer actuators of an active vibration control platform for precision vacuum equipment. A.M.Bazinenkov, I.V. Makeev, D.A. Ivanova, A.P. Rotari. *Modern vacuum research and technological equipment can not function correctly without a vibration protection system. A promising material for vibration protection systems is the magneto-rheological elastomer (MRE).*

The paper describes experimental research of the amplitude-frequency characteristics of magneto-rheological dampers of the active vibration control platform of precision vacuum research and technological equipment. For each of the four platform MRE dampers, vibration tests were performed in the frequency range from 15 to 200 Hz with a constant amplitude of external vibrations. Graphs of the vibration amplitude transfer coefficient (VATC) on the frequency for each damper are obtained for different values of the control current on the damper control coil, as well as the graphs of the resonance frequency and the VATC depending on the control current signal.

Широко известно, что вибрационная защита широко применяется в прецизионном исследовательском и технологическом оборудовании, работающем при атмосферном давлении и в условиях высокого вакуума. Наиболее эффективным методом вибрационной защиты считается виброизоляция [2]. Оборудование может подвергаться вибрационным возмущениям с амплитудой до 200 мкм на низких частотах [1].

Работа посвящена исследованию платформы активной виброизоляции на основе магнитореологических (МР) эластомеров (МРЭ). Платформа состоит из четырех активных демпферов (актюаторов) на основе мембран МРЭ и четырех узлов упругой подвески с квазинулевой жесткостью[3,8].

Особенностью актюаторов платформы является использование в качестве рабочего тела упругой мембраны из МРЭ. Эластомер является «смарт материалом» и способен изменять свои упруговязкопластичные свойства под действием внешнего магнитного поля [4], тем самым, задавая режим работы платформы.

Ранее показано [3], что использование МР эффекта позволяет регулировать в том числе коэффициент жесткости упругой мембраны за счет изменения величины магнитной индукции и, соответственно, частотные характеристики активного демпфера. Благодаря этому можно добиться смещения резонансной частоты демпфера и снижения коэффициента передачи

амплитуды виброперемещений. Это позволит настраивать платформу на работу в обусловленном конкретными внешними условиями диапазоне частот. Для оценки эффективности работы актюаторов были проведены вибрационные испытания каждого из четырех демпферов платформы в наиболее распространенном диапазоне частот для помещения расположенного в городской среде – от 15 до 200 Гц[1].

Измерения проводились на однокоординатном электродинамическом стенде для вибрационных испытаний SignslForce V400LT (DataPhysics, Великобритания). Демпфер устанавливался и жестко закреплялся на рабочем столе стенда при помощи штифтов и болтов. Контроль виброускорений основания и подвижного фланца производился при помощи аналоговых акселерометров (рис. 3). В ходе экспериментов САУ стенда поддерживало постоянную амплитуду виброперемещений 125 мкм. Блок-схема проведения эксперимента представлена на рис. 1.

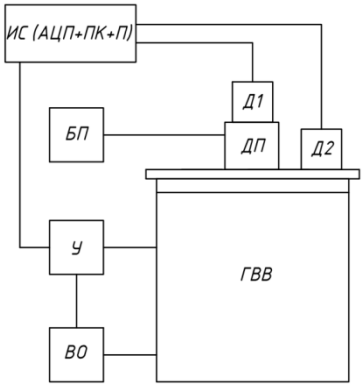


Рис. 1. Блок-схема проведения эксперимента: ПК – персональный компьютер, БП – двухканальный лабораторный блок питания Mastech, ГВВ – генератор вибрационных возмущений, вибрационная электродинамическая установка (DataPhysicsVibrator V300), Д1 и Д2 – акселерометры, ДП – МР демпфер.

Фото экспериментального стенда представлено на рис. 2.

В результате были получены экспериментальные значения виброперемещения для выбранного диапазона частот от 15 до 200 Гц. Обработка данных производилась численно с использованием САПР. Полученные графики зависимости коэффициента передачи амплитуды виброперемещений (КПАВ) от частоты для каждого из четырех демпферов представлены на рис. 3.

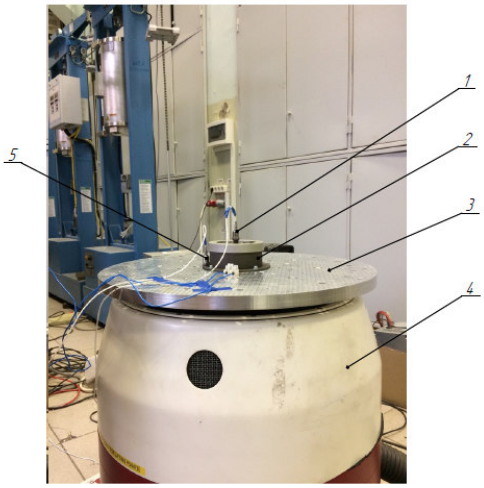


Рис. 2. Экспериментальный стенд: 1 – акселерометр, 2 – МР демпфер, 3 – стол стенда, 4 – вибрационный стенд, 5 – акселерометр.

На графиках видно смещение резонансной частоты каждого демпфера в область более низких частот в зависимости от управляющего тока на катушке и, соответственно, от внешнего магнитного поля, приложенного к МРЭ актюаторов. Кроме того, происходит снижение КПАВ.

Для определения масштабов изменения параметров АЧХ актюаторов, используя полученные экспериментальны данные,построены графики изменения КПАВ от управляющего тока (рис. 4) и графики изменения резонансной частоты от управляющего тока (рис. 5).

На графиках видно незначительное снижение КПАВ при повышении управляющего тока и незначительное смещение резонансной частоты актюаторов в область низких частот. Эти явления могут быть следствием МР эффекта в эластомере при приложении к нему магнитного поля. Частицы МРЭ смещаются из своего начального положения, стремясь выстроиться по направлению силовых линий приложенного поля, и тем самым, вызывают изменение реологических свойств МРЭ.

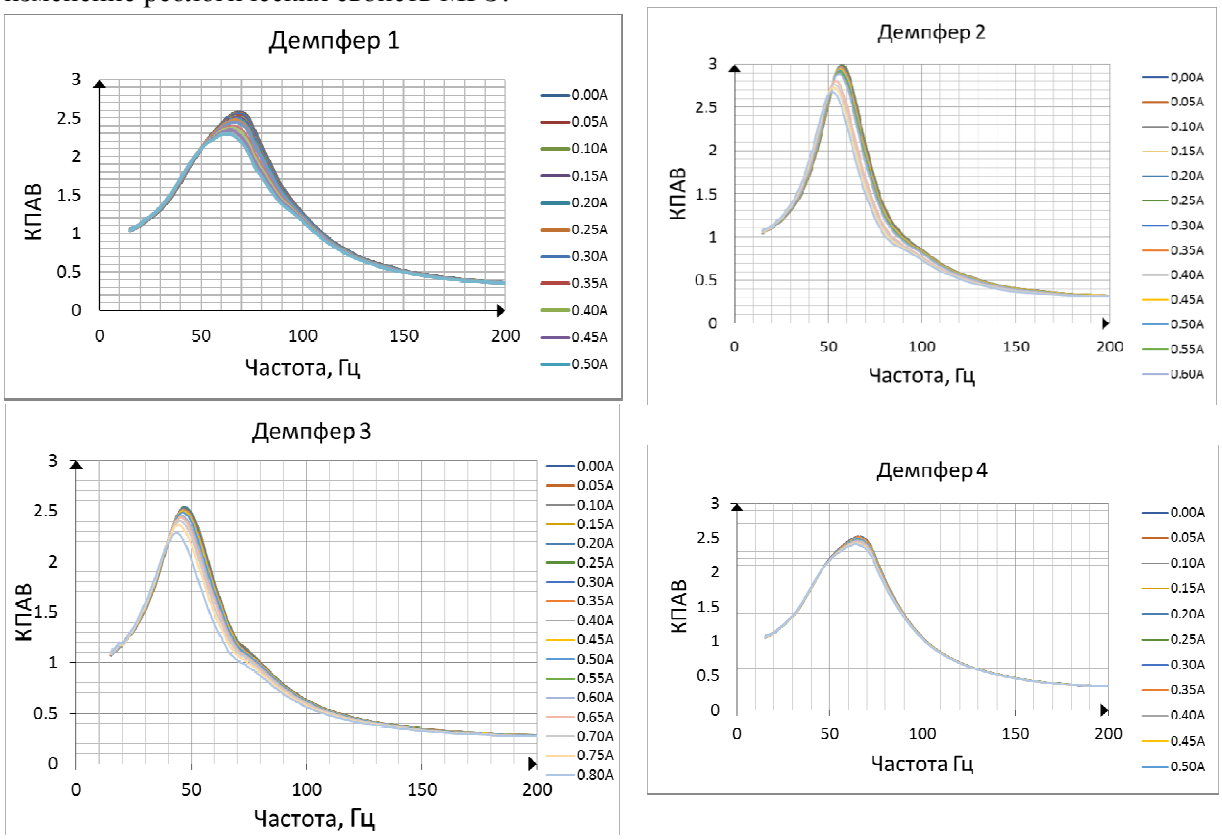


Рис. 3. Графики зависимости КПАВ демпферов от частоты внешних колебаний.

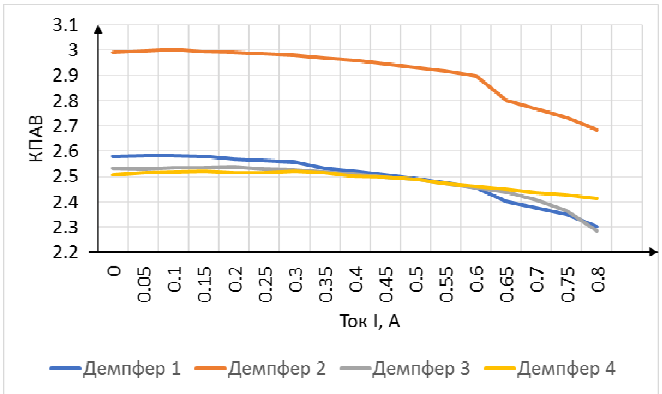


Рис. 4. График изменения КПАВ в зависимости от управляющего тока на резонансных частотах.

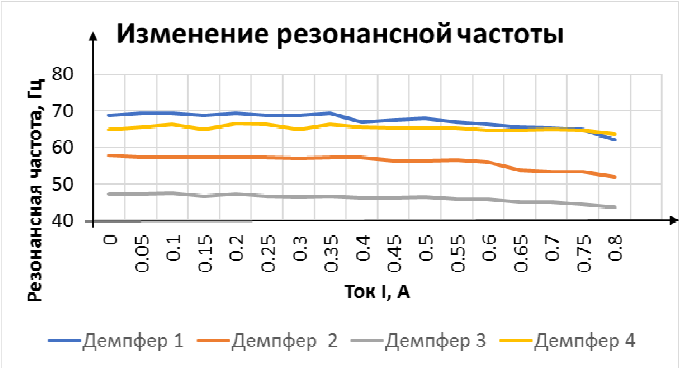


Рис. 5. График изменения резонансных частот в зависимости от управляющего тока.

Однако, в полимере возникает поле радиального направления, что не приводит к значительному изменению его характеристик и для эффективной работы актюаторов и всей платформы необходимо обеспечить их работу в активном режиме виброизоляции.

Заключение

Проведенные в работе исследования актюаторов платформы активной виброизоляции в полуактивном режиме работы резонансная частота каждого актюатора смещается в сторону более низких частот с увеличением управляющего сигнала, поданного на катушку. Для каждого из четырех демпферов смещение резонансной частоты соответственно составляет -7,33; -5,83; -3,7 и -2,97 Гц соответственно. КПАВ при резонансе уменьшается с увеличением управляющего тока, поданного на катушку для каждого демпфера соответственно в 1,122; 1,117; 1,11 и 1,045 раза. Актюаторы обеспечивают эффективную виброизоляцию в диапазоне частот от 100 до 200 Гц, но управляющий ток с увеличением частоты оказывает все меньшее влияние. Кроме того, можно видеть, что форма резонансных пиков у демпферов попарно отличается, это может быть обусловлено неоднородностью состава эластомеров разных актюаторов. Обеспечение эффективной виброизоляции в диапазоне частот до 100 Гц возможно только при работе актюаторов и платформы в режиме активной виброизоляции.

Литература

1. Голубева К.В. Повышение качества поверки геодезического оборудования в метрологических лабораториях: дисс. … канд. техн. наук. Москва. 2012. 131 с.
2. Защита от вибрации и ударов // Вибрации в технике: Справочник (в 6 томах) Под ред. К.В. Фролова. Ред. совет: В.Н. Челомей (пред.). М.: Машиностроение, 1981. Т.6. 456 с.
3. Mikhailov, V.P. A Vibration-Control Platform on the Basis of Magnetorheological Elastomers / V. P. Mikhailov, A. M. Bazinenkov // Instruments and Experimental Techniques – 2016. – Vol. 59. – № 1. – pp. 131-135.
4. Степанов Г.В., Крамаренко Е.Ю., Перов Н.С., Семисалова А.С., Борин Д.Ю., Богданов В.В., Семеренко Д.А., Бахтияров А.В., Свиридова Л.Д., Стороженко П.А. Магнитоактивный полимер с магнитотвёрдымнаполнителем // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2013. – № 4. – С. 106-137.
5. GinderJohn M., NicholsMark E., ElieLarry D., TardiffJanice L., Magnetorheological elastomers: properties and applications, Proc. SPIE 3675, Smart Structures and Materials 1999: Smart Materials Technologies, (12 July 1999);DOI:10.1117/12.352787.
6. Li W.H., Zhang X.Z., Du H. (2013) Magnetorheological Elastomers and Their Applications. In: Visakh P., Thomas S., Chandra A., Mathew A. (eds) Advances in Elastomers I. Advanced Structured Materials, vol 11. Springer, Berlin, Heidelberg.

7. Виброзащитные системы с квазинулевой жесткостью Под ред. К.М. Рагульскиса. – Л.: Машиностроение, 1986. – 96 с.
8. Иванова Д.А., Ротарь А.П., Макеев И.В.Исследование влияния управляющего сигнала силы тока на амплитудно-частотную характеристику демпферов на основе магнитореологических эластомеров // Всероссийская научно-техническая конференция студентов Студенческая весна: Машиностроительные технологии. – 2018.

Исследование эффективности кластерного оборудования с использованием имитационных моделей

И.Н. Куликов, Л.Л. Колесник
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1, e-mail: kulik19998@gmail.com); l.kolesnik@m-i.ru)

Технологии наноэлектронного производства сегодня используют многокластерное оборудование, в котором реализуется замкнутый технологический цикл без выгрузки изделий в атмосферную среду рабочего помещения, что позволяет проводить высокоточные многоступенчатые технологические обработки при обеспечении автоматического контроля техпроцессов, межоперационных испытаний и оперативного структурного анализа. При этом технологическая линия может быть многосвязанной – состоять из нескольких кластерных систем с возможностью трансляции полуфабрикатов между кластерами через модули передачи, переворота и складирования.

Для создания такого сложного единого комплекса технологического оборудования требуется решение задач, связанных с эффективным взаимодействием технологических модулей между собой с целью обеспечения необходимых качественных характеристик технологического процесса, что в свою очередь обуславливает необходимость разработки методов планирования и оптимизации структурно-компоновочных решений и графика запуска полуфабрикатов. Поэтому актуальным является разработка математических методов и моделей, которые ориентированы на анализ новых схем организации и управления автоматизированным производством в полупроводниковом производстве.

Study of efficiency of cluster equipment using imitation models. I.N. Kulikov, L.L. Kolesnik.
Modern technologies of nanoelectronic manufacturing now use multicluster equipment, in which a closed technological cycle is implemented without unloading products into the atmospheric environment of the clean room, which allows high-precision multistage technological processing with automatic control, inter-operational tests and operational structural analysis. In this case, the technological line can be multiply connected - it consists of several cluster systems with the ability to translate semifinished products between clusters via transmission, coup and storage modules.

To create such a complex, it is necessary to solve problems associated with the effective interaction of technological modules with each other in order to ensure the necessary qualitative characteristics of the technological process, which in turn necessitates the development of methods for planning and optimizing the structural and layout solutions and the schedule for semi-finished products. Therefore, it is important to develop mathematical methods and models that are oriented on the analysis of new schemes for organizing and managing automated production in semiconductor production.

Введение. Проблемой современной полупроводниковой промышленности является постоянная смена номенклатуры выпускаемых изделий в соответствии с пожеланиями заказчика [1]. При серийном производстве изделий данная проблема стоит очень остро, ввиду

того, что каждое изменение производственного кластера влечет за собой неизбежное снижение в общей производительности.

Решение проблемы. Одним из решений данной проблемы стала разработка кластерного оборудования, которое позволяет (благодаря своей модульности) снизить временные затраты на переналадку. Это осуществляется путем формирования кластерной расширяемой системы, состоящей из различных модулей, каждый из которых позволяет выполнять целый набор операций.

Одной из задач, ставящихся перед кластерными системами, является снижение длительности простоев (θi на рис. 1).

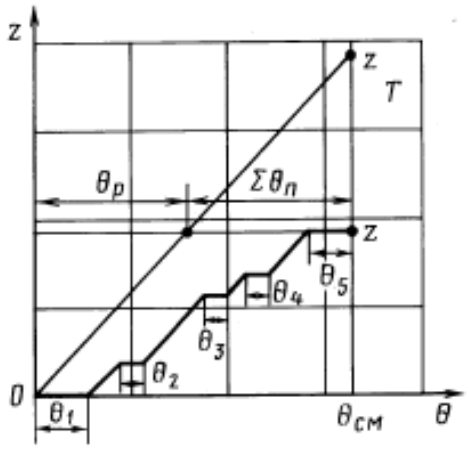


Рис. 1. Диаграмма времени работы и простоев при эксплуатации машин.

Многокластерные технологические комплексы характеризуются: сложной структурой объектов и процессов многоцелевого функционирования; многоуровневостью; множеством структурно-компоновочных решений; многообразием технологических процессов и инвариантностью технологических маршрутов обработки; вероятностным характером функционирования и поведения, связанным со сложным взаимодействием с изменяющейся внешней средой.

Эффективность установок можно рассматривать с разных сторон: 1) при проектировании новыхи 2) при эксплуатации существующих. При этом, при проектировании новых установок: 1) анализируются требования заказчика и эксплуатанта к программе выпуска и рецептам 2) с последующим определением минимально возможной композиции установки. Это достигается за счет решения задачи синтеза на основе многопараметрического и многокритериального подхода (рис. 2).

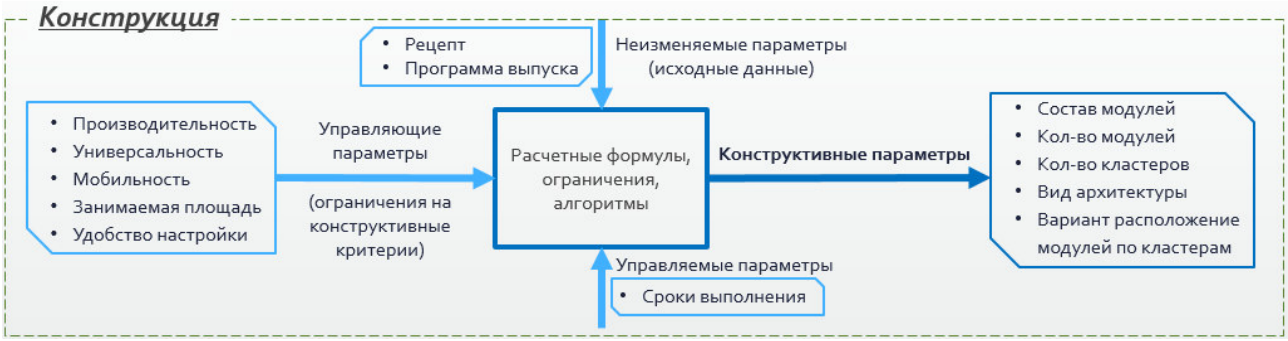


Рис. 2. Задача синтеза на основе многопараметрического и многокритериального подхода.

При эксплуатации: анализируется существующая компоновка и рецепты.

Затем формируются все возможные варианты компоновок, на которых с помощью имитационной модели и моделей планирования графиков запуска производится моделирование потоков полуфабрикатов для последующего их анализа и выбора наиболее оптимального.

Заключение. С помощью имитационного моделирования можно реализовывать различные сценарии компоновки многокластерной установки с несколькими потоками полуфабрикатов в системе. При эксплуатации уже существующей установки целесообразно использовать имитационное моделирование для поиска наиболее оптимальной компоновки и графика запуска полуфабрикатов.

Литература

1. Kohn, R. Evaluation of Modeling, Simulation and Optimization Approaches for Work Flow Management in Semiconductor Manufacturing / R. Kohn, D. Noack, M. Mosinski, Z. Zhou, and O. Rose // Proceedings of the 2009 Winter Simulation Conference / M. D. Rossetti, R. R. Hill, B. Johansson, A. Dunkin, and R. G. Ingalls, eds. – Piscataway, NJ : IEEE Service Center, 2009. –. P. 1592–1600.
2. Куликов И.Н. Автоматизированное формирование структур мультикластерных технологических комплексов. Теоретические и прикладные аспекты современной науки. 2014 №2 стр. 63-73.
3. Niedermayer, H. A Simulation-based Analysis of the Cycle Time of Cluster Tools in Semiconductor Manufacturing / H. Niedermayer, O. Rose // Proceedings of the Annual IIE Industrial Engineering Research Conference. – Houston, Texas, 2004.
4. Noack, D. An Optimization Framework for Waferfab Performance Enhancement / D. Noack, B. P. Gan, P. Lendermann, and O. Rose // Proceedings of the 2008 Winter Simulation Conference / S. J. Mason, R. R. Hill, L. Mönch, O. Rose, T. Jefferson, J. W. Fowler, eds. – Piscataway, NJ : IEEE Service Center, 2008. – P. 2194–2200.
5. Noack, D. Challenges and Solution Approaches for the Online Simulation of Semiconductor Wafer Fabs / D. Noack, M. Mosinski, O. Rose, P. Lendermann, and B. P Gan // Proceedings of the 2011 Winter Simulation Conference / S. Jain, R. R. Creasey, J. Himmelspach, K. P. White, and M. Fu, eds. – Piscataway, NJ : IEEE Service Center, 2011. – P. 1845–1856.
6. Куликов И.Н., Рябов В.Т., Шубников А.В. Имитационное моделирование кластерного технологического оборудования в полупроводниковом производстве, // НАНОИНЖЕНЕРИЯ. 2013. № 9 (27) Стр. 3-6.
7. Куликов И.Н. Имитационное моделирование управления потоками полуфабрикатов в многокластерном технологическом комплексе. ОБРАЗОВАНИЕ. НАУКА. НАУЧНЫЕ КАДРЫ. 2015. № 5. Стр. 271-275.
8. Yi J., Ding S., Zhang M.T., Meulen V.D. Throughput Analysis of Linear Cluster Tools // In Proceedings of 2007 IEEE International Conference on Automation Science and Engineering, 2007. – 1063-1068.
9. Zuberek W. M. Cluster tools with chamber revisiting—Modeling and analysis using timed Petri nets // IEEE Transactions on semiconductor manufacturing, Vol. 17, No. 3, 2004. – pp. 333–344.

Установка вакуумного нанесения тонких пленок для исследования на АСМ

П.О. Предтеченский, Д.А. Коротченко
Москва, МГТУ им.Н.Э.Баумана,
2-я Бауманская улица, 5
e-mail: lalkanaft@yandex.ru, DmitryKorotchenko@yandex.ru

Одной из наиболее распространенных разновидностей сканирующей зондовой микроскопии является атомно-силовая микроскопия. Современная атомно-силовая микроскопия активно используется во всем мире для исследования как полупроводников, так и любых других материалов. С ее помощью можно досконально изучить структуру покрытия, его толщину.

Подготовка образцов для дальнейшего исследования на АСМ является важным этапом при производстве изделий наноинженерии. Подготовка образцов на промышленных установках требует большого количества временных затрат. Данная проблема отсутствует при получении образцов в данной установке.

Installation of vacuum deposition of thin films for AFM research. P.O. Predtechenskiy, D.A. Korotchenko. *One of the most common types of scanning probe microscopy is atomic force microscopy. Modern atomic force microscopy is widely used all over the world for the study of semiconductors and any other materials. It can be used to thoroughly study the structure of the coating, its thickness.*

Preparation of samples for further research on AFM is an important step in the production of nanoengineering products. Preparation of samples at industrial plants requires a large amount of time. This problem does not occur when samples are obtained on this installation.

Целью данной разработки является максимальное уменьшение габаритов установки и уменьшение временных затрат на нанесение и подготовку образцов. Малые габариты позволяют размещать установку на столах в лаборатории и проводить несколько циклов нанесений в час. Это позволяет значительно повысить эффективность проводимых исследований.

Модель разрабатываемой установки представлена на рис. 1.

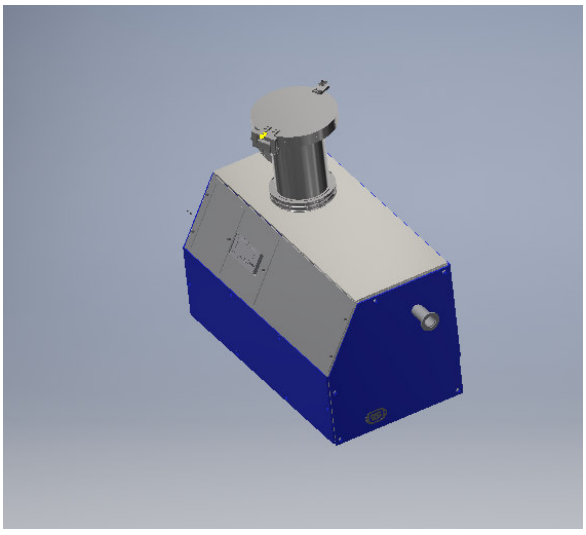


Рис. 1. Установка "Малютка".

Установка представляет собой корпус, внутри которого располагается вакуумная система с выходом на форвакуумный насос и вакуумную камеру, расположенную на раме и содержащую в себе смотровое окно, фланец для подключения вакуумметра, ввода вращения и насосов, фланец для технологического источника.

Согласно заявленным требованиям по габаритам, объем вакуумной камеры должен составлять 1 л. Фланцы выполнены по типоразмеру ISO100, следовательно, высота камеры составляет всего 135 мм. Толщина стенки составляет 2 мм.

На рис. 2 представлена вакуумно-кинематическая схема установки. Вся установка состоит из вакуумной камеры, высоковакуумной магистрали с турбомолекулярным и диафрагменным насосом. К выходному фланцу камеры через тройник подключен широкодиапазонный датчик контроля вакуума. На верхнем фланце установлен магнетрон. Клапан напуска установлен на турбомолекулярном насосе. Так же на нижнем фланце располагается фланец для установки ввода вращения с заслонкой. Заслонка предназначена для предотвращения загрязнения образцов при тренировке мишени.

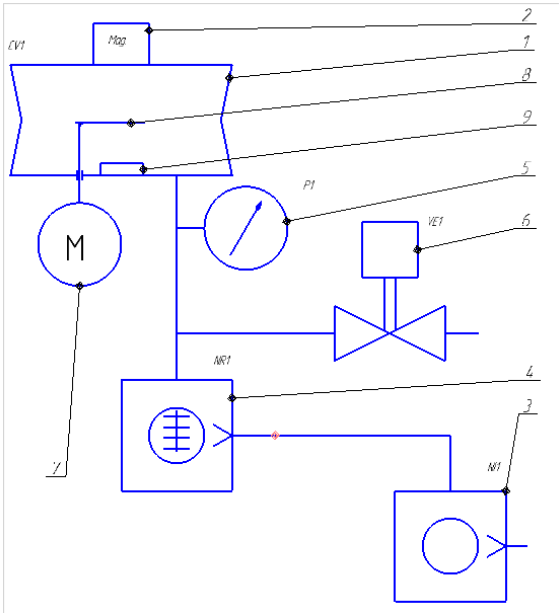


Рис. 2. Вакуумно-кинематическая схема установки.

Циклограмма работы установки представлена на рис. 3.

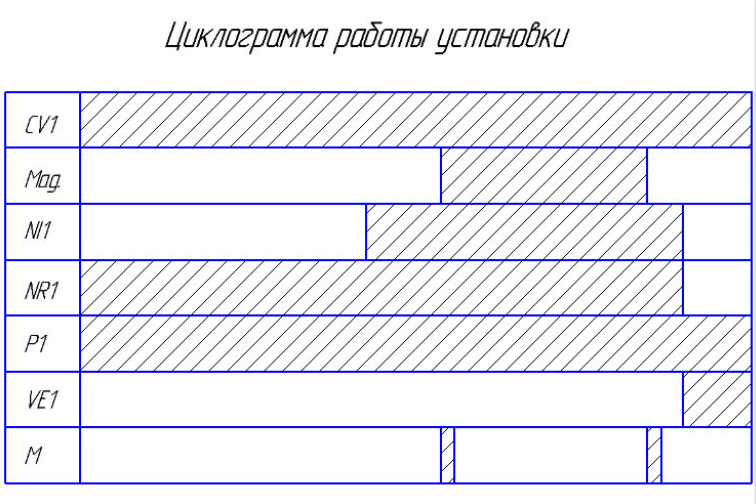


Рис. 3. Циклограмма работы установки.

Проведенные расчеты на определение скорости откачки показали, что откачка данной камеры с атмосферы до давления 10^{-2} Па составляет 86 секунд.

Подложкодержатель, расположенный на нижнем фланце, на своей лицевой поверхности имеет прямоугольные углубления со сторонами 1×1,5 мм для размещения образцов. Модель подложкодержателя представлена на рис. 4. Загрузка и выгрузка образцов происходит через верхний фланец, выполненный в виде крышки. Типоразмер фланцев позволяет свободно проводить манипуляции с образцами вручную.

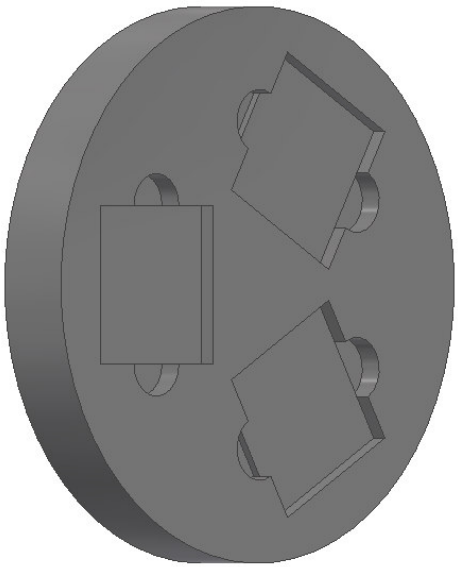


Рис 2. Подложкодержатель.

В результате выполненных работ была спроектирована вакуумная установка, просчитаны ее габариты, время откачки, была разработана вакуумно-кинематическая схема данной установки и выполнена циклограмма ее работы, а так же указаны примерные технические характеристики установки в целом. Габариты установки составляют 290 × 550 × 500 мм, что позволит без труда установить ее на столе в лаборатории. Время откачки позволяет проводить несколько циклов нанесения в час, что дает преимущество перед обычными вакуумными установками. Использование простых конструкций и маломощных насосов позволило максимально уменьшить стоимость всей установки.

Литература

1. П. В. Гордин, Е. М. Росляков, В. И. Эвелеков Детали машин и основы конструирования: Учебное пособие – СПб.: СЗТУ, 2006. – 186с.
2. А. В. Юрьева Расчёт вакуумных систем: учебное пособие/ А.В. Юрьева; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2012. – 114 с.

Установка обработки плазмой низкого давления MPCOne

Я.Г. Рыбальченко, А.Д. Павленко, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5, стр. 1
e-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

В работе представлен обзор современных установок для обработки плазмой низкого давления. Обозначена проблема отсутствия установок отечественного производства. Приведено описание и преимущества разработанной отечественной установки MPCOne. Продемонстрированы результаты отработки ее технологических возможностей.

Low pressure plasma treatment system MPCOne. Ya.G. Rybal'chenko, A.D. Pavlenko, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. *The paper presents an overview of modern low-pressure plasma processing systems. The problem of the absence of domestic production facilities is indicated. The description and advantages of the developed domestic system MPCOne are given. The results of its technological capabilities testing are demonstrated.*

Введение

Во многих областях промышленности и науки требуется высокая чистота поверхности изделия, недостижимая механической обработкой, но достигаемая жидкостной химической обработкой. Недостатком последней является то, что на выходе помимо обработанной заготовки еще образуется продукт реакции, который обычно токсичен и вреден для здоровья человека и окружающей среды. Этот существенный недостаток решается благодаря плазменной обработке [1]. Плазменная обработка применяется во многих отраслях: в производстве полупроводниковых приборов (очищение подложки для нанесения технологических слоев проводника; травление заготовки в процессе изготовления микросхем) [2]; в оптических приборах (очистка поверхности линз телескопов и зеркал, например, зеркал ИТЭР) [3]; в медицине (активация поверхности скальпеля для нанесения антикоррозийного слоя металла; очистка катетеров и дыхательных масок) [4] и других, где требуется очистить или активировать поверхность заготовки, а также в тех случаях, когда следует провести травление.

Обзор установок

Установки плазменной обработки низкого давления в зависимости от области применения существенно отличаются друг от друга как по конструкции, так и по стоимостным, габаритным и эксплуатационным характеристикам. Для мелкосерийных производств и небольших лабораторий наиболее подходящими являются установки плазменной очистки настольного формата. Основными преимуществами данных установок в сравнении с более сложными и габаритными системами являются: невысокая стоимость, компактность размеров, и, как следствие, высокая мобильность, а также размещение вакуумного насоса вне корпуса самой установки, что дает возможность легко использовать его на других установках и исключает паразитные вибрации в рабочей камере. К недостаткам можно отнести невозможность нанесения функциональных или защитных покрытий в одном вакуумном процессе, поскольку необходимо извлекать образец из камеры и, как следствие, подвергать его воздействию атмосферы.

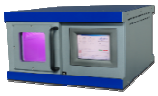
Компактные установки плазменной обработки изготавливаются во многих странах мира. Ведущими производителями являются Германия, США, Китай, Великобритания и Италия (таблице 1).

Конструкционные особенности, функциональность и комплектация настольных установок плазменной обработки низкого давления напрямую зависят от их стоимости.

Системы начального ценового сегмента имеют околонулевую степень автоматизации и ограниченный функционал. В них установлен минимально необходимый для контроля процесса набор ручных датчиков, показания с которых выводятся на стрелочные шкалы или

монохромные дисплеи. Подача газа и мощность тлеющего разряда регулируется оператором вручную с помощью рукояток или бегунков. Также, для недорогих установок характерна упрощенная конструкция дверцы вакуумной камеры без шарниров и направляющих, при которой дверца просто прикладывается к камере, что снижает вес, стоимость и габариты устройства. К недостаткам недорогих систем плазменной обработки можно дополнительно отнести невысокую точность ввода задаваемых параметров, и, как следствие, повышенные требования к оператору установки.

Таблица 1 – Установки низкого давления плазменной обработки настольного типа.

Марка, производитель, страна	Форма камеры, материал	Кол. газов	Объем камеры, л	Интерфейс	Исполнение дверцы	Частота генератора / Мощность, Вт	Изображение установки
CY-P2L, YKY, Китай	П Нержавеющая сталь	2	10,0	Сенсорный экран	На шарнирах	40 кГц/200; 13,56 МГц/ 200	
K1050X, Quorum Technologies, Великобритания	Ц Боросиликатное стекло	2	7,0	Ручное управление	Сдвижная	13,56 МГц/ 100	
Tergeo-plus plasma cleaner, Piescientific, США	Ц Кварц высокой чистоты	1	5,6	Сенсорный экран	Прикладываемая	13,56 МГц/ 150	
EQ-PCE-8, MTI Corp, США	Ц Кварц высокой чистоты	2-4 (опц.)	12,0	Сенсорный экран	На шарнирах	13,56 МГц/ 80; 300 (опц.)	
ION7BPSYS, PVA TePla, США	П Алюминий	1	7,0	Ручное управление и сенсорный экран	На шарнирах	13,56 МГц/ 200; 300 (опц.)	
Plasma Flecto 10, Plasma Technology, Германия	П Нержавеющая сталь	2	11,5	Сенсорный экран	На направляющих рейках	40 кГц / 300	
V10-G, PINKGmbH, Германия	Ц Кварц высокой чистоты	1	10,0	Сенсорный экран	Сдвижная	2,45 ГГц / 600	
Atto, Diener Electronic, Германия	Ц Кварц высокой чистоты	2	10,5	Ручное управление / сенсорный экран / удаленное управление через ПК	Прикладываемая	40 кГц / 200; 13,56 МГц / 50(опц.)	
PJ, AST Products Inc, США	Ц Боросиликатное стекло / кварц высокой чистоты / алюминий	1	8,0	Удаленное управление через ПК	На шарнирах	13,56 МГц/ 300	

PE-75 Venus, Plasma Etch, США	Ц Алюминий	2	14,0	Монохромный дисплей, кнопки	На шарнирах	13,56 МГц/ 400	
Tucano, Gambetti, Италия	Ц Алюминий	1	5,9	Сенсорный экран	На шарнирах	13,56 МГц/ 200	
HPT-500, Heiniker Plasma, Великобритания	Ц/П Нержавеющая сталь	1/2	15	Сенсорный экран	На шарнирах	50 кГц / 300	
COVANCE, Femto Science, ЮжнаяКорея	Ц/П Кварц высокой чистоты/ нержавеющая сталь	1	6,3	Сенсорный экран, кнопки	На шарнирах	20-100 кГц/ 200 13,56 МГц/ 300(опц.)	

Примечание:

1) П – параллелепипед; Ц – цилиндр; опц. – опционально
2) Рассматривались установки с камерой объемом от 5 до 15 л.

Установки верхнего ценового сегмента представляют собой компьютеризированные машины под управлением специальных программ. Эти системы имеют большее количество датчиков, и управляются с помощью сенсорных дисплеев или удаленно с другого компьютера по кабелю или по беспроводным протоколам. Собственный микропроцессор автоматически контролирует параметры процесса очистки/травления, а встроенная память позволяет программировать и сохранять пользовательские режимы обработки для разных поверхностей.

Многие производители предоставляют покупателям возможность самим подобрать необходимую конфигурацию конкретной установки: тип управления, материал вакуумной камеры, НЧ/ВЧ генератор, возможность подключения к ПК и другое. Вакуумный насос, необходимый для работы установки, в большинстве случаев докупается отдельно.

Установка MPCOne

В Российской Федерации настольные системы плазменной очистки не производятся, однако в последние годы потребность в них среди небольших лабораторий и мелкосерийных производств постоянно растет. Закупка подходящего оборудования за рубежом во многих случаях не является решением из-за многократно завышенной цены иностранных установок вследствие разницы курса валют, таможенных пошлин и стоимости доставки. Кроме того, в случае неполадок в программном обеспечении или выхода из строя компонентов установки, увеличиваются сроки и стоимость настройки и ремонта. В этих условиях на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана была разработана установка обработки изделий в низкочастотной плазме низкого давления MPC One (Multi Plasma Cleaner One) (рис. 1). Основной целью при разработке была оценка возможности создания функциональной технологической установки, превосходящей зарубежные аналоги по соотношению цена/качество, отвечающей современным потребностям научно-исследовательских лабораторий и предприятий.

В результате анализа конструкций существующих установок и решаемых на них задач установка получила функционал, представленный в таблице 2.

Наиболее интересными преимуществами перед зарубежными аналогами обладают следующие системы установки:

- автоматическая система управления с графическим интерфейсом, основанная на надежном и простом в использовании одноплатном компьютере RaspberryPi. Разработанная управляющая программа позволяет проводить процесс в ручном режиме, изменяя все параметры, или в автоматическом, выбрав один из 50 записанных рецептов в памяти, в том числе созданных самим пользователем. Управление установкой осуществляется с помощью сенсорного экрана диагональю 7”;
- автоматическая система подачи рабочих газов на базе ротаметров, обеспечивающая достаточную для решаемых задач точность поддержания расхода и давления, обладающая меньшей стоимостью компонентов по сравнению с регуляторами расхода газа (РРГ), и не уступающих им в надежности.



Рис. 1. Установка для обработки плазмой низкого давления MPC One..

Таблица 2 – Технические характеристики MPC One.

Компонент (характеристика)	Параметр	Значение
Камера	Объем: Размеры: Материал:	13 л 235 х 300 мм Кварц
Генератор	Мощность: Частота:	200 Вт 40 кГц
Газ	Количество газов: Подача газа:	2 Автоматическая
Вакуумный насос	Быстрота действия: Тип насоса: Фильтр масла на выходе Возможность работы с кислородом, аргоном и другими стандартными технологическими газами	> 5 $м^3$/ч Пластинчато-роторный Наличие Наличие
Управление	Экран: Кол-во рецептов в памяти:	7,0”, сенсорный, цветной 50 шт.
Энергопотребление	Напряжение: Мощность:	220 В, 50 Гц 1000 Вт
Размеры	Габариты: Масса:	650 х 500 х 330 мм ~ 35 кг

Для оценки технологических возможностей установки MPC One был проведен ряд экспериментов по изучению:

- режимов горения НЧ плазмы установки [5];
- влияния физических и геометрических параметров НЧ установки плазменной обработки на угол смачиваемости стеклянной подложки;

– влияния ВЧ плазмы низкого давления на угол смачивания для материалов: стекло, нержавеющая сталь, полиимид [6].

Так, получены зависимости мощности тлеющего разряда от напряжения, давления рабочего газа и расстояния между электродами (рис. 2). В связи с тем, что одно значение мощности разряда наблюдается при ряде значений напряжения, давления и расстояния между электродами, проведены эксперименты по определению зависимости угла смачиваемости обработанной стеклянной подложки при варьировании расстояния между электродами, времени обработки и такими значениями давления с напряжением, при которых наблюдалось одно значение мощности разряда (рис. 3)

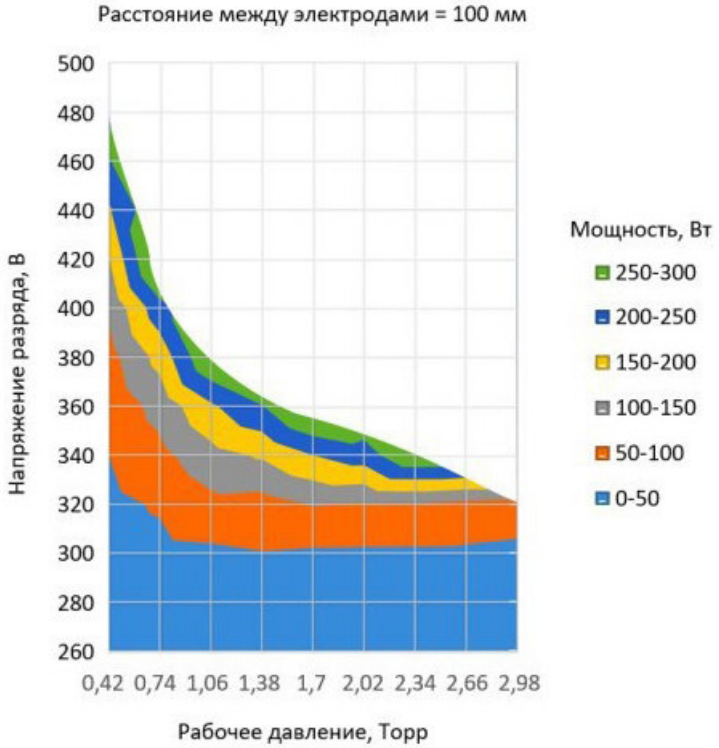


Рис. 2. Зависимость мощности тлеющего разряда от напряжения и давления.

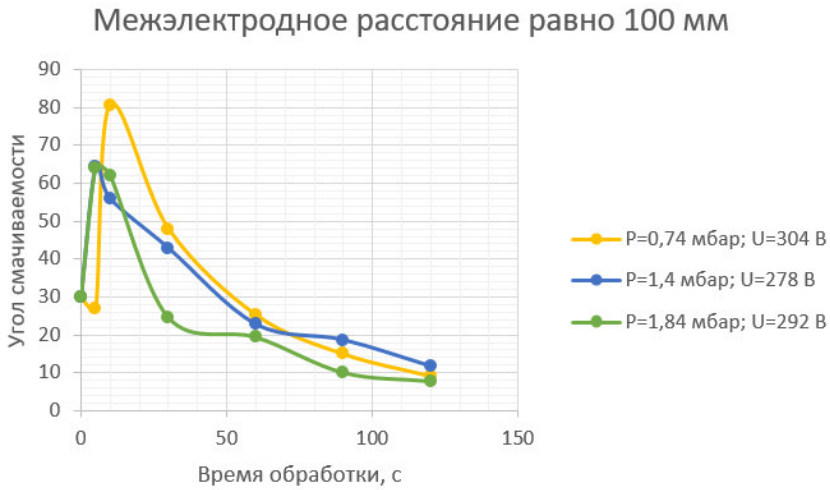


Рис. 3. Зависимость угла смачиваемости от времени обработки и давления инертного газа при постоянной мощности разряда.

Эксперименты свидетельствуют об уменьшении угла смачиваемости за меньшее время при увеличении рабочего давления в камере до 1,84 мбар, и среднем значении межэлектродного расстояния, которое составило 80 мм. Угол смачиваемости уменьшается от 30 град. до постоянного значения 10 град. за 60 сек.

Заключение

Разработанная установка плазменной обработки низкого давления MPCOne по сравнению с зарубежными аналогами имеет в базовой комплектации систему автоматического управления, с цветным сенсорным экраном 7” и автоматическую систему подачи рабочих газов. При этом по предварительной оценке стоимость установки оказывается меньше зарубежных аналогов в минимальной комплектации в среднем на 30%, а по сравнению с установками аналогичной комплектации – на 50%.

Проведенные эксперименты по отработке технологических возможностей установки демонстрируют возможности качественного решения задач, характерных для установок подобного класса.

В будущем планируется расширение линейки версией с ВЧ генератором, а также создание руководства по технологии обработки различных материалов при различных режимах.

Литература

1 Anne Širvaitienė, Paulė Bekampienė, Virginija Jankauskaitė, Igoris Prosyčevas, Gėlė Minkuvienė, Aušra Abraitienė, Danutė Marijona Tumėnienė, Laimutė Stygien. The Effect of Low-Pressure Plasma Treatment Parameters on the Tensile Properties of Vegetable Fiber Reinforced PLA Composites // WULFENIA Journal, Klagenfurt, Austria – Vol 22, No. 5. May 2015. – ISSN:1561-882X.

2 А.Г. Лучкин, Г.С. Лучкин. Очистка поверхности подложек для нанесения покрытий вакуумно-плазменными методами // Вестник казанского технологического университета. – 2012. – С. 208-210.

3 Л.А. Черезова. Ионно-лучевые методы в оптической технологии: учебное пособие. – СПб: СПбГУ ИТМО, 2007. – 151 с.

4 Johan Palmers. Surface modification using low-pressure plasmatechnology // Medical Device&Diagnostic Industry Magazine MDDI. – January 2000 SPECIAL SECTION // URL: www.mddionline.com/surface-modification-using-low-pressure-plasma-technology / (датаобращения 02.08.2018).

5 А.Д. Павленко, А.А. Рогожин, Д.Д. Васильев. Изучение технологических возможностей установки низкочастотной обработки изделий в плазме низкого давления MPC. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 3-6 апреля, 2018, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2018. – № гос. регистрации 0321800963. – URL: studvesna.ru?go=articles&id=2376 (дата обращения: 31.07.2018).

6 Е.И. Малеванная, Ю.С. Макарова, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев. Оценка влияния ВЧ плазмы низкого давления на активацию поверхности различных материалов на установке MPCONE // Сборник научных трудов XXI Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России», XXVIII Международного симпозиума «Тонкие пленки в электронике» и VIII Международной научно-технической конференции «Наноинженерия» / Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана. – Москва : МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2016. – С. 237-240.

Влияние технологического развития на повышение адгезионной прочности металлических тонкопленочных покрытий на керамические подложки оксида алюминия

Л.Л. Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зау Пхо Аунг, Мьо Мин Латт
Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана,
105005, Москва, 2-я Бауманская улица, д. 5, стр. 1
e-mail: kolesnik@bmstu.ru

В этой работе рассмотрено сравнение адгезионной прочности с Ti слоем и без этого слоя между проводящей покрытием и подложкой. Сравнение покрытий полученных с помощью магнетрона постоянного тока и в импульсном режиме с различным давлением в вакуумной камере. При вставке подслоя титана адгезионная прочность в 10 раз больше, чем у однослойного медного покрытия. Наилучшее значение адгезионной прочности было получено с использованием магнетрона с постоянным током и давления в камере 8.8×10^{-2} мбар. *Была проведена серия экспериментов с различными положениями подложки и максимальным и минимальным расстоянием между подложкой и мишенью для предотвращения разрушения подложки при осаждении с горячей мишенью, чтобы ограничивать тепловой эффект на подложку.*

Influence of the technological development on the adhesion increment of metallic thin film coatings to ceramic substrates of aluminum oxide. L.L.Kolesnik, Myo Kyaw Hlaing, Zaw Phyo Aung. *Comparison of the adhesive strength with the Ti layer and without this layer between the conductive coating and the substrate is considered. Comparison of coatings is obtained with the help of direct current magnetron and in a pulsed mode with different pressures in a vacuum chamber. When inserting a sublayer of titanium, the adhesive strength is 10 times greater than that of a single-layer copper coating. The best value of adhesive strength was obtained using a magnetron with a constant current and the pressure in the chamber of 8.8 × 10^{-2} mbar. A series of experiments was performed with different substrate positions and the maximum and minimum distance between the substrate and the target to prevent the substrate from collapsing during deposition with the hot target in order to limit the thermal effect to the substrate.*

Введение

Силовые электронные модули, выпускаемые отечественной промышленностью, содержат в конструкции элементы соединений металл-керамика. Эти соединения требуются для адгезионной прочности, устойчивости к изменениям температуры. Типовые области применения: системы навигации летательных аппаратов, элементы коммутации силовых схем и другие. Типовой модуль силовых устройств, показанный на рис. 1, состоит из коммутационной платы, на которой сформированы токопроводящие дорожки, установлены электронные компоненты и радиаторы охлаждения. Типовая коммутационная плата из нитрида алюминия с проводящими дорожками показана на рис. 2.



Рис. 1. Типовой модуль силовой электроники.

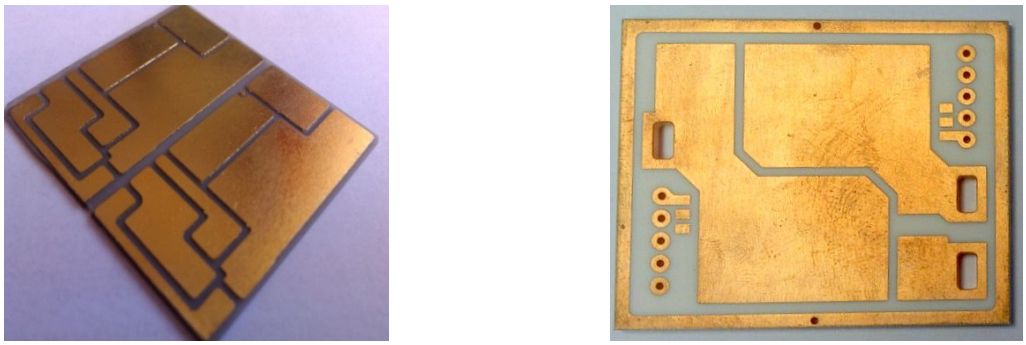


Рис. 2.Типовая коммутационная плата. Материал: керамика, размеры 48х60 мм, металлизация - медь.

По литературному анализу требуются необходимые параметры для силовых модулей, основными важными являются рабочая температура и адгезия пленок к подложке. В процессе эксплуатации силовых модулей, они подвергаются тепловым и механическим нагрузкам, в том числе вибрации. Это приводит к разрушению компонентов от перегрева и механическим повреждениям. Часто повреждения происходят в структуре подложка-проводящее покрытие. Поэтому нам нужно выбрать материал подложки для удаления тепла и предотвращения повреждения, описанного выше.

На данный момент эти соединения выполняются на основе толстопленочных технологий, особенно используют технологию прямого соединения меди DBC и другие различные атмосферные методы. Эти модули применяются в областях техники, связанных с необходимостью передачи сильноточных сигналов. Технология тонких пленок обеспечивает, как правило, отсутствие дефектов толстопленочных технологий, а по другому показателю превосходит их. Переход к тонкопленочным технологиям для создания основы паяльных элементов вакуумных устройств и силовых модулей позволит снизить процент брака и повысить качество этих соединений.

В настоящее время различные типы керамики используются в качестве материалов подложки для изготовления коммутационной платы силовых модулей. В следующей таблице показаны свойства основных материалов для выбора подложки. Важными характеристиками являются механическая прочность, теплопроводность и коэффициент термического расширения. Коэффициент термического расширения должен быть близок к показателю покрытия, чтобы избежать разрушения структуры металл-керамика при изменении температуры.Подложки из нитрида алюминия являются наиболее перспективным кандидатом для улучшения рассеивания тепла в электронной технике. Подложки из AlN обладают несколькими отличными характеристиками, такими как высокая теплопроводность в 10 раз выше чем оксид алюминия (Al2O3), коэффициент теплового расширения близкий к коэффициенту теплового расширения кремний, высокое электроизоляционное свойство, низкая диэлектрическая постоянная и потерь, хорошие механические свойства и нетоксичность,

экологически чистая и относительно недорогая (ее удельная стоймость в 5-7 раз ниже удельной стоимости керамики из оксида бериллия. Целью данной работы явяется температурная зависимость от положения подложки в камере и угла распыления с магнетронным распылением. Повышение адгезионной прочности керамических подложек для производства силовых электронных устройств и электро вакуумных устройств.

Экспериментальные условия

Была проведена серия экспериментов по исследованию нанесения покрытий в лабораторной установке. В этой работе используются подложки из оксида алюминия. Мы выбрали материал Ti для адгезионного слоя из многих популярных материалов, например Cr, Ta и др. Адгезионный слой наносили методом магнетронного распыления постоянного тока и в импульсном режиме с различными частотами и коэффициентами заполнения. Медный слой формировааn термическим испарением, для каждого эксперимента определено режим мощности 0,20 кВ. При этих режимах была проведена серия экспериментов для получения двухслойных покрытий пленок Cu / Ti / Al2O3 двумя способами в едином вакуумном цикле. Перед нанесением покрытий были очищены поверхность подложки в ультразвуковой ванне около 10 мин, а температура составила 25-27 градусов Цельсия. При ультразвуковой очистке крупные жировые загрязнения удаляются вследствие интенсивного локального перемешивания под действием, создаваемых в растворителе ударных волн. Недостатком химической подготовки поверхности является также и то, что эта обработка в принципе не обеспечивает удаление физически адсорбированной влаги, тем более хемосорбированной. Двухслоинное покрытие на керамической подложке нанесено в следующием условий.

Подача газа (аргон)	30 sccm
Напряжение	650 В
Время нанесения	5 мин
Расстоение между подложкой и мишенью	75 мм
Мощность	380 Вт

Результаты и обсуждение

Первая серия экспериментов была однослойное проводящее покрытие токих пленок на подложке из оксида алюминия, а затем двухслоинное покрытие было нанесено на тех же подложках для сравнения адгезионной прочности этих двух пленок. Следующий график– сопоставляет результаты выбранного режима.

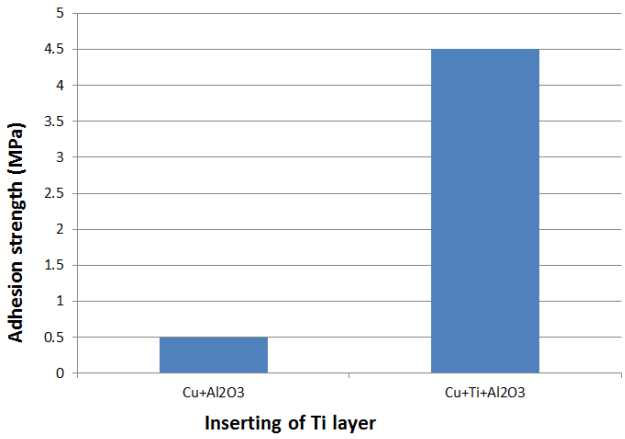


Рис. 3. Адгезионная прочность с Ti слоем и без Ti слоя.

Адгезионная прочность с Ti была в 10 раз больше, чем у однослойного медного покрытия. Было показано, что Ti внедряется в качестве адгезионного слоя, который используется для пайки компонентов (медь, олово-золото и т. Д.).

Для определения влияния режимов применения клеевого подслоя, исследования проводились при различных условиях источника питания и давления во время нанесения. Для под слоя слоя Ti с магнетоном постоянного тока 650 В и в импульсном режиме.

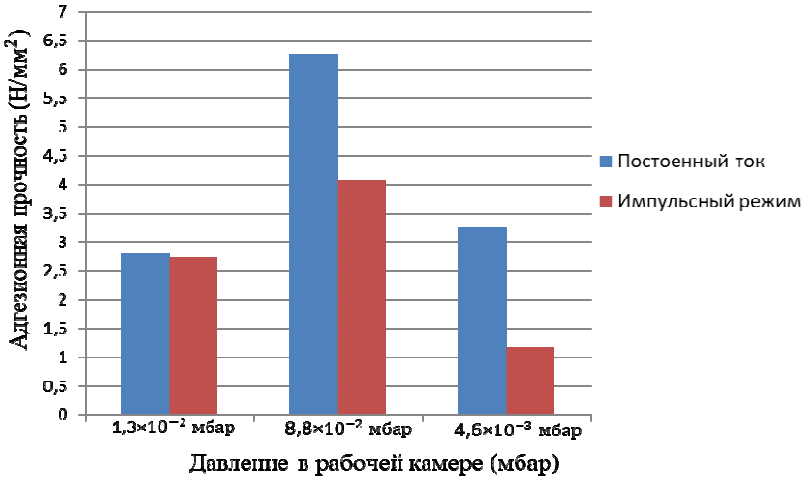


Рис. 4. Сравнение адгезионной прочности при постоянном токе магнетрона и импульсном режиме при различнных давлениях в рабочей камере.

Наилучшее значение адгезионной прочности было получено с использованием магнетрона с постоянным током и давления в камере 8.8×10^{-2} мбар.

Была проведена серия экспериментов по исследованию нанесения покрытий в температурном режиме Были определены разные частоты и коэффициент заполнения в импульсном режиме магнетронной распылительной системы f -30 кГц D-50%, f -30 кГц D -70%, f -90kHz D-70% и f-70kHz D-55%. Магнетрон работал в следующем режиме: мощность - 380 Вт, рабочий газ - аргон 30 sccm, мишень - титан. Расстояние от мишени до подложки составляет 75 мм. Температура подложки была измерена с помощью термопара по каждым 20 секундам. При частоте 20 кГц и Коэффициенте заполнений 80% получена самая высокая температура подложки. Определено,что подложка нагревается до температуры 220 С и выше, причем на начальной стадии скорость нагрева достигает до 40 С/мин, что показано на рис. 5.

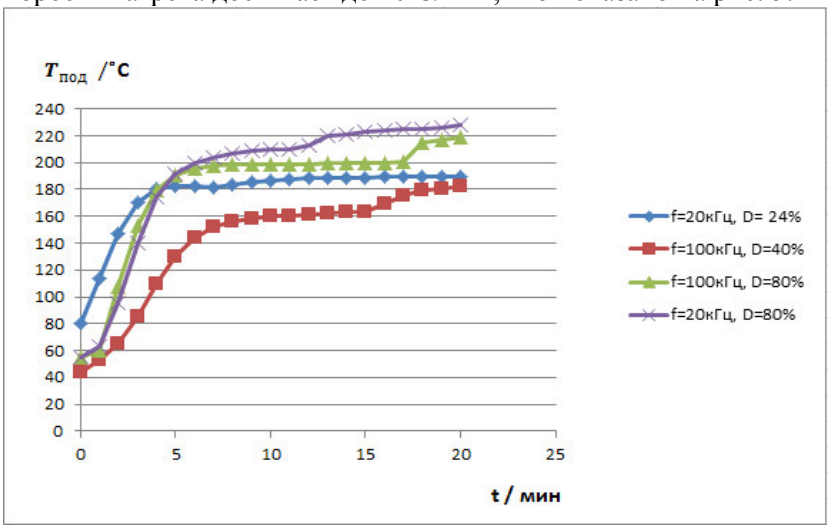


Рис. 5. Температура подложки, на начальная стадии скорость нагрева достигает до 40 С / мин.

В процессе отработки режимов наблюдались случаи разрушения образцов. Поскольку нанесение идет с горячей мишени, нагретой – 1000 было высказано предположение, что разрушение происходит из-за теплового воздействия. Было выявлено, что благодаря диффузному рассеянию материала из-за высокой давлении в зоне нанесения происходит запыления обратной стороны подложки. Высокая скорость нагрева на начальной стадии приводит к разрушению пленок. Это показано на рис. 6 и 7.

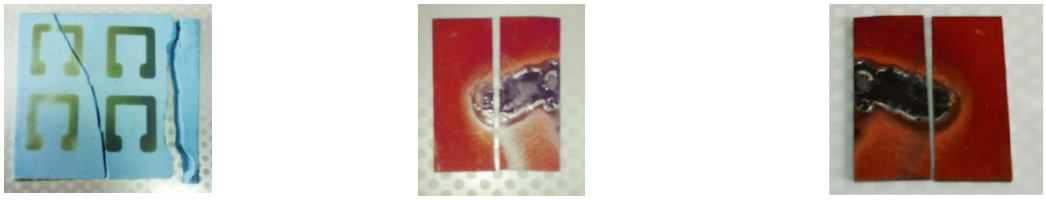


Рис. 6. Внешнийвид образцов, подвергавшихся перегреву и разрушенных в процессе нанесения покрытия.

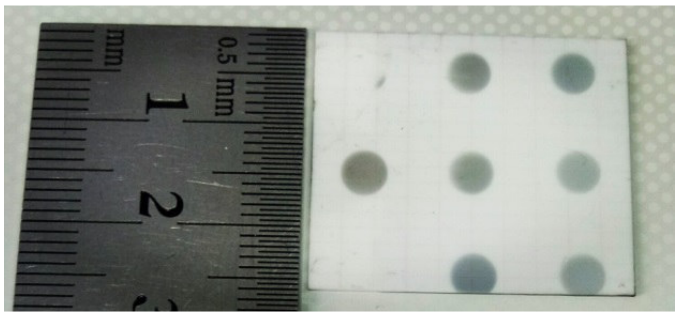


Рис. 7. Запыление задней стороны подложки во время нанесения покрытия.

Известно, что в лучистом теплообмене величина потока, подающего на поверхность зависит от углового коэффициента (А) он зависит от кос угла к нормали поверхности.

$$v_c = \frac{v_e * S_s * \cos\varphi * \cos\theta * \alpha}{\pi * r^2}$$

$$L = \frac{0{,}63}{p} = \frac{0{,}63}{1} \approx 0{,}63\text{см, } 1/10$$

Расчеты подтвердили, что при используемых режимах длина свободного пробега наносимого материала в 10 раз меньше рассотояния источника-подложка. Этим объясняется запыление обратной стороны подложки. Следовательно, должно быть такое положение подложки, при котором температурное воздействие минимально, а скорость формирования покрытия достаточна.

Температура подложки измерена для разных положений подложкодержателя. Максимальное расстояние от мишени до подложки составляло 110 мм, а минимальное расстояние между ними составляло 75 мм.

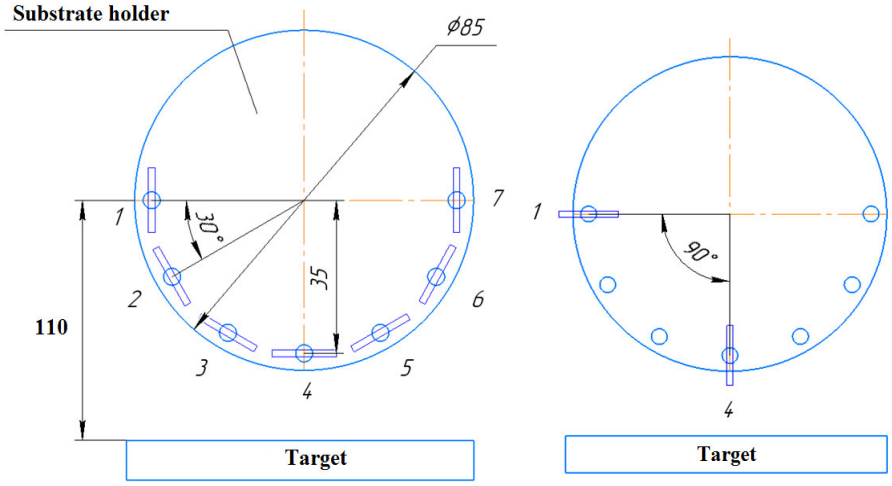


Рис. 8. Расположение подложки с разными углами и расстояние от мишени до подложки.

При этих значениях были проведен полный факторный эксперимент на позиции 1 и 4. Проведено 2 эксперимента, в каждом по 3 параллельных наблюдения для каждой комбинации факторов с целью повышения точности эксперимента.

При проведении эксперимента варьируется расстояние между подложкой и мишенью, для каждого значения расстояния варьируется угол распыления, Выходным параметром является температура подложки.

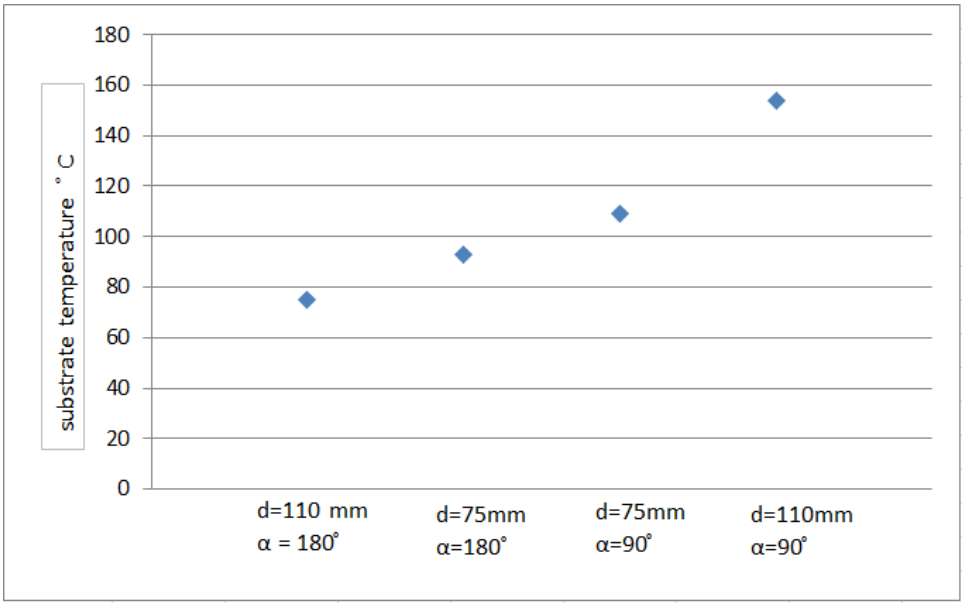


Рис. 9. Зависимость температуры подложки от угла и ее расположения до нормального Температура подложки (d = 110 мм, α = 180˚составляет 75 градусов Цельсия), (d = 75 мм, α = 180˚составляет 93 градуса Цельсия), (d = 75 мм, α = 90˚составляет 109 градусов Цельсия) и (d = 110 мм, α = 90˚составляет 153 градуса Цельсия).

Была построена математическую модель, связывающая параметры теплового потока, которая позволит определять оптимальное положение подложки для достижения требуемой скорости роста пленки при минимальном тепловом воздействии.

Литература

1. Колесник Л.Л., Жулева Т.С., Предтеченский П.О., Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг Отработка технологии металлизации алюмооксидной керамики для элементов электровакуумных приборов и устройств силовой электроники // Вакуумная техника и технологии – 2017: Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. / под. Ред. д-ра техн. наук А.А. Лисенкова. – Спб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. с. 208-210.
2. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by P.M. Martin. - 3rd ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. ISBN 978-0-8155-2031-3
3. А. Г. Лучкин, Г. С. Лучкин, ОЧИСТКА ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖЕК ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ.
4. Kolesnik L.L, Dejev B.A., Seleznev A.B. Analysis of the possibility of using the steam-jet deposition method for the metallization of substrates // Vacuum science and technology: Materials of the 20th scientific and technical conference with the participation of foreign specialists, 2013 . 165-167 p.
5. US. Patent 5571332 – Electron Jet Vapor Deposition System, 1996.
6. Danilin B.S., Syrchin V.K.Magnetronnyyeraspylitel'nyyesistemy; Radio isvyaz'. 1982. 72 p.
7. Marakhtanov M.K. Magnetronnyyesistemyionnogoraspyleniya (Osnovyteoriiirascheta). M. : BMSTU. 1990. 76 p.

Системы питания ВЧ-напряжением для вакуумно-технологического оборудования

В.С.Мачикин
ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ»
г.Москва, Садовническая ул., д.72, стр.1, оф.6
ivep@mail.ru

Предприятие ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ» разработало и освоило выпуск с 2017 года двух систем питания ВЧ-напряжением.

Первая система, работающая на фиксированной частоте 13,56 МГц, состоит из ВЧ-генератора с активной выходной мощностью 600 Вт или 1000 Вт, автоматического согласующего устройства и соединительных кабелей. Варианты исполнения согласующего устройства позволяют работать системе на емкостной ВЧ-разряд, на ВЧ-магнетрон распыления и на индукционный ВЧ-разряд.

Вторая система, работающая в диапазоне частот 0,8 ÷ 2 МГц с автоподстройкой частоты на резонанс в нагрузочном ВЧ-индукторе, состоит из AC/DC-блока питания и управления, ВЧ-инвертора с активной выходной мощностью до 3 кВт и соединительных кабелей. Система ориентирована на питание ГРК ВЧ-источников ионов с индукционным разрядом.

Power supply systems for high-voltage equipment for vacuum processing equipment V.S.Machikin. LLC «PLASMA-TECH». *The company PLAZMA-TECH LLC has developed and mastered the production of two high-voltage power supply systems since 2017.*

The first system, operating at a fixed frequency of 13.56 MHz, consists of an RF generator with an active output power of 600 W or 1000 W, an automatic matching device and connecting cables. The variants of the matching device allow the system to operate on a capacitive HF discharge, on an RF magnetron sputtering and on an induction HF discharge.

The second system, operating in the frequency range of 0.8 ÷ 2 MHz with auto-tuning of frequency to resonance in a load RF inductor, consists of an AC / DC power supply and control unit, an RF inverter with an active output power of up to 3 kW and connecting cables. The system is oriented to the supply of GRC HF sources of ions with an inductive discharge.

В 2017 году ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ» разработало и начало производство типо-ряда систем питания ВЧ-напряжением (током) с фиксированной частотой 13,56 МГц и также с плавающей частотой в диапазоне от 0,8 МГц до 2 МГц и с автогенераторной подстройкой частоты на резонанс в нагрузочном индукторе.

Разработанный типо-ряд систем питания с частотой 13,56 МГц ориентирован на широкий спектр нагрузок – устройств плазмо-химической обработки, ВЧ-магнетронного распыления, ВЧ- источников ионов, устройств очистки и модификации поверхности в ВЧ-плазме. Эти системы питания построены по классической структурной схеме: ВЧ-генератор содержащий AC/DC – конвертор, питаемый от промышленной однофазной сети для систем с выходной ВЧ-мощностью 600 Вт и 1 кВт и трехфазной – для ВЧ-мощности 2 кВт и выше. Далее питаемый от него ВЧ-инвертор с фиксированной частотой преобразования 13,56 МГц, выходной напряжение, с которого пройдя через узел измерителя ВЧ-сигнала, поступает через соединительный кабель с волновым сопротивлением 50 Ом на автоматическое согласующее устройство (АСУ), а затем с его выхода - в нагрузку. Находящийся в ВЧ-генераторе модуль управления и сопряжения сигналов обеспечивает регулирование и стабилизацию его выходных параметров и полное управление системой, как в ручном режиме, так и от внешнего управления по интерфейсу «RS-485».

Структурно-функциональная схема ВЧ-генератора приведена на рис.1.

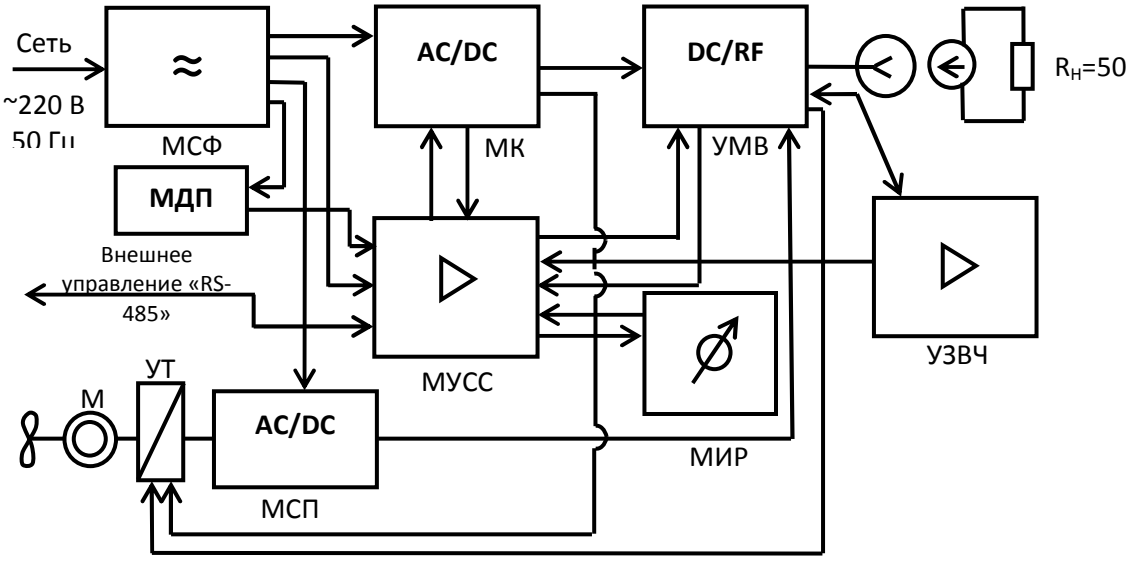


Рис.1

Однако, в этих системах питания имеются привнесенные схемотехнические и конструктивные особенности, свойственные разработкам ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ».

Первая. Традиционно AC/DC-конвертор имеет встроенный корректор коэффициента потребляемой по питающей сетимощности, что обеспечивает практически синусоидальный потребляемый ток.

Вторая. ВЧ-генератор обеспечивает регулирование и стабилизацию с погрешностью 2% следующих двух выходных параметров: активной средней эффективной ВЧ-мощности и амплитудного ВЧ-напряжения, а также внутреннего питающего ВЧ-инвертор DC-напряжения. Стабилизация именно активной ВЧ-мощности позволяет даже при нарушении со стороны АСУ оптимального согласования и колебаниях величины отраженной волны и сопротивления

нагрузки поддерживать постоянство выделяемой заданной ВЧ-мощности в нагрузке. Такого режима нет даже в импортных ВЧ-генераторах. Кроме того, значительно расширен диапазон величины отраженной волны по выходе ВЧ-генератора, что дает возможность работы при малых уровнях активной выходной ВЧ-мощности, практически не добиваясь оптимального согласования с нагрузкой или же поддерживать более широкий диапазон изменения импеданса нагрузки при работе системы. Возможность стабилизации и регулирования питающего ВЧ-инвертор DC-напряжения позволяет быстро производить начальное согласование ВЧ-генератора с нагрузкой, особенно когда ее импеданс изменяется в широком диапазоне.

Третья. ВЧ-инвертор работает в режиме «класса D» или «класса E». Это позволило поднять КПД преобразования питаемой DC-мощности в активную ВЧ-мощность на уровень от 0,73 до 0,85 и применять в системах с выходной мощностью до 1 кВт только принудительное воздушное охлаждение, а также конструктивно разместить ВЧ-генератор в крейте ½ 19″, т.е. в «половинчатом».

Четвертая. ВЧ-генератор имеет разностороннюю защиту его силовых транзисторов – по теплу, напряжению, току, виду режима преобразования, что обеспечивает его безаварийную работу при полном «рассогласовании» нагрузки.

Пятая. Конструктивное исполнение АСУ в компактном литом алюминиевом корпусе позволяет оперативно переконфигурировать его под разные виды нагрузок – емкостную, индуктивную либо смешанную.

Кроме того, АСУ имеет встроенный КСВ-метр и микроконтроллер, а также внешний пульт ручного управления, позволяющий системе питания работать как в автоматическом, так и в ручном режиме, и оперативно переходить при работе из одного режима в другой.

На рисунках2 и 3представлена работающаяна разных стендовых нагрузках система питания с активной выходной ВЧ-мощностью 600 Вт, состоящаяиз ВЧ-генератора «ИВЭ-070RFS», согласующего устройства «АСУ-171RF», соединительного кабеля и пульта ручного управления «ПРУ-АСУ».

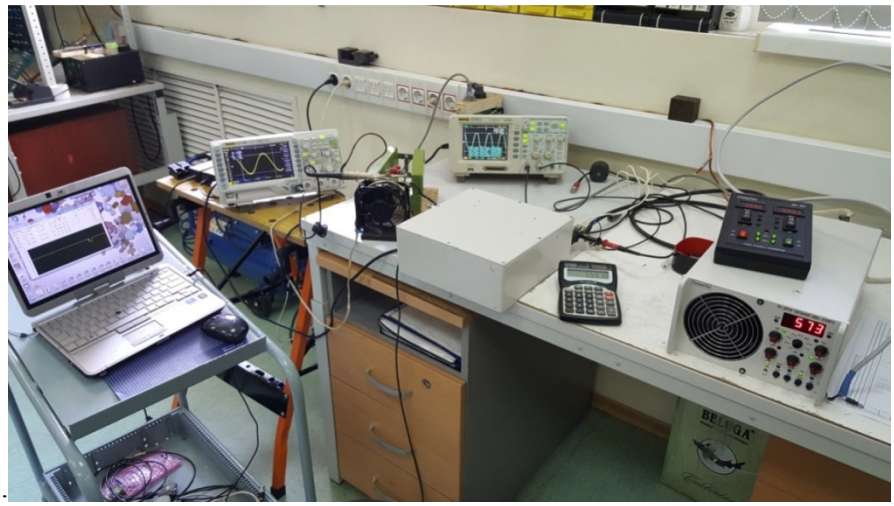


Рис.2 ($C_н$=60 пФ, $R_н$=1,2 кОм)

АСУ для больших выходных реактивных мощностей может иметь исполнение с принудительным жидкостным охлаждением.

В настоящее время проводится разработка АСУ на переменных ВЧ-конденсаторах с твердым диэлектриком производства ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ», что позволит отказаться от дорогостоящих вакуумных конденсаторов и соответственно уменьшить его стоимость с сохранением габаритов при увеличении выходной реактивной мощности.

Описанная система питания мощностью 600 Вт, испытана на емкостной ВЧ-разряд с целью обработки в ВЧ-плазме разных изделий в Казанском политехническом институте и предприятии ПИ-ВИ-ЭС (рис.4). Такая же система испытана в ОАО «КОМПОЗИТ» (рис.5) на

кольцевой ВЧ-магнетрон распыления (рис.6), разработанный и изготовленный такжев ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ». Подобная система испытана в предприятии ООО «АВАНТ СПЭЙС СИСТЕМС» на высокочастотный ионный источник с индукционном ВЧ-разрядом.



Рис.3 ($L_н$=0,8 мкГн)



Рис.4



Рис.5

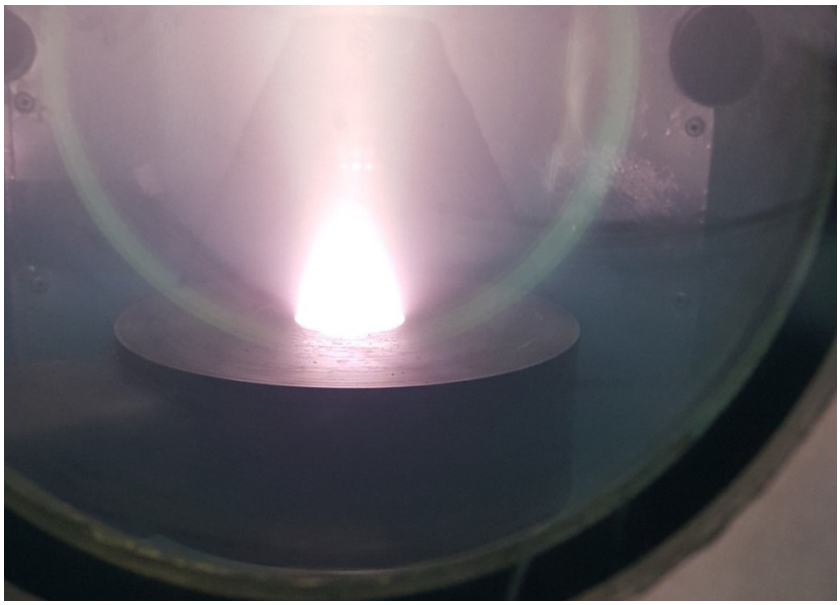


Рис.6

В 2018 году планируется освоить выпуск систем ВЧ-питания с выходной активной мощностью от 2 до 4 кВт.

Разработаны и производятся системы питания ВЧ-напряжением индукторов газоразрядных камер источников ионов с диаметром выходных электродов от 150 мм до 550 мм или индукторов технологических камер ВТО аналогичного типоразмера.

Отличительной особенностью этих систем питания является структура их построения, содержащая блок AC/DC-конвертора, питаемый от промышленной трехфазной сети и подключенный к его выходу через соединительные кабели ВЧ-инвертор непосредственно соединенный без какого-либо согласующего устройства к нагрузочному индуктору только через узел измерения ВЧ-сигнала. В блоке AC/DC-конвертора имеется модули управления и сопряжения сигналов, обеспечивающие стабилизацию и регулирование питающего ВЧ-инвертор DC-напряжения, выходной активной средней эффективной ВЧ-мощности и амплитуды ВЧ-напряжения на индукторе с погрешностью 2%. Структурно-функциональная схема приведена на рис.7.

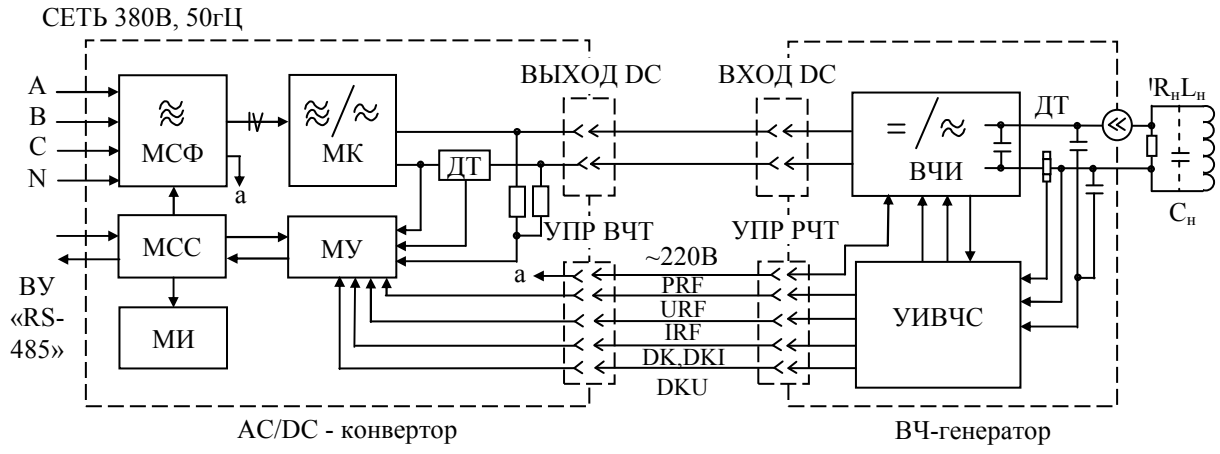


Рис.7

Кроме этого, ВЧ-инвертор, работающий в режиме «класса Е», имеет автогенераторную подстройку частоты на резонанс выходного нагрузочного контура, образованного индуктором и внутренней выходной емкостью ВЧ-инвертора. Естественно при этом нагрузочный индуктор, служащий для возбуждения и поддержания индукционного или индукционно-емкостного разряда в ГРК, является неотъемлемой частью ВЧ-инвертора. Эта особенность накладывает ряд требований при производстве (изготовлении) системы на требуемую частоту, так как при этом необходимо учитывать точные параметры нагрузочного индуктора. С другой стороны, это обеспечивает минимальные массо-габаритные показатели и наивысший КПД преобразования питающей DC-мощности в активную ВЧ-мощность, который при ее уровне в 3 кВт достигает 94÷96%. При этой мощности хватает принудительного воздушного охлаждения ВЧ-инвертора. Вес ВЧ-инвертора всего 3,5 кг, а габариты 135х135х360 мм. На рис.8 приведена фотография ВЧ-генератора на стенде с эквивалентом нагрузки.

Разработанные системы могут быть настроены на рабочую частоту в диапазоне от 0,8 МГц до 2 МГц, однако при необходимости предприятие может изготовить подобные системы на другой, требуемый диапазон частот.

Работа узла АПЧ заключается в том, что к началу следующего периода колебания ВЧ-напряжения в нагрузочном контуре включение и выключение силовых транзисторов ВЧ-инвертора производится так, чтобы обеспечить резонанс в контуре и соблюсти при этом режим работы «класса Е».



Рис.8. ($L_н$=8 мкГн, $R_н$=430 Ом).

Приведенные расчеты и испытания таких систем, к примеру, на частоте 1 мГц, показали, что при изменении активной ВЧ-мощности в нагрузочном индукторе от нуля до максимума показали незначительное, менее 3%, изменение рабочей частоты.

Резонанстный режим работы ВЧ-инвертора с высокой добротностью нагрузочного контура обеспечивают довольно высокие реактивные ВЧ-мощности в нем. К примеру, на реально изготовленных системах она достигала 150 кВА, что обеспечивает стабильный и устойчивый индукционный ВЧ-разряд.

Аналогично, как и в системах питания ВЧ-напряжением с фиксированной частотой,AC/DC-конвертор имеет встроенный корректор коэффициента потребляемой по питающей сети мощности. А имеющаяся стабилизация поактивной выходной ВЧ-мощности обеспечивает ее постоянство при изменении импеданса нагрузки, питающего сетевого напряжения, температуры. Работа узла АПЧ естественно исключает несогласованный режим работы, и фактические понятие «отраженной волны» здесь отсутствует. Также система имеет защиту ВЧ-инвертора по перегреву, перенапряжению, превышению коммутационных токов и

специально разработаннуюзащиту выхода из режима «класса Е». На рис.9 приведены осциллограммы напряжения и токов в нагрузочном индукторе и силовых транзисторах.



Рис.9

Система питания была разработана и испытана для питания ВЧИИ двух типоразмеров с индукторами 5 мкГн и 36 мкГн.Предприятие при необходимости может разработать и изготовить системы питания ВЧ-напряжением с плавающей частотой под разные конфигурации нагрузочного индуктора и на уровень выходной активной эффективной ВЧ-мощности от 100 Вт до 6 кВт.

На рис.10 показан внешний вид системы на 3 кВт с эквивалентом большого индуктора высокочастотного источника ионов.



Рис.10. ($L_н$=36мкГн).

Модульная вакуумно-термическая установка

О.В. Огнев, С.П. Бычков
Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., д.5, стр.1
E-mail: ognevoleg22@gmail.com; bychkov@bmstu.ru*

Описаны конструктивные особенности модульной вакуумно-термической установки, созданной в рамках сотрудничества кафедры МТ-11 МГТУ им. Н.Э. Баумана и НПО «Спецэлектромеханика» (г. Брянск). Рассмотрены процессы формирования структур и покрытий, которые могут быть получены в установках такого типа при разных рабочих температурах с использованием различных смесей исходных газов.

Modular vacuum thermal equipment. O.V. Ognev, S.P. Bychkov. *The article describes the design features of the modular vacuum thermal equipment, created in the cooperation of the MT-11 Department of Bauman Moscow State Technical University and the company "Spetselektromekhanika" (Bryansk). The processes of formation of structures and coatings that can be obtained in this type of equipment at different operating temperatures using different mixtures of initial gases are considered.*

.

В рамках сотрудничества кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана и НПО «Спецэлектромеханика» (г. Брянск) была спроектирована и изготовлена малогабаритная модульная вакуумно-термическая установка (МВТУ) с микропроцессорной САУ [1], которая состоит из вакуумного поста, рабочего стола с рабочей камерой и стойки управления. Вакуумный пост размещается на каркасе с регулируемыми опорами. Рабочий стол вакуумного поста каркасного типа из стандартных стальных профилей. Рабочая камера вакуумного поста разработана на основе унифицированных элементов по стандартам CF или ISO с линейкой размеров 100, 160, 200, 250 мм в соответствии со значениями условно-проходных диаметров.

Технические особенности конструкции определяются модульным принципом ее формирования.

Установка включает в себя шесть основных функциональных контуров:

1. Герметичная рабочая камера с несколькими стыковочными рабочими фланцами, обеспечивающими возможности создания смотрового окна, подачи в объем питающего напряжения (например, для нагревателей), стыковки вводов движения посредством использования соответствующих фланцев (соответственно, с окном, токовводами или вводами движения в вакуум) и т.п.

2. Вакуумная система, включающая в себя форвакуумный насос, трубопровод, систему клапанов и ловушек и средств измерения вакуума. Опционально может быть поставлена двухступенчатая высоковакуумная система откачки под требования заказчика.

3. Система напуска газа, состоящая из баллона с газом, редуктора, трубопровода, системы клапанов, регулятора и/или датчика расхода газа.

Для утилизации отработанных газов при необходимости должна быть предусмотрена отдельная установка скруббера.

4. Привод для реализации (при необходимости) требуемого вращения или перемещения заготовки или иного заданного элемента конструкции.

5. Нагревательная система, включающая в себя нагревательный модуль с соответствующим стыковочным фланцем для присоединения к рабочей камере, систему водяного охлаждения (навесную или встроенную в рабочую камеру) и навесную систему теплоизоляции рабочей камеры, формируемую в виде комбинации футеровки и экранной теплоизоляциии.

6. Система датчиков для контроля и управления параметрами режимов: датчик для контроля давления в рабочей камере, датчик расхода газа, датчики положения или датчики скорости или другие датчики для контроля работы приводов, датчики контроля температуры в формируемых температурных зонах.

САУ установки строится на основе универсального программируемого модуля, обеспечивающего возможность его простой настройки под сформированную модульную конфигурацию установки посредством выбора из библиотеки соответствующего набора подпрограмм и представляет собой «продукт в коробочном исполнении», стыкуемый с разъемами на установке через коннекторы и включающий в себя необходимую элементную базу (контроллер, модуль ввода-вывода сигналов, требуемые преобразователи сигналов, экран оператора и др.) и программную прошивку контроллера. Экран оператора обеспечивает визуализацию реализуемых режимов (откачки, напуска газа, нагрева), индикацию сигналов с датчиков (давления, расхода, перемещения, скорости, температуры), цветовую индикацию различных этапов технологического процесса (выключено/включено, выход на режим, выдержка, подготовка к выключению, аварийные ситуации).

Технические характеристики установки:

Температура в различных зонах, °С……... до 250; 400; 800; 1200
Мощность нагревательной системы, кВт……. 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0
Предельное давление в рабочей камере, Па ……..0,1
Тип вакуума…….…безмасляный
Время откачки рабочей камеры до давления 1 Па, мин, не более……..…….5
Давление рабочего газа, Па …….. 10…100
Диаметр условного прохода рабочей камеры, мм ……. 100, 160, 200, 250
Питание установки – переменный ток, В/Гц …….. 220/50
Максимальная потребляемая мощность установки, кВт, не более ……. 10
Система охлаждения установки:
температура, ºС …….. 15…18
поток жидкости (при давлении не менее 2 атм), л/мин, не менее ……20
Общая масса установки, кг, не более ……1000
Габаритные размеры, мм, не более ……1200x800x1600

На рис. 1 представлена комплексная принципиальная схема установки. Установка имеет вакуумную систему, систему подачи газа, систему нагрева и охлаждения.

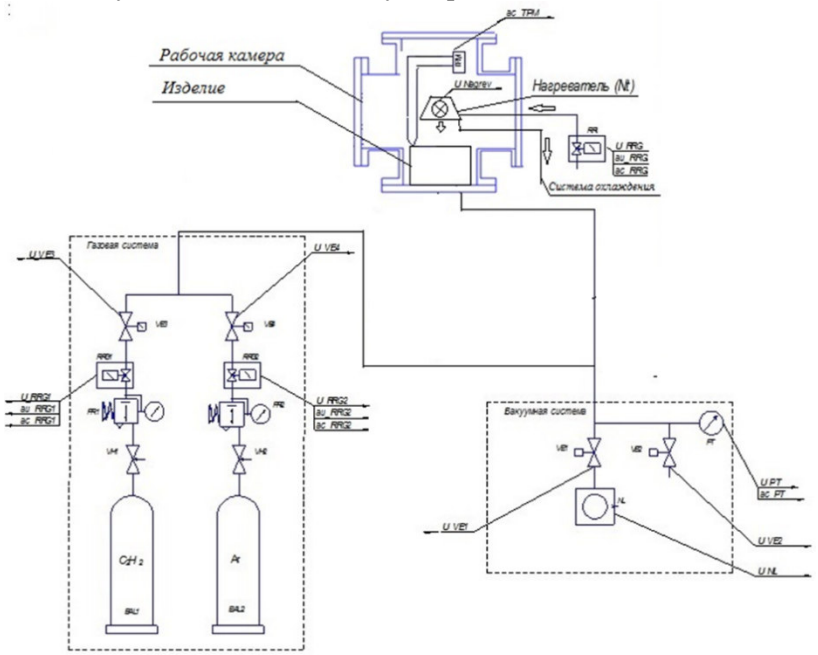


Рис. 1. Комплексная принципиальная схема МВТУ.

Конструкторская документация на установку была разработана в среде Autodesk Inventor 2017. Конструкция состоит как из стандартизованных изделий, так и из оригинальных деталей. 3D модель установки представлена на рис. 2.



Рис. 2. 3D модель установки.

Данная установка позволяет получать тонкопленочные покрытия методом химического осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition). ХОГФ (CVD) – группа процессов, которая обязательно включает гетерогенные химические реакции газообразных (или плазмообразных) веществ на поверхности твердого вещества с образованием однофазного или композитного твердого продукта, химический состав которого существенно отличается от исходного состава газопаровой среды вследствие ее разложения.

Для активации химических реакций в зоне образования целевого продукта к реакционной системе подводят энергию. В зависимости от способа подвода энергии к реакционной зоне реактора (или его отдельных элементов, в том числе к подложке) различают три типа ХОГФ: термоактивируемое химическое осаждение (CVD), плазмохимическое осаждение (PECVD), фотохимическое осаждение (PACVD).

На представленной установке реализуется метод получения тонких пленок методом термоактивируемого химического осаждения, который представляет собой модифицированный метод испарения-конденсации. реакции протекают при атмосферном (APCVD), пониженном (LPCVD) или сверхнизком (UHVCVD) давлении.

В качестве испарителя используют реактор, в котором разлагается исходное вещество, поступающее зачастую в потоке с несущим инертным газом. Полученный непрерывный поток кластеров попадает из реактора в рабочую камеру и конденсируется. Для успешного проведения процесса пиролиза обеспечивают в рабочей камере низкое давление (1–50 Па), используют малую концентрацию прекурсора в инертном газе, быстрое охлаждение газового потока при выходе из реактора в рабочую камеру.

Получение тонкопленочных покрытий осуществляется при различных температурных режимах:

1. Низкотемпературное (180-200°C) разложение тетракарбонилникеля для получения пленок никеля происходит в процессе протекания химической реакции

$$Ni(CO)_4(газ) \rightarrow Ni(тв) + 4CO(газ)$$

и представляет собой метод получения никеля высокой степени чистоты (до 99,99%). Таким способом блестящее зеркало никелевого покрытия может быть нанесено на предмет

любого профиля, как на металлический, так и на непроводник электрического тока (стекло, фарфор, керамику).

2. Осаждение пленок диоксида путем окисления силана смесью озон-кислород требует температуры 400–450°С в условиях атмосферного и субатмосферного (540 торр) давления реагентов

$$SiH_4(газ) + O_2(газ) \rightarrow SiO_2(тв) + 2H_2(газ)$$

Такие пленки используются как защитные поверх алюминиевой металлизации, в качестве межслойной изоляции между двумя уровнями металлизации, для пассивации поверхности готовых приборов. Недостатком метода является плохая воспроизводимость ступенчатого рельефа.

3. Пиролиз силана при 600-650°С для получения поликристаллических или аморфных пленок кремния проводится при пониженном давлении (LPCVD – метод) при нагревании в бескислородной среде:

$$SiH_4(газ) \rightarrow Si(тв) + 2H_2(газ)$$

При температуре 600-650°С и давлении от 25 до 150 Па скорость осаждения составляет 10-20 нм/мин, процесс проводят с подачей чистого силана или в растворе силана в 70-80% азоте.

4. Для получения диоксида кремния при разложении тетроэтоксисилана (ТЭОС)

$$Si(OC_2H_5)_4 \rightarrow SiO_2 + 4C_2H_4 + 2H_2O$$

требуется температура 650–750°С. Исходное вещество в установке испаряется из жидкого источника при пониженном давлении. Эти покрытия применяются при изоляции поликремниевых затворов или резисторов, обладают высокой однородностью, хорошими диэлектрическими свойствами, воспроизводимостью рельефа структур. При такой высокой температуре процесса невозможно его использование для структур с алюминиевой металлизацией. Побочные продукты разложения образуют сложную смесь летучих веществ и откачиваются в процессе осаждения.

5. При пониженном давлении и температуре 700–800°С осаждением из парогазовой смеси дихлорсилана с аммиаком может быть получен нитрид кремния

$$3SiCl_2H_2 + 4NH_3 \rightarrow Si_3N_4 + 6HCl + 6H_2$$

6. Нитрид кремния может быть получен осаждением за счет реакции силана с аммиаком при атмосферном давлении и температуре 700–900°С

$$3SiH_4 + 4NH_3 \rightarrow Si_3N_4 + 12H_2$$

Пленки нитрида кремния, полученные при химическом осаждении, представляют собой аморфный диэлектрик, содержащий около 8% водорода. Характеристики пленок сильно зависят от температуры осаждения и соотношения концентраций реагентов. В частности, понижение концентрации аммиака по отношению к силану или дихлорсилану приводит к увеличению концентрации кремния в пленках и ухудшает их диэлектрические характеристики.

7. При температуре 900°С проводится процесс получения пленок диоксида кремния при использовании дихлорсилана

$$SiCl_2H_2 + 2N_2O \rightarrow SiO_2 + 2N_2 + 2HCl$$

Данный процесс используется для формирования изоляции на поликремнии при отсутствии металлических элементов.

8/. Восстановление $SiCl_4$ на монокристаллической кремниевой подложке для получения эпитаксиальных пленок Si при температуре 1100-1200°С. Примерная схема протекания процесса представлена на рис. 3.

$$SiCl_4(газ) + 2H_2(газ) \rightarrow Si(тв) + 4HCl(газ)$$

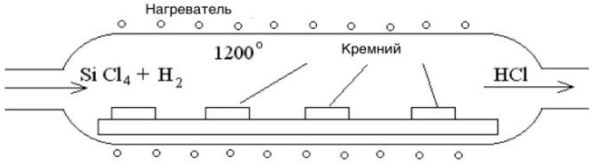


Рис. 3. Схема протекания процесса выращивания эпитаксиальных пленок кремния.

9. Термическое разложение углеводородов при температуре 1200-1300°C позволяет осуществлять формирование на подложке алмазоподобных углеродных структур.

К настоящему времени наиболее изучен процесс формирования алмазных структур при взаимодействии фрагментов типа CH_3 и атомов H[2]. При этом молярные соотношения компонент газовой смеси определяют не только скорость процесса осаждения, но и структуру получившейся углеродной пленки. П. Бахманн предложил так называемую диаграмму, позволяющую определить тип углеродного материала, из которого состоит пленка, при различных соотношениях элементов газовой смеси (рис. 4) [3].

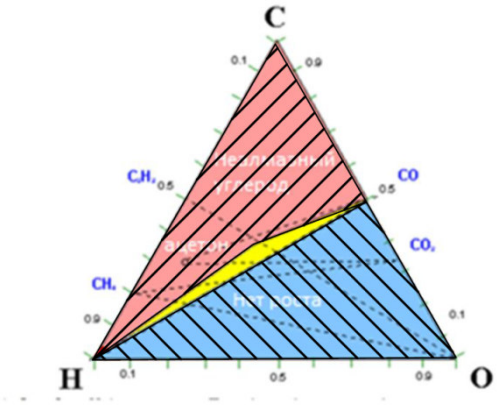


Рис. 4. C-O-H диаграмма. Голубая область – область отсутствия роста, розовая – область роста неалмазного углерода, желтая нештрихованная– область роста алмазного углерода.

Каждая точка треугольника соответствует определенным долям углерода, кислорода и водорода в газовой смеси, определяемым расстояниями до соответствующих вершин. Диаграмма делится на три области: зона роста неалмазного углерода, зона роста алмазоподобного угдерода и зона отсутствия роста. Изменяя концентрационные соотношения между компонентами газовой фазы, можно получать пленки, состоящие из различных форм углерода.

Таким образом, возможность модульного конфигурирования установки позволяет осуществлять изменение исследуемого процесса посредством подбора требуемого сочетания функциональных модулей и изменения алгоритма управления путем достаточно простой перенастройки САУ, что делает возможным проведение различных экспериментов в рамках как вышеуказанного перечня физико-химических превращений, так и других подобных процессов.

Литература

1. С.П.Бычков, Л.Л.Колесник, Ю.В.Панфилов, Ю.М. Сарапулов, М.С. Сиротский. Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика». В кн.: Вакуумтехэкспо-2018: материалы 13-ой международной выставки вакуумного оборудования. Москва, 2018.
2. Schwaederle L et al. Plasma Proces. Polymers 12 764 (2015).
3. Bachmann, P.K., ed. General aspects of CVD growth of diamond. Properties and Growth of Diamond, ed. D. Gordon. 1994: London, UK. p.349-353.

СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ

Особенности АСМ-исследований тонких пленок MoS_2, формируемых распылением катодной мишени в вакууме

А.И.Беликов, Чжо Зин Пьо, До Тхи Ньян
Москва, МГТУ имени Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
кафедра МТ-11 ("Электронные технологии в машиностроении")
E-mail: belikov@bmstu.ru

Представлены результаты АСМ-исследований тонких пленок дисульфида молибдена, полученных методом магнетронного распыления мишени в вакууме на подложках кремния, а также авторская методика оценки структурных особенностей и планарности пленок анизотропной структуры.

MoS_2 thin films deposited by target magnetron sputtering in vacuum process AFM- specific study. Belikov A.I., Kyaw Zin Phyo, Do Thi Nhan. *The AFM study results of MoS_2 thin films deposited by magnetron sputtering in vacuum process on the silicon substrates and structure analysis with new methods for thin films with anisotropic structure planarity estimation are presented.*

ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки дисульфида молибдена, являются перспективным двумерным полупроводниковым материалом, обладают уникальными механическими, трибологическими, электронными и оптическими свойствами [1], а также широким спектром различных применений [2] благодаря специфической слоистой кристаллической структуре. Кристаллическая структура дисульфида молибдена 2H-MoS_2 образована планарными слоями атомов молибдена, заключенными между двумя плоскостями атомов серы. Между атомными плоскостями молибдена и серы действуют сильные ковалентные связи, а между слоями серы взаимодействие определяется слабыми силами Ван-дер-ваальса.

Морфология тонких пленок MoS_2, формируемых методами осаждения из потоков распыляемого материала мишени в вакууме, определяется кинетикой роста, особенность механизма роста связана со специфическим кристаллическим и химическим строением материала, с энергией распыляемых частиц и режимами осаждения. Вследствие особенностей анизотропного строения, кристаллические блоки дисульфида молибдена могут разрастаться в различных направлениях, так, в работе [3] с использованием метода высокоразрешающей просвечивающей микроскопии показаны структурные особенности пленки вблизи поверхности подложки. Первые молекулярные слои пленки MoS_2располагаются послойно, параллельно поверхности подложки, имеют текстуру ориентации (001) при толщинах менее десяти нанометров, то есть, вблизи границы раздела. С увеличением толщины пленки направленность роста меняется, и структурные блоки покрытия стремятся к ориентации слоями перпендикулярно к поверхности подложки. Таким образом, рост пленки с увеличением толщины сопровождается характерными структурными превращениями и изменением морфологии и шероховатости.

В настоящее время исследование структурных особенностей и свойств многокомпонентных тонкопленочных покрытий различного функционального назначения является актуальной задачей. Исследование особенностей строения пленок MoS_2методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопией связано с использованием дорогостоящего оборудования и сложной процедурой подготовки образцов, является дорогостоящим и трудоемким процессом, при этом, для анализа выбирается локальная зона размером всего лишь в десятки нанометров. Сканирующая зондовая микроскопия, и, в частности, атомно-силовая микроскопия (АСМ) позволяют определить рельеф поверхности и

производить анализ структурных особенностей с высоким пространственным разрешением. Поэтому в представляемой работе была поставлена задача разработки методики исследования структурных особенностей тонких пленок MoS_2 на основе метода атомно-силовой микроскопии для отработки и оптимизации режимов нанесения пленок на основе дисульфида молибдена методом магнетронного распыления в вакууме.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Пространственное строение кристаллов MoS_2 определяется сильными связями между атомами молибдена и между атомами молибдена и серы, слабыми связями между атомами серы. Эти факторы определяют формирование слоистой анизотропной структуры. При поступлении на поверхность роста потока пленкообразующих частиц из компонентов покрытия, которыми могут являться отдельные атомы, молекулы, кластеры из состава распыленной мишени, наиболее вероятными местами их встраивания в формируемую структуру, являются плоскости атомов молибдена, что предполагает разрастание блоков (кристаллитов) структуры неравноосно, в форме пластинок. В зависимости от режимов нанесения покрытий на поверхности подложки могут формироваться структурные блоки, кристаллиты с различной угловой ориентацией атомных плоскостей слоев относительно поверхности. Такая структура характеризуется углом наклона φ, образует профиль поверхности с перепадом высот R_y, расстоянием между вершинамиS, расстоянием между вершинами и впадинами m (рис. 1). Таким образом, размеры структурных блоков и их угловая ориентация будут сказываться на параметрах профиля поверхности, с одной стороны, а с другой стороны, особенности таких структурных составляющих пленки MoS_2 в существенной степени сказываются на ее свойствах. Основываясь на предположении, что с уменьшением угла наклона φ расстояние S будет увеличиваться, а максимальный перепад высот – снижаться, можно оценить степень планарности покрытия как отношение расстояния между пиками к максимальному перепаду высот.

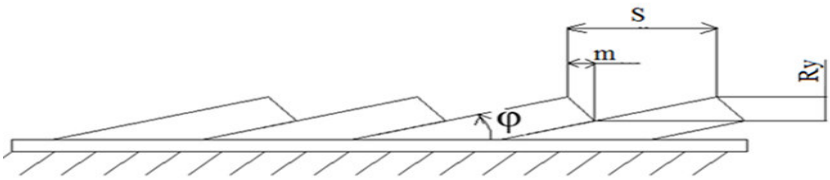


Рис. 1. Схема роста пленки MoS_2на поверхности подложки.

Оценка структурных особенностей тонких пленок MoS_2 осуществлялась по параметрам профиля поверхности, для подготовки сканов использовался ACM Solver NEXT производства компании NT-MDT. Предварительно осуществлялась отработка режимов сканирования образцов для получения сканов поверхности с максимально высоким качеством, в результате использовался контактный режим сканирования. Сканирование проводилось на характерном для всей поверхности пленки участке, не содержащем видимых дефектов, в области размером 30х30 мкм. Подготовленные АСМ-сканы поверхности подвергались обработке и анализу полученных изображений при помощи стандартных методик программы IA-P9 с определением таких параметров, как максимальный перепад высот, среднеарифметическая и среднеквадратическая шероховатости (таблица 1). В дополнение к стандартной статистической обработке трехмерных профилей поверхности были определены следующие параметры характерного для отсканированной области двумерного профиля (таблица 1):

1. Количество пиков, приходящихся на базовую длину профиля.
2. Среднее расстояние между пиками на изучаемом профиле поверхности.

С использованием полученных данных проводилась оценка планарности пленки, на основании отношения среднего расстояния между пиками S к максимальному перепаду высот R_y. Увеличение абсолютного значения этого параметра, на наш взгляд, должно свидетельствовать о более высокой степени планарности поверхности пленки (рис. 3).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе реализации работы были подготовлены образцы тонкопленочных покрытий дисульфида молибдена, которые формировались на вакуумной технологической установке методом магнетронного распыления с использованием сбалансированных магнетронных распылительных систем и распыляемых мишеней, полученных холодным прессованием из порошка ДМИ-7. Тонкие пленки MoS_2 наносились на полированные кремневые подложки в среде аргона в импульсном режиме: частота импульсов 50 кГц, скважность 40%. Для АСМ исследований были отобраны три образца, которые формировались при одинаковых технологических режимах (мощность разряда 30 Вт, потенциал смещения на подложке 22 В, температура нагрева подложки 523 К) с увеличением времени нанесения 30, 45, 110 мин. Характерные участки подготовленных образцов с тонкими пленками MoS_2 исследовались в контактном режиме на АСМ. Результаты измерений параметров шероховатости образцов для тонких пленок с различным временем нанесения приведены в таблице 1. Здесь же представлены расчетные параметры профиля, полученные по авторской методике с определением количества пиков и среднего расстояния между ними.

Таблица 1- Параметры шероховатости профиля поверхности образцов.

№ образца	№ 1	№ 2	№ 3
Время нанесения покрытия $t_{пр}$, мин	**30**	**45**	**110**
Максимальный перепад высот R_y, *нм*	4,897	14,451	37,878
Средняя квадратичная шероховатость R_q, *нм*	0,868	2,635	7,822
Средняя арифметическая шероховатость R_a, *нм*	0,691	2,092	6,417
Дополнительные расчетные параметры профиля			
Количество пиков на базовой длине	19	24	28
Среднее расстояние между пиками, мкм	1,58	1,25	1,07

На рис. 2 показаны трехмерные АСМ изображения поверхности и характерные профили поверхности, отображаемые в разном масштабе оси ординат, для исследуемых образцов.

Как показывают полученные результаты, все параметры свидетельствуют о существенном увеличении шероховатости тонких пленок с увеличением времени их нанесения. Для образцов № 2 (t=45 мин) и № 3 (t=110 мин) среднеарифметическая шероховатость поверхности в три и в девять раз превысила значение этого параметрадля образца №1. На основании проведенных измерений были определены количество пиков и среднее расстояние между ними для каждого из образцов. Параметр планарности тонкой пленкибыл определен как отношение среднего расстояния между пиками к максимальному перепаду высот. Зависимости среднеарифметической шероховатости и параметрапланарности от времени нанесения пленок представлены на рис. 3.

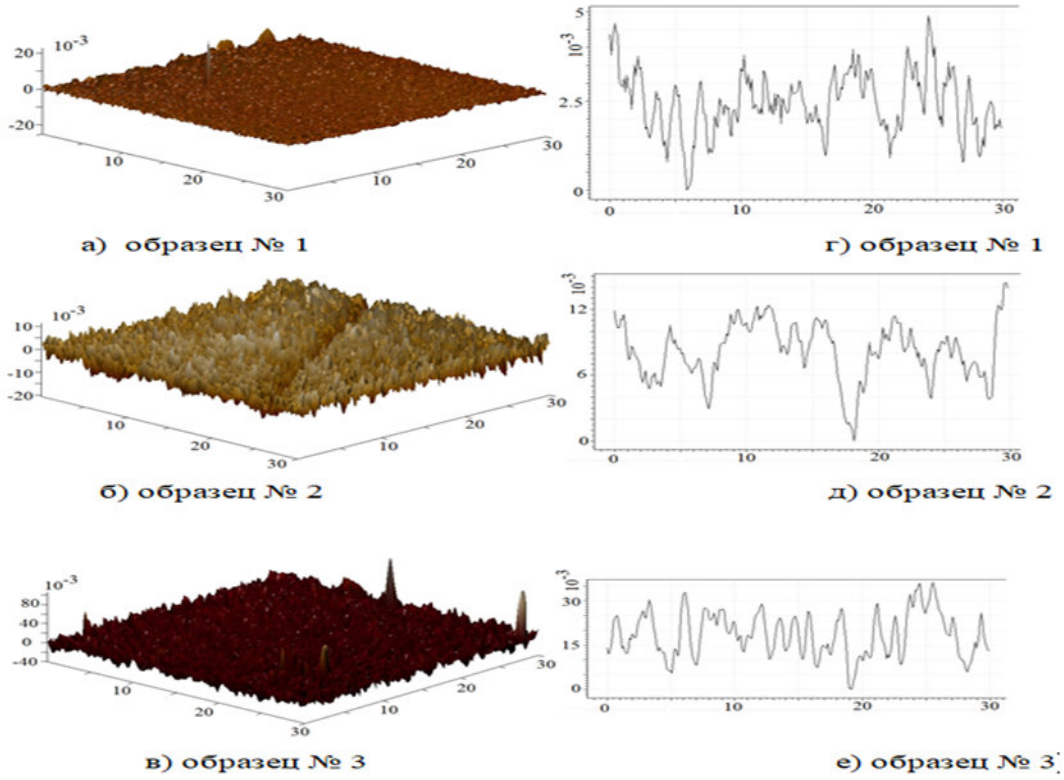


Рис. 2. Трехмерное АСМ - изображение поверхности (а, б, в) и профилограммы поверхностей (г, д, е) образцов с тонкими пленками MoS_2.,

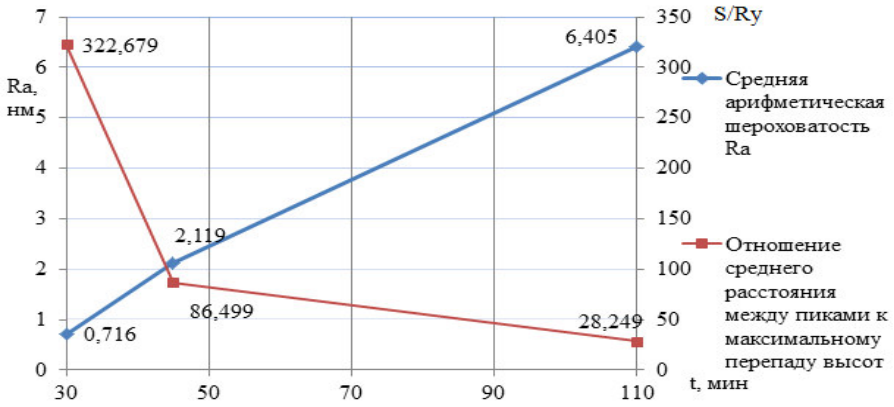


Рис. 3. Зависимость шероховатости Ra и отношения среднего расстояния между пиками к максимальному перепаду высот (планарности) от времени нанесения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Как известно, с увеличением времени нанесения в структуре формируемой на поверхности подложки тонкой пленки могут происходить существенные изменения. Так на начальной стадии роста большое значение имеют энергетические характеристики межатомного взаимодействия и соотношение свободных энергий нарастающей фазы и подложки, которые определяют возможные механизмы послойного (Франка-Ван дер Мерве), островкового (Фольмера-Вебера) и послойно-островкового роста (Странски-Крастанова). При дальнейшем увеличении толщины пленки процессы формирования структуры в меньшей степени подвержены влиянию поверхности раздела «подложка-пленка» и определяются параметрами

энергомассопереноса потока нарастающей фазы, а также термодинамическими характеристиками процесса.

Учитывая эти особенности, можно предположить, что для пленок, полученных при меньшем времени нанесения, на процессы формирования структуры существенное влияние оказывала поверхность подложки, поскольку для образца №1 параметр планарности имел на порядок большее значение по сравнению с образцом №3, для которого время нанесения пленки существенно больше. Образец №3, в свою очередь, имел существенно бóльшую шероховатость и низкую планарность, что, по всей видимости, определяется ростом столбчатой структуры и ее укрупнением. Полученные результаты не противоречат имеющимся представлениям о механизмах роста и структурообразования тонких пленок, а также практическим результатам исследований других авторов, использовавших иные методы анализа структуры тонких пленокMoS_2. Проведенные исследования показали возможность использования предлагаемой методики для оценки планарности тонких пленок и отработки режимов их формирования.

Литература

1. Wonbong Choi, et al. Recent development of two-dimensional transition metal dichalcogenides and their applications. Materials Today, 2017, v 20 (3)
2. X. Huang , Z. Zeng , H. Zhang , Metal dichalcogenidenanosheets: preparation, properties and applications. Chem. Soc. Rev. 2013, 42, 1934
3. J Moser, H Liao and F Levy, Texture characterization of sputtered MoS_2 thin films by cross-sectional TEM analysis. Journal of Physics D: AppliedPhysics.1990, 23,624-626.
4.Андреева Н.В., Габдуллин П.Г. Исследования методами зондовой микроскопии. – СПб: Издательство Политехнического университета, 2012.

Многослойная тонкая пленка для продольного магнитного смещения магниторезистивных преобразователей

Аунг Чжо Чжо, В.С.Зайончковский, *Н.С.Перов, **И.М. Миляев
Калуга, КФ МГТУ им. Н.Э.Баумана, ул. Баженого, д.2
****Москва, МГУ им.М.В. Ломоносова, Воробьевы горы, д.1,стр.2, Физический факультет***
***** Москва, ИМЕТ* РАН им.А.А. Байкова, *Ленинский проспект, 49***
E-mail: akkyaw.bmstu.50@gmail.com

В работе получены многослойные тонкие пленки, содержащие дисперсионно-твердеющие ферромагнитные слои, которые могут найти применение в качестве источника постоянного магнитного поля. Данные пленки формировались магнетронным напылением, высококоэрцитивное состояние достигалось фотонным отжигом в высоком вакууме.

***Multilayer thin film for longitudinal magnetic displacement of magneto-resistive transducers. Aung Chzho Chzho, V.S. Zayonchkovski, N.S. Perov, I.M. Milyaev**. Multilayer thin films containing dispersive-hardening ferromagnetic layers that can be used as a source of a constant magnetic field are obtained. These films were formed by magnetron sputtering, the high-coercive state was obtained by photon annealing in high vacuum.*

Введение

В настоящее время широкое распространение получают интегральные датчики магнитного поля или датчики тока, основанные на магнеторезистивном эффекте. Для реализации таких датчиков необходимо иметь источник магнитного поля, создающий планарное магнитное поле подмагничивания (смещения) магнеторезистивной пленки, для

приведения этой пленки в монодоменное состояние. Это приводит к исчезновению шумов, связанных со скачками Баркгаузена при работе датчика. Магнитное смещение может быть реализовано посредством осаждения на подложке магнитотвердой пленки различных составов, намагниченной до насыщения.

В качестве подложек для создания магнеторезистивных датчиков, содержащих смещающих слои и магнеторезистивные слои могут использоваться: монокристаллический кремний, подложки состава Al_2O_3 и другие. Очень высокие магнитные характеристики (коэрцитивная сила Нс, остаточная намагниченность Mr и максимальное магнитное произведение $(B*H)_{max}$) могут быть достигнуты использованием составов сплавов пленок на основе редкоземельных металлов, полученных на кремниевых монокристаллических подложках, [2,3]. Недостатками этой структуры является использование в структуре дорогостоящего кобальта, сильно окисляющегося самария или неодима и формирование, в осажденном магнитотвердом слое, в ходе последующего отжига, текстуры с преимущественной осью, перпендикулярной плоскости подложки. Для борьбы с окислением редкоземельной компоненты, при магнетронном напылении этих составов, прибегают к созданию атмосферы сверхглубокого вакуума (до 10^{-9} Па),.Кроме того, находят применение смещающие пленки на основе сплавов платины, [4], что приводит к значительному удорожанию мишени магнетронного источника.

Основная часть

В качестве альтернативы этим составам могут выступать магнитотвердые пленки на основе деформируемых сплавов семейства Fe-Cr-Co, [5]. Высокие магнитные характеристики деформируемых сплавов достигаются после дисперсионного твердения - спинодального распада пересыщенного твердого раствора, происходящего при отжиге.

В нашей работе пленки дисперсионно-твердеющих составов напылялись на модернизированной установке УВН-71П3, в состав которой введены три магнетронных источника, работающих на постоянном токе. В качестве подложек использовались полированные подложки монокристаллического кремния, либо окисленные подложки монокристаллического кремния. Мишенью для напыления магнитного слоя являлся сплав состава Fe-Cr-Co. Состав магнитного дисперсионно-твердеющего слоя (ДТС) с хорошей точность соответствует составу источника – мишени (при магнетронном нанесении пленок), что связано с близостью коэффициентов распыления ионами аргона основных компонентов ДТС - Fe, Cr и Co. В результате напыления получались пленки с высокой адгезией к кремнию и к слою оксида кремния, в связи с наличием в составе сплава компонента – хрома. Согласно источнику [5], высокую коэрцитивную силу сплавы Fe-Cr-Co могут приобретать только после отжига, который необходим для проведения спинодального распада пересыщенного твердого раствора. При этом имеет место разрушение контакта пленки дисперсионно-твердеющего состава с кремниевой подложкой, см. рис. 1 или со слоем оксида кремния на кремниевой подложке, см рис. 2. При проведении отжига с целью получения высококоэрцитивного состояния, происходит модуляция параметров кристаллической решетки дисперсионно-твердеющего слоя (ДТС), приводящая к вырыванию глубоких областей кремния. Так слой сплава Fe-Cr-Co (с примесями других элементов) толщиной 1 мкм, нанесенный на монокристаллическую подложку кремния, разрушает пластину кремния на глубину до 10 мкм (см. рис. 1, выполненный с помощью конфокального микроскопа NanoFocus, в исполнении «μsurf»). Введение промежуточного, между кремниевой подложкой и ДТС, адгезионного слоя, например, хрома, титана или ванадия, не приводит к компенсации локальных напряжений, возникающих при отжиге. При этом также имеет место разрушение поверхностных слоев кремниевой подложки с отслоением ДТС, либо отслоение всей составной пленки от оксида кремния либо от кремния, в случае окисленных подложек кремния. Составная пленка, содержащая слой ванадия и слой сплава Fe-Cr-Co, нанесенная на окисленную поверхность кремния, после отжига разрушает и слой SiO_2, и монокристаллическую подложку (см. рис. 2).

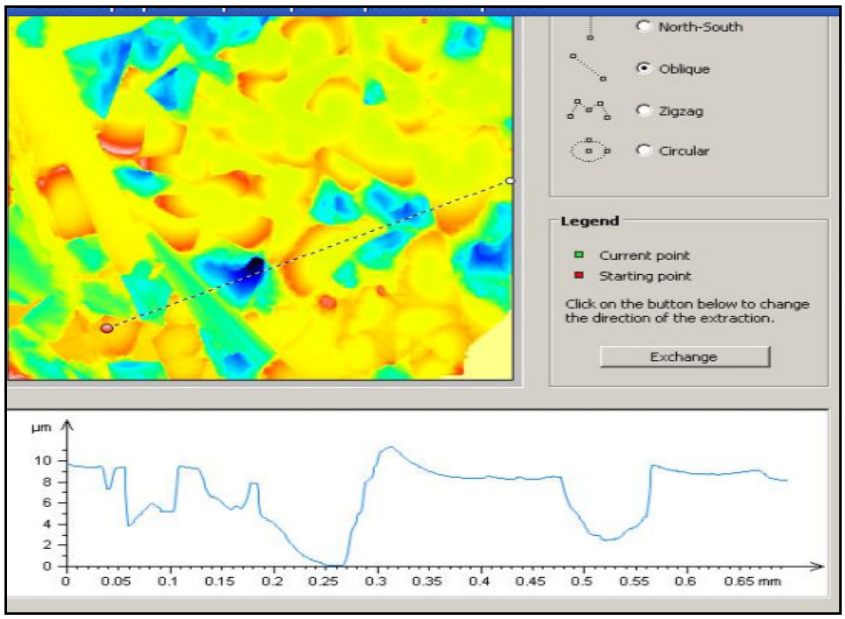


Рис. 1 Микроскопический снимок, полученный с помощью конфокального микроскопа NanoFocus, в исполнении «µsurf»: вид сверху и профиль поверхности вдоль пути (длиной 0.7 мм) с наибольшими повреждениями - разрушение кремниевой монокристаллической подложки многослойной пленкой (состава V/FeCrCo/V) после отжига при температуре спинодального распада (дисперсионного твердения).

Микроскоп NanoFocus любезно предоставлен руководством предприятия Растр-Технология, г. Обнинск. Сохранить структуру от разрушения позволяет введение дополнительного, компенсационного слоя – слоя меди. Медь не образует с основными элементами магнитного сплава FeCrCo интерметаллидных соединений. Но медь, не может быть применена в качестве адгезионного слоя. Наиболее подходящими адгезионными слоями в этой структуре являются хром или ванадий, которые имеют высокие адгезионные свойства к кремнию и к оксиду кремния.

Магнитные свойства структуры иллюстрируются рисунками рис. 2 ÷5, на которых представлены петли гистерезиса, снятые с использованием вибромагнетометра LakeShore -704 с параметрами: максимальная чувствительность $1\text{-}2\cdot10^{-7}$ Гс·см^3, максимальное поле при комнатной температуре - 23 кЭ (при намагничивании в плоскости структуры) после получения (до отжига) и после отжига при температуре 650^0С. Для определения величины коэрцитивной силы петли гистерезиса (на рис. 3 и рис. 5) показаны в увеличенном виде. После отжига величина коэрцитивной силы достигла значения 382 Э (30.2 кА/м), что является показателем, характерным для магнитотвердых составов, приведенных в ГОСТ 24897-81.

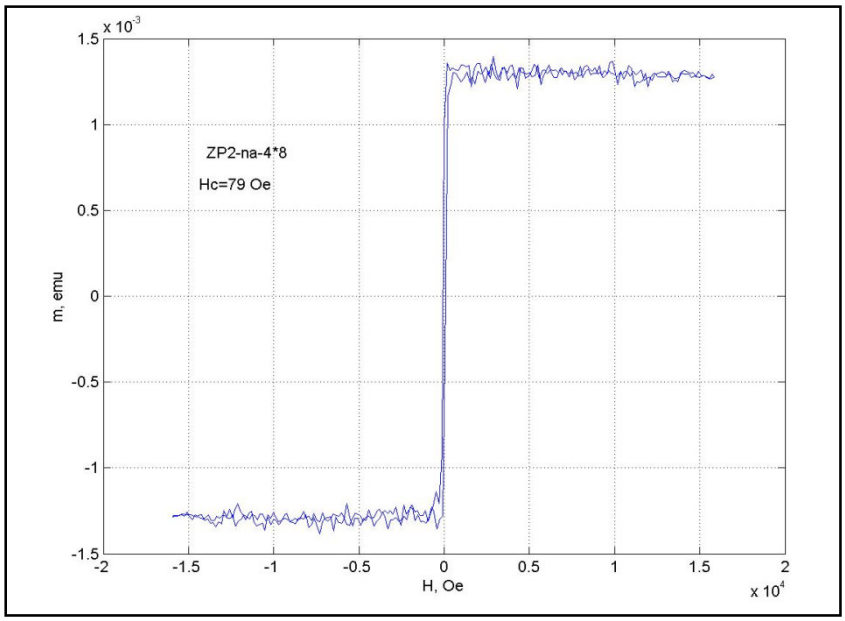


Рис. 2. Петля гистерезиса многослойной пленки, содержащей ДТС, после напыления. Коэрцитивная сила - 79 Ое.

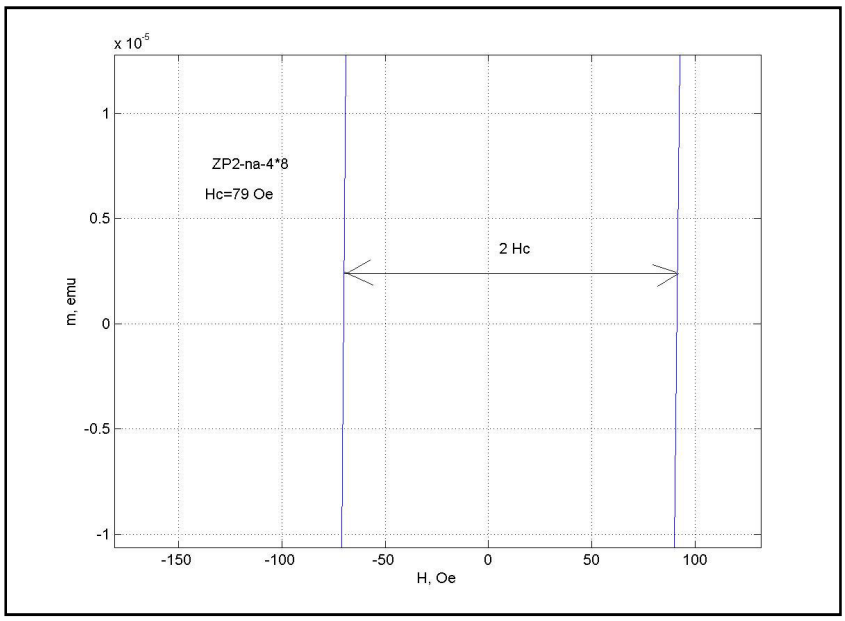


Рис. 3. Петля гистерезиса многослойной пленки, показанная на рис.2, после растяжки по осям. Коэрцитивная сила - 79 Ое.

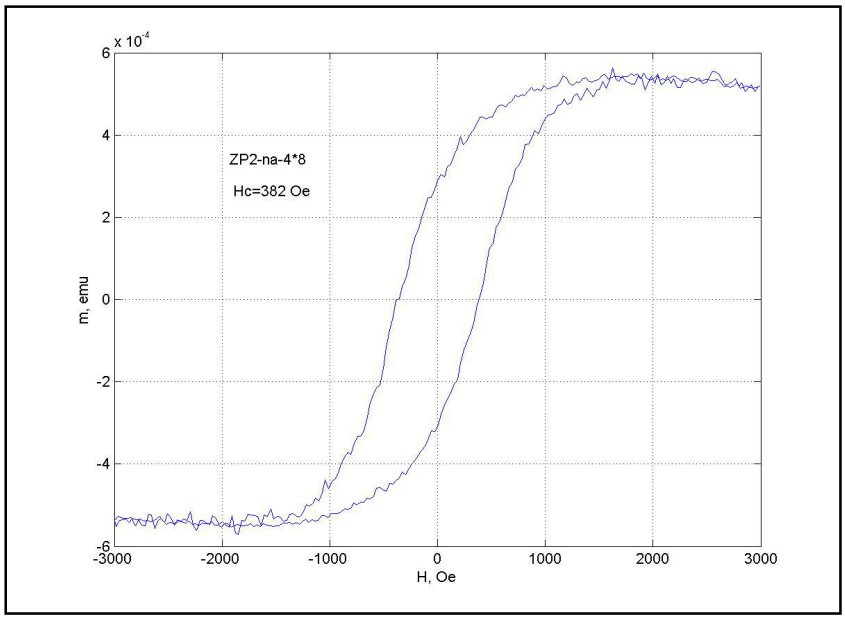


Рис. 4. Петля гистерезиса многослойной пленки, той же структуры, показанной на рис.2, после отжига. Коэрцитивная сила - 382 Ое.

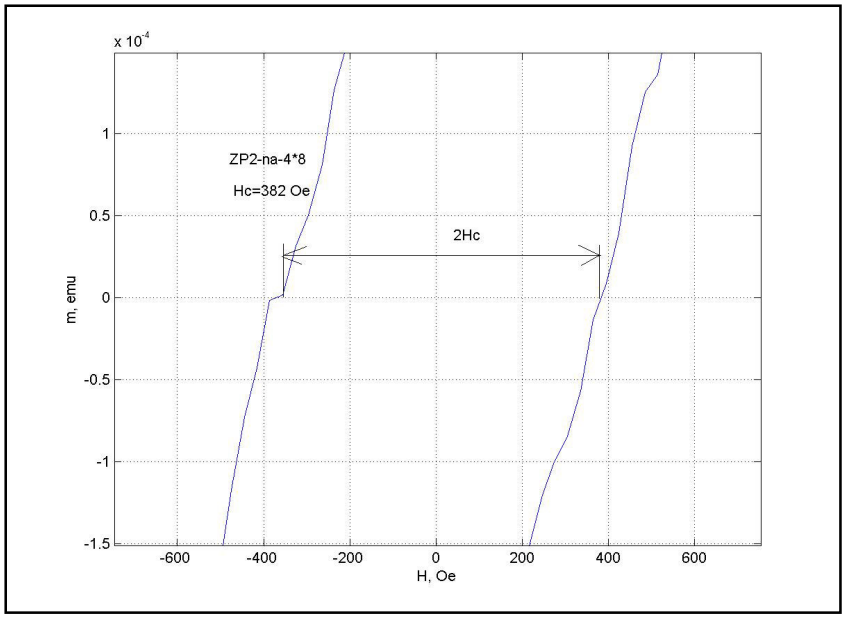


Рис. 5. Петля гистерезиса многослойной пленки, той же структуры, показанной на рис.2, после отжига, с растяжкой по осям. Коэрцитивная сила - 382 Ое.

Выводы

Предложена и реализована многослойная пленка, которая не содержит в своем составе сильноокисляющихся и драгоценных металлов, не образующих интерметаллидные соединения между собой и контактирующими слоями. Эта пленка может быть использована в качестве пленочного постоянного магнита для продольного смещения магниторезистивных преобразователей.

Литература

1. Masahiro Kitada, Yoshihisa Kamo, and Hideo Tanabe - Magnetoresistive thin-film sensor with permanent magnet biasing film.- Journal of Applied Physics 58, 1667 (1985), https://doi.org/10.1063/1.336058
2. Pulsed laser deposition of SmCo thin films for MEMS applications, Mirza Khurram Baig et al, Journal of Applied Research and Technology, Volume 14, Issue 5, October 2016, Pages 287–292.
3. http://www.google.co.ao/patents/US8107201
4. Lileev A. S., Parilov A. A., Blatov V. G. Influence of technological parameters on properties of hard magnetic Nd-Fe-B alloy films. — J. Magn. Magn. Mat., vol. 242 245, April 2002, pp. 1300 - 1303.
5. https://www.google.ch/patents/US4174983
6. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами: Учебник для вузов.- М.: Металлургия, 1989, 496 с.

Нанокомпозиты и слоистые структуры: опаловые матрицы – металлы

А.Ф. Белянин, *В.В. Борисов, **,А.С. Багдасарян, ****Г.В. Чучева, *****Б.В. Хлопов***
ЦНИТИ "Техномаш", Москва, ул. Ивана Франко, 4, e-mail: belyanin@cnititm.ru
**** НИИ ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Москва, Ленинские Горы 1, стр. 2***
***** Научно-производственное предприятие "Технологии радиочастотной идентификации и связи", РФ, 127051, Сухаревская пл. 4, стр. 1***
****** Москва, Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Моховая ул. 11-7***
******* Фрязинский филиал института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Московская область, ул. Введенского, 1***
******** Центральный научно-исследовательский радиотехнический институт им академика А.И. Берга, Москва, Н. Басманная ул., 20***

Рассмотрены условия формирования 3D-нанокомпозитов на основе плотнейшей упаковки шаров SiO_2 диаметром ~250 нм (опаловых матриц), содержащих в межшаровых пустотах кристаллиты Ni_3Fe, Ni_2Fe_3, Co, Co+Ni и Fe, а также опаловых матриц с пленками Co и Ir. Проанализировано влияние состава и строения металлов, синтезированных в пустотах опаловых матриц и нанесенных на поверхность, на частотные характеристики диэлектрических и магнитных свойств нанокомпозитов.

Nanocomposites and layered structures: opal matrices – metals. A.F. Belyanin, V.V. Borisov, A.S. Bagdasarian, G.V. Chucheva, B.V. Khlopov. *The conditions of formation of 3D-nanocomposites based on dense packing of SiO_2 balls with the diameter of ~250 nm (opal matrices) containing in interstitial cavities crystallites Ni_3Fe, Ni_2Fe_3, Co, Co+Ni, and Fe are viewed, as well as opal matrices with films of Co and Ir. The influence of the composition and the structure of metals synthesized in the voids of opal matrices and deposited on the surface, on the frequency characteristics of dielectric and magnetic properties of nanocomposites is analyzed.*

Введение

Одним из новых типов метаматериалов являются нанокомпозиты на основе опаловых матриц (ОМ), упорядоченные пустоты которых заполнены различными веществами. ОМ представляют собой правильную упаковку шаров кремнезема (SiO_2), которые в зависимости от

условий формирования могут иметь диаметр в заданных пределах от 200 до 350 нм. Упаковка одинаковых по диаметру шаров SiO_2 образует систему сообщающихся и пространственно упорядоченных межшаровых пустот, занимающих ~26% объема ОМ. Синтез соединений заданного состава производится непосредственно в пустотах ОМ [1–3]. Предполагается, что нанокомпозиты на основе ОМ, откроют путь к получению новых функциональных свойств, недосягаемых для использующихся в настоящее время материалов. Разрабатываемые метаматериалы с пространственной дисперсией свойств позволят применять новые решения при разработке устройств электроники в диапазоне частот от десятков ГГц до единиц ТГц [1–5]. Цель работы – исследование строения, диэлектрических и магнитных свойств нанокомпозитов: ОМ – металлы (Ni_3Fe, Ni_2Fe_3, Co, Co+Ni и Fe), а также ОМ с нанесенными пленками Co и Ir.

Методика эксперимента

Формирование нанокомпозитов и слоистых структур. Нанокомпозиты на основе ОМ, готовили в два этапа. На первом этапе пустоты ОМ заполняли водными растворами нитратов Ni, Fe или Co, и проводили термообработку при 300–500°C. Для ускоренной пропитки растворами солей ОМ первый этап проводили в вакууме.

Разработанный вакуумный модуль позволил совмещать процесс пропитки с сушкой и кристаллизацией. Для контроля процесса заполнения пустот ОМ использовалось следующее оборудование: мультиметр METEX M3850D с термопарой до 200°C (регистрация температуры); широкозонный датчик давления BOC EDWARDS WRG-SL NW–25, вакуумметр BOC EDWARDS D395-91-500; спиральный вакуумный насос предварительной откачки BOC EDWARDS XDS-10; хомутовый электронагреватель (до 300°C) компании «Электронагрев».

На втором этапе проводили отжиг образцов в водороде (H_2) при 650–1050°C и на воздухе при 1200°C в течение 4–24 часов. Параметры отжига образцов в H_2 следующие: нагрев со скоростью 500 град/ч в H_2; выдержка в течение 1–4 часов в H_2 при 650–1050°C (давление H_2 3–5 атм); охлаждение в H_2 до 250°C. Параметры отжига в H_2 устанавливали и поддерживали на установке «Отжиг ТМ-6» (разработка «НИИ ТМ», Зеленоград). Отжиг образцов на воздухе проводили при 1200°C.

Пленки Ir и Co на подложках из ОМ получали магнетронным распылением на постоянном токе мишеней из Ir или Co в аргоновой плазме. Условия формирования пленок Ir и Co были следующие: давление Ar в вакуумной камере 1,2−1,3 Па; напряжение разряда 600–840 В; ток разряда 100–200 мА; температура подложки 600–900°К; расстояние между мишенью и подложкой 100 мм. Полученные слоистые структуры Co/Ir отжигали (2 часа, 1000°C) в вакууме (10^{-4} Па) и затем охлаждали со скоростью 15 град/мин. Отжиг в вакууме позволил очистить поверхность и межшаровые пустоты, образцов от привнесенных в процессах подготовки образцов примесей.

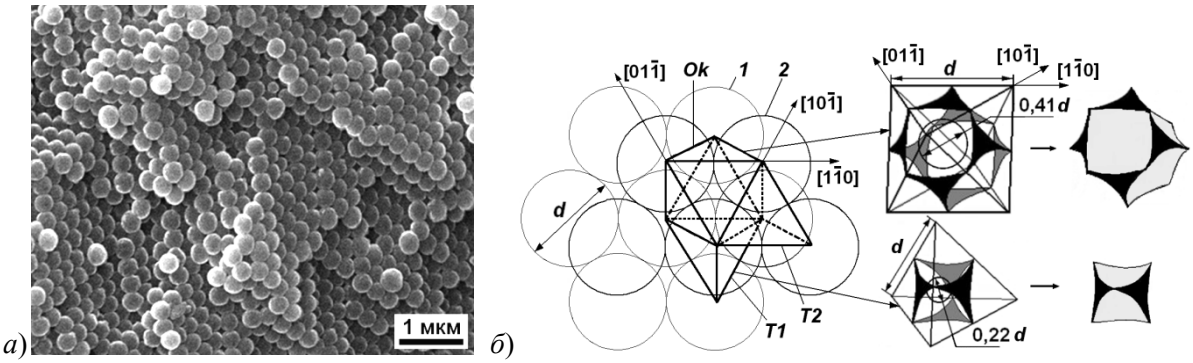
Методы исследования. Состав и строение нанокомпозитов исследовали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Carl Zeiss Leo 1430 VP, оснащенного системой энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) INCA Energy; рентгеновского дифрактометра ARL X'tra (Cu $k\alpha$-излучение) и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния (КР) света LabRAM HR800 (линия 632,8 нм He-Ne лазера).

Микроволновые измерения (диапазон 26–38 ГГц) выполнены с использованием волноводов, работающих на моде H_{10}. Частотные зависимости (диапазон 1 МГц – 3 ГГц) диэлектрической и магнитной проницаемости, а также тангенса потерь измеряли на контроллере Agilent N5260A и анализаторе Agilent E4991A.

Результаты и их обсуждение

Строение и состав нанокомпозитов и слоистых структур. Синтезированные образцы состояли из плотнейшей упаковки шаров SiO_2, содержащей систему сообщающихся октаэдрических и тетраэдрических пустот (рис. 1) [6]. На гранях октаэдров и тетраэдров

показаны сечения каналов (максимальный размер 0,37*d*), соединяющих межшаровые пустоты. На сферы (диаметром ~0,41*d* и ~0,22*d*), вписанные в пустоты, приходится ~7% объема ОМ. Справа на рис. 1,*б* показана форма октаэдрической и тетраэдрической пустот.



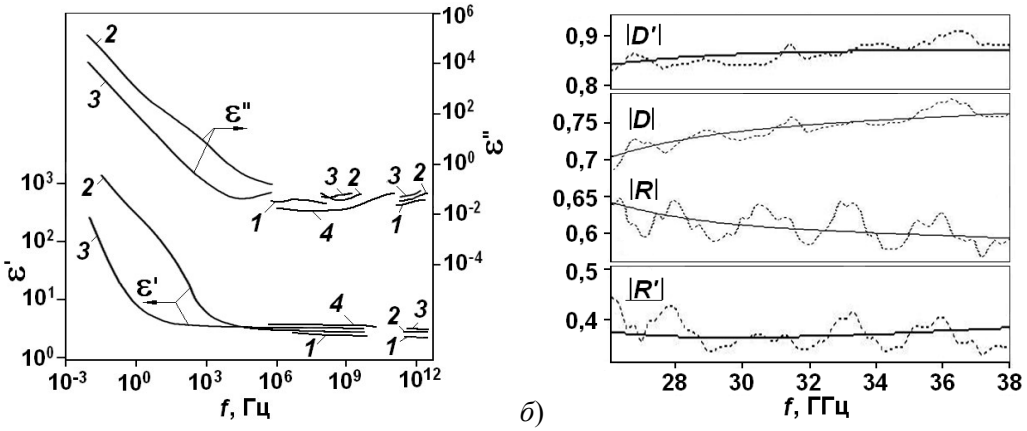
а) *б*)

Рис. 1. а) РЭМ-изображение поверхности ОМ. б) Строение двух (1, 2) слоев шаров SiO_2, образующих октаэдрические (в границах октаэдров – Ok) и тетраэдрические (в границах тетраэдров – T1, T2) пустоты.

В работе использовали ОМ с диаметром шаров ~250 нм ($\Delta d \approx 5\%$), в межшаровых пустотах которых синтезированы наночастицы металлов. Синтезированные вещества заполняли до 60% объема пустот ОМ. Рентгенофазовый анализ ОМ, с синтезированными в пустотах соединениями на основе Fe и Ni, показал наличие кристаллических фаз Ni_2Fe_3 (пространственная группа *Fm*3*m*) и Ni_3Fe (пр. гр. *Pm*3*m*). Размер кристаллитов, рассчитанный по рентгенограммам, составил ~40–65 нм для Ni_2Fe_3 и ~20–35 нм для Ni_3Fe. Анализом ОМ, содержащих в пустотах Co, установлены фазы: Co (пр. гр. *Fm*3*m*) и Co* (пр. гр. *P*63/*mmc*). Размер кристаллитов составил ~25–55 нм для Co и ~15–35 нм для Co*. Рентгеновская дифрактометрия ОМ, с синтезированными в пустотах веществами на основе Fe и смеси Co и Ni, показала их рентгеноаморфное состояние. Кристаллические фазы металлов (Co+Ni и Fe) имели размер кристаллитов < 1 нм, что не позволило их определить из-за размытия пиков на дифрактограммах в соответствии с уравнением Дебая-Шеррера. Кристаллиты с размерами < 1 нм идентифицировали спектроскопией КР.

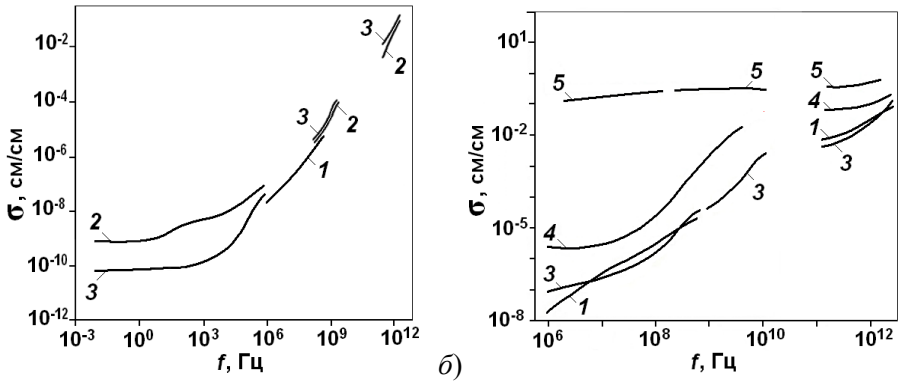
Пленки Ir и Co, состояли из кристаллической и рентгеноаморфной фаз, при этом, кристаллическая фаза включала кристаллиты, закономерно расположенные относительно подложки, и кристаллиты, не имеющих преимущественного ориентирования. Степень кристалличности и тип текстуры пленок Ir зависели от температуры подложки, давления Ar в вакуумной камере и напряжения разряда. Химический состав поверхности сплошной пленки Ir толщиной 180 нм, содержащей рентгеноаморфную и кристаллическую фазы, показал наличие примесных атомов кислорода и углерода. До толщины ~60–100 нм пленки имели островковую структуру. На различных участках поверхности образца ОМ, покрытой пленками Co (толщиной 70 нм) и Ir (20 нм), содержание Co изменялось от 0,12 до 0,38 атомных%, а Ir – от 1,41 до 3,93 ат.%

Диэлектрические и магнитные характеристики нанокомпозитов. Диэлектрические потери ОМ, заполненных кристаллитами Ni_3Fe, Ni_2Fe_3, Co, Co+Ni и Fe, не велики во всем диапазоне частот (рис. 2,*а*). Значения ε" начинают увеличиваться только на низких частотах. Возрастание низкочастотных потерь ε′ обусловлено вкладом проводимости на постоянном токе. При работе с ОМ, содержащими в пустотах кристаллиты Co, Co+Ni и Ni_2Fe_3, в области частот 10^6–10^{10} Гц наблюдали подъем проводимости с ростом частоты (рис. 3).



а) *б*)

Рис. 2. Частотные зависимости: а) действительной (ε′) и мнимой (ε″) компонент диэлектрической проницаемости ОМ (1), и ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты Ni_3Fe (2), Ni_2Fe_3 (3) и Co (4); б) коэффициентов прохождения (D) и отражения (R) ОМ, пустоты которых заполнены Co (D, R) и ОМ с нанесенной на поверхность слоистой структурой Co (6 нм) + Ir (10 нм) (D', R').



а) *б*)

Рис. 3. Частотные зависимости микроволновой проводимости (в областях частот 10^{-3}–10^{12} (а) и 10^6–10^{12} Гц (б)) ОМ (1) и ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты Ni_3Fe (2), Ni_2Fe_3 (3), Co+Ni (4) и Fe (5).

Эксперименты по изучению полевой зависимости коэффициентов отражения и прохождения для ОМ, содержащих в пустотах Co, показали, что кроме минимума коэффициента прохождения, вызванного магнитным резонансом, в полях меньшей напряженности присутствует еще максимум, который можно трактовать как антирезонанс в отражении волн [3]. В области магнитных полей, меньших резонансного, действительная часть магнитной проницаемости μ′ отрицательна. Кроме этого, наличие антирезонанса говорит о существовании в нанокомпозите проводящих частиц. На рис. 2,*в* показана расчетная частотная зависимость коэффициента прохождения через образец, номинальная толщина слоев у которого составляет 6 нм Co и 10 нм Ir, построенная для проводимости $\sigma = 1{,}9 \cdot 10^4$ Ом/м. Хорошее соответствие расчетных и экспериментальных зависимостей указывают на слабую частотную дисперсию проводимости у слоистой структуры на волнах миллиметрового диапазона [3].

Измерения образцов ОМ, с синтезированными при различных температурах в пустотах кристаллитами Ni_3Fe и Ni_2Fe_3, показали, что на измеряемые диэлектрические характеристики, влияет содержание кристаллических фаз синтезируемых металлов (рис. 4). Для ОМ, пустоты которых содержат Ni_3Fe, значение ε′ немного увеличилось, также как и значения потерь/проводимости для ОМ, пустоты которых содержат Ni_2Fe_3.

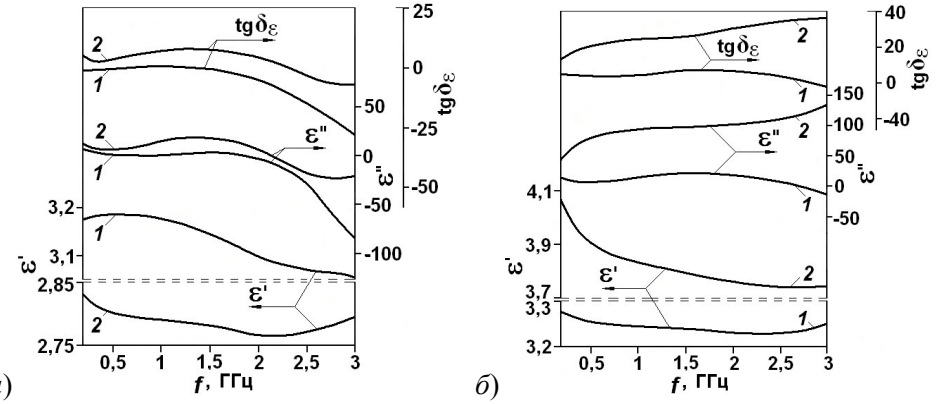


Рис. 4. Частотные зависимости действительной (ε′) и мнимой (ε″) компонент диэлектрической проницаемости, а также тангенса потерь ($tg\delta_\varepsilon$) ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты Ni_3Fe (а) и $Ni_3Fe+Ni_2Fe_3$ (б). Отжиг при температурах: 1 – 1200^0C (на воздухе); 2 – 1000^0C (в H_2).

Ряд полученных результатов по измерению компонент магнитной проницаемости ОМ, с синтезированными в пустотах кристаллитами на основе Ni и Fe, а также Co+Ni и Fe представлены на рис. 5,*а*,*б*.

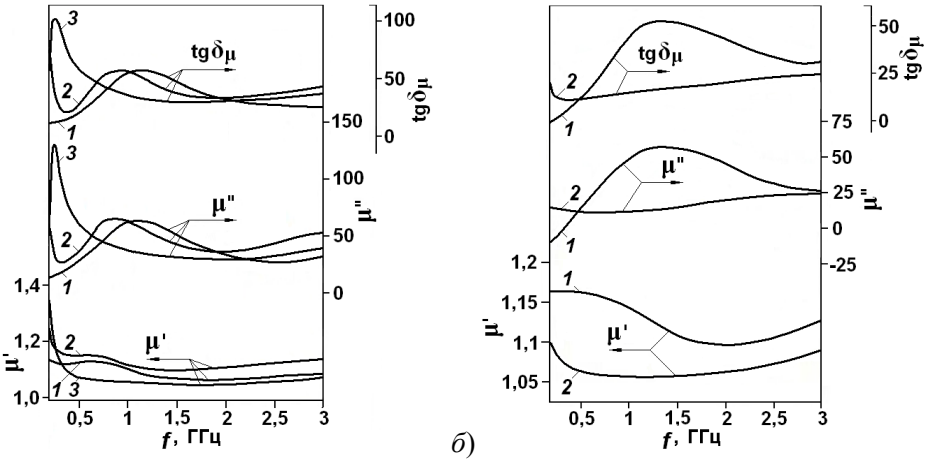


Рис. 5.Частотные зависимости действительной (μ′) и мнимой (μ″) компонент магнитной проницаемости и тангенса потерь ($tg\delta_\mu$) ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты: а) Ni_3Fe (1, 2) и Ni_2Fe_3 (3) (отжиг в H_2 при 650^0C (1, 3) и 1000^0C (2)), б) Co+Ni (1) и Fe (2).

Заключение

В настоящей работе рассмотрена связь условий формирования со строением и характеристиками нанокомпозитов на основе ОМ, состоящих из шаров SiO_2 диаметром ~250 нм и содержащих в пустотах частицы Ni_3Fe, Ni_2Fe_3, Co, Co+Ni и Fe, а также ОМ с пленками Co и Ir. Синтезированные металлы имели размер кристаллитов ~15–65 нм, который не зависел от концентрации кристаллической фазы.

Изучены особенности частотных зависимостей диэлектрической и магнитной проницаемости, а также проводимости в диапазоне 10^{-2}–10^{12} Гц. Установлена взаимосвязь СВЧ-характеристик с фазовым составом веществ, синтезированных в пустотах ОМ. Предполагается, что ОМ с синтезированными в пустотах веществами заданного состава и строения, будут обладать новыми функциональными свойствами. Результаты настоящей работы позволяют

разработать управляемые магнитными полями устройства, использующие нанокомпозиты на основе ОМ, содержащих магнитные материалы.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 16-07-00642.

Литература

1. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С. Получение и физические свойства нанокомпозитов: опаловые матрицы – мультиферроидные материалы // Наукоемкие технологии. 2017. Т. 18. № 9. С. 59–66.
2. Самойлович М.И., Белянин А.Ф., Бовтун В., Чучева Г.В., Хлопов Б.В. Кристаллизация металлов (Ni, Fe) и соединений на их основе в межсферических нанополостях опаловых матриц // Наноматериалы и наноструктуры – XXI век. 2016. Т. 7. № 4. С. 24–31.
3. Ринкевич А.Б., Перов Д.В., Самойлович М.И., Белянин А.Ф., Пащенко П.В., Тимофеев М.А. Опаловые матрицы со слоистой структурой Co/Ir и 3*D*-нанокомпозиты опаловая матрица – соединения Co // Инженерная физика. 2009. № 10. С. 18–24.
4. Ozbay E., Temelkuran B., Bayindir M. Microwave applications of photonic crystals Progress In Electromagnetics Research. PIER. 2003. V. 41. P. 185–209.
5. Miguez H., Blanco A., Lopez C., Meseguer F., Yates H. M., Pemble M. E., Lopez-Tejeira F., Garcıa-Vidal F. J., Sanchez-Dehesa J. Face centered cubic photonic bandgap materials based on opal–semiconductor composites // Journal of lightwave technology. 1999. V. 17. № 11. P. 1975–1981.
6. Белов Н.В. Структура ионных кристаллов и металлических фаз. М. Изд. АН СССР. 1947. 237 с.

Влияние отжига на строение пленок ZnO, выращенных магнетронным распылением

А.Ф. Белянин, С.А. Налимов, *В.В. Борисов, **А.И. Юрин, ***Д.Е. Шашин, ****С.А. Багдасарян
Москва, ЦНИТИ “Техномаш”, ул. Ивана Франко 4, e-mail: belyanin@cnititm.ru
**** Москва, НИИ ядерной физики им. Д.В. Скобельцына МГУ им. М.В. Ломоносова, Ленинские Горы 1, стр. 2***
***** Москва, Московский институт электроники и математики им. А.Н. Тихонова НИУ “Высшая школа экономики”, Таллинская ул. 34***
****** Йошкар-Ола, Поволжский государственный технологический университет, пл. Ленина 3***
******* Москва, НПП “Технологии радиочастотной идентификации и связи”, Сухаревская пл. 4, стр. 1***

Приведены условия получения реактивным магнетронным распылением пленок ZnO с контролируемым содержанием и строением кристаллической фазы. Изучены состав и строение пленок с использованием растровой электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии и рентгеновской дифрактометрии. Показано влияние отжига на строение пленок ZnO.

Influence of annealing on the structure of ZnO films grown by magnetron sputtering. A.F. Belyanin, S.A. Nalimov, V.V. Borisov, A.I. Yurin, D.E. Shashin, S.A. Bagdasarian. *The conditions for obtaining ZnO films with a controlled content and structure of the crystal phase by reactive magnetron sputtering are presented. The composition and structure of films are studied using scanning electron microscopy, atomic force microscopy and x-ray diffraction. The influence of heat treatment on the structure of ZnO films is shown.*

Введение

Среди перспективных материалов электронной техники одно из лидирующих мест занимает оксид цинка (ZnO), обладающий уникальной комбинацией оптических и

электрофизических свойств [1–3]. Интерес к ZnO вызван такими его характеристиками, как ширина запрещенной зоны равная 3,4 эВ; скорость распространения поверхностных акустических волн (ПАВ) – ~2,8 км/с; коэффициент электромеханической связи – > 3%. Указанные физические параметры ZnO, характеризующие его как сильный пьезоэлектрик и, при легировании соответствующими примесями, как широкозонный полупроводник, использованы при создании устройств микро- и акустоэлектроники. В технических устройствах более эффективно можно использовать не объемные материалы, а слоистые структуры. Пленки ZnO находят применение в приборах отображения информации (светодиоды, прозрачные проводники), солнечных батареях и других устройствах. Пленки ZnO обладают коэффициентом отражения > 82% в области ближнего УФ [4]. Высокая стойкость к лазерному излучению, дает возможность использовать пленки ZnO для создания отражающих покрытий в мощных УФ лазерных системах. Наибольшие перспективы применения пленок ZnO связаны с его пьезоэлектрическими свойствами при изготовлении СВЧ-устройств на ПАВ [3, 5].

Широкое применение устройств, включающих пленки ZnO, сдерживается сложностью получения пленок с упорядоченным строением и заданными функциональными характеристиками на подложках из аморфных и поликристаллических материалов. Для решения указанной проблемы перспективны методы распыления, в частности, магнетронное распыление. Методом магнетронного распыления на неориентирующих подложках выращены сильнотекстурированные пленки ZnO и других алмазоподобных материалов [1, 2, 6].

Цель работы – изучение взаимосвязи условий выращивания магнетронным распылением и отжига пленок ZnO со строением их кристаллической фазы.

Методика эксперимента

Получение пленок. Пленки ZnO выращивали магнетронным распылением мишени из Zn в газовой смеси аргона (Ar) и 35–65 объемных % кислорода (O_2) (Ar и O_2 в вакуумную камеру поступали раздельно) в режимах ВЧ и постоянного тока (ПТ). При скорости роста 1–5 мкм/ч выращены пленки толщиной до 10 мкм. Пленки выращивали на неподвижных подложках, установленных над мишенью на расстоянии 50–80 мм. Электрическое смещение на подложке устанавливали в пределах +5 – –15 В. В ряде экспериментов использовали дополнительную магнитную систему [4]. Образцы отжигали на воздухе при 650–750°К в течение 0,5–10 ч. Параметры процессов выращивания пленок ZnO представлены в таблице.

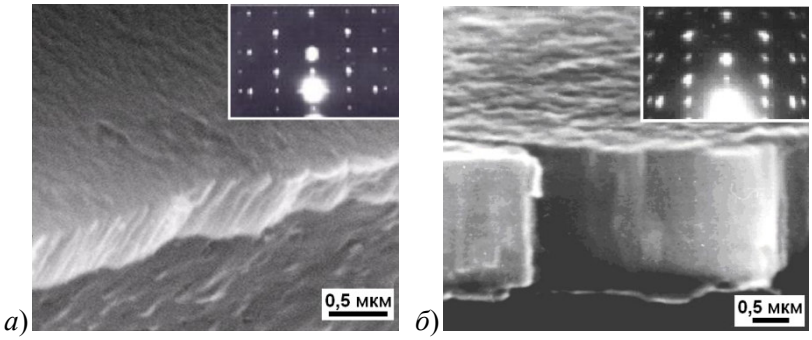
Таблица. Условия осаждения пленок ZnO реактивным магнетронным распылением цинка

Состав газа	Давление газа, Па	Мощность разряда, Вт	Температура подложки, К
Ar + (50–65) об.% O_2	0,8–1,33	100–200 (ВЧ)	300–450
Ar + (35–60) об.% O_2	0,133–0,16	800–1200 (ПТ)	500–550

Методы исследования состава и строения пленок. Строение пленок анализировали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Carl Zeiss Supra 40-30-87 и атомно-силового микроскопа (АСМ) Digital Instruments, Nanoscope 3. Фазовый состав и строение кристаллической фазы пленок определяли на рентгеновском дифрактометре Rigaku D/MAX-2500/PC (Cuk_α-излучение, графитовый монохроматор). Параметры решетки и размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей) определяли по рентгеновским дифрактограммам. Разориентацию кристаллитов относительно оси текстуры, наклон оси текстуры относительно нормали к поверхности подложки, степень кристалличности (содержание кристаллической фазы в объеме пленки) измеряли по рентгенограммам качания. Толщину пленок определяли на интерференционном микроскопе МИИ–4 и профилографе-профилометре Alpha-Step 200.

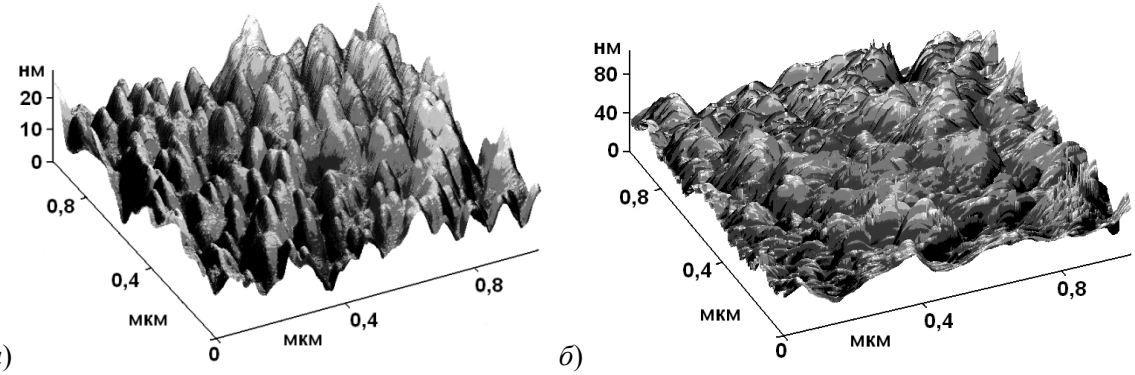
Результаты и их обсуждение

Строение пленок. Пленки ZnO, выращенные магнетронным распылением в режимах ВЧ и ПТ, были поликристаллическими, текстурированными по <0001> и имели волокнистое (столбчатое) строение (рис. 1,*а*). Волокнистое строение скола и отсутствие следов огранки на ростовой поверхности (рис. 1 и рис. 2) указывают на нетангенциальный механизм роста пленок ZnO по направлению <0001>, соответствующему оси симметрии 6_3 [6]. Высокая степень текстурированности характерна для пленок ZnO, полученных при содержании кислорода в газовой смеси ≥ 50 об.%. Разориентация волокон в плоскости подложки составляла < 2,5°, поэтому, в ряде случаев формировалась ограниченная текстура, которая проявлялась в пластинчатом строении скола (рис. 1,*б*).



а) *б*)

Рис. 1. РЭМ-изображение сколов пленок ZnO, выращенных на подложках из ситалла при различных условиях (на врезках – электронограммы пленок).



а) *б*)

Рис. 2. АСМ-изображение ростовых поверхностей пленок ZnO, выращенных ВЧ-магнетронным распылением в газовой смеси $Ar+O_2$ при концентрация O_2: 50 об.% (а) и 65 об.% (б).

Рентгеновская дифрактометрия показала упорядоченное строение пленок ZnO, выращенных на подложках аморфных и поликристаллических материалов (рис. 3). При отдельных параметрах процесса выращивания, помимо кристаллитов, ориентированных по <0001>, получали кристаллиты, ориентированные параллельно поверхности подложки плоскостями $(10\ \bar{1}\ 1)$ и $(10\ \bar{1}\ 3)$. Перераспределение концентрации кристаллитов, ориентированных по указанным плоскостям, варьировалось с изменением давления газа в вакуумной камере (рис. 3, кривые *3* и *4*).

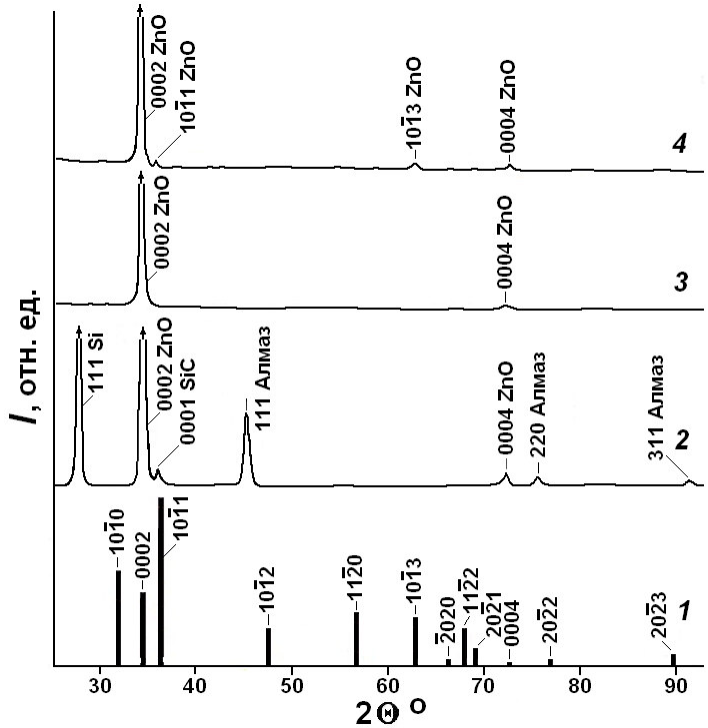


Рис. 3. Штрих-рентгенограмма порошка ZnO (1) и рентгеновские дифрактограммы пленок ZnO, выращенных на подложках: слоистая структура – пленка алмаза на Si{111} (2); плавленый кварц (3, 4).

Размер кристаллитов в направлении оси текстуры <0001> выращенных пленок ZnO составлял 7–26 нм; разориентация кристаллитов относительно оси <0001> – 1,5–4,5°, наклон оси текстуры относительно нормали к поверхности подложки < 2,5°, степень кристалличности ~40–60 об.%. Параметры решетки равнялись a=0,3261–0,3318 нм, c=0,5243–0,5296 нм, что превышало на 0,2–1,6% теоретические значения.

Подача отрицательного электрического смещения на подложку при ВЧ-магнетронном распылении обеспечивает достаточный поток атомарного кислорода на подложку. Это препятствует образованию нестехиометрического Zn. У AlN, структурного аналога ZnO, положительное электрическое смещение на подложке приводит к формированию только рентгеноаморфных пленок [6]. Для неотожженных образцов характерно асимметричное размытие дифракционного максимума (0002) в сторону больших углов 2θ (рис. 4), что связано с присутствием в структуре пленок набора межплоскостных расстояний d/n (d – межплоскостное расстояние, n – порядок дифракционного максимума), меньших, чем d/n 0002 ZnO. Как правило, этому способствует высокая концентрация междоузельных собственных точечных дефектов. Упорядочению строения кристаллической фазы пленок ZnO способствует отжиг на воздухе (650–750 К) (рис. 4,*а*,*б*). Отжиг на воздухе приводит к обесцвечиванию пленок ZnO, а также уменьшению параметров решетки, на что указывает перемещение на дифрактограммах дифракционных максимумов в сторону больших брегговских углов 2θ.

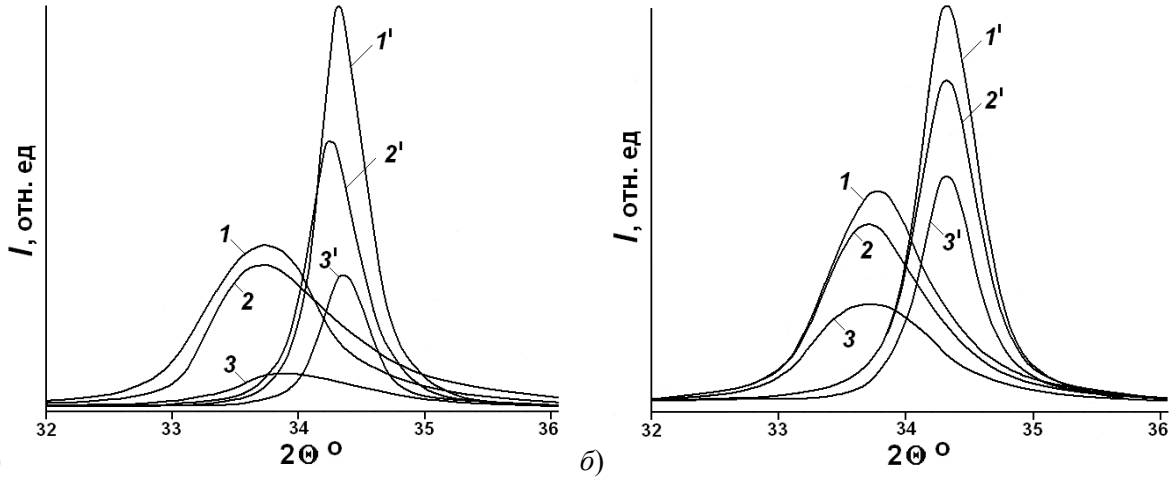


Рис. 4. Рентгеновские дифрактограммы в области углов 2θ=32–36° пленок ZnO толщиной 1,5 мкм, выращенных на подложках из плавленого кварца: а) 1–3 – после получения при электрическом смещении на подложке:–10 В (1); –3 В (2); +3 В (3); 1'–3' – после отжига; б) 1–3 – после получения при различных величинах и конфигурации магнитного поля распылительной системы; 1'–3' – после отжига.

Размер кристаллитов пленок ZnO после отжига увеличивался и становился равным ~15–45 нм, а разориентация кристаллитов – 0,5–3,5°. Параметры решетки пленок после отжига становились, в зависимости от условий отжига, равными: a=0,3248–0,3258 нм, c=0,5211–0,5236 нм (теоретические значения – a=0,3215 нм, c=0,5205 нм). Подобное изменение параметров решетки пленок ZnO объясняется не внутренними напряжениями, а созданием сильно неравновесной концентрации междоузельных атомов Zn, как одного из основных типов собственных дефектов в ZnO [7]. Последнее подтверждается и изменением цветности пленок ZnO при отжиге, обусловленной электронными дефектами.

При повышенных температурах при использовании монокристаллической подложки из сапфира (Al_2O_3), ориентированного по плоскости (01$\bar{1}$2), наблюдался эпитаксиальный рост в соответствии с ориентационным соотношением Al_2O_3(01 $\bar{1}$ 2)[0 $\bar{1}$ 11]/ZnO(11 $\bar{2}$ 0)[0001] (рис. 5,*а*). Дифрактограмма качания, полученная для отражения 11$\bar{2}$0 пленки ZnO после отжига (750 К, 2 ч), по виду приближается к кривой качания для монокристаллов ZnO (рис. 5,*б*). Эпитаксиально пленки ZnO росли также на подложках: Al_2O_3(0001), Al_2O_3(21$\bar{1}$0), SiC{0001}, Si{100}, Si{110}, Si{111}, алмаз(111) и других.

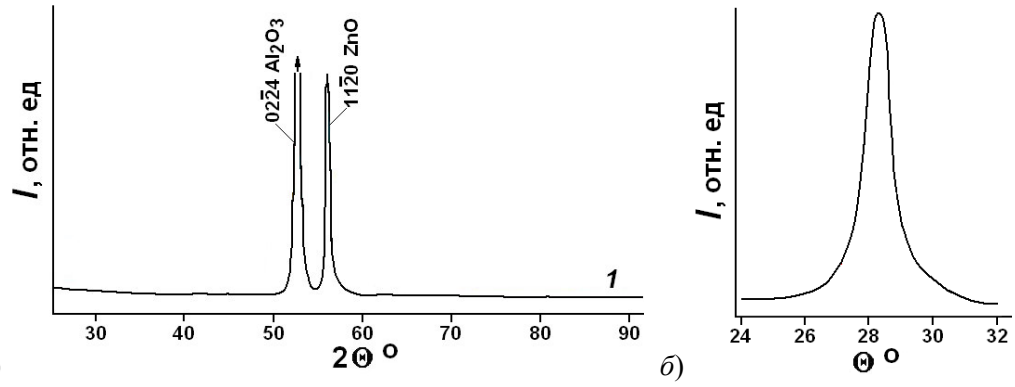


Рис. 5. а) Рентгеновская дифрактограмма пленки ZnO, выращенной на подложке A1$_2$0$_3$(01$\bar{1}$2). б) Дифрактограмма качания отражения 11$\bar{2}$0 (пленка ZnO после отжига на воздухе).

Пленки ZnO, выращенные ПТ-магнетронным распылением, имели удельное электрическое сопротивление 10^6–10^8 Ом·см. Для пленок ZnO толщиной 2 мкм (слоистая структура поликор/ZnO), были измерены температурные зависимости продольной проводимости $G(1/T)$ в интервале температур 600–900 К. По зависимости $G(1/T)$ определены энергии активации проводимости (E) исходных пленок ZnO (E=0,58 эВ) и пленок после отжига (E_1=0,17 эВ; при температурах < 800 К E_2=0,70 эВ).

Заключение

На подложках из аморфных, поликристаллических и монокристаллических материалов реактивным магнетронным распылением выращены пленки ZnO с упорядоченным строением кристаллической фазы. При определенных параметрах процесса на подложках монокристаллических материалов происходил эпитаксиальный рост. Параметры решетки пленок были выше теоретических за счет высокой неравновесной концентрации междоузельных атомов Zn. Увеличению степени кристалличности и упорядочению строения кристаллической фазы пленок ZnO способствует отжиг на воздухе.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 16-07-00464 и 18-07-00282).

Литература

1. Santiago K.C., Mundle R., White C., Bahoura M., Pradhan A.K. Infrared metamaterial by RF magnetron sputtered ZnO/Al:ZnO multilayers // AIP Advances 8, 035011 (2018); doi: 10.1063/1.5024900.
2. Makino H., Shimizu H. Influence of crystallographic polarity on the opto-electrical properties of polycrystalline ZnO thin films deposited by magnetron sputtering // Applied Surface Science. 2018. V. 439. P. 839–844.
3. Pang H.F., Garcia-Gancedo L., Fu Y.Q., Porro S., Gu Y-W., Luo J., Zu X-T., Placido F., Wilson J.I., Flewitt A., Milne W. Characterization of the surface acoustic wave devices based on ZnO/nanocrystalline diamond structures // Physica status solidi (a). 2013. V/ 210 № 8. P. 1575–1583.
4. Белянин А.Ф., Самойлович М.И., Кривченко В.А., Пащенко П.В., Суетин Н.В., Тимофеев М.А. Наноструктурированные пленки ZnO в зеркалах и датчиках УФ излучения // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 8. С. 9–14.
5. Белянин А.Ф., Самойлович М.И., Пащенко П.В., Багдасарян С.А. Слоистые структуры алмазоподобный углерод/AlN(ZnO) в устройствах на поверхностных акустических волнах // Системы и средства связи, телевидения и радиовещания. 2004. № 1–2. С. 58–63.
6. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С. Слоистая структура на основе пленок поликластерного алмаза и AlN для устройств на поверхностных акустических волнах // Успехи современной радиоэлектроники. 2017. № 3. С. 30–38.
7. Крегер Ф. Химия несовершенных кристаллов. М.: Мир. 1969. 654 с.

Получение тонкопленочных покрытий AlN методом дугового осаждения в вакууме и исследование их свойств

С. А. Дубинин, С.В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5, кафедра МТ-11
E-mail: serjio047@gmail.com

Приведены возможные области применения покрытий нитрида алюминия. Кратко рассмотрены методы получения тонкопленочных покрытий AlN и оборудование, позволяющее получить данные покрытия методом дугового осаждения в вакууме. Проведены эксперименты по получению этих покрытий. Оценены значения коэффициентов пропускания на различных длинах волн и для различных толщин пленок. Сделаны выводы о влиянии толщин покрытий на значения коэффициентов пропускания полученных тонкопленочных структур.

Obtaining of AlN thin films by arc deposition in vacuum and analysis of their properties. S.A. Dubinin, S.V. Sidorova. *The fields of application of aluminum nitride coatings are given. The article briefly describes methods of AlN coatings formation and the equipment for coating by arc deposition of films. Experiments for making these coatings are carried out. The values of transmission coefficient on different wavelengths are measured. Conclusions are drawn about the effect of thin film thickness on transmission coefficient.*

Введение

Нитрид алюминия обладает отрицательным электронным сродством и относится к таким уникальным материалам, в которых процесс эмиссии электронов в вакуум с его поверхности не ограничен потенциальным барьером. В настоящее время существуют результаты исследований о возможности применения нитрида алюминия как эффективного эмиттера электронов – холодного катода вакуумных и газоразрядных устройствах [1].

Нитрид алюминия – материал с ковалентными связями, имеющий гексагональную кристаллическую структуру, которая является аналогом структуры сульфида цинка, известной как вюрцит. Благодаря физическим свойствам нитрид алюминия является одним из самых перспективных для различных областей науки и техники. Применение нитрида алюминия достаточно широко: от упрочняющего покрытия, материала для изготовления высокотеплопроводной керамики, материала из нановолокна и до применения в микро- и оптоэлектронике.В области микро- и оптоэлектроники этот материал вызывает интерес из-за уникальных свойств. Нитрид алюминия – это полупроводник с шириной запрещенной зоны 6,2 эВ, коэффициентом теплового расширения $6 \cdot 10^{-6}$ $К^{-1}$, длиной волны излучающего слоя 210 нм.

Изготовление светодиодов является одной из наиболее важных и востребованных областей микроэлектроники. Обычные светодиоды видимого спектра уже давно заполонили всевозможные области науки, техники и повседневной жизни, на деле доказав свои преимущества перед обычными лампами накаливания и прочими источниками излучения. В то же время, область ультрафиолетовых светодиодов не является хорошо изученной, но данный вид излучения является сильно востребованным в разделах науки и техники, в которых до сих пор используются устаревшие источники УФ-излучения. В связи с чем появилась идея для отработки режимов реализации, а в последствии и создании УФ-светодиодов на базе нитрида алюминия.

Выбор метода получения покрытий AlNв вакууме

Существует большое количество методов получения тонких пленок в вакууме. Рассмотрим те методы, с помощью которых возможно получить пленки нитрида алюминия для излучающего слоя чипа светодиода. К таким методам относятся:

- магнетронное распыление;
- дуговое осаждение;

– лазерное испарение.

На рис. 1 представлена принципиальная схема реализации метода магнетронного распыления в вакууме.

Сущность метода заключается в выбивании (распылении) атомов вещества из поверхностных слоев мишени высокоэнергетичными ионами рабочего газа (обычно инертного Ar). Ионы образуются в газовом разряде при давлении Рр.г. = $10–5·10^{-2}$Па и ускоряются до энергии 0,7–5 кэВ вследствие приложения к мишени отрицательного потенциала в 0,7–5 кВ. Распыленные из мишени атомы осаждаются в виде тонкой пленки на подложки [2].

Достоинствами метода осаждения тонких пленок магнетронным распылением являются универсальность (можно наносить металлы, сплавы, диэлектрики, магнитные композиции), регулируемая скорость осаждения V_o и относительно простая конструкция. К недостаткам относятся невысокая чистота осаждаемой пленки (из-за наличия рабочего газа), низкая и нерегулируемая энергия осаждаемых частиц Е.

На рис. 2 представлена принципиальная схема реализации метода лазерного испарения.

Сущность метода заключается в осаждении пленок при импульсном воздействии на него лазерного излучения или электронного пучка. Продукты взрыва с большой скоростью (энергия частиц Е составляет 1–10 эВ) переносятся к подложке (детали) и конденсируются на ее поверхности в виде тонкой пленки [1].

Достоинством метода является высокая скорость осаждения V_o и хорошая адгезия тонкопленочного покрытия, однако его применение ограничено сложностью реализации и большой неравномерностью толщины пленки, что в случае наноразмерных толщин особо критично.

На рис. 3 представлена схема реализации метода дугового осаждения покрытий.

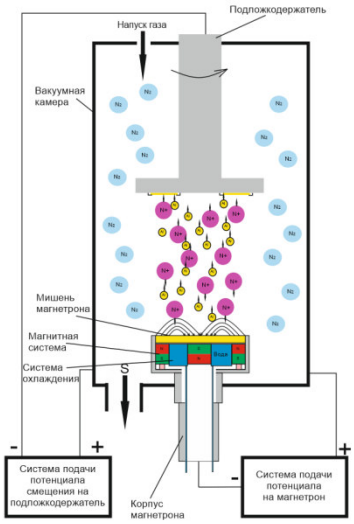


Рис. 1. Магнетронное распыление.

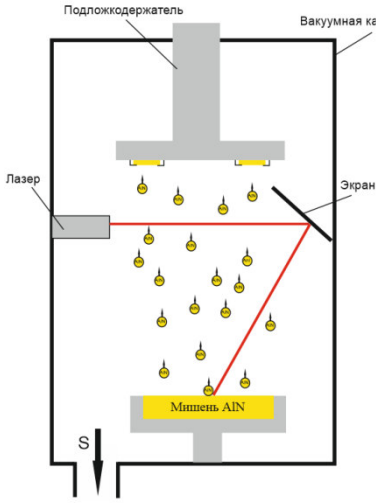


Рис. 2. Лазерное испарение.

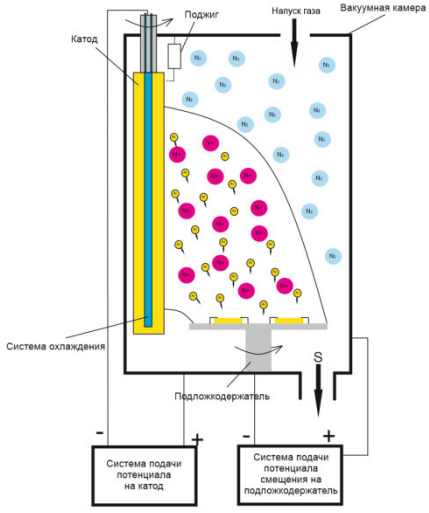


Рис. 3. Дуговое осаждение.

Сущность метода заключается в эрозии вещества в сильноточных дуговых разрядах, образовании ионизированной паровой фазы (20 - 100 % ионов), переносе ее с большой скоростью (энергия частиц Е – до 10 эВ) и конденсации на поверхности подложки [2].

К достоинствам метода осаждения тонких пленок дуговым разрядом в вакууме относятся: практически неограниченная электрическая мощность; высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц $K_и$; возможность получения пленок сплавов, окислов, нитритов, карбидов и т.п., причем, как путем использования мишеней из этих материалов, так и реактивным методом; отсутствие необходимости в дополнительном газе для ионизации; скорость осаждения V_o - максимально возможная (ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации). Недостатками являются наличие в потоке осаждаемого

вещества капельной фазы, нерегулируемая энергия частиц E и относительная сложность конструкции дуговых источников.

Помимо данных, приведенных в описании каждого из методов, которые применяются для формирования тонкопленочных структур, была проведена оценка прочности сцепления покрытия. Высокая адгезия является одной из наиболее важных качественных характеристик тонких пленок. Итоговый анализ методов формирования покрытий приведен в таблице 1.

Таблица 1. Анализ методов формирования тонкопленочных структур AlN.

Название метода	**Рабочее давление, [Па]**	**Скорость осаждения, [нм/с]**	**Энергия частиц, [эВ]**	**Прочность сцепления σ, [МПа]**	**Сложность конструкции**
Магнетронное распыление	10^{-5}-10^{-2}	10-500	3-5	до 150	Да
Дуговое осаждение	10^{-5}-10^{-2}	1-5000	1-10	до 310	Нет
Лазерное испарение	10^{-7}-10^{-5}	1-500	0,1-0,3	до 100	Да

Исходя из проведенного обзора методов нанесения покрытий в вакууме и требований к ним, делаем вывод, что для проведения дальнейших исследований наиболее подходящим является метод осаждения покрытий дуговым разрядом, так как этим методом достигаются наилучшая адгезия, наивысшая скорость осаждения, чистота покрытия, а так же данная система является наиболее простой в реализации.

Технологическая база для проведения исследований

Осаждение пленок нитрида алюминия проводили на установке PLATIT π80, которая предназначена для нанесения покрытий при помощи метода дугового испарения, применяющегося в основном для нанесения упрочняющих и износостойких покрытий на инструментальные и быстрорежущие стали, а также твердые сплавы. Материалы наносимых покрытий: TiN, SuperTiN, UniversAl®, TiAlN, TiCN, Ti2N, AlTiN, AlTiN, ZrN, CrN, CrTiN, AlCrN, TIAlCN, CROMVIC®, GRADVIC®, nACo®, nACRo®, nACVIc® [2].

Установка представляет собой единую конструкцию, все элементы которой собраны на раме. Камера (рис. 4) установки имеет коробчатую форму с фронтальной дверью на петлях.

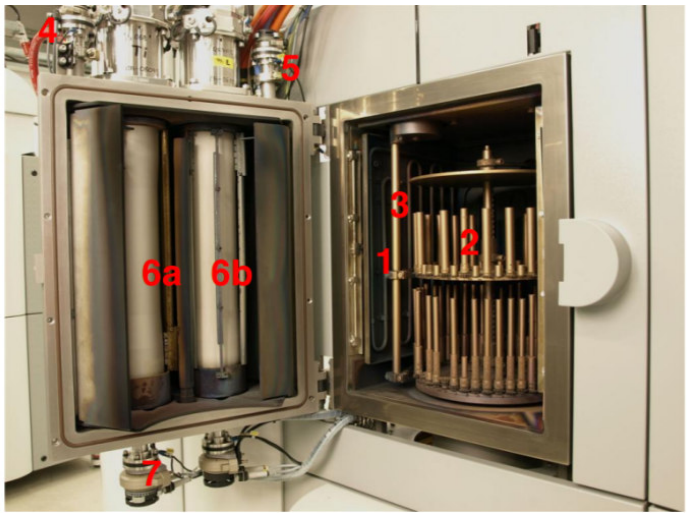


Рис. 4. Внутренние элементы камеры.
1 – нагреватель, 2 – карусель,3 – держатель храповиков, 4 – система охлаждения катода, 5 – ударник, 6a – катод 1, 6b – катод 2, 7 –приводы заслонки.

В камере расположена карусель, осуществляющая планетарное вращение образцов. Имеющаяся система нагрева обеспечивает необходимую температуру в процессе нанесения (до 550 °С). Осаждение покрытий осуществляется двумя цилиндрическими дуговыми испарителями, оснащенными заслонками. Управление установкой происходит посредством системы управления в полностью автоматическом или ручном режимах.

Проведение исследований и обсуждение результатов

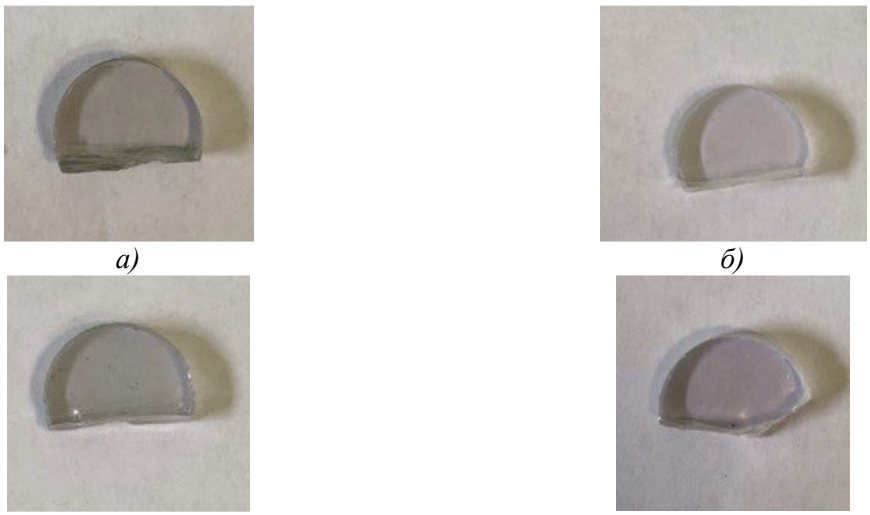
Нанесение покрытий производили на подложки из кремния, ситалла и кварцевого стекла. Перед каждым процессом производили необходимую для получения качественного результата очистку камеры и образца. Параметры технологического процесса приведены в таблице 2.

Таблица 2.Параметры процесса

Параметр процесса\№ образца	**1**	**2**	**3**	**4**
Время нанесения, [с]	480	192	480	192
Температура подложки, [ºС]	350			
Сила тока на катоде, [А]	110	80	80	110
Напряжение на подложке, [В]	75			
Скорость распыления азота, [sccm]	180			
Давление в камере, [мбар]	$1*10^{-3}$			

В результате нанесения покрытий нитрида алюминия на разные подложки получили серии образцов, по которым были оценены размерные, оптические и структурные характеристики покрытий.

Фотографии полученных тонкопленочных покрытий на кварцевом стекле приведены на рис. 5.



а) *б)*

в) *г)*

Рис. 5. Фото покрытий AlN разной толщины на подложках из кварцевого стекла. а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4

Измерение толщин покрытий проводили с помощью профилометраTR220. В таблице 3 приведены значения толщин покрытий для всех четырех образцов.

Таблица 3. Результаты измерений толщин покрытий

№ образца	**Толщина, [нм]**
1	500
2	150
3	430
4	180

Измерение коэффициентов пропускания проводили на спектрофотометре Photolab 6600uv-vis. Данный спектрофотометр показывает зависимость значений коэффициента пропускания от различных длин волн излучения в диапазоне 150–500 нм. В результате измерений были получены графики, приведенные на рис. 6.

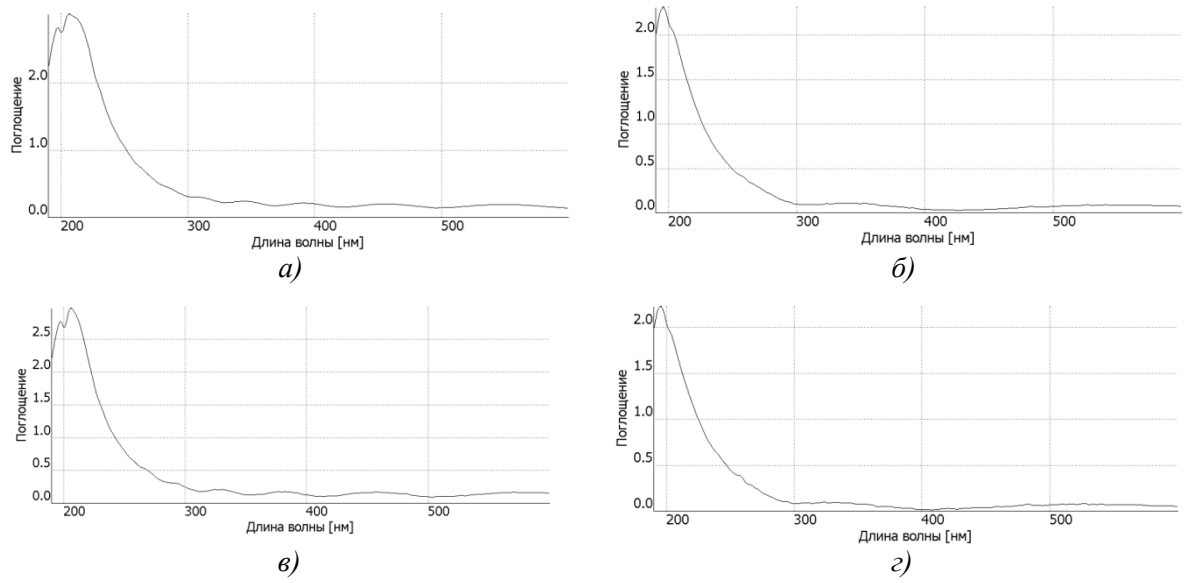


Рисунок 6. Зависимость коэффициента пропускания от длины волны для покрытийAlN разной толщины. а – образец №1; б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4

Полученные результаты свидетельствуют о влиянии толщины тонкопленочных структур нитрида алюминия на коэффициент пропускания данных пленок. Основным критерием, определяющим толщину покрытий, является время нанесения. Время нанесения покрытий попарно равно для образцов 1 и 3, 2 и 4. В результате данные образцы получились сравнимых толщин. Также, исходя из полученных зависимостей коэффициентов пропускания, видно, что характер зависимости практически идентичен у образцов 1 и 3, 2 и 4, но различается между этими парами. А именно, у образцов 1 и 3 пик наблюдается при излучении с длиной волны 210 нм, а у образцов 2 и 4 при излучении с длиной волны 180 нм. Данные наблюдения позволяют сделать вывод о том, что значение коэффициента пропускания зависит от толщины тонкопленочных покрытий.

Заключение

В ходе проделанной работы проведены обзор и анализ методов получения покрытий нитрида алюминия. На установке PLATIT π80 методом дугового испарения сформированы покрытия нитрида алюминия на подложках из кварцевого стекла, кремния и ситалла.

Тонкопленочные покрытия нитрида алюминия исследованы на атомно-силовом микроскопе, профилометре и спектрофотометре. Сделан вывод о зависимости коэффициентов пропускания от толщины покрытий.

В дальнейшей работе планируется получение взаимосвязей геометрических и структурных характеристик покрытия и оптических параметров.

Литература

1. Суховский В.Н., Коржавый А.П., Кочурихин В.Е. Нитриды переходных металлов – перспективные матералы для долговечных пленочных катодов // Электронная техника. Сер. Материалы. – 1989. – Вып. 6. – С.70-71.
2. Панфилов Ю.В. Нанесение тонких пленок в вакууме // Технологии в электронной промышленности. 2007. № 3. С. 76–80.
3. Руководство по эксплуатации Platitπ80, 2003-2011.

4. Дубинин С. А., Баклыков Д. А. Формирование тонкопленочных покрытий на установке PLATIT π80. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 4 – 7 апреля, 2017, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2017.– № гос. регистрации 0321701287.– URL: studvesna.ru?go=articles&id=1896 (дата обращения: 30.05.2017).– Загл. с экрана.

Стенд контроля начальных стадий роста металлических островковых тонких пленок и наноструктур и отработка режимов их формирования

А. А. Исаева, М. А. Пронин, С. В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5, кафедра МТ-11
E-mail: sidorova_bmstu@mail.ru

Приведены области применения и преимущества использования островковых тонких пленок и наноструктур для областей науки и техники. Для контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий организован стенд, представлены базовые экспериментальные исследования. Проведена отработка режимов формирования тонкопленочных покрытий. Построена математическая модель зависимости геометрических параметров пленки от параметров процесса.

RND tool for investigation of initial phases of metal island thin films and nanostructures growth and their formation modes testing. A.A. Isaeva, M. A. Pronin, S. V. Sidorova. *The application and advantages fields of the island thin films use and nanostructures for science and technology are presented. RND tool for investigation of initial phases of metal island thin films and nanostructures growth is created, basic experimental studies are presented. Thin-film coatings formation mode testing was carried out. The math model of film geometrical parameters dependence on process parameters is constructed.*

Введение

В условиях непрекращающейся гонки за размерами полупроводниковых устройств мы приближаемся к технологическому пределу, необходимы новые методы, конструкции миниатюрных устройств, которые будут функционировать на основе квантовых эффектов, эффектов интерференции [1].

Одним из способов реализации новейших устройств являются островковые тонкие пленки (ОТП) и наноструктуры (ОНС). Островковые наноструктуры, предназначенные для применения в качестве элементов электронных устройств, должны быть в конечном итоге размещены на подложке. Свойства ансамблей осажденных частиц сильно зависят от характера их распределения по подложке. Этому вопросу в последнее время уделяют большое внимание. Особый интерес вызывает возможность осаждения упорядоченных структур, построенных из наночастиц, которые могут служить миниатюрными электронными и/или оптоэлектронными устройствами: элементами памяти, лазерами и светодиодами в ближнем ИК-диапазоне, фотоприемниками для среднего ИК-диапазона, однофотонными приемниками, однофотонными генераторами, одноэлектронными транзисторами, экранами, переключателями др. [1].

Отличие свойств малых частиц (наноструктур) от свойств массивных образцов было замечено уже давно и используется в самых разнообразных технических приложениях. Размерные эффекты, которые проявляются в материалах и структурах на нанометровом уровне, в отличие от массивных образцов до сих пор не все обнаружены, но очень широк спектр

применения. По нескольким примерам можно судить насколько обширны приложения свойств наноразмерных частиц.

Например, ОТП увеличивают прозрачность поверхностей стекол оптических приборов космических аппаратов [2]. Используются ОНС для создания экранов цифровых и буквенно-цифровых индикаторов; производства элементов памяти [3]. Кроме того, тонкопленочные покрытия используются в газовых сенсорах для увеличения чувствительности. А изменяя газочувствительный слой и рабочую температуру, можно управлять селективностью и чувствительностью сенсора к различным компонентам [4, 5].Перспективное направление применения ОНС в микроэлектронике получили элементы памяти. К основным достоинствам такой памяти можно отнести энергонезависимость, высокое быстродействие, малые размеры ячейки записи информации, низкое энергопотребление [6, 7].

Также ОТП используются в качестве каталитических затравок для направленного выращивания углеродных нанотрубок (УНТ) [8].

Благодаря применению ОТП и ОНС для создания приборов и устройств микро- и наноэлектроники, увеличивается быстродействие, уменьшается энергопотребление. К преимуществам приборов и устройств на основе ОТП следует отнести миниатюризацию, снижение энергопотребления и увеличение быстродействия.

Для создания приборов и устройств на основе массива островковых структур необходимо знать латеральные размеры островка, так как от размера и формы зависят свойства прибора. Способом контроля островковых наноструктур во время их роста является контроль туннельного тока между островками, возникающего при росте.

Описание стенда контроля начальных стадий роста островковых тонкопленочных покрытий

Для проведения эксперимента по измерению тока во время нанесения тонкой пленки необходимо сформировать на подложке контактные площадки из меди. Контактные площадки формируются при помощи метода термического испарения. На подложку, на которой надо их сформировать, кладется маска в виде кусочка такого же ситалла зеркальной поверхностью к зеркальной с требуемыми размерами. Контактные площадки могут быть сформированы любым методом нанесения, однако площадки, полученные методом магнетронного распыления, имеют лучшую адгезию к поверхности подложки, и меньше истираются в случае повторного использования образцов.

После нанесения контактных площадок, подложка устанавливается на подложкодержатель и к медным контактам крепятся электроды. Электроды представляют собой медные провода с маленькими медными пластинками на концах. Пластинки припаяны к проводам. Пластинки вырезаны из листа меди толщиной 1 мм, отшлифованы.

Пластинки прижимаются к площадкам при помощи зажимов типа «крабик». Во избежание замыкания подложкодержателя и электродов через зажимы, «губки» зажимов прокладывают полиимидным скотчем.

Осаждение меди на ситалловые подложки проводили методом термического испарения в вакууме. Для проведения эксперимента необходимо подключить пикоамперметр к диэлектрической подложке через токовводы, установленные в верхнем фланце, собранном ранее. Схема подключения представлена на рис. 1. Блок питания позволяет ограничивать максимальное значение тока (ток короткого замыкания), что оберегает пикоамперметр от возможной поломки.

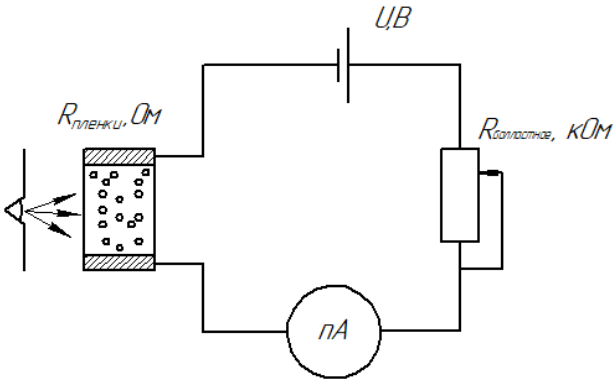


Рис. 1. Схема контроля тока впроцессе нанесения ОТП.

Стенд (рис. 2) контроля роста начальных стадий формирования тонкопленочных покрытий в вакууме был организован на базе малогабаритной модульной установки УВН-1М.



Рис. 2. Стенд контроля начальных стадий роста ОТП.

Проведя подготовительные работы, производят запуск установки. Откачка вакуумной камеры происходит до давления $6{,}3\cdot10^{-5}$мбар. Включается блок питания модуля термического испарения, медь в молибденовом испарителе конденсируется в капельку. Через какое-то время начинает происходить интенсивное испарение меди. Оператор может это понять по яркому свету в камере, резкому повышению давления (на $0{,}5\cdot10^{-5}$мбар).

После начала интенсивного испарения оператор открывает заслонку и одновременно с этим включает запись пикоамперметра. В случае достижения тока короткого замыкания, блок питания начинает автоматически снижать напряжение, оставляя ток неизменным. Заслонка закрывается, остатки меди выпариваются. Пока камера разгерметизируется, данные с

пикоамперметра передаются на ПК в программу ExceLINX согласно инструкции. После открытия камеры подложка с нанесенной пленкой извлекается для дальнейшего исследования топологии (рис. 3) на атомно-силовом микроскопе (АСМ).

Данные в программе обрабатываются, строится диаграмма в координатах количество измерений-значение (рис. 4).

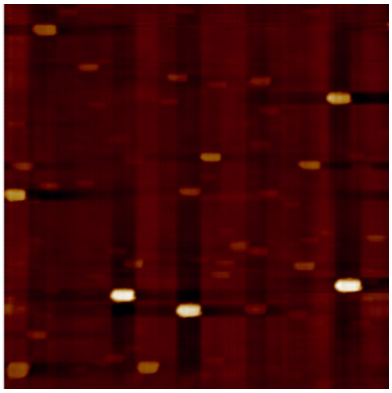


Рис. 3. АСМ-изображение структуры ОТП (размер скана 50х50 мкм).

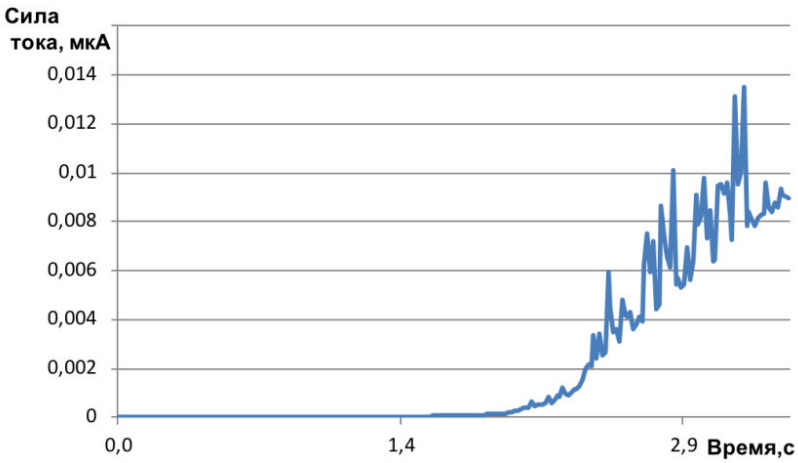


Рис.. 4. Диаграмма изменения силы тока во времени в процессе нанесения покрытия из меди.

Особый интерес вызывают характерные пики на зависимости тока от времени процесса. Измерение тока начинается с момента открытия заслонки. Пикоамперметр фиксирует первые сигналы, спустя 1,5 секунды с момента нанесения покрытия. Очевидно, что чем ближе находится испаритель к подложке, тем быстрее происходит процесс роста пленки, а значит, и раньше начинается фиксирование изменения значений тока. Пики на диаграмме свидетельствуют от множественных этапах коалесценции островков в начальных стадиях роста тонкопленочного покрытия.

Для проведения экспериментальных исследований были выбраны технологические параметры, которые влияют на выходную характеристику покрытия – толщина (для сплошного покрытия) или латеральный размер (для несплошной, островковой, пленки). Такими параметрами являются время процесса и расстояние испаритель–подложка.

Проведение экспериментов и обработка результатов

В вакуумной камере 1 (рис. 5) происходит напыление тонкой пленки. К подложкодержателю 2 прикреплена подложка 3, на которую будет осаждаться испаряемый материал 4 (в данном случае – медь). Этот материал находится на испарителе 5, который нагревается посредством резистивного нагрева через токовводы 6, находящиеся на расстоянии

h (мм) от подложкодержателя. Процесс нанесения происходит в течение времени t (с) и под давлением P (Па).

Проведены 4 эксперимента (рис. 6) со следующими входными параметрами, представленными в таблице.

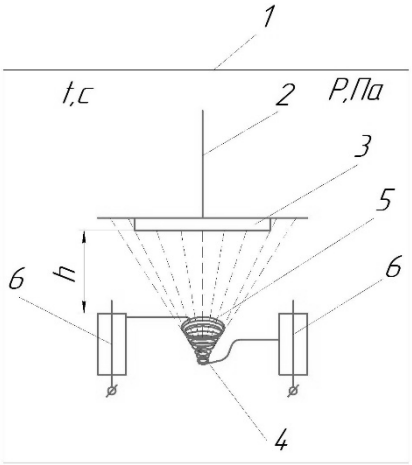


Рис. 5. Схема эксперимента.



Рис. 6. Образцы ситалла с медным покрытием (от 1 до 4 слева-направо).

Для того, чтобы измерить толщины пленок, необходимо было измерить «ступеньку», то есть границу между сформированнымпокрытием и подложкой. В каждом образце сделаны три измерения: внизу, в центре, вверху сканируемой области (90x90 мкм).В результате были получены АСМ-изображения, которые потом были исследованы с помощью специального программного обеспечения (рис. 7). В результате анализа топологий и измерения толщины были получены следующие данные, представленные в таблице.

Значения толщины покрытия от параметров процесса

№ образца	Расстояние от источника до подложки h, мм	Время процесса нанесеният, с	Высота ступеньки внизуY1, нм	Высота ступеньки в центреY2, нм	Высота ступеньки вверхуY3, нм
1	35	30	20	40	60
2	35	60	750	800	850
3	65	30	150	180	200
4	65	60	550	600	600

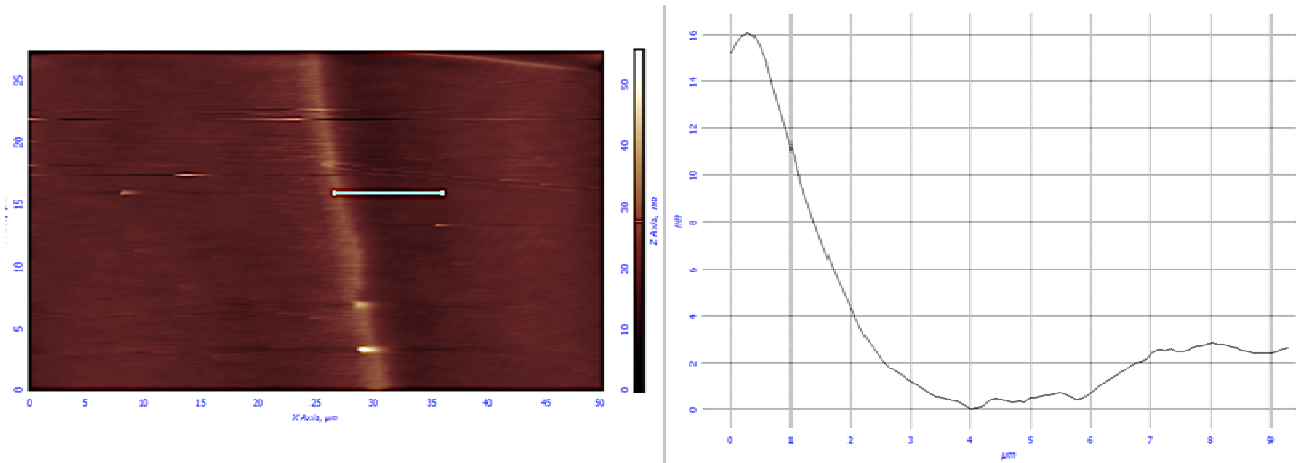


Рис. 7. АСМ-изображение «ступеньки» и график измерения толщины покрытия (высоты «ступеньки»).

В результате проведения и обработки результатов экспериментов получена математическая модель: $Y = 400 + 292X_2 - 89X_1X_2$, где X_1 - расстояние от источника до подложки, X_2 – время процесса.

В результате анализа полученных данных эксперименты оказались воспроизводимы, адекватность модели подтвердилась.

Отметим, что фактор расстояния оказался незначимым, вероятно, из-за малого интервала варьирования. Необходимо понизить нижнюю границу. Существенное влияние оказал фактор времени: при его увеличении толщина пленки увеличивается, что сходится с физической стороной рассмотрения полученной математической модели. Влияние взаимодействия факторов также значимо, так как варьируя двумя параметрами, можно оказать влияние на выходной параметр – толщину пленки.

Заключение

В ходе проделанной работы проведен обзор областей применения и преимуществ островковых тонких пленок и наноструктур.

Подготовлен и налажен стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий в вакууме, проведены базовые экспериментальные исследования, получены зависимости изменения силы тока в процессе нанесения медной тонкой пленки на ситалловые подложки.

Полученные образцы исследованы на атомно-силовом микроскопе, измерены их геометрические характеристики.

В целях отработки режимов построена математическая модель зависимости толщины покрытия от параметров процесса нанесения – время и расстояние испаритель-подложка.

В дальнейшей работе планируется получение взаимосвязей геометрических и структурных характеристик островковых наноструктур и параметров процесса.

Литература

1. Сидорова, С.В. Расчет технологических режимов и выбор параметров оборудования для формирования островковых тонких пленок в вакууме: Автореф. дис. … канд. техн. наук: 05.27.06: защищена 27.10.2016/Сидорова Светлана Владимировна. − Москва, 2016. − 16 с.
2. Логунов А.Е. Оптические методы исследования металлических наночастиц на поверхности прозрачных диэлектриков. Дисс. канд. физ.-мат. наук. Санкт-Петербург, 2009.
3. Чиров А.А., Белякова Н.Г. Изменение прозрачности тонких пленок цезия на поверхности стекла оптических приборов космического аппарата // Поверхность. Рентгеновские, синхронные и нейтронные исследования. 2013. No. 12. С.98.
4. FindPatent.ru [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.findpatent.ru/patent/231/2312421.html. – Катодолюминесцентный экран. – (дата обращения: 09.03.2018).
5. Кабанов Д.Г., Поляков Ю.А. Повышение чувствительности химических сенсоров контроля оксида углерода в воздухе // Пожары и чрезвычайные ситуации: предотвращение, ликвидация. 2014. No. 2. С. 11-17.
6. Microfor.ru: [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.microfor.ru/publications/doklad_gurz_97.htm. – Интегральный металлооксидный газовый сенсор. – (дата обращения: 09.03.2018).
7. Смирнов В.А. Нанолитография элементов наноэлектроники на основе оксида титана // Известия Южного федерального университета. Технические науки. 2016. С. 27-40.
8. Пилипец И.В., Нагайчук С.Г. Элемент памяти мемористорного типа на основе пленок TiO2 нанометровой толщины. // Электронные средства и системы управления. 2014. No 1. С. 107-110.

Металлические тонкопленочные покрытия для солнечных панелей

А. Д.Купцов, С. В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, кафедра МТ-11
E-mail: alex-kouptsov@yandex.ru

Рассмотрены преимущества солнечной энергетики. Показана структура однокаскадного солнечного фотоэлемента (ФЭ). Выбран материал металлизации контактного слоя –нижнего электрода ФЭ. Выбран метод получения контактного слоя (КС). Построена математическая модель, описывающая зависимость получения КС от влияния параметров времени и расстояния.

Thin film metal coatings for solar panels. A. D. Kuptsov, S. V. Sidorova. *The advantages of solar energy are considered. The structure of a single-stage solar cell is shown. The metallization material of the contact layer – the lower electrode of the solar cell – is selected. The method of obtaining the contact layer is selected. A mathematical model describing the dependence of the contact layer on the influence of time and distance parameters is constructed.*

Введение

Для преобразования энергии используют множество различных конвертеров, в которых содержится большое число элементов микро- и наноэлектроники. В частности, для преобразования солнечной энергии в тепловую или электрическую используют солнечные панели на основе фотоэлементов или многие другие каскады солнечных панелей.

Солнечная энергия позволяет получать энергию тепловую и электрическую многими способами. К основным типам относятся: фотоэлементы, концентраторы солнечной энергии (параболический и объемный), солнечные коллектора, фотохимические элементы.

Фотоэлемент – элемент, состоящий из двух соединенных между собой кремниевых пластин. Свет, попадающий на верхнюю пластину, выбивает из нее электроны, посылая их на нижнюю пластину. Благодаря p–n-переходу, создается ЭДС элемента. Последовательно соединенные элементы являются источником постоянного тока. Несколько объединенных фотоэлектрических преобразователей представляют собой солнечную батарею.

Поскольку использование фотоэлементов является наиболее распространенным и доступным методом, далее рассмотрим данный метод преобразования более подробно.

На рис. 1 рассмотрены преимущества солнечной энергетики над остальными видами преобразования энергии в электричество [1].



Рис. 1. Преимущества солнечной энергетики.

Наиболее важными преимуществами являются: обильность и постоянство, низкие расходы и бесшумность, а также экологическая чистота.

Таким образом, данная область исследования является очень перспективной и полезной для современного общества.

Описание структуры фотоэлемента

При анализе фотоэлемента была рассмотрена однокаскадная структура солнечного элемента [2]. Для ее создания используют некоторые вакуумные методы нанесения покрытий. Необходимые толщины и методы получения покрытий приведены на рис. 2.

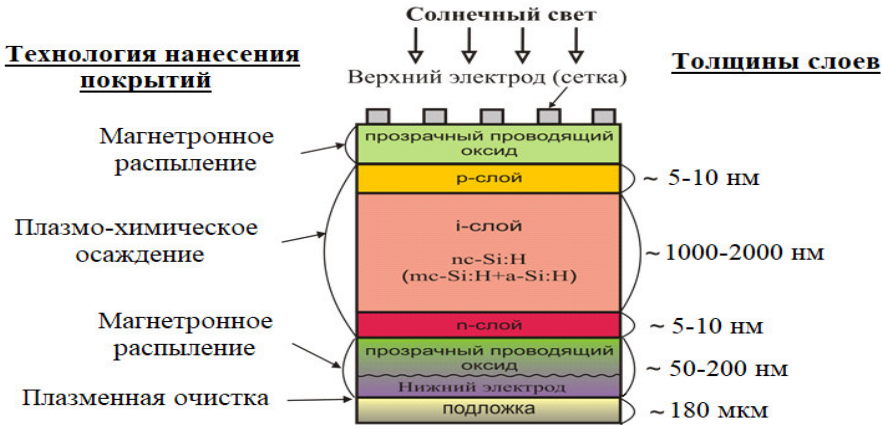


Рис. 2. Однокаскадная структура солнечного элемента [2].

Объектом исследования является нижний электрод. Для его создания можно использовать токопроводящие металлизированные тонкопленочное покрытия на основе меди, алюминия, серебра, золота.

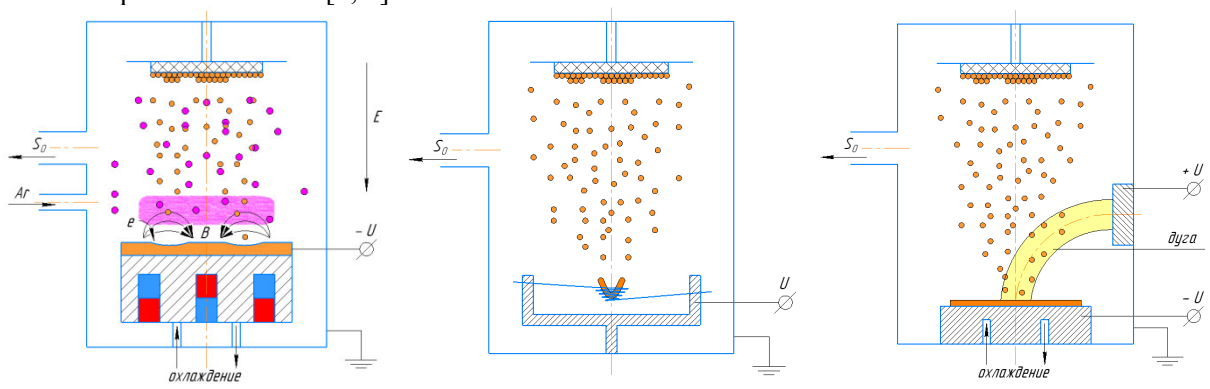
Выбор метода формирования токопроводящего слоя фотоэлемента

Проанализировав данные материалы, сталоочевидным, что некоторые металлы превосходят по качеству того или иного сравниваемого параметра (стоимость за единицу материала, плотность, удельная электропроводность и т.д.) медь, но при общем анализе в данный момент медь занимает лидирующее положение, поскольку среднее значение всех параметров является наивысшим.

Следовательно, для проведения дальнейших исследований получения контактного слоя для солнечных панелей и отработки режимов его формированиябудет использоваться медь.

Для получения необходимых структур – тонкопленочного покрытия из меди толщиной от 50 до 200 (нм) используют вакуумные методы получения данных структур.

На рис. 3 представлены три наиболее используемые вакуумные методы получения металлизированных слоев [3, 4].



а) *б)* *в)*

Рисунок 3. Методы формирования тонкопленочных покрытий
а – магнетронное напыление; б – дуговое распыление; в – термическое испарения

В таблице 1 представлены характеристики методов, схемы которых приведены на рис.3.

Таблица 1. Параметры и характеристики методов формирования тонкопленочных покрытий

Характеристика	Магнетронное напыление	Дуговое распыление	Термическое испарение
Давление запуска напыления (Па)	10^{-1}	10^{-3}	10^{-3}
Скорость осаждения (нм/сек)	5 … 20	10 … 150	25 … 125
Наличие капельной фазы	Нет	Да	Да
Равномерность покрытия	Хорошая	Низкая	Плохая
Загрязнение пленки	Малое	Существенное	Существенное
Адгезия пленок	Хорошая	Удовл.	Удовл.
Ресурс мишени	Многократное использование	Многократное использование	Единичное использование

– высокое значение параметра/характеристики
– среднее значение параметра/характеристики
– удовлетворительно значение параметра/характеристики

В данной работе скорость получения покрытия не является определяющим критерием, хотя скорость оправдывает чистоту и качество получаемого слоя. Отсутствие капельной фазы при магнетронном напылении увеличивает степень контроля со стороны оператора установки, поскольку процессы расплавления (скорость, вязкость) металла – не однозначны. Очевидно, что значения остальных параметров данного метода превосходят дуговой и термический метод.

Для последующего эксперимента будет использоваться метод магнетронного напыления, как обладающийнеобходимыми характеристиками получения хорошего токопроводящего покрытия в солнечных панелях: малая толщина покрытия, равномерная и чистая структура с малым коэффициентов неравномерности.

Проведение экспериментов и обсуждение результатов

Модуль магнетронного напыления установлен на установке УВН-1М, которая представлена на рис. 4. Это позволяет получать образцы на кафедре МТ11 «Электронные технологии в машиностроении» в МГТУ им. Н.Э.Баумана.

При процессе нанесения пленок на данной установке насос сухой спиральный обеспечивает в камере объёмом 2 литра низкий вакуум, датчик Пирани APG 2 обеспечивает контроль при предварительной откачке. При достижении определенного давления в камере включается турбомолекулярный насос, контролируемый датчиком широкодиапазонным WRG. Заслонка «бабочка» обеспечивает безопасность турбомолекулярного насоса. При достижении высокого вакуума можно подавать в камеру из баллона инертный газ аргон, после чего через управление программой на компьютере зажигается плазма на магнетроне. Питание установки обеспечивается электрическим шкафом.Процесс нанесения пленки меди методом магнетронного распыления – на рис. 5.

В качестве подложек в данной работе использовали диэлектрические подложки из ситалла (СТ-50-1). Для качественного измерения толщины полученной пленки подложка устанавливалась методом «ступенька» (рис. 6). Покрытие наносили на рабочую поверхность с шероховатостью не ниже 0,032 мкм.

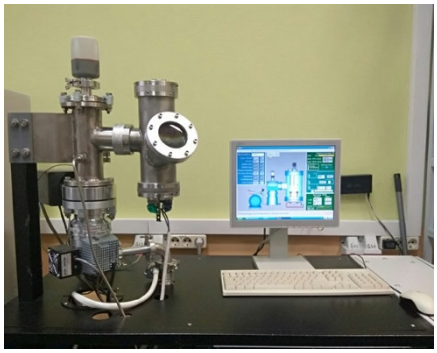


Рис. 4. Установка УВН-1М.

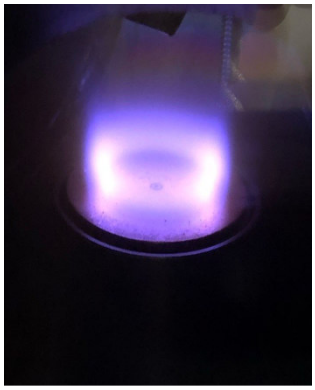


Рис. 5. Процесс нанесения покрытия методом магнетронного распыления.

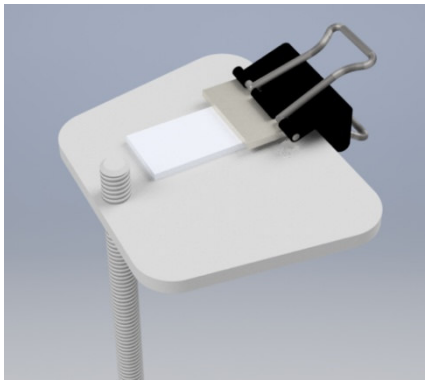


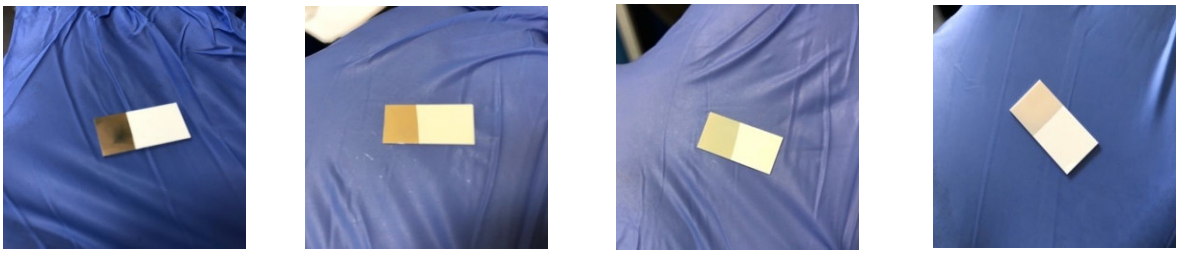
Рис. 6. Метод «ступенька». Подложка на подложкодержателе.

Были проведены эксперименты по отработке режимов напыления пленок с целью получения зависимости необходимой толщины покрытия от технологических параметров. Полученные подложки с нанесенными медными покрытиями представлены на рис. 7.

Условия и параметры процесса эксперимента представлены в таблице 2.

Таблица 2. Условия и параметры эксперимента магнетронного напыления.

Параметр эксперимента	Значение
Высота от мишени до подложки (мм)	30 … 60
Время напыления (сек)	180 … 360
Напряжение на источнике магнетрона (В)	1000
Сила тока на источнике магнетрона (мА)	20
Инертный газ	Аргон
Давление в камере до напуска инертного газа (мБар)	6,0E(-5)
Давление в камере в процессе напыления (мБар)	4,0E(-3)
Поток инертного газа в камеру (мВ)	1800



а) *б)* *в)* *г)*

Рис. 7. Образцы ситалла с тонкопленочными покрытиями меди
а – образец №1;б – образец №2; в – образец №3; г – образец №4.

Для обоснования воспроизводимости экспериментов была построена линейная математическая модель методом полного факторного эксперимента, описывающая зависимость толщины пленки от параметров процесса (расстояния от мишени до подложки, времени напыления) [5].

Толщина полученных образцов была измерена на профилометре-профиллографе TR-200. Измерения толщины для каждого образца проводили три раза в центре и по бокам

«ступеньки» для оценки повторяемости полученных значений. Наиболее «тонкое» покрытия получилось для образца 4 (время нанесения минимальное, расстояние от источника до подложки максимальное). Для образца 1 время нанесения было максимальным, а расстояние от источника до подложки минимальным, поэтому покрытия получилось наибольшей толщины из всей серии экспериментов.

Матрица планирования эксперимента представлена в таблице 3.

Таблица 3. Матрица планирования эксперимента

№ опыта	X0	X1	X2	X1X2	Y_1	Y_2	Y_3	Y_4	$Y_{ср}$	S^2
1	+1	+1	-1	-1	750	1180	850	920	925	33 767
2	+1	-1	-1	+1	500	750	800	690	685	17 233
3	+1	+1	+1	+1	137	117	98	156	127	627
4	+1	-1	+1	-1	78	94	70	83	81.25	101

После проведения необходимых расчетов и оценки коэффициентов математическая модель зависимости толщины покрытия от параметров процесса имеет вид:

$$Y = 455 + 71X1 - 350X2,$$

где X1 – фактор времени;X2 – фактор расстояния от источника до подложки.

Сравнение дисперсии адекватности и дисперсии воспроизводимости показало, что полученная математическая модель может адекватно описывать процесс роста толщины пленки в данной работе.

Проанализировав полученную математическую модель процесса, можно сделать вывод о том, что время распыления и расстояние от мишени до подложки влияют на толщину пленки, а их совместное влияние на модель не значительно.

Наибольший вклад вносит изменение расстояния от мишени до подложки (фактор расстояния в 4,91 раз значительнее фактора времени). Таким образом, именно увеличение расстояния между источником распыления и подложкодержателем сделает процесс получения более тонких пленок точнее и эффективнее.

Заключение

Представлены преимущества солнечной энергетики в сравнении с другими видами преобразования энергии в электричество. Проведенный анализ вакуумных методов формирования металлизированного слоя для нижнего электрода фотоэлемента показал, что наиболее подходящим является метод магнетронного распыления.

Проведена серия экспериментальных исследований формирования медного покрытия на ситалловой подложке методом магнетронного распыления, реализованного на установке УВН-1М. В результате обработки экспериментальных данных получена математическая модель, описывающая зависимость толщины медного покрытия для электродов фотоэлемента от параметров процесса (времени и расстояния от источника до подложки).

Литература

1. Преимущества и недостатки солнечных панелей. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://solarelectro.ru/articles/preimuschestva-i-nedostatki-solnechnoj-energii – Заглавие с экрана. – (Дата обращения:25.02.2018).
2. Организация производства тонкопленочных кремниевых солнечных модулей на гибких подложках на базе нового струйного плазмохимического метода. Презентация. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.myshared.ru/slide/821681/ – Заглавие с титульного листа. – (Дата обращения: 13.05.2018).
3. Панфилов Ю.В. Конспект лекций по курсу «Элионные процессы и нанотехнологии»:

Библиотека Наноинженерии.
4. Никитин М.М. Технология и оборудование вакуумного напыления. − М.: Металлургия, 1992.
5. Булыгина Е.В. Основы научных исследований. //Краткий конспект лекций.

О роли токовых слоев в плазме дугового разряда при образовании фрактальных агрегатов

Н.А. Смоланов
Саранск, Мордовский государственный университет им.Н.П.Огарева , ул. Большевистская, 68, smolanovna@yandex.ru

В работе представлен обзор результатов исследования структур дугового вакуумного разряда. Они осаждены на стенках вакуумной камеры. Проведен анализ процессов в низкотемпературной плазме дугового разряда, отвечающих, вероятно, за появление и рост фрактальных структур. В основе анализа лежат фундаментальные теоретические и экспериментальные результаты магнитной гидродинамики (плазмодинамики). Показано, что теория фрактала приобретает основную роль при объяснении коллективного поведения сложных систем.

The role of current layers in arc-discharge plasma by fractal units formation. N.A. Smolanov. *The paper presents a review of the investigation results of arc vacuum discharge structures. They are deposited on the walls of the vacuum chamber. The analysis of processes in a low-temperature plasma of an arc discharge, which are probably responsible for the appearance and growth of fractal structures, is carried out. The analysis is based on the fundamental theoretical and experimental results of magnetic hydrodynamics (plasmodynamics). It is shown that fractal theory acquires the main role in explaining the collective behavior of complex systems.*

Введение. К основным фундаментальным проблемам современной науки и технологии относится модификация поверхности и разработка многофазных нанокристаллических и аморфных слоев, придающих материалам новые свойства и функциональные возможности. Одними из методов их создания являются ионно-плазменные методы (вакуумно-дуговой метод, магнетронное распыление и т.д.) обработки поверхности твердого тела. Механизмы физических и химических процессов, протекающих как в источнике низкотемпературной плазмы (распыляемого катода), вблизи его, так и в поверхностном слое подложки и стенок вакуумной камеры при воздействии потока различных энергетических частиц (атомы, ионы, кластеры, макрочастицы и т.д.) до конца не выяснены. Исследование эволюции низкотемпературной плазмы дугового разряда при получении функциональных покрытий и модифицированных ионно-плазменным потоком поверхностей производится зондовыми, эмиссионными методами, а также изучением осажденных из плазмы структур.

Дуга как один из видов электрического разряда является предметом изучения в целом и катодного пятна в отдельности [1,2]. Она рассматривается как 1 - источник плазмы, 2 - объект магнитной электродинамики, 3 - источник заряженных и нейтральных микрочастиц в твердом и жидком состояниях, 4 – в процессах расширения вещества в вакуум и т.д. Основы технологических процессов в плазменных системах нанесения тонких пленок, в частности, дуговым и магнетронным методами, были заложены в работах создателя стационарного плазменного двигателя (СПД), основателя плазмооптических систем и в целом магнитной гидродинамики (МГД) А.И.Морозова. Говоря о многообразии вакуумных плазменных технологий он подчеркивал о недостаточном внимании к 2-м принципиальным моментам: «…созданию плазмы и ее гибели на стенках рабочего объема» [3, стр.12].

Конденсируемые на подложке и стенках вакуумной камеры частицы генерируются катодным пятном при наличии внешних магнитного и электрического полей. Существующие представления и модели не могут полностью объяснить многие явления процессов формирования структур особого типа, в частности, столбчатых, пористых, нанокристаллических, фрактальных. Отсутствие развитой физической основы теории кристаллизующейся и затвердевшей частицами подложки во многом объясняется недостатком экспериментальных данных о быстрозакаленных материалах при осаждении частиц из плазменного потока в этих условиях.

Сделаем особое замечание: зонды Ленгмюра не в состоянии разрешить пространственное распределение потенциалов магнитного и электрического полей в пределах наноразмеров формирующихся в плазме частиц. Вводя в качестве одного из основных параметров – ток плазмы, следует учитывать плотность тока в пределах наноплощади, где возможны различные направления токов. Плазменный объем – не объем вакуумной камеры и условия протекания процессов, в том числе и плазмохимических, во многом зависит от координаты (расположения) в камере. Это было показано нами в ряде работ.

В серии предыдущих работ нами [4-11] проведено исследование структуры и свойств осажденного из низкотемпературной плазмы вещества в межэлектродном пространстве – от катодного пятна до подложки и стенок вакуумной камеры установки дугового распыления типа ННВ-6. Такой комплексный подход в изучении процессов в плазме и образующихся из нее структур сделан, вероятно, впервые [5,7,9]. Параметром, наиболее сильно влияющим на формирующуюся структуру, является, кроме остального, трудно определяемая вблизи катода скорость охлаждения на границе расплав-подложка. Поэтому проведенные в работах [4-11] эксперименты, позволили выявлять механизм кристаллизации и образования мелкодисперсной метастабильной структуры переменного состава. Кроме того, детальное исследование структуры, элементного и фазового состава, конденсирующегося вблизи катодного узла, дали информацию о процессах в прикатодной области при зарождении плазменного потока, в том числе и о природе катодных пятен. Было отмечен нелинейный характер процессов в плазме дуговых и магнетронных разрядов, в частности, гистерезис давлений реакционных газов в процессе нанесения покрытий, 2 диапазона давлений азота, ведущих к 2-м механизмам реакций в плазме. В более ранних исследованиях в плазме дугового разряда были установлены 2 механизма образования возбужденных частиц – отрывной и кинетический. Кроме того, обнаружены два состояния капель (с плазменным облаком и без), ведущие к 2-м режимам (механизмам) генерации ионов из капель. Особое внимание (в связи с обнаружением фрактальной структуры микрочастиц) вызывает 2 диапазона скоростей (энергий), в том числе в магнитных полях и 2 вида микроструктур (сильно- и слабомагнитная), а также 2 типа нанокластеров. При исследовании электронной структуры пленок нитрида титана обнаружено 2 состояния атомов азота в нитриде с обычной (E=397,2 эВ) и неполной (E= 396,3 эВ) связями, 2 валентности титана - 3 и 4 . При изучении свечения плазмы дугового распыления титана в среде азота также установлены 2 вида оптических спектров – линейчатый и сплошной.

Таким образом, настоящая работа базируется на экспериментальных данных, полученных при тщательном, глубоком изучении**,** во-первых, материала, осажденного вблизи катода (в некоторых работах – депозит). Вероятно, нами впервые было обращено внимание на характер его распределения вдоль плазменного потока в условиях наложения внешних электрического и магнитного (стабилизирующего и фокусирующего) полей. Было установлено, что уже вблизи катода наблюдается заметное влияние магнитного поля на характер движения частиц из катодного пятна [7]. Обнаружено закономерное распределение элементов распыляемого катода вдоль плазменного потока. Особый интерес представляют результаты исследования микроструктуры осажденной вблизи катода пленки, подтверждающий «закручивание» плазменного потока. В целом сделан вывод: структура депозита подтверждает неустойчивость плазмы в магнитном поле - уход плазменного потока сквозь магнитные поля на стенки вакуумной камеры [3,12].

И во-вторых, что самое главное, пристального внимания заслуживают результаты, полученные при исследовании дисперсной системы микрочастиц, осажденных на стенках

вакуумной камеры при электродуговом распылении титана в среде азота и ацетилена. Методом малоуглового рентгеновского рассеяния установлено, что основной вклад в рассеяние вносят частицы со значениями радиусов инерции Rg≈8-16 нм, которые можно отнести к массовым фракталам, то есть частицам (кластерам) с линейным размером ~5-55 нм и развитой пористой поверхностью. Фрактальная размерность частиц D=2,62 [9]. В работе [11] нами был сделан предварительный вывод: фрактальность частиц обусловлена условиями формирования дисперсных частиц, составом потока плазмы, параметрами электрического и магнитного полей в межэлектродном пространстве.

Цель работы. На основании собственных результатов и литературных данных описать состояния (условия)в плазме дугового разряда, при которых могут формироваться фрактальные структуры. В основе наших рассуждений лежат фундаментальные теоретические и экспериментальные результаты, полученные в разделе магнитной гидродинамики (плазмодинамике). В известных нам работах по магнитной гидродинамике главное внимание уделяется полевой компоненте плазмы. Поведение частиц в плазме мало изучено, а их изучение важно во многих аспектах. Поэтому наш подход к процессам в плазме с целью анализа фрактальной структуры частиц - основное внимание уделить корпускулярной компоненте плазмы.

Для обоснования наших гипотез и лучшего понимания нашей гипотезы напомним основные понятия и определения.

Фрактал (fractus — дроблёный, сломанный, разбитый) — геометрическая фигура, обладающая свойством самоподобия, то есть составленная из нескольких частей, каждая из которых подобна всей фигуре целиком [13].

Токовые слои - динамические структуры с интенсивными движениями плазмы, и генерация плазменных потоков является характерным свойством токовых слоев, как существующих в космическом пространстве, так и создаваемых в лабораторных экспериментах [14-15].

Нулевая линия токового слоя или нейтральный токовый слой - плазменное образование, разделяющее противоположно направленные магнитные поля с силовыми линиями, вытянутые вдоль поверхности слоя [3,14].

Безразмерный параметр, отвечающий образованию токовых слоев вдоль нулевой линии, был определен С.И.Сыроватским [14,15].

Диссипативные структуры - структуры, связанные с рассеиванием (диссипацией) энергии. Такие структуры могут существовать лишь в том случае, если объект обменивается с окружающей средой достаточно мощными потоками вещества или энергии. (Не связаны с фазовым переходом и понижением температуры).

Обсуждение. Итак, для анализа условий возникновения фрактальных структур (частиц пылевой плазмы) - наш подход к процессам в плазме: главное внимание уделяется не полевой, а корпускулярной компоненте плазмы.

Условия образования фрактальных агрегатов для различных веществ в основном установлены. Кроме неравновесности параметров состояния плазмы (температура, давление, концентрация) в различных комбинациях, образование и рост фракталов сопровождается высокими скоростями диссипации энергии. Также известно, что образование фракталоподобных агрегатов происходит в условиях неустойчивости фронта роста, когда небольшие возмущения фронта (поверхности раздела) начинают расти гораздо быстрее соседних участков [13]. Где могут существовать такие условия в нашем случае? Следуя [16,17] предположим, что исследуемые нами фрактальные структуры из плазмы дугового разряда являются следствием особых свойств турбулентности плазменного потока с перемежаемостью. При этом исходим из того, что в конфигурации плазменного потока всегда существуют неоднородные магнитные поля и, соответственно, распределение плотности. Поэтому возникло предположение (гипотеза), что своей необычной структуре (фрактальной) часть осажденных частиц из плазмы дугового разряда обязана токовым слоям. Нами проведен анализ работ, в которых рассматриваются условия появления токовых слоев (ТС), их параметры и проявления

в широких масштабах – от космической плазмы до лабораторной. При этом в плазменном потоке вакуумной дуги возможны, на наш взгляд, два случая.

1. Макрочастицы, вылетевшие с поверхности катода, пролетая в плазме (но не токовом слое) вакуумной дуги, приобретают электрический заряд, определяемого параметрами плазмы. Его величина определяется из условия равенства ионного и электронного токов на поверхности капли. Для неизотермической плазмы данный заряд отрицателен. Следовательно, ионы плазмы, ускоряясь в поле дебаевского слоя, бомбардируют поверхность капли с энергией, определяемой потенциалом капли, а электроны плазмы тормозятся в поле слоя и на поверхность капли попадает только высокоэнергетические электроны. В результате ионной и электронной бомбардировки происходит нагрев капли, затем охлаждение за счет ИК - излучения и теплообмена с окружающей средой. Фрактальная структура не возникает.

2. Механизм дугового разряда, как установлено в целом ряде работ, определяется эмиссионным центром катодного пятна, возникающего и перемещающегося по микровыступам катода (см.рис.1) [18]. В микрочастице (капле), движущейся в неоднородном магнитном поле, индуцируется электрический ток, который взаимодействующий с внешним магнитным полем магнитный момент. В ряде работ показано, что топологическая структура магнитного поля в плазме может изменяться из-за ее движения. При этом силовые линии магнитного поля могут не только изменять свою форму (растягиваться, изгибаться), но и рваться и перезамыкаться за счет диссипативных процессов [3,стр.569]. Это, вероятно, и происходит в случае попадания капельной фракции в токовые слои. Поток ионов из перемещающегося катодного пятна в дуговом разряде можно рассматривать как токовый слой (см. рис.1-2). Известно, что магнитное поле, создаваемое токовыми слоями, является источником энергии, диссипация которой означает пересоединение магнитных силовых линий [3,14,17]. Теория токовых слоев предполагает наличие «особых» линий магнитного поля в плазме, когда электрическое и магнитное поле параллельны друг другу. Такая ситуация в случае дугового разряда может возникнуть вблизи катодного пятна [19]. Фрактальная структура пылевых (сажевых) частиц, осаждаемых на стенках вакуумных камер, как в низкотемпературной плазме, так и в плазме УТС обусловлена, на наш взгляд, (действием) именно таких токовых перемежающихся слоев. Причина роста фракталов, как было уже сказано - неустойчивость фронта их роста [13]. Это условие реализуется, вероятно, при диссипации магнитного поля в малой области плазмы, в частности, в области катодного пятна. Расчет параметров плазмы (давления, температуры) будет дан позднее в отдельной работе.

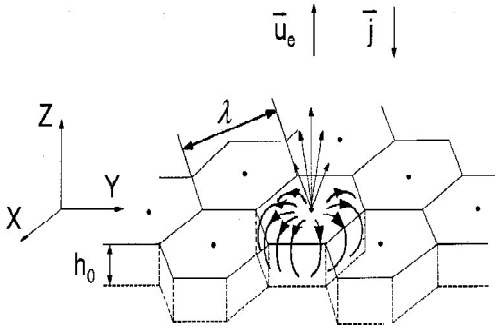


Рис. 1. Формирование и структура токовых ячеек катодного пятна вакуумной дуги [18].

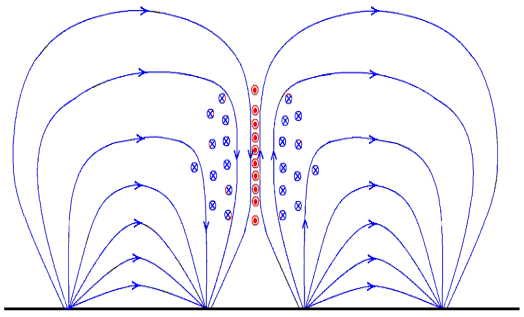


Рис. 2.Токи токового слоя, образующегося между магнитными потоками [19].

Выводы. 1. На основании исследования осажденных структур из капельной и пылевой фракций предложена гипотеза образования токовых слоев вблизи катодного пятна вакуумной дуги (плазменных струй). Диссипация энергии магнитного поля токовых слоев может быть одним из механизмов, объясняющих направление движения катодного пятна по поверхности катода, вращение плазменного потока и причину смены направления (ретроградное движение) их движения.

2. Разрыв токового слоя ведет к значительному падению плотности плазмы, возникновение неустойчивого фронта роста и образование фрактальных структур пылевых частиц из плазмы дугового разряда.

Литература

1. Anders A. Cathodic Arcs: From Fractal Spots to Energetic Condensation. Berckey: Springer Science, 2008. 540 p.
2. Любимов Г.А., Раховский В.И. УФН. 125,(1978), 665.
3. Морозов А.И. Введение в плазмодинамику. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008.- 616с.
4. Smolanov N.A., Pan'kin N.A. On the Structure and Properties of a Material Deposited from Arc Discharge Plasma near the Cathode and onto Vacuum Chamber Walls // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2014, V.8, №.5, p. 1089–1092.
5. Смоланов Н.А., и др.// Прикладная физика, 2014, № 1.с.3.
6. N A Smolanov and N A Pankin.// Journal of Physics: Conference Series. 479 (2013) 012012.
7. N A Pankin, N A Smolanov. On the separation of arc discharge plasma near the sputtering cathode.// Journal of Physics: Conference Series 479 (2013) 012006
8. Смоланов Н.А., и др.// Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. Исслед., 2015, №4, с. 72-76.
9. Смоланов Н.А., Неверов В.А.//Письма о материалах,5(2), 2015,с.179-184.
10. Smolanov, N.A. Complex analysis of microparticles deposited from arc-discharge plasma on vacuum-chamber walls// Journal of Surface Investigation 2017 11(2), с. 353-560.
11. Smolanov, N.A. On the Fractality of Microparticles from the Plasma Flow of a Vacuum Arc Discharge //Journal of Surface Investigation 2018 12(3), с. 593-597.
12. Недоспасов А. В. //УФН 185 613–617 (2015).
13. Клеман М., Лаврентович О.Д. Основы физики частично упорядоченных сред: жидкие кристаллы, коллоиды, фрактальные структуры, полимеры и биологические объекты. М.: Физматлит, 2007, 680 с.
14. Франк А. Г.// УФН 180 982–988 (2010).
15. Леденцов Л. С.. Сомов Б. В. //УФН 185 113–142 (2015).
16. Budaev V.P., Khimchenko L.N. Fractal Grown of Deposited Films in Tokamak: Preprint IAE-6404/7. — M., 2006.
17. Будаев В.П., Савин С.П.,. Зеленый Л.М. // УФН.Т. 181, №9, 905-952(2011).
18. Арапов С.С., Волков. Н.Б. О формировании и структуре токовых ячеек катодного пятна вакуумной дуги. Письма в ЖТФ, 2003, Т.29, вып.1, с. 3-12.
19. Подгорный И.М., Подгорный А.И. Физика солнечных вспышек. Тезисы докладов XLV Звенигородской конференции по физике плазмы и УТС. г. Звенигород, 2-6 апреля 2018 г. – М.: ЗАО НТЦ «ПЛАЗМАИОФАН», 2018г. с.187.

Микрофлюидные чипы: перспективы, проблемы, материалы и исследования

Е. А. Севрюгина, С. В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская, д.5, кафедра МТ-11
E-mail: katesevr@gmail.com

Рассмотрены и проанализированы методы получения электропроводящего слоя в структуре микрофлюидного чипа. Проанализированы материалы основания и электропроводящего слоя. Приведены результаты эксперимента по нанесению проводящего медного слоя и построена математическая модель зависимости толщины слоя меди от параметров технологического процесса.

Microfluidic chips: perspectives, problems, materials and research. E.A.Sevryugina, S.V.Sidorova. *The methods of obtaining an electro-conductive layer in the microfluidic chip structure are considered and analyzed. The base and conductive layer materials are analyzed. The results of the experiment on the application of a conductive copper layer and a mathematical model of the copper layer thickness dependence on the process parameters are given.*

Введение

Одно из перспективных направлений развития микроэлектромеханических систем– лаборатория на чипе, основой для которой являются микрофлюидные чипы (МЧ). Микрофлюидные чипы – это устройства, которые позволяют описать поведение малых, порядка микро- и нанолитра, объемов жидкостей.

Данные чипы нашли свое применение в различных областях: промышленности, медицине, биологии, фармацевтике, ветеринарии и др.

У данной технологии есть ряд преимуществ, которые делают ее перспективным направлением на многие года вперед: низкий расход реагентов для исследования; высокая точность управления температуры, концентрации и смешивания жидкостей; высокое значение отношения площади поверхности к объему исследуемой жидкости или газа, что приводит к быстрой передаче тепла; получение высокоточных результатов; высокая чувствительность; маленькие размеры исследовательского оборудования; более высокая безопасность при заборе материала; уменьшение длительности и снижение стоимости исследования [1].

Широкое внедрение устройств на основе микрофлюидных модулей способно существенно повысить качество жизни. Так, использование микрофлюидных устройств для анализа крови позволяет оперативно проводить исследования вне лабораторий, делая медицинскую помощь доступнее и качественнее в малых населенных пунктах, а также в развивающихся странах.

Назначение у микрофлюидных чипов может быть различным, в зависимости от области их применения. Например, в медицине "цифровых" микрофлюидные чипы, основанные на эффекте электросмачивания, используются для исследования белков, секвенирования ДНК, количественного анализа ДНК и РНК. В химии – в качестве микрореакторов, например, для изучения кинетики реакций[1].

Существует большое количество методов получения данных чипов, которые зависят от материала основания и способа изготовления штампа или вставки. Это позволяет использовать под их основу различные типы материалов [2].

Кроме кремния в производстве микрофлюидных чипов используются преимущественно полимеры, реже стекло, иногда металлы и керамика. В число наиболее часто используемых полимеров входят полиметилметакрилат, циклоолефиновый сополимер, полиметилсилоксан, полиэфирэфиркетон. Материал существенно влияет на параметры модулей [2].

Для производства микрофлюидных чипов на разных этапах их создания применяются в том числе методы нанолитографии и технологии тонких пленок. Одним из ключевых этапов

формирования структур микрофлюидных чипов является создание металлизированных слоев размерами от 5 до 50 нм из титана, хрома и золота [3].

Для отработки операций создания металлизированных слоев микрофлюидных чипов применимы методы вакуумного нанесения тонких пленок: дуговое осаждение, термическое испарение и магнетронное распыление. Для всех методов рекомендуется построение математических моделей толщин полученных покрытий в зависимости не только от метода, но и от технологических параметров формирования: время и скорость нанесения покрытия, ток на источнике, скорость испарения/распыления материала и др. [4].

Анализ и выбор материалов корпуса и электродов

Микрофлюидные модули производятся преимущественно из полимеров, реже из стекла и кремния, иногда из металлов и керамики. В число наиболее часто используемых полимеров входят полиметилметакрилат, циклоолефи- новый сополимер, полиметилсилоксан, полиэфирэфиркетон. Материал существенно влияет на параметры модулей (таблица 1).

Таблица 1. Анализ материалов корпуса для МЧ.

Параметр	Полимер	Стекло	Кремний
	Оценка параметра		
Оптические свойства	Хорошие	Отличные	Хорошие
Механические свойства	Удовлетворительные	Очень хорошие	Отличные
Химическая стойкость	Неудовлетворительная (в большинстве случаев)	Отличная	Хорошая
Температурные свойства	Неудовлетворительные	Очень хорошие	Очень хорошие
Эффективность затрат	Неудовлетворительная-для прототипирования, отличная-для крупносерийного производства	Отличная-для прототипирования, удовлетворительная-для крупносерийного производства	Отличная-для прототипирования, удовлетворительная-для крупносерийного производства
Повторное использование	Как правило, одноразовые	Очень хорошее	Удовлетворительное
Срок службы	Удовлетворительный	Очень хороший	Очень хорошее

По данным из таблицы 1 можно сделать вывод, что в условиях лаборатории лучше и экономичнее применять стекло. Однако, если, в дальнейшем, планируется выпускать данный образец на рынок, следует заранее проводить все исследования сразу на полимере.

Для напыляемого слоя (электрода) были выбраны материалы: медь, золото. С золотом следует напылять титан, для улучшения адгезии.

Анализ и выбор метода металлизации

Металлизацию слоев электродов МЧрешено было проводить на установке для напыления тонких пленок в вакууме УВН-1М, которая быларазработана на кафедре МТ-11 МГТУ им. Н. Э. Баумана. Данное оборудование содержит 2 модуля: термическое испарение и магнетронное распыление.Сравнение обоих методов представлено в таблице 2.

Таблица 2. Анализ методов металлизации для МЧ

Метод / Параметр	Магнетронное распыление	Термическое испарение
Наносимые материалы	Сплавы, металлы, диэлектрики	Сплавы, металлы, диэлектрики
Загрязнение	Существенно	Минимально
Однородность толщины пленки	Хорошая	Удовлетворительная
Адгезия пленки	Хорошая	Удовлетворительная
Коэффициент использования материала	Низкий	Высокий
Скорость осаждения, мкм/ч	2-6	50-100
Температура подложки	300°C	700°C

Термическое испарение (рис. 1) применяется для напыления золота и меди. Скорость испарения при данном методе достигает 100 мкм/ч. Он имеет высокий коэффициент использования материала и несет мало загрязнений. Но данный метод обладает более плохой адгезией, в сравнении с магнетронным модулем. Также, пленка получается менее равномерная.

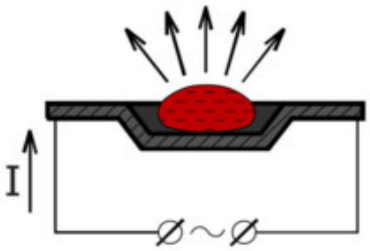


Рис. 1. Схема термического испарения.

Магнетронное испарение (рис. 2) также применяется для сплавов, металлов и диэлектриков. Но скорость осаждения гораздо ниже, в сравнении с термическим испарением, примерно 2-6 мкм/ч. Следующими недостатками данного метода является низкий коэффициент использования материала и более высокий уровень загрязнения. Но, при данном способе, пленка получается равномерной и с хорошей адгезией. Данный способ можно применить для напыления меди, золота, титана.

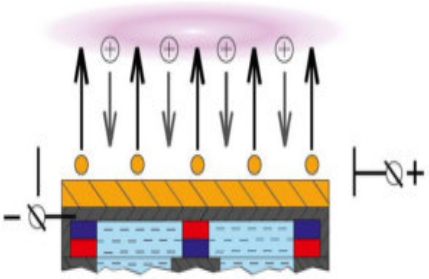


Рис. 2. Схема магнетронного распыления.

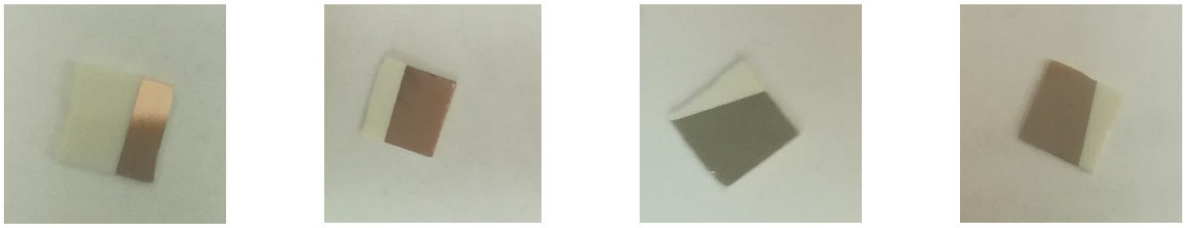
Рекомендуется использовать данный способ напыления, для дальнейшей работы надмикрофлюидным чипом, так как хорошая адгезия и равномерность пленки являются более приоритетными факторами при выборе метода нанесения пленки. Адгезию можно улучшить с помощью дополнительного нанесения титана, но данный материал можно нанести только магнетронным способом.

Постановка и проведение эксперимента

В силу необходимости получения менее загрязненного покрытия из меди, отработку режимов формирования металлизированных слоев электродов МЧ сначала проводили для метода термического испарения.

В качестве подложки для образцов выбран ситалл марки СТ-50-1, который отвечает требованиям по шероховатости поверхности и легко может быть поделен на образцы необходимого размера. Предварительно очищенные подложки ситалла были помещены в вакуумную камеру таким образом, чтобы часть образца была закрыта маской (для формирования ступеньки, толщину которой впоследствии надо измерить).

Напыление производилось по заданным значениям времени и расстояния от подложки до источника. В результате были получены 4 образца (рис. 3) с разными параметрами процесса нанесения. Первый образец располагали на расстоянии 20 мм от источника и проводили нанесение 30 с. Второй образец располагали на том же расстоянии20 мм от источника и проводили нанесение60 с. Третий образец располагали на расстоянии50 мм от источникаи проводили нанесение 30 с. Четвертый образец располагали на расстоянии50 мм от источника и проводили нанесение 60 с.



а) *б)* *в)* *г)*

а – 20 мм, 30 с; б – 20 мм, 60 с; в – 50 мм, 30 с; г – 50 мм, 60 с

Рис. 3. Фотографии полученных образцов с медным покрытием на ситалле для разных параметров процесса.

Получение и обработка результатов

Полученные образцыбыли исследованы на атомно-силовом микроскопе (АСМ)SolverNEXT и профилометре TR-200.

После получения скана (рис. 4) топологии поверхности образца были измерены толщины в трех точках поверхности подложки (рис. 5) на границе ступеньки.

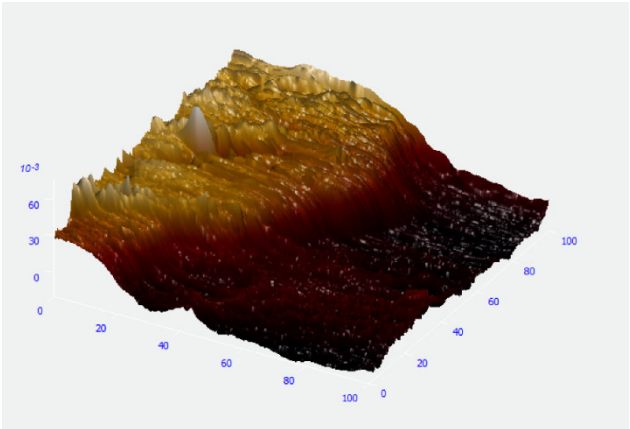


Рис. 4. АСМ-скан ступеньки на образце №4.

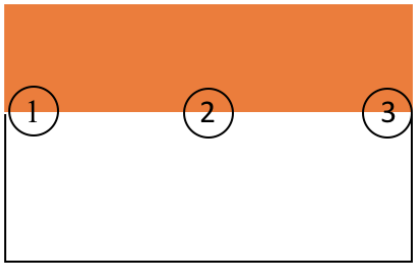


Рис. 5. Схема измерения толщины покрытия в нескольких точках поверхности.

После проведения всех измерений были получены следующие дынные на SolverNEXT:

– для образца 1 (30с, 20мм) толщины 130,140,190 нм;

- для образца 2 (60с, 20мм) толщины 550,590,640 нм;
- для образца 3 (60с, 50мм) толщины 460,490,510 нм;
- для образца 4 (30с, 50мм) толщины 50,70,80 нм.

Полученные образцы были исследованы на профилометре TR-200 и данные по толщинам покрытий были подтверждены:

- для образца 1 (30с, 20мм) толщина 150 нм;
- для образца 2 (60с, 20мм)толщина 590 нм;
- для образца 3 (60с, 50мм) толщина 480 нм;
- для образца 4 (30с, 50мм)толщина60 нм.

По данным измерений на АСМ была построена математическая модель зависимости толщины покрытия меди от времени нанесения и расстояния от подложки до источника:

$$H = 325 - 48 \cdot h - 215 \cdot t \cdot h,$$

где h – расстояние от источника до подложки, t – время процесса.

Проанализировав полученную математическую модель процесса, можно сделать вывод о том, что расстояние от источника до подложки влияет намного существеннее, чем время осаждения. Значение времени осаждения в отдельности влияет незначительно. Это может быть связано с небольшим интервалом варьирования данного параметра. Математическая модель подтвердила свою адекватность, эксперименты оказались воспроизводимы.

Заключение

В результате проведенной работы проанализированы и подобраны материалы для электропроводящего слоя микрофлюидного чипа, которые обладают необходимыми свойствами, и методы металлизации. Проведены экспериментальные исследования, на основе которых была построена математическая модель. В дальнейшей работе планируется разработка ответственных операций создания микрофлюидных чипов, в том числе защита чипа от окружающей среды и биологических объектов.

Литература

1. Евстрапов А. А. Микрофлюидные чипы для биологических и медицинских исследований. [Электронный ресурс] / Евстрапов А. А. // Журн. Российского химического общества им. Д. И. Менделеева – 2011.— № 2. – Режим доступа http://chem.msu.su/rus/jvho/2011-2/99.pdf – (Дата обращения: 19.02.2018).
2. Нисан А. Микрофлюидные модули: области применения и технологии производства [Электронный ресурс] / Нисан А. // Электроника: НТБ науч.-метод. Журн. – 2015.— № 5. – Режим доступа: http://www.electronics.ru/files/article_pdf/3/article_3789_593.pdf– (Дата обращения: 25.02.2018).
3. Beebe D. J.MICROFLUIDICS: THEORY AND APPLICATIONS. 2015. Available at: https://www.amazon.com/Microfluidics-Applications-Physics-Research-Technology/dp/1616685700 (дата обращения: 21.03.2018)
4. Yeo L. Y, Microfluidic Devices for Bioapplications. 2011. Available at: https://www3.nd.edu/~changlab/documents/SmallRev.pdf(дата обращения: 02.03.2018).

Магнитный рельеф и характеристики нанокомпозитных мультиферроидных материалов на основе опаловой матрицы и металлов

Б.В. Хлопов, Ю.С. Бондарев, В.С. Самойлова
Москва, АО «ЦНИРТИ им. академика А.И. Берга», ул. Новая Басманная, 20, стр.9
*E-mail:**hlopovu@yandex.ru***

В работе рассмотрены наиболее перспективные технологии формирования новых материалов, основанные на применении SiO_2 и различных металлов, а также метод получения желаемого магнитного рельефа образца при облучении импульсным электромагнитным полем. Экспериментальные результаты исследований наноструктурированных композитных материалов позволяет получать новые, ранее недостижимые, характеристики для разработки и изготовления современных устройств СВЧ-электроники и радиотехники, радиопоглощающих материалов, которые могут использоваться в летательных аппаратах.

Magnetic relief and characteristics of nanocomposite multi-ferroid materials based on opal matrix and metals. B.V. Hlopov, Yu.S. Bondarev, V.S. Samoylova. *The most promising technologies for the formation of new materials, using SiO_2 and various metals, the method of obtaining the desired magnetic relief of the sample when irradiated with a pulsed electromagnetic field are considered. Experimental results of studies of nanostructured composite materials allow obtaining new, previously unattainable, characteristics for the development and manufacture of modern devices for microwave electronics and radio engineering, radio absorbing materials that can be used in aircraft.*

Введение

Разработка и исследование композитных мультиферроидных материалов, свойства которых определяются в первую очередь их структурой, а не химическим составом объясняются поиском новых уникальных качеств. Магнитные свойства структурированных композитных мультиферроидных материалов могут быть проверены при использовании микроволновых методов исследования. Они особенно эффективны, поскольку дают возможность сравнительно просто оценить динамические и релаксационные параметры таких материалов [1,2]. Используя соответствующие элементы сверхвысокочастотной техники, и реализуя различные схемы измерения, можно добиться условий наиболее сильного взаимодействия наночастиц введенного вещества с внешними магнитными полями.

Согласно литературе из зарубежных источников, рассмотренная информация, приведенная в статье, подтвердила правильность выбранного направления исследования процесса формирования поверхностного магнитного рельефа. Технологический процесс получения нанокомпозита с использованием опаловой матрицы, разработанный отечественными производителями, дает возможность получить положительный эффект в СВЧ диапазоне. Химический состав и структура получаемых образцов сильно зависит от метода пропитки, основанного на введении различных химических элементов и соединений в межсферические нанополости опаловых матриц веществом–прекурсором [3]. Результаты проведенных исследований для образцов нанокомпозитов показывают низкие диэлектрические потери и малую зависимость от частоты, кроме некоторого подъема в области низких частот и,что поглощения электромагнитной волны происходит в основном из-за изменения структуры образца. На рис. 1 приведена иллюстрация возможных механизмов микроволнового поглощения в нанокомпозитах.

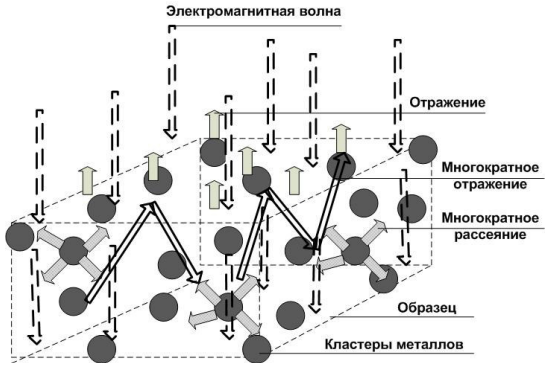
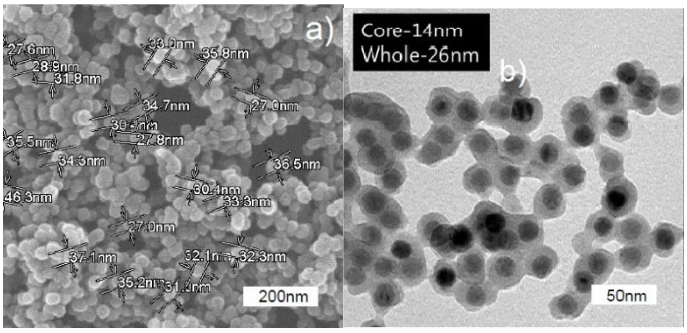


Рис. 1. Иллюстрация возможных механизмов микроволнового поглощения в нанокомпозитах.

Перспективные мультиферроидные материалы и технологии их изготовления

Разработка технологического процесса, обеспечивающего равномерное распределение наночастиц в матрице, представляется не самой простой задачей. Зарубежные специалисты [4] решали эту задачу путем синтезирования монодисперсных наночастиц магнетита методом термического разложения с последующим их покрытием кремнеземом, которое осуществлялось с помощью обратной микроэмульсии. Причем были получены два образца: с тонкой (3 нм) и толстой (12 нм) оболочками из диоксида кремния. В дальнейшем частицы использовали в качественаполнителей полимерной матрицы PDMS в соотношении 20 мас.% и 50 мас.%.Слои кремнезема минимизируют поверхностное натяжение между матрицей PDMS и наночастицами магнетита, что приводит к лучшему диспергированию в матрице. На рис. 2 показаны однородные монодисперсные наночастицы магнетита с покрытием из диоксида кремния. Средний размер ≈ 30 нм, а толщина слоя кремнезема составляет ≈ 12 нм.

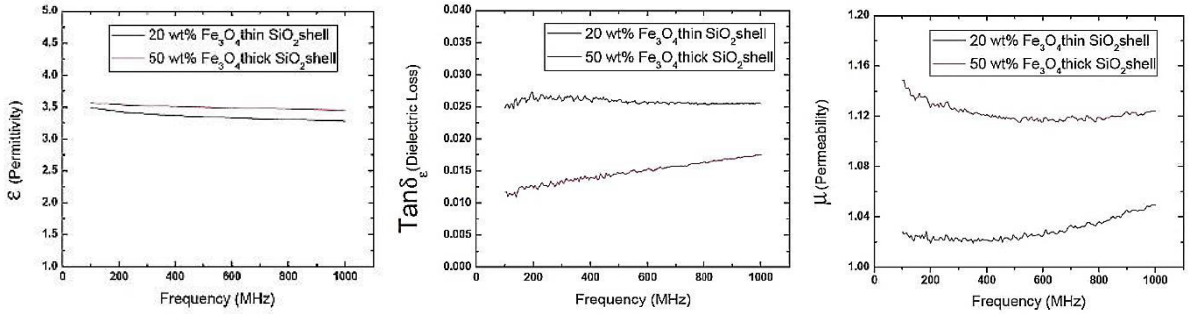


а) *б)*

Рис. 2. а) Изображения сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) наночастиц магнетита с оболочкой из диоксида кремния. б) Образцы электронной микроскопии (ТЭМ) изображений наночастиц магнетита с оболочкой из диоксида кремния.

В результате, из-за влияния оболочки кремнезема, значения диэлектрической проницаемости композитов были относительно ниже, чем у обычных наночастиц магнетита (рис. 3). Диэлектрические потери композита с толстой кремниевой оболочкой относительно ниже, чем у тонкого. Толстый образец наночастицы магнетита покрытого диоксидом кремния демонстрирует низкие значения проницаемости 1,12 при 1 ГГц с высокой массовой долей 50 % мас. Из-за предела Снука, который подразумевает зависимость магнитной проницаемости от частоты естественного ферромагнитного резонанса. Возрастание одной из этих величин приводит к уменьшению другой, при этом их произведение остается постоянным и зависит от намагниченности насыщения материала [5]. Резонансная частота менее 1 ГГц не выгодна для магнитодиэлектрических композитов. Даже если кремниевая оболочка сохраняет низкие диэлектрические потери на слоях кремнезема, выступая в качестве изолирующего слоя, давая наночастицам магнетита уменьшенную электропроводность, которая препятствует генерации

индуцированного электричества, она препятствует магнитному вкладу магнетита. Это приводит к низкой общей магнитной проницаемости.

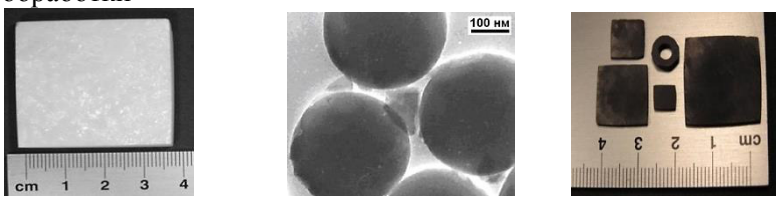


а) *б)* *в)*

Рис. 3. Характеристики композитов с наночастицами магнетита в оболочке из диоксида кремния: а) диэлектрическая проницаемость (ε); б) диэлектрические потери (tan δ); в) магнитная проницаемость (μ).

Отечественными производителями [1,2] разработан технологический процесс получения нанокомпозита на основе опаловой матрицы. Нанокомпозиты с внедренными наночастицами получают методом пропитки веществом–прекурсором с определенным химическим составом и предполагает проведение последующей термообработки, в процессе которой в указанных полостях формируется необходимый химический состав. Вещества–прекурсоры должны обладать хорошей растворимостью в воде и переходить в оксиды при умеренных температурах термообработки, не нарушающих структуру упаковки опаловых сфер. В настоящей работе в качестве прекурсоров использовались растворимые нитраты металлов.

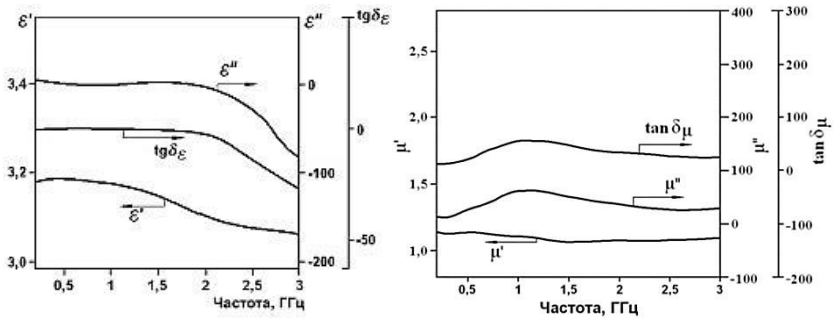
До введения в межсферические полости наночастиц опаловая матрица представляет собой плотно упакованную периодическую структуру субмикронных сфер (рис. 4). Опаловые матрицы с диаметром сфер SiO_2 от 200 до 280 нм были сформированы с использованием гидролиза тетраэфира ортокремниевой кислоты $Si(OC_2H_5)_4$ с раствором этанола C_2H_5OH в присутствии катализатора гидроксида аммония NH_4OH. Сначала образовывались мелкие разветвленные наночастицы. Затем, в процессе поликонденсации, они превращались в частицы аморфного диоксида кремния сферической формы. Если не предпринять дополнительных мер, то после сушки получается материал мелоподобный и легко ломающийся. Поэтому были проведены термообработки



а) б) в)

Рис. 4. Образцы опаловых матриц: а) незаполненная опаловая матрица размером 40x40x5 мм; б) Строение опаловых матриц, чьи межсферические нанополости заполнены кластерами в) образцы нанокомпозитов на основе опаловых матриц.

После процедуры введения, большая часть внесенного вещества сосредоточена в пространстве между сферами и представляет собой оксиды металлов. Для получения нанокомпозита с металлическими частицами образцы подвергались отжигу в атмосфере водорода при температуре 600–700^{0}C. Отжиг проводился в течение 7 часов.



а) б)

Рис. 5. Графики частотных зависимостей а) действительной ε′ и мнимой ε″ параметров диэлектрической проницаемости, а также тангенса потерь tgδεб) действительной (μ′) и мнимой (μ″) компонент магнитной проницаемости и тангенса потерь для образцов опаловых матриц, межсферические полости которых заполнены кристаллитами Ni_3Fe.

Исследования полученных образцов нанокомпозитов проведены в переменном электрическом поле в диапазоне частот от 100Гц до 3012 МГц. Из приведенных на рис. 5 графиков хорошо видены зависимости параметров действительной (*μ′*) и мнимой (*μ″*) магнитной восприимчивости, а также параметров действительной (*ε*′) и мнимой (*ε*") компонент диэлектрической проницаемости и электрической проводимости опаловых матриц, заполненных кристаллитами Ni_3Fe. Во всем исследуемом диапазоне частот нанокомпозиты имеют низкие диэлектрические потери и мало зависят от частоты, кроме некоторого подъема в области низких частот. Диэлектрическая дисперсия частот выражена слабо в микроволновом диапазоне, а все основные изменения, возможно, протекают на более низких частотах [7]. Для таких материалов в случае μ(ω) невозможно пренебречь вкладом от диэлектрической проницаемости (зависящей от времени), поскольку магнитный момент единицы объема определяется токами электрической поляризации.

Получение магнитного рельефа образца при облучении импульсным электромагнитным полем

Для изучения нанокомпозита [8,9] под воздействием импульсов сверхкороткой длительности была разработана многодроссельная излучающая магнитная система, которая формирует электромагнитное поле с перпендикулярнj плоскости образца (рис.6).

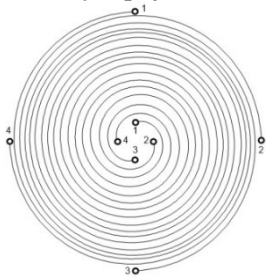
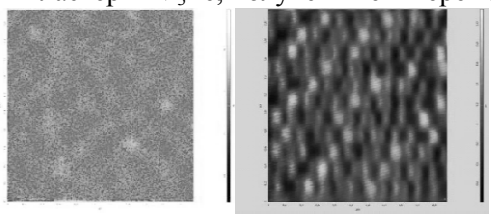


Рис.6. Спиральная плоская магнитная система.

Представленная схема размещения четырех спиральных соленоидов на одной плате решает задачу генерирования серии электромагнитных импульсов, чем улучшает качество характеристик электромагнитного поля. Благодаря использованию несимметричной плоской спиральной магнитной системы было получено равномерное распределение амплитудных значений напряженности импульсных магнитных полей в рабочем объеме магнитной системы. Образец мультиферроидного материала размещается соосно спиралям сверху плоской спиральной магнитной системы.

Переменное магнитное поле, созданное в полеобразующей системе, воздействовало на каждый из образцов последовательно на частотах 700МГц и 2500МГц. На рис. 7 приведены фрагменты изображений магнитного рельефа поверхности образца композита, содержащего в межсферических нанополостях кластеры Ni_3Fe, полученные в переменном электрическом поле.



а) *б)*

Рис. 7. Изображения на экране монитора: магнитный рельеф фрагмента поверхности образца опаловой матрицы содержащей в межсферических нанополостях кластеры Ni_3Fe, полученный в переменном электрическом поле на частотах а) 700МГц; б) на частоте 2500МГц.

Изменения микроволнового сигнала, создаваемого полеобразующей системой, прошедшего через образец, происходят, в основном, из-за изменения поверхностного импеданса нанокомпозита в условиях магнитного резонанса и из-за поглощения электромагнитной волны в нем. Магнитные резонансные явления в нанокомпозитах влияют на коэффициенты отражения и прохождения через нанокомпозит, а соответственно определяют магнитный рельеф в изготовленном образце, наблюдаемый в результате проведенного эксперимента.

Заключение.

При облучении нанокомпозита на основе опаловой матрицы с микроволновой проводимостью электромагнитным полем в полеобразующей системе повышается интегральная электромагнитная восприимчивость системы с одновременным уменьшением экранирующих воздействий, от немагнитных материалов и обеспечивается формирование электромагнитных полей в виде их мультипликации. По результатам проведенных исследований и полученных фрагментов электромагнитного рельефа испытуемых образцов мультиферроидного материала с большой вероятностью можно сделать заключение, что поглощения электромагнитной волны происходит в основном из-за изменения структуры образца, так как основные свойства и характеристики метаматериалов определяются, прежде всего, их структурой. В нанокомпозите, сконструированном в оптимальном варианте, при отсутствии трансляционной инвариантности, возбуждаемые моды колебаний, имеют тенденцию локализоваться в ячеистой матричной архитектуре, отвечающей упорядоченным областям.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 16-07-00642)

Литература

1. Nuzhnyy D., Vanek P., Petzelt J., Bovtun V., Kempa M., Gregora I., Savinov M., Krupkova R., Studnicka V., Bursik J., Samoylovich M.I., Schranz W. Properties of $BaTiO_3$ confined in nanoporous Vycor and artificial opal - opal // Proc. Appl. Ceram. 2010. V. 4. P. 215–223.
2. Самойлович М.И., Бовтун В., Ринкевич А.Б., Белянин А.Ф., Клещева С.М., Кемпа М., Нужный Д. Пространственно-неоднородные материалы на основе решетчатых упаковок наносфер SiO_2 // Инженерная физика. 2010. № 6. С. 29–38.
3. Самойлович М.И., Белянин А.Ф., Бовтун В., Чучева Г.В., Хлопов Б.В. Кристаллизация металлов (Ni, Fe) и соединений на их основе в межсферических нанополостях опаловых матриц // Наноматериалы и наноструктуры – XXI век. 2016. Т. 7. № 4, С. 24–31.

4. Yuanzhe Piao. Multi-Ferroic Polymer Nanoparticle Composites for Next Generation Metamaterials// AOARD. Final Report. April 25th 2016. P.13
5. Лагарьков А.Н., Маклаков С.А., Осипов А.В., Петров Д.А., Розанов К.Н., Рыжиков И.А., Седова М.В., Старостенко С. Н., Якубов И.Т. Свойства слоистых структур на основе тонких ферромагнитных пленок // РАДИОТЕХНИКА И ЭЛЕКТРОНИКА. 2009. Т. 54. № 5. С. 625-633.
6. Хлопов Б.В., Чучева Г.В., Митягина А.Б. Фазовые изменения мультиферроидных магнитных материалов, применяемых в системах внешней памяти // Известия Саратовского университета, новая серия, серия Физика. Т. 17. Выпуск 1. 2017. С 21-33.
7. Митягин А.Ю., Хлопов Б.В. Аппаратура для уничтожения информации с современных носителей. Разработка и создание //Palmarium Academic Publishing, 2012. С. 168.
8. Хлопов Б.В. Оборудование для изменения магнитного состояния тонкопленочного слоя магнитного носителя информации // Т.-Comm: Телекоммуникации и транспорт. 2012. № 3. С. 56–60.
9. Хлопов Б.В., Чучева Г.В., Самойлова В.С., Шашурин В.Д., Митягина А.Б. Исследование возможности мультиферроидных метаматериалов на основе опаловых матриц изменять свои параметры под воздействием внешнего электромагнитного поля// T-Comm: Телекоммуникации и транспорт. 2017. №10. С.38-44.

Исследование процесса получения фотоннокристаллических пленок методом электрофореза

В.А. Дюбанов, Д.А. Езенкова, К.В. Мозер, Е.В.Панфилова
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана (НИУ), ул. 2-ая Бауманская д.5

Работа посвящена актуальной теме формирования фотоннокристаллических плёнок. Наиболее рациональным и перспективным способом формирования таких структур является метод электрофореза коллоидного раствора частиц кремнезёма или полистирола. Способ позволяет формировать плёнки с высокой равномерностью структуры и возможностью контролирования процесса. Предложены способы повышения качества формируемых плёнок путём использования специально разработанного стенда.

Investigation of the process of photonic crystalline films obtaining by the electrophoresis method. V.A. Dyubanov, D.A. Ezenkova, K.V. Mozer, E.V. Panfilova. *The work is dedicated to the photonic crystal films forming. The most rational and promising way of forming such structures is the method of colloidal solution electrophoresis of silica particles or polystyrene. The method allows one to form films with a high uniformity of structure and makes it possible to control the process. Methods for improving the quality of the formed films by using specially designed equipment are suggested.*

Введение. Сформированные из коллоидных микросфер кремнезема SiO_2 или полистирола пленки имеют структуру опаловой матрицы. Ее особенностью является наличие фотонной запрещённой зоны, которая препятствует распространению волны в определённом частотном диапазоне. Такие пленки являются перспективным материалом в фотонике, электронике, лазерной технике и других областях. В работе [1 – 2] авторами предложено использовать фотонные структуры на основе синтетического опала в ряде оптических устройств таких как оптические переключатели, зеркала, фильтры, волноводы, светодиоды и т.д. (рис. 1). В работе [3] авторы предлагают применять фотоннокристаллические структуры в качестве субстратов для люминесцентной микроскопии биологических объектов. В работе [4] кремнезёмные микросферы со средним диаметром 500 нм использовались для формирования литографической маски для переноса рисунка на подложку светодиодного фотонного

кристалла GaN. Авторами работы [5] была разработана плазмонная сенсибилизированная инверсная опаловая плёнка для расщепления воды.

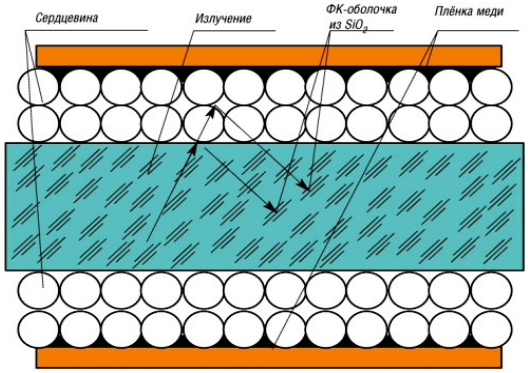


Рис. 1. Строение волновода [1].

Для формирования пленок, имеющих структуру опаловой матрицы, необходимо обеспечить последовательное упорядоченное осаждение коллоидных микросфер (частиц) на поверхности подложки в один или несколько слоев. Метод электрофореза позволяет получать образцы таких пленок в широком диапазоне толщин от нескольких сотен нанометров и даже монослоя до нескольких сотен микрометров. Причем, скорость формирования структуры может быть значительно выше, чем при естественном осаждении частиц из коллоидного раствора. Суть метода состоит в том, что в электрохимическую ванну с заранее приготовленным раствором помещают анод и катод. Под действием подаваемого напряжения частицы, имеющие на своей поверхности двойной электрический слой, начинают двигаться к одному из электродов, самоорганизуясь на его поверхности в пленку с периодической структурой (рис. 2). Направление и скорость движения частиц зависит от расположения электродов и соотношения сил, действующих на частицу.

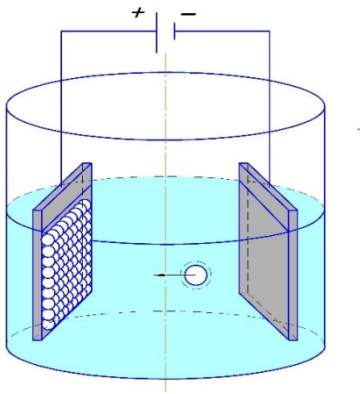


Рис. 2. Схема процесса электрофореза.

Проведение эксперимента. Поведение микросфер в условиях электрофореза является плохо прогнозируемым и зависит от большого числа факторов, в частности, заряда частицы, динамической вязкости коллоидной среды и т.п. Однако математическое моделирование процесса позволило подобрать рекомендуемые диапазоны значений управляемых факторов процесса: подаваемого напряжения, расстояния между электродами, концентрации коллоидных растворов и времени осаждения пленки. Для изучения процесса формирования структур был разработан экспериментальный стенд, представленный на рис. 3.

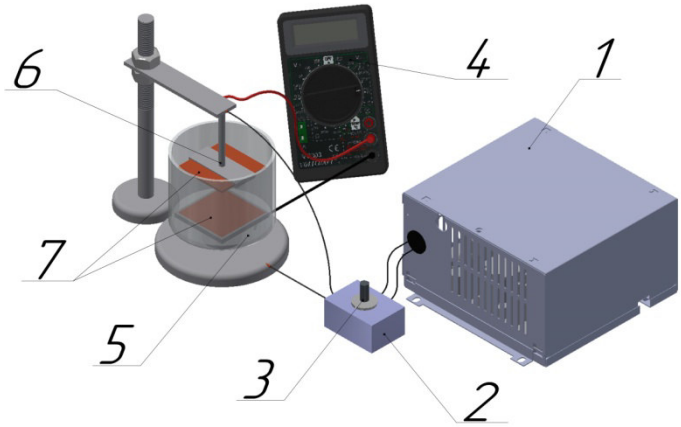


Рис. 3. Экспериментальный стенд для электрохимического осаждения.

Экспериментальный стенд состоит из блока питания 1, цепи понижения напряжения 2 с потенциометром 3, который служит для регулирования подаваемого напряжения, мультиметра 4, который предназначен для контролирования процесса осаждения, электрохимической ванны 5, подложкодержателя 6, который позволяет реализовать горизонтальную установку электродов (подложек), и электродов 7. Стенд позволяет варьировать следующие факторы: ориентацию подложек (электродов) в пространстве, расстояние между подложками - в диапазоне от 0 до 30 мм, напряжение – в диапазоне от 0 до 12 В. Кроме того при проведении исследования варьировались концентрация коллоидного раствора, ее величина не превышала 1%, и водородный показатель раствора pH.

При проведении эксперимента использовались коллоидные частицы кремнезема средним диаметром 250 нм и полистирола диаметром 330 нм. В качестве подложек использовались стальные пластины размером 18×18 мм.

Результаты экспериментальных исследований. Исследование оптических свойств получаемых пленок осуществлялось на спектрофотометре Izovac Epsilon SphE. Исследование структуры пленок производилось на сканирующем зондовом микроскопе Solver Next в атомно-силовом режиме. Наилучшее качество пленок было получено на образцах, сформированных на аноде. Такие пленки были равномерно распределены по поверхности подложки и обладали хорошей для опаловых пленок адгезией.

При визуальном анализе пленок кремнезема иризация не наблюдалась, однако исследование образцов на спектрофотометре показало наличие фотонной запрещенной зоны (ФЗЗ). Пленки полистирола обладали видимой иризацией, спектрам отражения образцов была характерна ФЗЗ (рис. 4), которая уходит в коротковолновую часть спектра, что согласуется с формулой Брэгговской дифракции, где длина волны λ соответствует диаметру частиц d. Можно заметить, что на спектре виднеется второй пик меньшего размера, возникающий по причине многослойности пленки. Рассеяние интенсивности отражения по поверхности образцов пленок не превышало 15%.

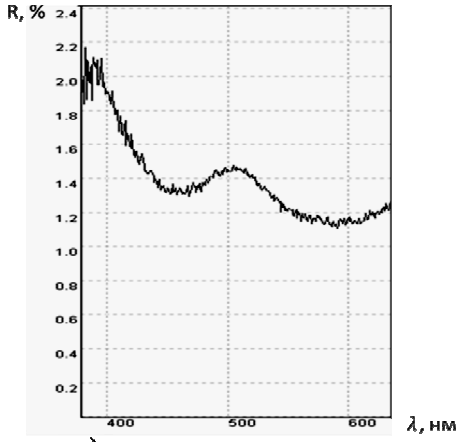


Рис. 4. Спектр отражения образца пленки полистирола, полученного при концентрации раствора 0,32% и напряжении 700 мВ.

В случае осаждения частиц кремнезема при увеличении прикладываемого напряжения было обнаружено смещение ФЗЗ в сторону меньших длин волн и ухудшение равномерности пленки по поверхности подложек. Также к смещению ФЗЗ влево приводило уменьшение водородного показателя pH.

При осаждении частиц полистирола увеличение напряжения также приводило к ухудшению качества пленки, что выражалось в уменьшении интенсивности отражения в области ФЗЗ.

Снижение качества пленок при увеличении напряжения можно объяснить ростом скорости осаждения частиц на подложку и связанным с этим нарушением процесса самоорганизации в упорядоченную опаловую матрицу.

Анализ результатов полнофакторных экспериментов, проведенных в процессе исследования, показал, что наилучшими в исследованных диапазонах условиями для формирования фотоннокристаллических пленок являются следующие режимы: для кремнезема - напряжение 1.5 В, водородный показатель pH 8; для полистирола - напряжение 0.7 В и концентрация раствора 0.2%.

Изображения, полученные в процессе исследования образцов на атомно-силовом микроскопе (АСМ), подтверждают закономерности, выявленные при визуальном и спектрофотометрическом исследовании образцов. На рис. 5 представлено изображение пленки кремнезема, на рис. 6 - профиль поверхности пленки кремнезема, а на рис. 7 -профиль поверхности пленки полистирола.

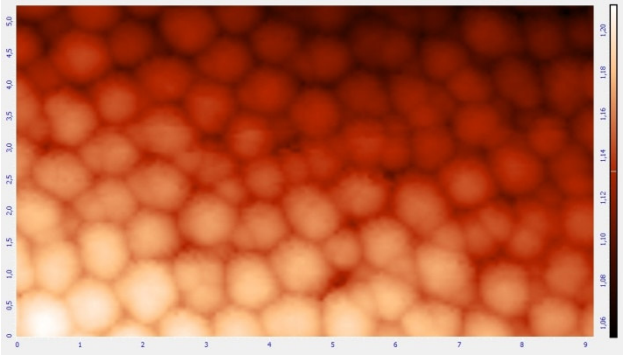


Рис. 5. Результаты АСМ исследования пленки кремнезема.

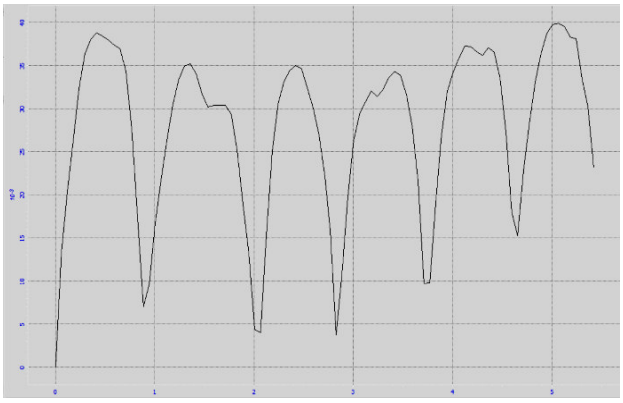


Рис. 6. Профиль поверхности пленки кремнезема.

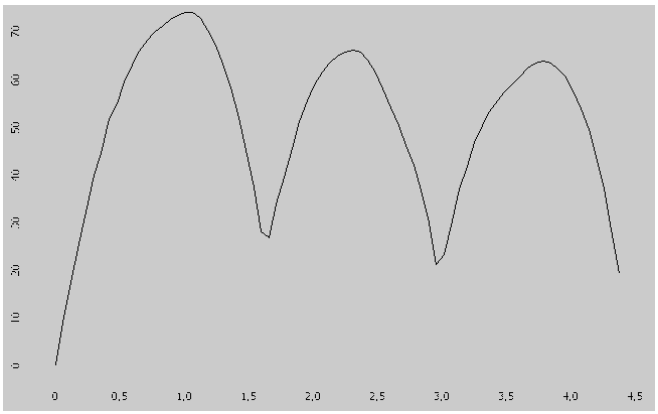


Рис. 7. Профиль поверхности пленки полистирола.

На качество изображений в большой степени влияет равномерность формируемых пленок. Наличие значительных неоднородностей приводит к потере связи между образцом и зондом, поэтому пригодные для анализа сканы были получены только на равномерных пленках с упорядоченной структурой и отсутствием агломераций частиц.

Заключение. Представленные результаты свидетельствуют о том, что метод электрофореза пригоден для формирования фотоннокристаллических пленок на основе частиц кремнезема и полистирола. Вследствие возможности варьирования подаваемого напряжения, геометрии оснастки и параметров коллоидного раствора данный способ позволяет контролировать скорость осаждения коллоидных микросфер, и соответственно, качество формируемой структуры. Продолжение представленного исследования авторы видят в отработке технологий формирования монослоя коллоидных частиц и получения нанокомпозитного материала.

Литература

1. E. C. Nelson, N. L. Dias, K. P. Bassett, S. N. Dunham, V. Verma, M. Miyake, P. Wiltzius, J. A. Rogers, J. J. Coleman, X. Li and P. V. Braun, *Nat. Mater.*, 2011, **10**, 676–681 .
2. A. C. Arsenault, D. P. Puzzo, I. Manners and G. A. Ozin, *Nat. Photonics*, 2007, **1**, 468–472 .
3. V. Boyko, G. Dovbeshko, O. Fesenko V. Gorelik, V. Moiseenko, V. Romanyuk, T. Shvets, and P. Vodolazkyy, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 2011, 30, 535.
4. W. N. Ng, P. T. Lai, C. H. Leung and H.W. Choi, J. Vac. Sci. Technol., 2008, B 26, 76.
5. R. B. Wehrspohn and J. Upping, SPIE Newsroom, 10.1117/2.1201111.003878.

Оптимизация процесса получения фотоннокристаллических масок для наносферной литографии

Р.М. Жуков, А.Р. Ибрагимов, Е.В.Панфилова
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана (НИУ), ул. 2-ая Бауманская д.5,

Перспективным способом получения массивов наночастиц и двумерных фотонных кристаллов является наносферная литография. В работе представлены результаты экспериментальных исследований процесса формирования фотоннокристаллического коллоидного слоя, выполняющего роль маски. Наиболее технологичным способом формирования такой структуры является метод вертикального вытягивания подложки из коллоидного раствора. За счет варьирования параметрами раствора и скоростью движения подложки метод позволяет получать фотоннокристаллические пленки с заданными характеристиками. В работе представлены результаты оптимизации процесса формирования пленок.

Optimizing of the photonic crystal nanosphere litography mask deposition process. R.M.Zhukov, A.R. Ibragimov, E.V. Panfilova. *Nanosphere lithography is a perspective method of nanoparticles and two dimensional photonic crystals obtaining. We present the results of the experimental investigation of vertical deposition process and optimizing the films deposition conditions necessary to obtain desired film properties. Vertical deposition method has gained great interest because of its simplicity and possibility of condition variation.*

Введение. Быстрое развитие нанотехнологий открывает новые возможности для получения массивов наночастиц и двумерных фотонных кристаллов, в том числе, развиваются и методы их формирования, одним из которых является наносферная литография. Суть наносферной литографии заключается в формировании массивов упорядоченных наночастиц при помощи масок, образованных микрочастицами, которые упорядочить гораздо проще. Одним из способов получения таких масок является осаждение микрочастиц из коллоидного раствора. На первом этапе наносферной литографии близкие по размерам сферические коллоидные частицы (их средний размер может составлять от 200нм до 1 мкм) «упаковывают» на требуемой подложке – как правило, на гладкой поверхности кремния – в виде плотноупакованного монослоя. Несмотря на то, что коллоидные сферы плотно прижаты одна к другой, монослой содержит систему эквидистантных пустот треугольной формы (рис. 1а). На втором этапе на монослой напыляют тонкий слой требуемого вещества, как правило, толщиной <100 нм, которое не проникает в области, «затененные» коллоидными частицами, и достигает подложки только в открытых местах. В результате этой процедуры на подложке возникает система упорядоченных наночастиц требуемого вещества, разделенных коллоидными сферами (рис. 1б). На последнем этапе коллоидные частицы удаляют путем растворения в соответствующем растворителе (рис. 1в) [1]. При получении слоя требуемого вещества вакуумным методом формируется структура, регулярность которой будет зависеть от упорядоченности слоя полученного на этапе формирования коллоидной пленки. Поэтому первоочередной задачей является достижение структурно упорядоченного коллоидного слоя. Необходимо подобрать соответствующие материалы, способы и режимы формирования таких структур. Коллоидные частицы должны быть однородны по размеру и форме, этому требованию наилучшим образом соответствует полистирольный монодисперсный латекс. При формировании пленки из коллоидных сферических частиц, частицы выстраиваются в фотоннокристаллическую опаловую матрицу (рис.2). Метод вертикального вытягивания [2] подложки из коллоидного раствора является наиболее технологичным способом ее получения, так как позволяет варьировать скоростью вытягивания, и получать бездефектную опаловую матрицу с заданными свойствами.

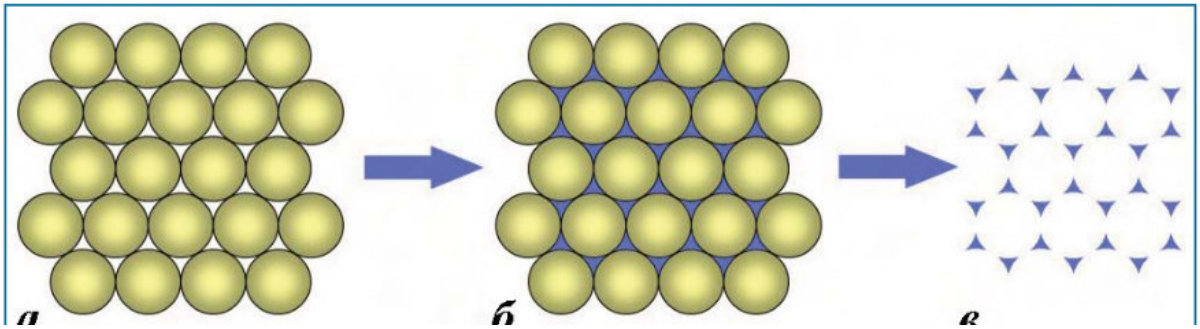


Рис. 1. Схема процесса наносферной литографии: а – монослой сферических коллоидных частиц, б – пустоты между частицами заполнены требуемым веществом, в – упорядоченный массив наночастиц требуемого вещества, полученный в результате удаления исходных коллоидных сфер [1].

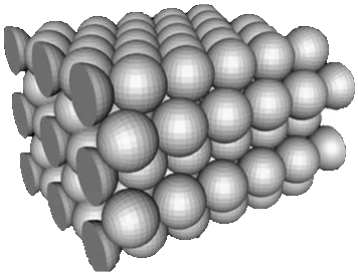


Рис. 2. Структура опаловой матрицы.

Метод вертикального вытягивания. При перемещении подложки возникает поток частиц, направленный в сторону мениска. При этом на них действует сила тяжести, компенсируемая капиллярной силой. Таким образом, частицы осаждаются на подложке, формируя гексагонально ориентированные слои [3]. Схематично метод изображён на рисунке 3.

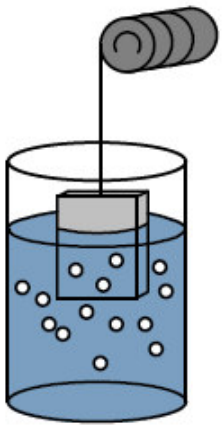


Рис. 3. Схема метода вертикального вытягивания из коллоидного раствора.

Экспериментальное оборудование. Для получения бездефектных коллоидных пленок необходимо обеспечить равномерное движение подложек в процессе их вытягивания из раствора. Причем, скорость вытягивания, определяющая свойства структуры, зависит от размера частиц, то есть желательно предусмотреть возможность варьирования скоростью. При этом должны быть исключены возмущающие воздействия на раствор и подложку. Для решения этих задач была разработана установка для нанесения фотоннокристаллических коллоидных пленок методом вертикального вытягивания [4] (рис 4).

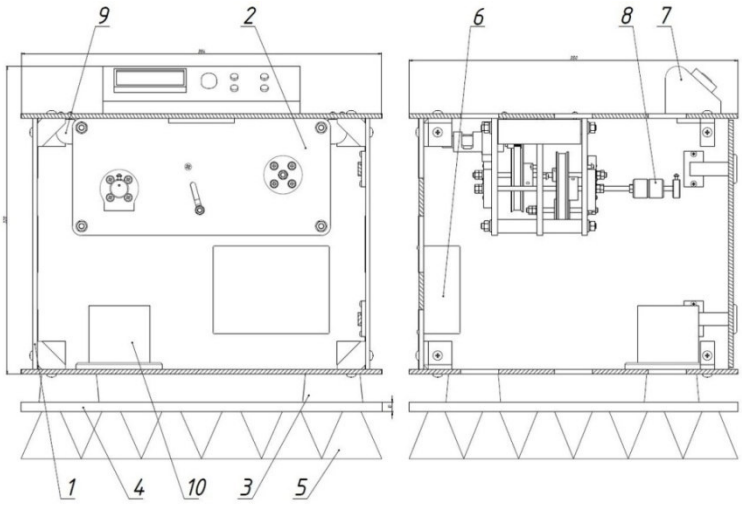


Рис. 4. Схема установки вертикального вытягивания.

Установка состоит из: редуктора (рис. 4, поз. 2), который обеспечивает процесс вертикального вытягивания, с помощью крюков (рис. 4, поз. 9) редуктор крепится к потолку коробу (рис. 4, поз. 1), это один из уровней виброзащиты, которая содержит еще несколько уровней: 36 пирамид пенополиуретана (рис. 4, поз. 5), жесткую пластину весом 10 кг (рис. 4, поз. 4) и 4 пирамиды пенополиуретана (рис. 4, поз. 3). Катушка (рис. 4, поз. 8) крепится к выходному валу редуктора, на нити, намотанной на катушку, крепится подложка, которая опускается в стакан с раствором (рис. 4, поз. 10). Для управления двигателем и работы пользователя с установкой через интерфейс (рис. 4, поз. 7), собрана система управления, в которую входит микроконтроллер Arduino, драйвер, располагающиеся в блоке питания (рис. 4, поз. 6), и дисплей, цифровая кнопка и тактовые кнопки, располагающиеся на коробе.

Установка обеспечивает скорость вытягивания в диапазоне от 0,01 до 3 мм/мин, погрешность высоты вытягивания составляет 0,1 мм. Поскольку в процессе движения подложки происходит деформирование частиц, зависящее от скорости вытягивания, то варьирование скоростью позволяет управлять параметрами опаловой матрицы и корректировать положение фотонной запрещенной зоны.

Оптимизация процесса получения коллоидной пленки. Выявление оптимальных условий получения коллоидных пленок осуществлялось экспериментальным образом. Контроль качества пленок осуществлялся методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) и спектрофотометрии. Задача заключалась в получении бездефектных структурно упорядоченных в опаловую матрицу пленок. Результаты предварительных экспериментов показали, что качество пленок зависит от концентрации коллоидного раствора и скорости вытягивания. На рисунках 5 и 6 приведены изображения пленки, полученной из 10% коллоидного раствора полистирольного монодисперсного латекса с диаметром частиц 220 нм на скорости вытягивания 0,8 мм/мин. Очевидно, что пленка распределена по подложке неравномерно, структурная упорядоченность по площади подложки отсутствует, имеются трещины и прочие дефекты.

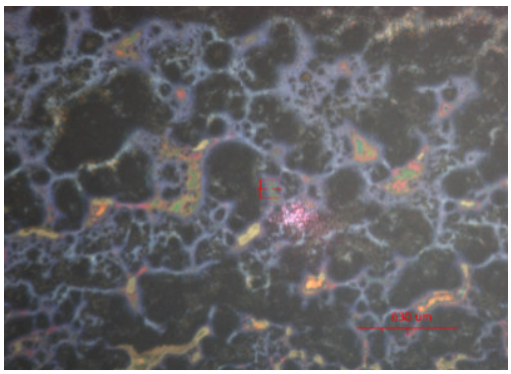


Рис. 5. Макроскопический анализ пленки, полученной методом вертикального вытягивания из 10% коллоидного раствора полистирольного монодисперсного латекса (скорость 0,8 мм/мин).

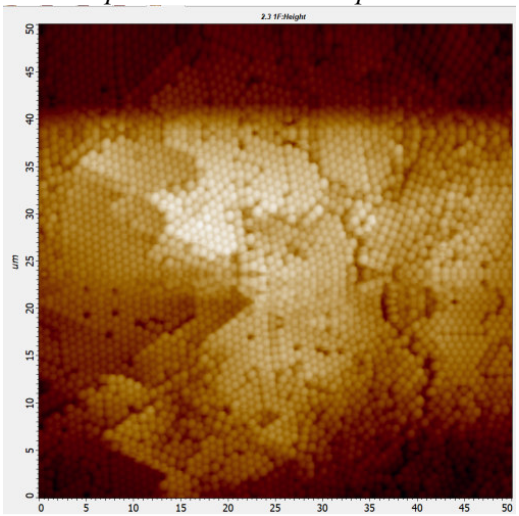
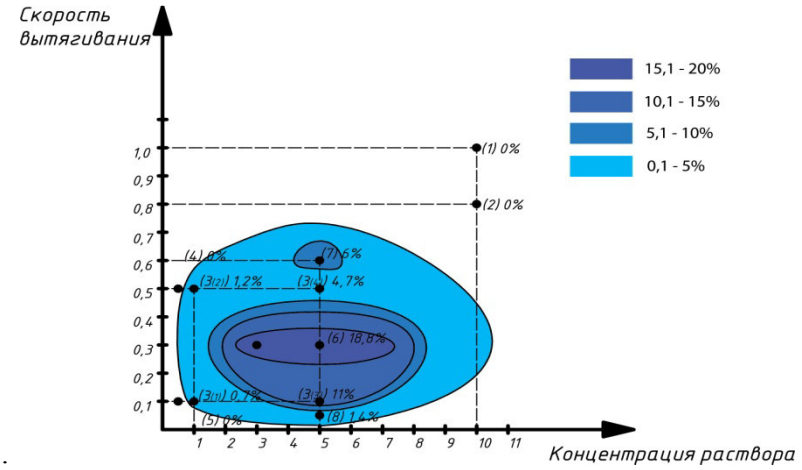
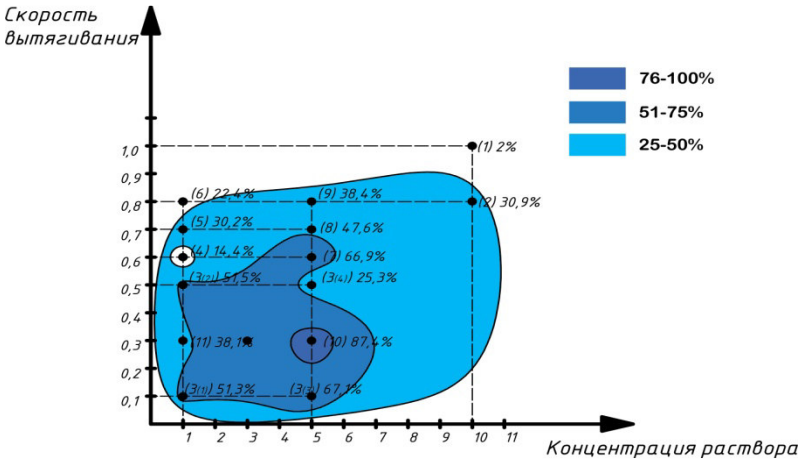


Рис. 6. АСМ-анализ пленки, полученной методом вертикального вытягивания из 10% коллоидного раствора полистирольного монодисперсного латекса (скорость 0,8 мм/мин).

Оптимизация процесса вертикального вытягивания осуществлялась на основании результатов полного факторного эксперимента (ПФЭ). При его проведении интервал варьирования скоростей составлял 0,1 – 0,5 мм/мин, а концентрация раствора варьировалась от 1% до 5%. Критериями оптимизации были относительная площадь структурно упорядоченной пленки и интенсивность отражения в области фотонной запрещенной зоны (рис. 7).



а



б

Рис. 7. Результаты оптимизации процесса вертикального вытягивания по критериям относительной площади структурно упорядоченной пленки (а) и интенсивности отражения в области фотонной запрещенной зоны (б).

Результаты ПФЭ и последующего исследования факторного пространства выявили области, в которых получаются пленки с максимальными значениями критериев. На рисунках 8, 9 представлены изображения пленки, полученной при оптимальных режимах. Для частиц полистирола размером 220 нм таковыми являются скорость вертикального вытягивания 0,3 мм/мин и концентрация раствора 5%.

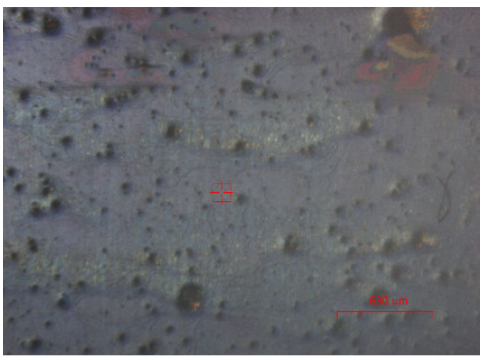


Рис. 8. Макроскопический анализ пленки, полученной методом вертикального вытягивания из 5% коллоидного раствора полистирольного монодисперсного латекса (скорость 0,3 мм/мин).

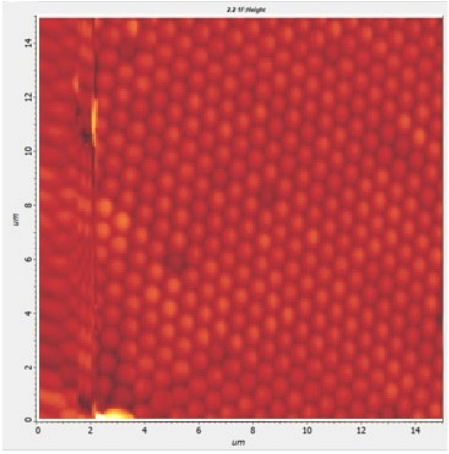


Рис. 9. АСМ-анализ пленки, полученной методом вертикального вытягивания из 5% коллоидного раствора полистирольного монодисперсного латекса (скорость 0,3 мм/мин).

Заключение. Метод вертикального вытягивания при использовании специального оборудования является наиболее технологичным и позволяет получать равномерные коллоидные пленки с возможностью варьирования режимами нанесения. Исследование процесса получения пленок показало, что существуют режимы (скорости вытягивания и концентрация коллоидного раствора), обеспечивающие оптимальное качество получаемых пленок. Получаемые таким образом двумерные структуры могут быть использованы в качестве масок для наносферной литографии, а трехмерные – в качестве матриц для формирования нанокомпозитов.

Литература

6. Нанотехнологии. Азбука для всех [Электронный ресурс] / Под ред. Ю.Д. Третьякова. - 2-е изд., испр. и доп. - М. : ФИЗМАТЛИТ, 2009. - http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785922110488.html
7. Панфилова Е.В. Перспективные методы формирования планарных наноструктур, Наноинженерия, № 2014/08, М., Машиностроение, 2014 – с. 29-33.
8. Беседина К.Н. Разработка методов управляемого формирования и исследование тонкопленочных опаловых наноструктур: дис. к.т.н., МГТУ им. Н.Э. Баумана, М., 2014. – 163 с.
9. Жуков Р.М., Кулешова В.Л., Панфилова Е.В., Прохоров Е.П. Проектирование стенда для вытягивания фотонно-кристаллических пленок, INTERMATIC – 2017, Материалы Международной научно-техническойконференции, М., МИРЭА, 2017 – с. 303-307.

Исследование процесса формирования композиции функциональных и жертвенных тонкопленочных слоев

Е.Н. Галаганова, Е.В. Панфилова, В.В. Роменская
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана (НИУ), ул. 2-ая Бауманская д.5,
Email: lenagalaganowa@mail.ru

Композиции функциональных и жертвенных тонкопленочных слоев используются при формировании микроэлектромеханических устройств и в исследованиях тонких пленок. В работе представлен анализ соответствующих технологий. Рассмотрены используемые в качестве жертвенных слоев материалы. Приведены результаты экспериментальных исследований процесса получения названных композиций.

Formation process of functional and sacrificial layers composition of thin films. E.N. Galaganova, E.V. Panfilova, V.V. Romenskaya. *The compositions of functional and sacrificial thin-film layers are used in the formation of micro-electromechanical devices and in the thin films research. The paper presents the analysis of relevant technologies. The materials used as sacrificial layers are considered. The results of experimental studies of the process of obtaining these compositions are presented.*

Введение

Одной из важнейших характеристик тонких пленок является их адгезия к поверхности подложки. Однако достижения нанотехнологий [1], технологий микроэлектромеханических систем (МЭМС) [2] поставили задачу формирования используемых отдельно от подложки пленочных систем. В частности, в МЭМС тонкие пленки конструкционного материала образуют механические элементы: микрозахваты, ключи и т.п.. Или, например, при исследовании процесса формирования нанокомпозита на основе коллоидного монослоя наиболее простым способом оценки результативности процесса является анализ поверхности композита со стороны, которая была обращена к подложке.. Причем, в данном случае, коллоидный монослой является также жертвенным по своему назначению.

Похожие задачи решаются при подготовке реплик поверхности образцов для исследования на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) [3]. Однако при этом основную нагрузку несет полимерный слой, на который вакуумными способами наносят островковую пленку сплава золота и палладия и углеродную пленку. Первая из названных пленок необходима для увеличения контрастности изображения, вторая является электропроводящим слоем.

В технологии МЭМС и наноинженерии конструкционные материалы наносятся, как правило, вакуумными методами, и до настоящего времени вопрос сочетаемости слоев этих материалов с жертвенными слоями изучен недостаточно.

10. Анализ технологий поверхностной микрообработки МЭМС

Поверхностная технология заключается в построении микроструктур на поверхности кремния путем осаждения тонких пленок защитных (жертвенных) и структурных слоев и удаления в конце процесса защитных слоев для получения требуемой механической структуры. Этапы кремниевой поверхностной микрообработки представлены на рис. 1.Ключевыми этапами являются следующие:

1 Осаждение изолирующего слоя и основы поликристаллического кремния.
2 Осаждение 1-го жертвенного слоя и формирование исходного рисунка.
3 Осаждение поликристаллического кремния и формирование изображения рисунка статора и ротора.На этом этапе важен контроль напряженности структурного слоя. Если присутствует градиент деформации, он вызывает изгиб микроструктуры после удаления с подложки. Хотя применяют легирование и термический отжиг, получить ненапряженный слой поликремния трудно.

4 Нанесение рисунка на 1-й жертвенный слой и на 2-ой жертвенный слой.
5 Травление жертвенных слоев и освобождение структурных элеентовизделия, например, ротор, как показано на рис. 1а. После растворения жертвенного слоя подложки промывают в деионизированной воде и сушат таким образом, чтобы избежать его адгезии к субстрату.

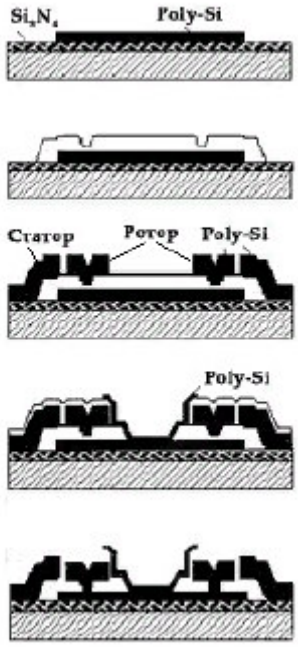


Рис. 1. Основные этапы поверхностной микрообработки [1].

11. Выбор материала жертвенного слоя

Результат процесса поверхностной микрообработки зависит от успешного удаления всех жертвенных слоев для освобождения структурных элементов, чтобы они могли приводиться в действие. На этом этапе уменьшается выход годных изделий и надежность изготовленных MEMS из-за явления, известного как липкость. Структурные элементы прилипают либо к подложке, либо к смежным элементам. Капиллярные силы промывочных жидкостей, а также электростатические и Ван-дер-Ваальсовы силы также могут вызывать постоянную адгезию после того, как система высохла.

Задача отделения структуры от подложки и жертвенного слоя становится актуальнее с ростом применения функциональных элементов в микроэлектронике, альтернативной энергетике и медицине[4]. Самостоятельные наноразмерные объекты могут получаться с помощью механического и химического воздействия на связи между структурой и подложкой. В настоящее время используются следующие типовые комбинации материалов микростркутура/жертвенный слой:

1 Поликремний/диоксид кремния с нитридом кремния как изолирующим материалом. Используется химическое осаждение поликристаллического кремния из газовой фазы при низком давлении и паров оксида для осаждения жертвенных слоев. Для удаления последних применяется раствор плавиковой кислоты (HP), который не оказывает влияния на поликремний.
2 Полиимид/алюминий. Для удаления защитного слоя алюминия используются кислотные реагенты.
3 Нитрид кремния/поликремний. Растворения и анизотропного травления кремния используются KOH и EDP.
4 Вольфрам/диоксид кремния. Жертвенные слои удаляются растворами плавиковой кислоты.

5 Рабочий материал датчика/борофосфоросиликатное стекло (ФБСС, BoroPhosphoSilicateGlass, BPSG). Для удаления жертвенных слоев применяется селективное химическое травление с использованием плавиковой кислоты.

Экспериментальные исследования и анализ их результатов

Проект имеет энергетическую направленность в области создания тонкопленочного покрытия, абсорбирующего солнечную энергию [5]. Разработка ведется с применением вакуумного напылительного оборудования, установки создания пленок из коллоидных растворов и различного аналитического оборудования.В лабораторных условиях было опробовано использование в качестве жертвенного слоя поливинилового спирта для его удаления химическим методом. Поливиниловый спирт – это искусственный, водорастворимый и термопластичный полимер. Из сухой смеси приготовлен прозрачный раствор, который был нанесен на подложку и затем высушен на атмосфере при комнатной температуре. На сформированный жертвенный подслой методом седиментации была нанесена опаловая пленка, сформированная из коллоидных микросфер кремнезема. Толщина опаловой пленки составляла в среднем для образцов порядка пяти монослоев частиц. После самоорганизации опаловой структуры на нее методом магнетронного распыления была нанесена тонкая пленка меди толщиной 600 нм. Полученная структура схематично представлена на рис. 2. Отделение структуры медь-опал от подложки осуществлялось путем растворения слоя поливинилового спирта в воде. В результате была получена хрупкая тонкая пленка меди с внедренными в нее микросферами кремнезема.

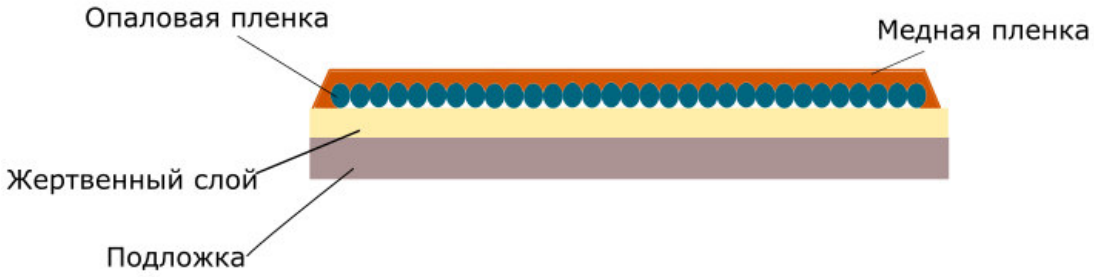


Рис. 2. Сформированная структура до отделения элемента.

Исследование образцов пленочной системы на атомно-силовом микроскопе (АСМ) (рис. 3) выявило, что качество поверхности, граничившей с жертвенным слоем, зависит от его толщины. Удачными были признаны образцы, поверхность коллоидной пленки которых сохранила структуру опаловой матрицы по всей поверхности.

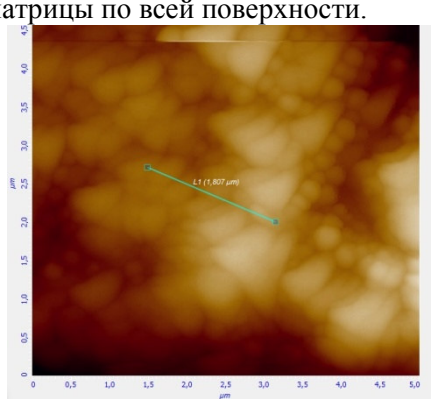


Рис. 3. АСМ-изображение полученной пленки.

Заключение

Проведенный эксперимент показал, что необходимо проанализировать влияние жертвенного слоя на процесс формирования опаловой пленки и установить оптимальную толщину пленки, образованной из поливинилового спирта. Отдельного внимание следует уделить мешающей проведению исследований проблеме хрупкости образцов. Полученные результаты можно будет использовать как для формирования пленочных систем, так и для изготовления композитных структур.

Литература

1. Hong Y.K. Surface tension self-assembly for three dimensional micro-opto-electro-mechanical systems. Diss. London. 2006.
2. Иванов С.В., Карелин Е.Ю. Основы технологии кремниевой микрообработки. [Электронный ресурс]: Научная электронная библиотека «КИБЕРЛЕНИНКА». URL: https://cyberleninka.ru/article/v/osnovy-tehnologii-kremnievoy-mikroobrabotki (дата обращения: 29.07.2018).
3. An Introduction to MEMS (Micro-electromechanical Systems) // Prime Faraday Technology Watch. 2002. Режим доступа: http://www.lboro.ac.uk/microsites/mechman/research/ipm-ktn/pdf/Technology_review/an-introduction-to-mems.pdf. (дата обращения: 29.07.2018).
4. Певцов Е.В. Основы моделирования и проектирования МЭМС в САПР ConventorWare. [Электронный ресурс]: Учебное пособие/ Певцов Е.Ф., Деменкова Т.А., Аль-Натах Р.И. М.: Московский технологический университет (МИРЭА), 2016. Режим доступа: https://docviewer.yandex.ru/view/331636498 (дата обращения: 29.07.2018).
5. Е.Н. Галагнова, Е.В. Панфилова. Разработка инверсных интегрированных покрытий с использованием фотонно-кристаллической структуры. /«Вакуумная техника, материалы и технология». Под редакцией д. т. н., проф/ С.Б. Нестерова. М.:НОВЕЛЛА. 2018 – 93-96 с.

Исследование скорости осаждения ультратонких сверхпроводящих пленок WSi при варьировании энергии частиц осаждаемого материала

Д.Д. Васильев, Е.И. Малеванная, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5
e-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

В работе представлены эксперименты по определению влияния потенциала смещения на подложке, температуры подложки и пиковой мощности импульсного распыления, которая является эквивалентом ионизации, мишени вольфрама,на скорость осаждения пленок W, Si и WSi. Полученные результаты являются основой для воспроизводимого процесса формирования ультратонких пленок WSi.

Investigation of the deposition rate of ultrathin superconducting WSi films under varied energy of the deposited material particles. D.D. Vasilev, E.I. Malevannaya, K.M. Moiseev. *Experiments are performed to determine the influence of the bias potential on the substrate, the substrate temperature and the peak power of the pulsed sputtering, which is the equivalent of ionization, of the tungsten target, on the deposition rate of the W, Si, and WSi films. The obtained results are the basis for the reproducible process of ultrahigh WSi films formation.*

Введение

Пленки WSi используются в SSPD (Superconducting Single Photon Detector) благодаря возможности получения квантовой эффективности детектора более 93% [1]. Как утверждает

большинство научных групп, детекторы на основе пленки WSi обладают высокими параметрами при аморфной пленке, при этом не приводят исследований по влиянию технологических параметров на свойства пленки. Поэтому исследования подобного рода необходимы для формирования детекторов с высокими параметрами.

Одним из главных параметров пленки, влияющим на параметры SSPD, такие как квантовая эффективность, темновые отсчеты, критический ток, скорость счета и др., является толщина пленки [2]. Поэтому при проведении эксперимента необходимо анализировать параметры детекторов, полученных на основе пленок одной толщины. Также пленка WSi 2-х компонентная, что накладывает требования по получению пленок одного соотношения материалов.

Толщины пленок, на основе которых формируют SSPD, находится в интервале от 4 до 7 нм. Для контроля толщины на спектральном эллипсометре необходимо наличии библиотеки материала WSi, для создания которой необходимо провести отдельную НИР. Измерение толщины профилометром или СЗМ требует формирование четкой ступеньки пленки и достаточного времени измерения одного образца. Более быстрым и достаточно точным методом измерения толщины является методом пьезоэлектрического микровзвешивания [3], который относится к гравиметрическим методам измерения толщины покрытий. Суть метода заключается в обратном пьезоэлектрическом эффекте – колебании кварцевой пластины при приложении к ней переменного напряжения [4, 5]. Для получения значения толщины покрытия необходимо знать плотность материала, которая у тонких пленок отличается от массивного образца. Поэтому в работе предлагается оперировать удельной массой осаждаемого материала. Чтобы исключить фактор скорости роста покрытия, отработка формирования постоянной массы покрытия проводится за постоянное время.

Целью работы является отработка постоянной массы и соотношений компонентов осаждаемого покрытия WSi при варьировании энергии осаждаемого материала при изменении потенциала смещения на подложке, температуры подложки и коэффициент ионизации материала.

Выбор данных параметров обусловлен тем, что для использования в SSPD с высокими характеристиками, пленки WSi должны быть не только строго заданной толщины, но и обладать определенной структурой. При магнетронном нанесении тонкопленочных покрытий на структуру покрытия влияет температура подложки [6], энергия и скорость осаждаемых частиц [7], а также коэффициент ионизации материала [8].Поэтому важно предварительно изучить влияние каждого из этих факторов на скорость, чтобы в дальнейшем иметь возможность получать пленки WSi одинаковой толщины для исследования зависимости указанных выше параметров на структуру покрытий.

Описание эксперимента

На установке ВУП-11М [9] кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана отработана технология формирования пленок WSi и получены характеристики детекторы на основе данных пленок совместно с ЗАО «СКОНТЕЛ» [2]. Для получения более высоких значений квантовой эффективности появилась необходимость улучшения базовой технологии, для чего необходимо установить соответствие между технологическими режимами и получаемой структурой пленок WSi. При этом толщина пленок должна быть воспроизводимой, а зависимости скорости осаждения от изменения технологических режимов должны быть известны.

Для выявления этих зависимостей предлагается использовать разработанную ранее технологию и полученные результаты как начало координат при варьировании 3-х указанных выше параметров. На первом этапе следует измерить массу осаждаемого материала WSi при отработанной технологии, и, поскольку требуется формировать покрытие одного соотношения компонентов, то также необходимо измерить массу осаждаемого материала по отдельности для Wи Si. Проводится серия экспериментов по осаждению материала, измеряется удельная масса, рассчитывается средняя удельная масса и отклонение значения массы 3σ, которое считается доверительным интервалом. Задача состоит в определении мощности распыления материала,

которая связана со скоростью распыления, при котором получаемая удельная масса материала при варьировании параметров войдет в доверительный интервал.

Для измерения массы осажденной пленки методом пьезоэлектрического микровзешиваниия кварцевый резонатор соединяется с генератором, подключенным к источнику постоянного напряжения, выводы генератора соединены с частотомером для измерения собственной частоты колебаний кварцевой пластины в связи с обратным пьезоэлектрическим эффектом при приложении переменного электрического поля.

Уменьшение собственной частоты колебаний кварцевого резонатора согласно уравнению Зауэрбрея [10] прямо пропорционально массе нанесенного на кварцевый резонатор слоя:

$$\Delta f = -\frac{2hf_0{}^2\rho}{\sqrt{\mu\rho_q}} \rightarrow h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2\rho}, \quad (1)$$

где:

Δf – изменение собственной частоты кварцевого резонатора, Гц;

f_0 – собственная частота кварцевой пластины, Гц;

h – толщина нанесенного слоя, нм;

ρ – плотность наносимого материала, г/см^3;

ρ_q – плотность кварца, $\rho_q = 2{,}65\,\frac{\text{г}}{\text{см}^3}$;

μ – модуль сдвига кварца,$\mu = 2{,}95\cdot 10^{11}\,\frac{\text{дин}}{\text{см}^2} = 2{,}95\cdot 10^{11}\,\frac{\text{г}}{\text{см}\cdot\text{с}^2}$.

Данное соотношение позволяет определить толщину пленки при известной плотности материала. Поскольку плотность материала мишени (массивного материала) может отличаться от плотности полученной пленки, то будем оперировать удельной массой материала. То есть преобразуем формулу (1) к виду:

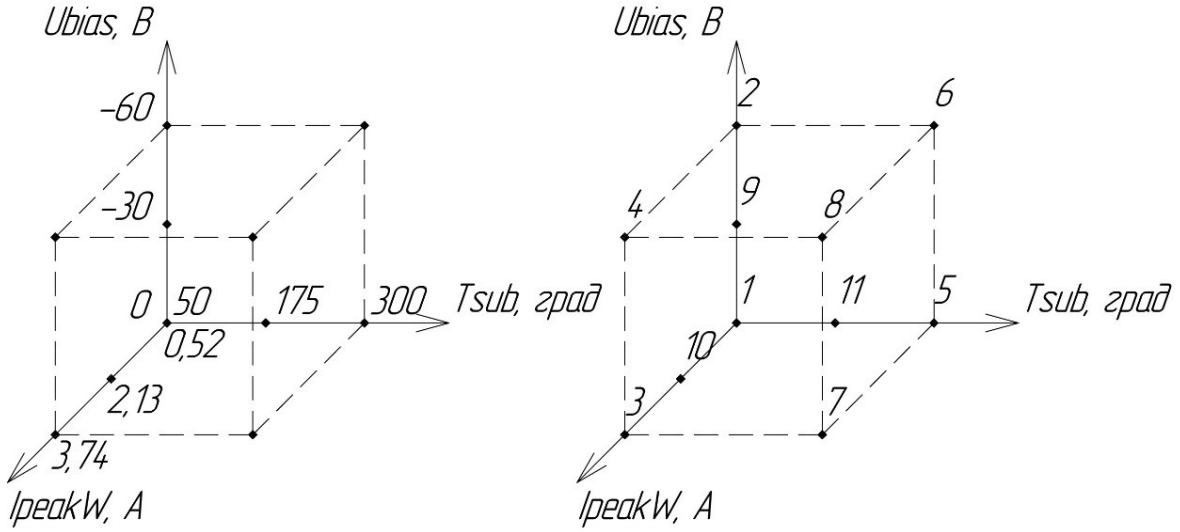
$$h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2\rho} \rightarrow M = h\cdot\rho = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2}\cdot 10^5\left[\frac{\text{кг}}{\text{м}^2\cdot\text{с}}\right]. \quad (2)$$

Имеющееся оборудование не позволяет проводить измерение собственной частоты кварца в вакуумной камере, в результате чего после осаждения покрытия в камеру напускается атмосферное давление и производится измерение кварца.

Собственная частота кварца зависит от температуры. Оборудование позволяет измерять частоту кварца с точностью до 10 Гц. Плавно нагревая кварц со скоростью 0,1 град/сек, снимая показания и строя полином, возможно измерение частоты кварца с точностью до 1 Гц.

Измерение частоты при атмосферном давлении проводится через 30 мин. Выдержка после процесса осаждения с нагревом кварца должна приводить к образованию оксидов на поверхности тонкой пленки, и, как следствие, влиять на результаты измерения. Однако, т.к. все образцы измеряются в одинаковых условиях и по одной методике, то результаты позволяют говорить о получении одной удельной массе на образце. Использование результатов для количественной оценки невозможно.

После определения удельной массы Wи Si в начальной точке 1 проводятся эксперименты с варьированием 3-х параметров: потенциала смещения на подложке от 0 до минус 60 В, температуры подложки от 50 до 300°С и коэффициента ионизации, которому эквивалентен пиковый ток при импульсном распылении от 0,52 до 3,74 А [11] (рис. 1). Остальные параметры системы неизменны, кроме мощности распыления, которая будет подбираться для получения требуемой удельной массы за одно время осаждения. Siмишень распыляется ВЧ блоком питания, поэтому варьировать степенью ионизации не представляется возможным. W мишень распыляется импульсным блоком питания. В работе [11] показано, что степень ионизации коррелирует с пиковым током в импульсе. Т.к. измерения пикового тока в импульсе просты по сравнению с прямым измерением степени ионизации, в экспериментах варьируется пиковый ток, измеренный ранее на данном оборудовании [11].



а) *б)*

Рис. 1. План экспериментов: а) значения варьируемых параметров; б) номера экспериментов.

Эксперименты проводятся в вершинах куба (рис. 1) и в центральных точках при варьировании одного параметра. Это связано с определением характера влияния фактора и устранением вероятности ошибки в экспериментах. Если при изменении параметра масса входит в доверительный интервал 1 эксперимента, а масса центрального эксперимента нет, то есть вероятность ошибки в эксперименте на вершине.

После отработки режимов осаждения покрытий W и Si проводятся эксперименты по осаждению пленок WSi при этих режимах. Если удельная масса покрытия WSi не входит в доверительный интервал 1 эксперимента, значит, в этой точке наблюдается ошибка нанесения WSi, Wили Si, что требует проверки и дополнительной отработки режима осаждения.

Результаты эксперимента по определению параметров в начальной точке 1

По результатам проведенных экспериментов в 1 точке при отработанных параметрах осаждения пленки WSi 6 нм с содержанием 76% Wполучены удельные массы и доверительные интервалы для отработки режимов (таблица 1). Сумма удельных масс W и Si меньше удельной массы WSi, что может быть результатом скорости роста пленки в начальный момент, а также при дополнительном распылении W с мишени Si, поскольку скорость распыления Wбольше, чем у Si, и W в некотором количестве успевает осадиться на кремниевой мишени непосредственно во время процесса совместной работы магнетронов.

Таблица 1. Значения удельной массы в 1 точке.

Номер эксперимента	Масса пленки WSi, кг/м^2	Масса пленки W, кг/м^2	Масса пленки Si, кг/м^2
1	$8{,}9760\cdot10^{-5}$	$7{,}4052\cdot10^{-5}$	$5{,}0116\cdot10^{-6}$
2	$8{,}9760\cdot10^{-5}$	$7{,}3005\cdot10^{-5}$	$4{,}8770\cdot10^{-6}$
3	$8{,}9461\cdot10^{-5}$	$7{,}1359\cdot10^{-5}$	$4{,}7872\cdot10^{-6}$
Среднее значение	$8{,}9660\cdot10^{-5}$	$7{,}2805\cdot10^{-5}$	$4{,}8919\cdot10^{-6}$
3σ	$4{,}2313\cdot10^{-7}$ (0,47%)	$3{,}3250\cdot10^{-6}$ (4,57%)	$2{,}7666\cdot10^{-7}$ (5,66%)

Результаты экспериментов по осаждению W

Проведенные эксперименты по осаждению пленок W показывают, что факторы потенциал смещения на подложке и температура подложки не влияют на удельную массу (таблица 2). При варьировании пикового тока изменением коэффициента заполнения импульса, удельная масса уменьшается, что требует увеличения мощности распыления. В результате отработки осаждения удельной массы построена поверхность распределения удельной массы

от мощности источника и коэффициента заполнения импульса, на которой черными точками отмечены проведенные измерения (рис. 2).

Таблица 2. Значения удельной массы покрытия W.

№	Номер точки на плане	Напряжение. Смещения, В	Темп., °С	Пиковый ток, А	Мощность, Вт	Коэффициент. заполнения, %	Масса пленки W, кг/м^2	Отклонение от 1 точки, %
1	1	0	50	0,52	120	80	$7{,}4052\cdot10^{-5}$	1,64
2	1	0	50	0,52	120	80	$7{,}3005\cdot10^{-5}$	0,21
3	1	0	50	0,52	120	80	$7{,}1359\cdot10^{-5}$	2,05
4	2	-60	50	0,52	120	80	$7{,}3454\cdot10^{-5}$	0,82
5	9	-30	50	0,52	120	80	$7{,}2406\cdot10^{-5}$	-0,62
6	5	0	300	0,52	120	80	$7{,}1210\cdot10^{-5}$	-2,26
7	11	0	150	0,52	120	80	$7{,}3154\cdot10^{-5}$	0,41
8	6	-60	300	0,52	120	80	$7{,}0312\cdot10^{-5}$	-3,49
9	3	0	50	-	120	11	$4{,}9518\cdot10^{-5}$	-31,88
10	3	0	50	-	150	15	$6{,}5076\cdot10^{-5}$	-10,58
11	3	0	50	3,80	170	18	$7{,}5548\cdot10^{-5}$	3,75
12	3	0	50	3,74	166	17	$7{,}4052\cdot10^{-5}$	1,64
13	10	0	50	2,17	160	28	$7{,}9288\cdot10^{-5}$	8,87
14	10	0	50	1,70	140	31	$7{,}2556\cdot10^{-5}$	-0,32
15	10	0	50	1,99	146	27	$7{,}2257\cdot10^{-5}$	-0,70
16	4	-60	50	3,80	170	18	$7{,}7792\cdot10^{-5}$	6,89
17	4	-60	50	4,02	164	16	$7{,}3603\cdot10^{-5}$	1,11
18	7	0	300	3,74	166	17	$7{,}4800\cdot10^{-5}$	2,82
19	8	-60	300	3,74	166	17	$7{,}6745\cdot10^{-5}$	5,36

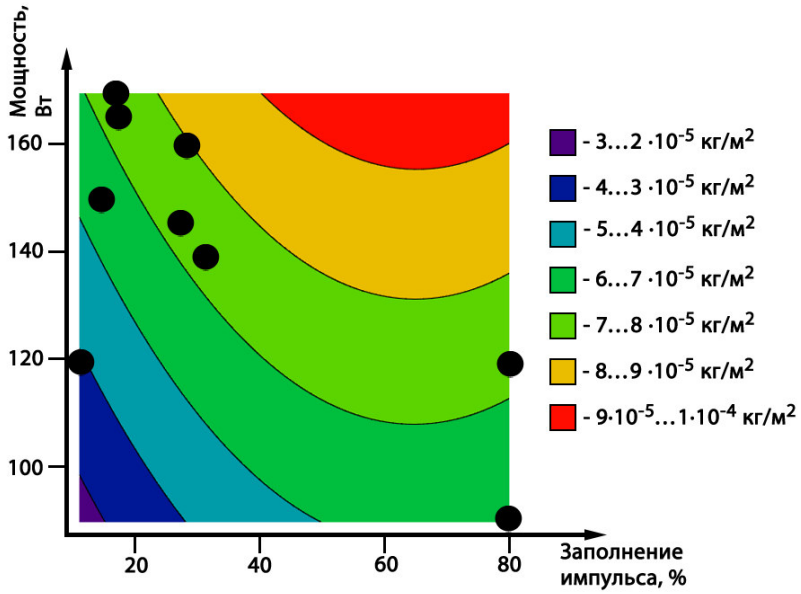


Рис. 2. Поверхность удельной массы W от коэффициента заполнения импульса и мощности магнетрона.

Результаты экспериментов по осаждению Si

Эксперименты по осаждению пленок Si показывают стабильную скорость осаждения в 1 точке, однако при варьировании факторов разброс значений скорости осаждения значителен

(таблица 3). В результате чего принято решение проводить эксперименты по осаждению пленки WSi, т.к. влияния факторов на скорость осаждения пленки W не наблюдалось. Если значения пленок WSi будут аналогично Siиметь существенный разброс значений скорости осаждения, то следует изменить методику проведения экспериментов.

Таблица 3. Значения удельной массы покрытия Si.

№	Номер точки на плане	Напряжение смещения, В	Температура, °С	Мощность, Вт	Масса пленки Si, кг/м^2	Отклонение от 1 точки, %
1	1	0	50	110	$5{,}0116\cdot10^{-6}$	2,45
2	1	0	50	110	$4{,}8770\cdot10^{-6}$	0,31
3	1	0	50	110	$4{,}7872\cdot10^{-6}$	2,14
4	2	-60	50	110	$5{,}2510\cdot10^{-6}$	7,52
5	2	-60	50	110	$4{,}2786\cdot10^{-6}$	-12,62
6	5	0	300	110	$2{,}6180\cdot10^{-7}$	-94,64
7	5	0	300	110	$3{,}5904\cdot10^{-6}$	-26,43
8	9	-30	50	110	$4{,}0691\cdot10^{-6}$	-16,73

Результаты экспериментов по осаждению WSi

Эксперименты по осаждению пленок WSi показали стабильную скорость осаждения в 1 точке в интервале ±0,17% от среднего значения (таблице 4). Эксперименты в других точках имеют отклонение от -6,11% до 1,01. Выявить корреляции между результатами экспериментов и варьируемыми факторами не удалось. Возможно, сказывается нестабильная скорость осаждения пленки Si. В таком случае при проведении процесса осаждении пленки на подложку необходимо на подложкодержателе закрепить кварцевый резонатор для контроля удельной массы пленки после процесса осаждения и учета при анализе параметров детектора.

Таблица 4. Значения удельной массы покрытия WSi.

№	Номер точки на плане	Напряжение. Смещения, В	Температура, °С	Пиковый ток, А	Мощность, Вт	Коэффициент. заполнения, %	Масса пленки WSi, кг/м^2	Отклонение от 1 точки, %
1	1	0	50	0,52	120/110	80	$8{,}9760\cdot10^{-5}$	0,17
2	1	0	50	0,52	120/110	80	$8{,}9760\cdot10^{-5}$	0,17
3	1	0	50	0,52	120/110	80	$8{,}9461\cdot10^{-5}$	-0,17
4	2	-60	50	0,52	120/110	80	$9{,}0508\cdot10^{-5}$	1,01
5	5	0	300	0,52	120/110	80	$8{,}6170\cdot10^{-5}$	-3,88
6	6	-60	300	0,52	120/110	80	$8{,}7516\cdot10^{-5}$	-2,41
7	3	0	50	3,74	166/110	17	$8{,}6170\cdot10^{-5}$	-3,79
8	4	-60	50	4,02	164/110	16	$8{,}4075\cdot10^{-5}$	-6,11
9	7	0	300	3,74	166/110	17	$8{,}5721\cdot10^{-5}$	-4,34
10	8	-60	300	4,02	164/110	16	$8{,}4075\cdot10^{-5}$	-6,07

Выводы

Проведенные эксперименты показали:

1. Потенциал смещения на подложку от 0 до -60 В и температура подложки от 50 до 300 град. влияет на скорость осаждения пленки W меньше суммы всех погрешностей эксперимента;

2. Уменьшение коэффициента заполнения импульса с увеличением пикового тока уменьшает скорость осаждения при постоянной мощности, что требует увеличения мощности для получения необходимой скорости осаждения;
3. Сумма удельных масс W и Si меньше удельной массы WSi, что может быть результатом скорости роста пленки в начальный момент, а также следствием влияния дополнительного распылении W с мишени Si, поскольку скорость распыления W больше, чем у Si, и W в некотором количестве успевает осадиться на кремниевой мишени непосредственно во время процесса совместной работы магнетронов.

Заключение

В дальнейшем планируется провести исследования сверхпроводящих свойств пленок и параметров детекторов на их основе при формировании по отработанным параметрам. Из-за наличия «разброса» скорости осаждения покрытия следует при проведении процесса устанавливать на подложкодержателе с подложкой кварцевый резонатор для контроля удельной массы пленки после процесса осаждения и учета результата при анализе параметров детектора.

Литература

1. Marsili F, Verma V B, Stern J A, Harrington S, Lita A E, Gerrits T and Nam S W 2013 Nature Photonics 7(3) 210-214.
2. V A Seleznev, A V Divochiy, Yu B Vakhtomin, P V Morozov, P I Zolotov, D D Vasil'ev, K M Moiseev, E I Malevannaya and K V Smirnov 2016 J. Phys.: Conf. Ser. 737 012032.
3. В.В. Малов.Пьезорезонансные датчики. – М.: Энергоатомиздат, 1989. – 272 с.
4. C. Lu, A.W. Czanderna, Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances // Elsevier Methods and Phenomena. – 2012. – Vol. 7. – P. 408.
5. Технология тонких пленок: справочник. В 2 т. Т. 1. / ред. Л.Майссел, Р.Глэнг. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. М.: Советское радио, 1977. – 664с.
6. Современное состояние исследований и технические применения. Т.3. Под ред. Хасса Г. и Туна Р.Э., пер. с англ. – М: Мир, 1968. – 331 с.
7. И.Ф. Ивановский, В.И. Петров Ионно-плазменная обработка материалов. – М.: Радио и связь, 1986. – 232 с.
8. Bilek, M.M.M. and McKenzie, D.R. (2006) Surf. Coat. Technol., 200, 4345.
9. Моисеев К.М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – № 8. – С. 18-21.
10. Sauerbrey G. Verwendungv on Schwingquarzen zur Wägungdünner Schichtenund zur Mikrowägung // Zeitschriftfuer Physik. – 1959. – Vol. 155. – P. 206-222.
11. М.Ю.Акишин, Е.И.Малеванная, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев. Исследование зависимости плотности пиковой мощности на магнетроне от параметров процесса импульсного магнетронного распыления // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2017. – С.193-196.

Исследование характеристик ультратонких сверхпроводящих пленок WSi

Т.Г.Константинова, М.Ю.Акишин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев, *** *** Ф.И.Золотов, *** *** К.В.Смирнов
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5;
****Москва, МПГУ, ул. Пироговская, д. 1;***
*****Москва, НИУ ВШЭ, ул. Мясницкая, д. 20;***
******Москва, ООО «Сконтел», ул. Льва Толстого, д. 5/14***
e-mail: t.g.konstantinova@mail.ru, k.moiseev@bmstu.ru

В работе проведено исследование сверхпроводящих характеристик тонких плёнок WSi для их дальнейшего использования в сверхпроводниковых однофотонных детекторах (SSPD). Представлены зависимости критической температуры Tc, поверхностного сопротивления Rs, ширины сверхпроводящего перехода dTc, коэффициента остаточного удельного сопротивления RRR от процентного соотношения компонентов и толщины тонкой плёнки WSi.

Research of the characteristics of ultrathin superconducting WSi films. T.G.Konstantinova, M.Y. Akishin, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev, P.I. Zolotov, K.V. Smirnov. *The paper presents the investigation of the superconducting characteristics of thin WSi films which can be used in superconducting single photon detectors (SSPD). The dependences of the critical temperature Tc, the surface resistance Rs, the width of the superconducting transition dTc, the residual resistivity ratio RRR on the percentage ratio of components and the thin film thickness WSi are presented.*

Введение

К моменту открытия эффекта детектирования фотонов в сверхпроводниковых полосках фотонные детекторы разных типов уже имели широкое практическое применение (болометрыTES, SPADдетекторы и др. [1,2]). Однако ввиду существенных недостатков, таких, как громоздкость, низкая скорость счета, ограниченность по длине волны, низкие значения квантовой эффективности, значительные темновые отсчёты, данные типы детекторов малоприменимы в квантовых системах связи [2]. Хорошей альтернативой полупроводниковым однофотонным детекторам являются однофотонные детекторы на основе сверхпроводников. Малая энергетическая щель в сверхпроводниках, порядка единиц мэВ, делает эти детекторы перспективными для работы в ИК диапазоне, где энергия одного фотона уменьшается до уровня, не позволяющего полупроводниковым приборам регистрировать одиночны кванты света.

Сверхпроводниковые однофотонные детекторы (SSPD) [3] превзошли другие технологии инфракрасного однофотонного детектирования и широко применимы для работ с квантовой информацией ив квантовой оптике[4-7] благодаря своейвысокой квантовой эффективности [8], низкому джиттеру [9] и малому значению темновых отсчётов [10].

При попадании фотона происходит образование резистивной области, в которой нарушается сверхпроводниковые свойства плёнки. Следствием этого является резкое увеличение сопротивления, порождающее импульса напряжения на выходе. Для получения чёткого выходного сигнала необходимо высокое поверхностное сопротивление, и малое значение показателя RRR (отношение R300 к R20) образца. Данная характеристика плёнки непосредственно зависит от толщины нанесённого покрытия. Так в [11] показано, что для более тонких плёнок (2 нм)поверхностное сопротивление значительно увеличивается, что может привести к невозможности перехода в сверхпроводящее состояние. Однако значительное увеличение толщины плёнки приводит к ненасыщению внутренней эффективности [12].

В данной работе рассматриваются характеристики тонкой сверхпроводящей плёнки WSi: поверхностное сопротивление Rs – критерий первоначального отбора; критическая

температура Tc–температура перехода из сверхпроводящего в резистивное состояние, показатель RRR–коэффициент остаточного удельного сопротивления плёнки; ширина сверхпроводящего перехода dTc– характеристика скорости перехода в сверхпроводящее состояние. Предпочтительным является получение плёнок с наибольшим Rs, наименьшими параметрами RRR и dTc, а также наибольшим Tc[13] ввиду того, что максимальная критическая температура TcWSi всего 5 K.

Целью данной работы является исследование влияния толщины и состава плёнки на поверхностное сопротивление Rs, критическую температуру Tc, коэффициента RRR и ширину сверхпроводящего перехода dTc тонких плёнок WSi.

Описание эксперимента

Нанесение плёнки проводится на установке ВУП-11М в лаборатории кафедры «Электронные технологии в машиностроении». Для получения плёнок WSi применяется магнетронное распыление из двух мишеней (вольфрамовой и кремниевой), расположенных под углом 90° относительно друг друга. Подложка располагается на пересечении осей магнетронов. Вольфрам распыляется импульсным источником, а кремний – высокочастотным. Параметры процесса приведены в таблице 1. Подложка сапфировая диаметром 2” (50,8 мм).

Таблица 1 – Параметры нанесения WSi на сапфировую подложку 2”.

Номер п/п	Параметр	Единица измерения	Значение
1	Мощность W	Вт	120
2	Мощность Si	Вт	110
3	Концентрация W в центре подложки	%	76
4	Поток аргона	л/ч	2,6
5	Толщина в центре подложки	нм	6
6	Температура подложки	°C	24

Результаты эксперимента

Измерение поверхностного сопротивления

Ранее при тех же параметрах были нанесены на 9 резонаторов, расположенных на расстоянии 18 мм друг от друга (рис. 1) отдельно плёнки W, Siи WSi для определения толщины и соотношения компонентов в каждой точке. Результаты представлены на рис. 2.

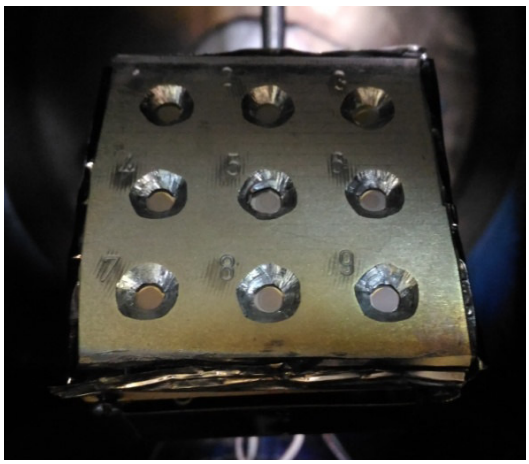
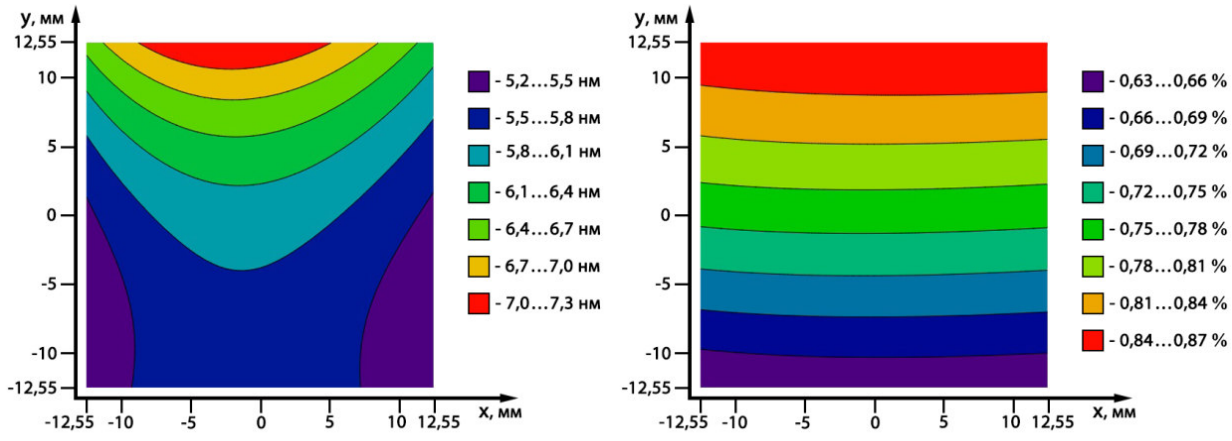


Рис. 1. Расположение резонаторов для измерения толщины и соотношения компонентов.

На рис. 2 представлено распределение толщины и соотношения компонентов. Можно заметить увеличение концентрации W вдоль вертикальной координаты y, что объясняется особенностью расположения магнетронов [14].

Поверхностное электрическое сопротивление контролировалось 4-х зондовым микроскопом, тип М2.600.002, погрешность прибора составляет 0,1%. Данные приведены в таблице 2.



а) б)

Рис. 2. Параметры покрытияWSi: а) толщина; б) соотношениепо толщине W/(W+Si).

Таблица 2. Распределение удельного сопротивления Rs (Ом/□) от координаты.

Координаты на подложке, мм	-12,550	-6,275	0	6,275	12,550	17,700
12,550	-	-	342	-	364	-
6,275	-	359	345	340	-	-
0	434	392	377	376	382	414
-6,275	-	477	447	450	-	-
-12,550	648	-	549	-	586	-
-17,700	-	-	697	-	-	-

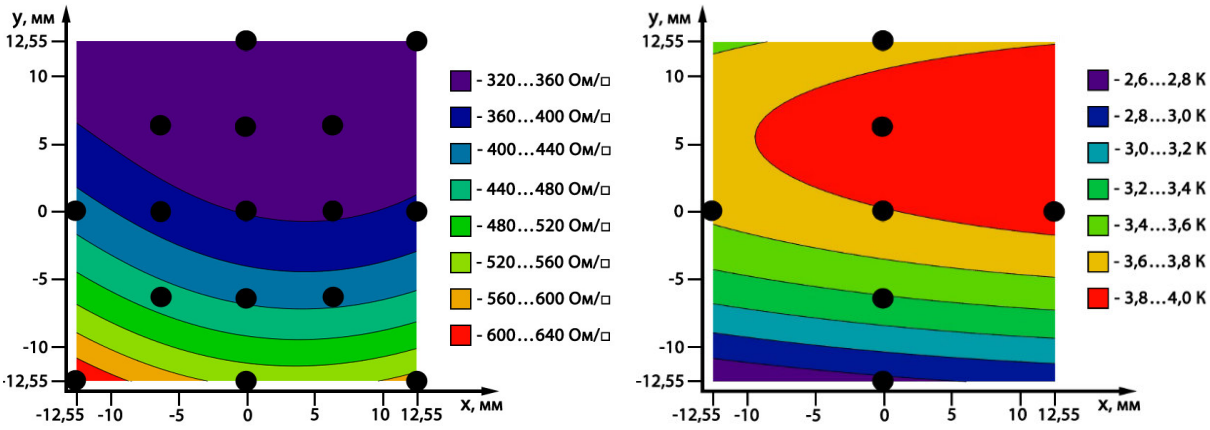
Построенная зависимость поверхностного сопротивления от координаты на подложке (рис.3, а) показывает смещение центра относительно точки (0;0).

Измерение критической температуры

Для измерения критической температуры были выбраны 7 точек (табл. 3). Для определения максимальной температуры была построена зависимость критической температуры от координаты с указанием черных точек измерения пленки (рис. 3, б).Максимальная критическая температура max Tc=3,9 K наблюдается при толщине плёнки h=4,87 нм и содержании W=79,5%. Данная зависимость подтверждает ранее полученные значения для толстых плёнок [13]. Для данного соотношения ширина сверхпроводящего перехода составляет dTc=0,1 K, коэффициент остаточного удельного сопротивления RRR=0,98, поверхностное сопротивление Rs=430 Ом/□.

Таблица 3 – Распределение критической температуры Tc(K)/dTc(K)/RRR от координаты (мм)

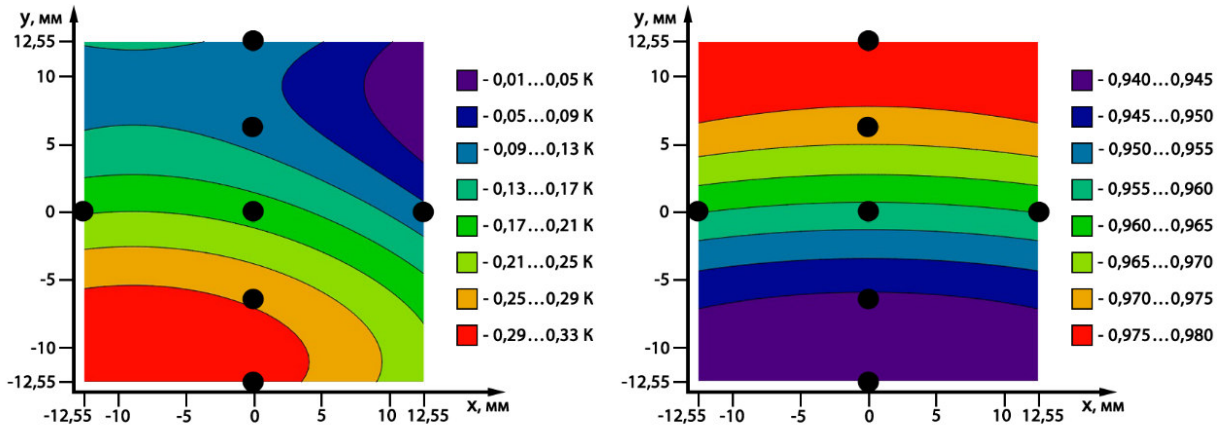
Координаты на подложке, мм	-12,55	0	12,55
12,550	–	3,60/0,10/0,98	–
6,275	–	3,83/0,15/0,97	–
0	3,55/0,20/0,96	3,70/0,16/0,96	3,80/0,10/0,96
-6,275	–	3,30/0,31/0,94	–
-12,550	–	2,62/0,28/0,94	–



а) б)

Рис. 3. Распределение по подложке: а) Rs; б) Tc.

По графикам R(T) для каждой точки определялись dTc и RRR (рис.4).

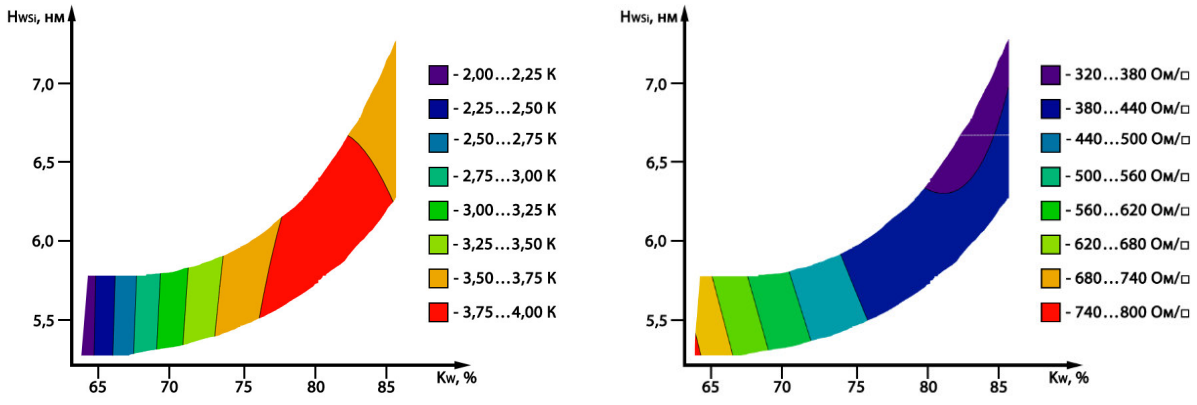


а) б)

Рис. 4. Распределение по подложке: а) dTc; б) RRR.

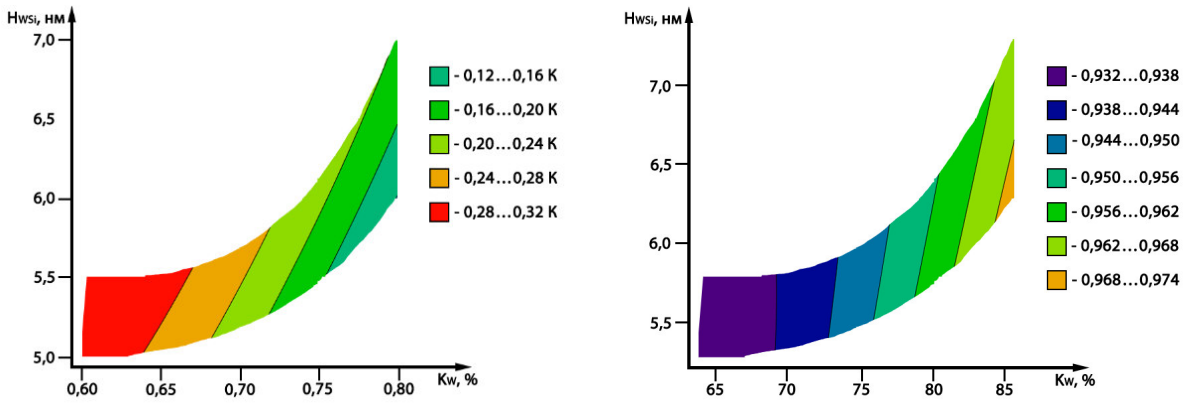
Обработка измерений

В программе MathCAD построена регрессионная зависимость поверхности Tc, Rs, dTc и RRR от толщины и соотношения компонентов пленки WSi. В связи с тем, что при обработке результатов одному значению толщины и соотношения компонентов соответствует несколько значений выходных параметров, на рисунках показана область – соответствующая проекции «облака» результатов. За пределами облака поверхность экстраполируется не адекватно, из-за чего она не показана. По поверхности температуры перехода в сверхпроводящее состояние (рис. 5, а) можно видеть концентрацию вольфрама в плёнке, соответствующую 80%, при которой наблюдается максимальная температура. Значение поверхностного сопротивления пленки (рис. 5, б) уменьшается с увеличением концентрации вольфрама и толщины пленки. Ширина перехода в сверхпроводящее (рис. 6, а) состояние уменьшается с увеличением концентрации вольфрама и уменьшением толщины пленки. Коэффициент RRR (рис. 6, б) увеличивается при увеличении концентрации вольфрама и уменьшении толщины пленки.



а) б)

Рис. 5. Распределение оттолщины и состава: а)Tc; б)Rs.



а) б)

Рис. 6. Распределение от состава и толщины: а) dTc; б) RRR.

Заключение

Максимальная критическая температура max Tc=3,92 K наблюдается при толщине плёнки h=4,87 нм и содержании W=79,5%, при этом dTc=0,1 K, RRR=0,98,Rs=430 Ом/□.

Одному значению толщины и соотношения компонентов соответствует несколько значений выходного параметра, что, вероятно, связано с неравномерностью распределения покрытия, когда одна толщина и соотношение компонентов формируется при разной скорости осаждения, углом конденсации и другими параметрами.

Увеличение концентрации вольфрама и уменьшение толщины пленки уменьшает dTc и увеличиваетRRR. При увеличении концентрации вольфрама и увеличение толщины пленки уменьшает Rs. Наблюдается «хребет» Tc при концентрации вольфрама 81%.

При отработке технологии формирования покрытия WSi необходимо не только обеспечивать требуемую толщину пленки и концентрацию вольфрама, но и подбирать режим осаждения для получения высоких выходных параметров.

В дальнейшем планируется экспериментально проверить рассчитанное в данной работе значение максимальной критической температуры на подложке, после чего сформировать детекторы на ее основе и исследовать их параметры.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект №18-12-00364).

Литература

1. K.D. IrwinandG. C. Hilton.Transition-edgesensors // CryogenicParticleDetection. –2005.–Ed. C. Enss, Springer.
2. H.-A. Bachor T.C. Ralph. A Guide to experiments in Quantum Optics//Wiley-VCH. –2004.– 2nd ed.,Ch.7.
3. G. Gol'tsman et. al. Fabrication and Properties of an Ultrafast NbN Hot-Electron Single-Photon Detector// IEEE Transactions on applied superconductivity.–2001.– Vol.11.No1.
4. H. Takesue, S. W. Nam, Q. Zhang, R. H. Hadfield, T. Honjo, K. Tamaki, and Y. Yamamoto. Quantum key distribution over a 40-dB channel loss using superconducting single-photon detectors// Nat. Photonics. –2007. –Vol. 1, 343.
5. J. Chen, J. Altepeter, M. Medic, K. Lee, B. Gokden, R. Hadfield, S. Nam, and P. Kumar. Demonstration of a Quantum Controlled-NOT Gate in the Telecommunications Band// Phys. Rev. Lett.–2008.–Vol.100, 133603.
6. C. Clausen, I. Usmani, F. Bussie`res, N. Sangouard, M. Afzelius, H. de Riedmatten, and N. Gisin. Quantum storage of photonic entanglement in a crystal//Nature. –2011.–Vol. 469, 508.
7. M. J. Stevens, B. Baek, E. A. Dauler, A. J. Kerman, R. J. Molnar, S. A.Hamilton, K. K. Berggren, R. P. Mirin, and S. W. Nam. High-order temporal coherences of chaotic and laser light.//Opt. Express. –2010.–Vol. 18,1430.
8. Marsili, F., et al., Detecting single infrared photons with 93% system efficiency// Nat Photon.– 2013. –Vol.7.– P. 210.
9. V. Shcheslavskiy, P. Morozov, A. Divochiy, Yu. Vakhtomin, K. Smirnov and W. Becker.Ultrafast time measurements by time-correlated single photon counting coupled with superconducting single photon detector// Rev. Sci. Instrum. – 2016. – Vol.87, 053117.
10. H. Le Jeannic, V.B. Verma, A. Cavaillès, F. Marsili, M.D. Shaw, K. Huang, O. Morin, S.W. Nam, J. Laurat. High-efficiency WSi superconducting nanowire single-photon detectors for quantum state engineering in the near infrared// Optics Letters. –2016.–Vol. 41, 5341.
11. K.Smirnov, A.Divochiy, Y.Vakhtomin, P.Morozov, P.Zolotov, A.Antipov and V.Seleznev. NbN single-photon detectors with saturated dependence of quantum efficiency// Supercond.Sci.Technol.–2018.–Vol. 31, 035011.
12. I.E.Zadeh et al. Single-photon combining high efficiency, high detection rates, and ultra-high timing resolution// APL Photonics.–2017.–Vol. 2, 111301.
13. Sciichi Kondo. Superconducting characteristics and the thermal stability of tungsten-based amorphous thinfilms// J.Mater.Res.–1992.– Vol.7, No. 4.
14. V.A. Seleznev, A.V. Divochiy ,Yu.B. Vakhtomin, P.V .Morozov, P.I. Zolotov, D.D. Vasil'ev, K.M. Moiseev, E.I. Malevannayaand K.V. Smirnov. Superconducting detector of IR single-photons based on thin WSi films. // Journal of Physics Conference Series.–2016.– Vol.737, No. 1.

Исследование зависимости скорости травления сверхпроводящих покрытий WSi от напряжения на сеточном источнике ионов

Е.И. Малеванная, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5
e-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

В работе проведено измерение массы двухкомпонентного покрытия WSi при формировании методом магнетронного распыления из двух источников. Измерена скорость травления массы покрытия в зависимости от напряжения на сеточном источнике ионов. Полученные результаты являются подготовительными для разработки комплексной технологии формирования ультратонких сверхпроводящих покрытий WSi с заданными свойствами.

Research of the influence of grid ion source voltage on etching rate of WSi superconducting coatings. E.I. Malevannaya, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. *The mass of the two-component coating WSi deposited by magnetron co-sputtering is measured. The etching rate of the coating mass as a function of the voltage at the grid ion source is measured. Obtained results are preliminary for developing of the complete technology for deposition of the ultrathin superconducting WSi coatings with required properties.*

Введение

Ультратонкие (толщиной порядка 7 нм) сверхпроводящие пленки WSi находят свое применение в сверхпроводниковых однофотонных детекторах (SSPD) [1] – устройствах для регистрации малых доз излучения в видимом и инфракрасном диапазоне длин волн. Сверхпроводящие свойства чувствительного элемента этих устройств во многом зависят от качества сформированного тонкопленочного покрытия, в том числе и от структуры [2]. Чаще всего двухкомпонентные сверхпроводящие покрытия формируются методом магнетронного распыления из двух источников для возможности варьирования соотношения компонентов [3]. Одним из способов изменения структуры покрытий является обработка поверхности формируемой пленки направленным ионным пучком [4]. При этом возможно влиять на структуру сообщением дополнительной энергии в процессе роста пленки (ионное ассистирование), либо производить модификацию поверхности и структуры в процессе ионного травления, реализуемого последовательно с процессом магнетронного распыления. Для последующего изучения и выявления влияния структуры на сверхпроводящие характеристики покрытий такие параметры пленок, как толщина и соотношение компонентов, должны быть стабилизированы. Следовательно, необходимо знать точную скорость формирования покрытия и ионного травления источником ионов, что в случае со сверхтонкими покрытиями особенно важно.

Цель работы – исследование зависимости скорости травления сверхпроводящих пленок WSi от напряжения на сеточном источнике ионов для использования полученных зависимостей при формировании сверхпроводящих пленок заданной толщины и соотношением компонентов методом магнетронного распыления с использованием ионной обработки структуры пленок для исследования влияния параметров ионного травления на структуру тонкопленочных покрытий и их сверхпроводящие характеристики.

Проведение эксперимента

Установка ВУП-11М[5] кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана оснащена двумя магнетронами, расположенными под прямым углом друг к другу, для формирования двухкомпонентных покрытий WSi и автономным источником ионов (АИИ) сеточного типа для ионной обработки поверхности образцов (рис. 1) [6].

Масса получаемого покрытия и оценка скорости травления массы проводится методом пьезоэлектрического микровзвешивания [7], который относится к гравиметрическим методам измерения толщины покрытий. Суть метода заключается в обратном пьезоэлектрическом эффекте – колебании кварцевой пластины при приложении к ней переменного напряжения [8, 9]. Уменьшение собственной частоты колебаний кварцевого резонатора согласно уравнению Зауэрбрея [10] прямо пропорционально массе нанесенного на кварцевый резонатор слоя:

$$\Delta f = -\frac{2hf_0{}^2\rho}{\sqrt{\mu\rho_q}} \rightarrow h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2\rho}, \quad (1)$$

где:

Δf – изменение собственной частоты кварцевого резонатора, Гц;

f_0 – собственная частота кварцевой пластины, Гц;

h – толщина нанесенного слоя, нм;

ρ – плотность наносимого материала, г/см^3;

ρ_q – плотность кварца, $\rho_q = 2{,}65\,\frac{\text{г}}{\text{см}^3}$;

μ – модуль сдвига кварца, $\mu = 2{,}95 \cdot 10^{11}\,\frac{\text{дин}}{\text{см}^2} = 2{,}95 \cdot 10^{11}\,\frac{\text{г}}{\text{см}\cdot\text{с}^2}$.

Данное соотношение позволяет определить толщину пленки при известной плотности материала. Поскольку плотность материала мишени (массивного материала) может отличаться от плотности полученной пленки, то будем оперировать скоростью осаждения массы материала. То есть преобразуем формулу (1) к виду:

$$h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2\rho} \rightarrow V_m = \frac{h\cdot\rho}{t} = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0{}^2} \cdot 10^5 \left[\frac{\text{мг}}{\text{мм}^2\cdot\text{с}}\right]. \quad (2)$$

Для измерения массы осажденной пленки методом пьезоэлектрического микровзвешивания кварцевый резонатор соединяется с генератором, подключенным к источнику постоянного напряжения, выводы генератора соединены с частотомером для измерения собственной частоты колебаний кварцевой пластины в связи с обратным пьезоэлектрическим эффектом при приложении переменного электрического поля.

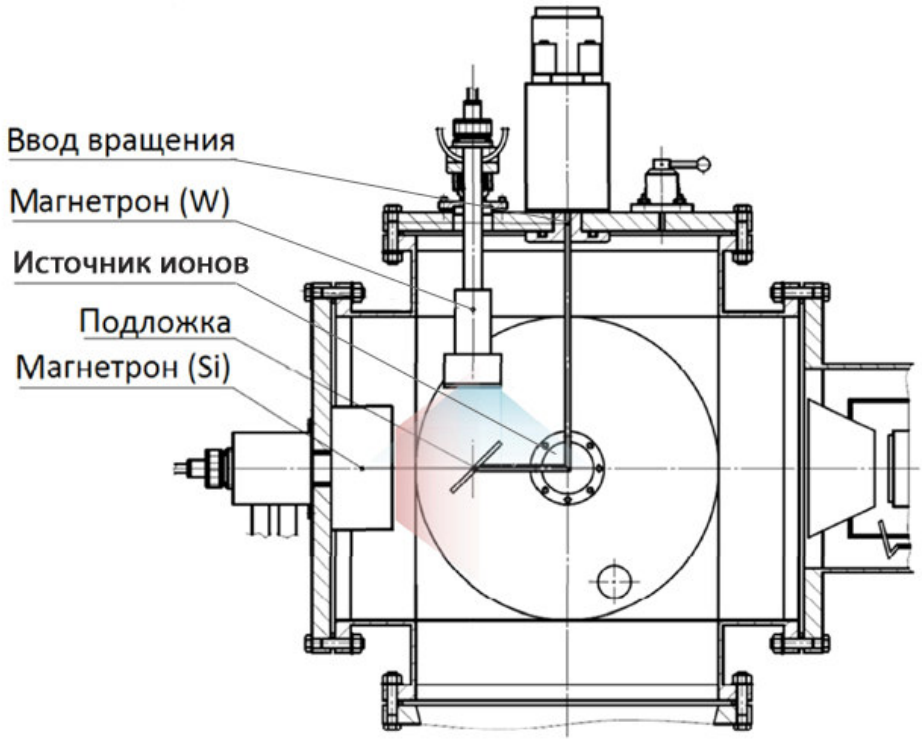


Рис. 1. Расположение технологических источников и подложки в камере установки.

Для минимизации влияния остаточной атмосферы на пленку для повышения точности измерения скорости травления, решено включить магнетроны и АИИ одновременно и используя систему заслонок после осаждения покрытия сразу начать процесс травления. Обычно АИИ сетчатого типа с холодным катодом работает при давлении ниже давления процесса магнетронного распыления. Через источник ионов подается поток аргона 0,156 л/ч. Проведенные пробные запуски показали, что при разделении подачи газа через источник ионов и рядом с магнетроном, при рабочем давлении для магнетронов, работа магнетронов и АИИ стабильна.

Эксперименты проводятся при остаточном давлении $P_{ост} = 6{,}0 \cdot 10^{-5}$ мбар, рабочем давлении $P_{раб} = 2{,}1 \cdot 10^{-3}$ мбар, суммарном потоке аргона в камеру $Q_{Ar} = 2{,}6$ л/ч, из которых 0,156 л/ч подаются через АИИ. Параметры нанесения тонкопленочного двухкомпонентного покрытия WSi являются отработанными для соотношения компонентов в покрытии W/Si=76/24 [3]. Сначала проведено несколько измерениймассы формируемого покрытия без обработки источником ионов для измерения удельной массы покрытия перед травлением АИИ (таблица 1). Затем в одном вакуумном цикле проведено нанесение пленок и их обработка АИИ при нескольких значениях напряжения 200, 300 и 400 В (таблица 2).

Последовательность проведения эксперимента заключается в следующем:

1 Магнетроны и АИИ работают совместно при давлении отработанного процесса формирования пленок – $P_{раб} = 2{,}1 \cdot 10^{-3}$ мбар. Часть потока рабочего газа пропускается через АИИ.
2 В течение 2-х минут проводится формирование двухкомпонентной пленки WSi, после чего в течение 1-ой минуты происходит обработка сформированного покрытия с помощью АИИ при заданном значении напряжения (200, 300 или 400 В).
3 Измеряется масса полученного после обработки покрытия, и это значение сравнивается с значением массы покрытия без обработки АИИ, после чего делается вывод о скорости травления пленки.

При каждом значении напряжения проводится по 3 процесса для оценки воспроизводимости получаемых результатов. Для чистоты эксперимента предварительно проведена рандомизация последовательности проведения экспериментов.

Результаты измерений

Результаты измерения массы покрытия при оценке воспроизводимости процесса формирования покрытия отражены в таблице 1. В таблице 2 представлены результаты измерения скорости травления покрытия при нескольких значения напряжения на АИИ.

Таблица 1. Результаты измерений удельной массы покрытия WSi без обработки АИИ.

Номер эксперимента	Удельная масса, кг/м^2
1	$6{,}4338 \cdot 10^{-4}$
2	$6{,}3989 \cdot 10^{-4}$
3	$6{,}3646 \cdot 10^{-4}$
Среднее	$6{,}3991 \cdot 10^{-4}$
3σ	$8{,}48 \cdot 10^{-6}$ (1,32%)

Таблица 2. Результаты измерений скорости травления покрытия WSi при разных режимах обработки АИИ.

Номер эксперимента	Скорость травления при U=200 В, кг/м^2·с	Скорость травления при U=300 В, кг/м^2·с	Скорость травления при U=400 В, кг/м^2·с
1	$2{,}7678 \cdot 10^{-7}$	$7{,}4804 \cdot 10^{-7}$	$1{,}9134 \cdot 10^{-6}$
2	-	$5{,}1525 \cdot 10^{-7}$	$1{,}6943 \cdot 10^{-6}$
3	-	$9{,}5104 \cdot 10^{-7}$	$1{,}8928 \cdot 10^{-6}$
Среднее	$2{,}7678 \cdot 10^{-7}$	$7{,}3811 \cdot 10^{-7}$	$1{,}8335 \cdot 10^{-6}$
3σ	-	$5{,}3415 \cdot 10^{-7}$(72,3%)	$2{,}9640 \cdot 10^{-7}$(16,1%)

Отклонение результатов измерений удельной массы покрытия от среднего значения не превышает 1,32%, что говорит о воспроизводимости процесса формирования двухкомпонентной пленки. Скорость травления сформированного покрытия при напряжении на АИИ, равном 200 В, оказалась слишком мала (стравлено 2,6% покрытия), поэтому при данном значении был проведен только один эксперимент. Для напряжения 300 В и 400 В скорость травления покрытия составила $7{,}3811 \cdot 10^{-7}$ (± 72,3%) кг/м^2·с и $1{,}8335 \cdot 10^{-6}$ (± 16,1%) кг/м^2·с, соответственно.

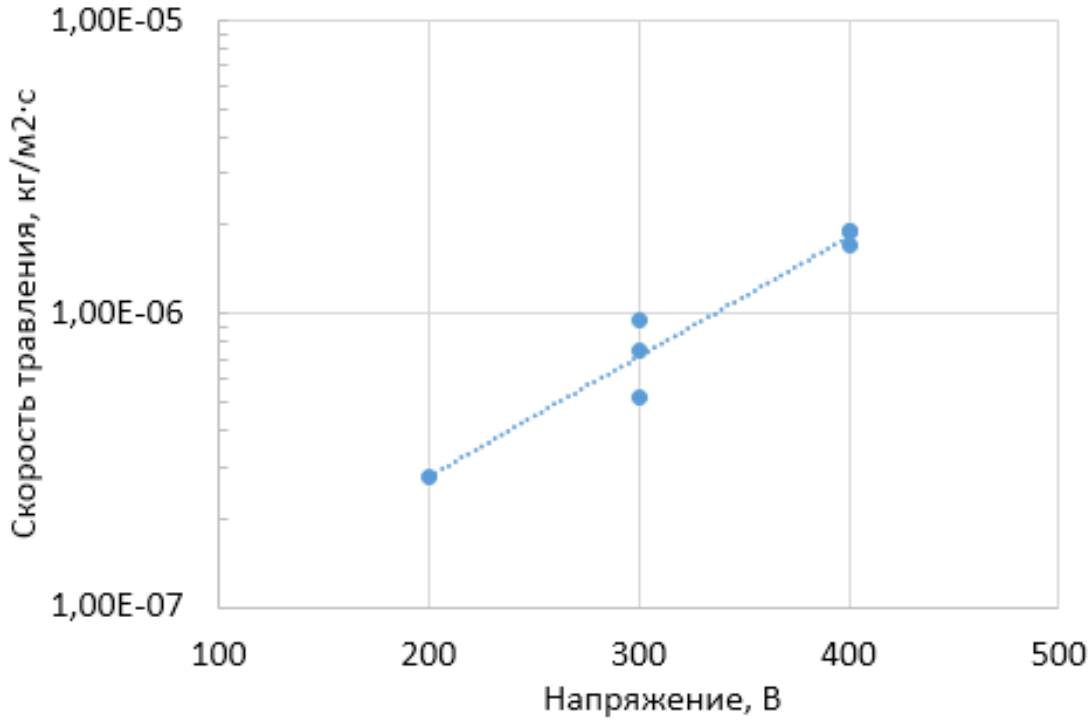


Рис. 2. Скорость травления WSi от напряжения на АИИ.

Выводы

1. Результаты измерения удельной массы при формировании покрытия WSi показали, что отклонение значения массы при осаждении в течении 2 мин. не превышает 1,32%, что говорит о воспроизводимости экспериментов.
2. Скорость травления покрытия при напряжении на АИИ 200 В оказалась мала – стравлено 2,6% пленки, в дальнейших экспериментах данный режим использоваться не будет.
3. Для напряжения на АИИ 300 В и 400 В скорость травления покрытия составила $7{,}3811 \cdot 10^{-7}$ (± 72,3%) кг/м^2·с и $1{,}8335 \cdot 10^{-6}$ (± 16,1%) кг/м^2·с, соответственно.

Заключение

При разделении подачи газа рядом с магнетроном и через источник ионов, при рабочем давлении для тлеющего разряда, наблюдается стабильная совместная работа магнетронов и АИИ.

Доверительный интервал скорости травления при 400 В меньше, что может быть следствием более стабильного процесса обработки и больших скоростей травления, при которых уменьшается влияние других погрешностей, таких как измерения, осаждения и др. В связи с тем, что толщина покрытия значительно влияет на выходные параметры детектора, то при большом разбросе скорости травления следует располагать на подложкодержателе совместно с подложкой кварцевый резонатор для контроля удельной массы в конце процесса и учета результатов при измерении параметров детектора.

В дальнейшем полученные зависимости планируется применить для исследования структуры сформированных ультратонких сверхпроводящих покрытий в зависимости от параметров ионной обработки пленок, и влияния структуры на сверхпроводящие характеристики покрытий.

Литература

1. High-efficiency WSi superconducting nanowire single-photon detectors for quantum state engineering in the near infrared /Hanna Le Jeannic at al. / Optics Letters. – 2016. – Vol. 41, Issue 22. – P. 5341-5344.
2. S. Kondo 1992 Journal of materials research 7(04) pp 853-860.
3. V.A. Seleznev, A.V. Divochiy, Yu.B. Vakhtomin, P.V. Morozov, P.I. Zolotov, D.D. Vasil'ev, K.M. Moiseev, E.I. Malevannayaand K.V. Smirnov Superconducting detector of IR single-photons based on thin WSi films // Journal of Physics: Conference Series. – 2016.Vol. 737. – №1 (012032).
4. В.Ф.Бочкарев Ионно-стимулированиое получение тонких пленок. [Текст]:дисс. на соиск. степ. докт. техн. наук: 05.27. 06 / Бочкарев Владимир Федорович. – Ярославль, 2014. – 215 с.
5. К.М.Моисеев. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – № 8. – С. 18-21.
6. D D.Vasilev, E I. Malevannaya and K M. Moiseev 2017 J. Phys.: Conf. Ser. 872 012027.
7. Малов, В.В. Пьезорезонансные датчики /В.В. Малов. – М.: Энергоатомиздат, 1989. – 272 с.
8. C. Lu, A.W. Czanderna Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances // Elsevier Methods and Phenomena. – 2012. – Vol. 7. – P. 408.
9. Технология тонких пленок: справочник. В 2 т. Т. 1. / ред. Л.Майссел, Р.Глэнг. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. М.:Советское радио – 1977. – 664с. [Handbook of Thin Film Technology / edited by L.I.Maissel, R.Glang. New-York. McGraw-Hill, 1970. 800 p.].
10. G. Sauerbrey Verwendung von Schwingquarzen zur Wägungdünner Schichtenund zur Mikrowägung // Zeitschriftfuer Physik. – 1959. – Vol. 155. – P. 206-222.

Эффективные тонкоплёночные фотоэлектрические преобразователи

Е.В. Зикий, С.П. Бычков
Москва, МГТУ имени Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1;
E-mail: z.e.v.1997.06.03@gmail.com*; *bychkov@bmstu.ru*

С учётом распределения интенсивности солнечного излучения по спектру определены максимально возможные значения коэффициента полезного действия солнечных элементов в зависимости от ширины запрещённой зоны полупроводника, из которого они изготовлены. Обнаружен экстремум – оптимальная ширина запрещённой зоны. Подобраны диапазоны входных параметров для получения тонких плёнок аморфного гидрогенизированного кремния методом химического осаждения из паровой фазы на имеющемся оборудовании.

Efficient thin-film photovoltaic converters. E.V. Zikyi, S.P. Bychkov. *Taking into account the distribution of the solar radiation intensity, the maximum possible values of the solar cells efficiency are determined from the spectrum, depending on the width of the forbidden band of the semiconductor from which the cells are made. The extremum is found – it is the optimal width of the forbidden zone. The ranges of input parameters for obtaining thin films of amorphous hydrogenated silicon by the method of chemical deposition from the vapor phase on the available equipment are selected.*

Востребованность альтернативных источников энергии очевидна. Запасы ископаемого топлива сокращаются, а количество применений, в которых альтернативная энергетика оказывается более выгодной, чем традиционная, увеличивается. Одной из самых востребованных является фотоэлектрическая солнечная энергетика.

При проведения исследований для повышения коэффициента полезного действия солнечных элементов необходимо знать теоретически возможное максимальное значение этого параметра для конкретного полупроводника и причины меньшего значения КПД у реальных элементов.

Известно, что КПД солнечного элемента сильно зависит от ширины запрещённой зоны полупроводника, из которого он изготовлен [1]. Ширина запрещённой зоны, в свою очередь, зависит от электронной структуры атома, природы химической связи, структуры кристалла [2].

При этом для получения электрической энергии используются только те фотоны, энергия которых превышает ширину запрещённой зоны. Можно было бы предположить, что наиболее подходящим для фотовольтаических преобразователей является полупроводник с наименьшей шириной запрещённой зоны, однако при взаимодействии с излучением разница между энергией фотона и шириной запрещённой зоны переходит в тепловой квант – фонон и рассеивается. То есть, для конкретного полупроводника все фотоны с энергиями больше ширины запрещённой зоны оказываются равно эффективными. Получается, что полупроводник с узкой шириной запрещённой зоны поглощает большинство фотонов солнечного спектра, но преобразует их энергию в электрическую лишь частично. Полупроводник же с большой шириной запрещённой зоны поглощает небольшую часть спектра солнечного излучения, но наиболее эффективно преобразует энергию полученных фотонов. Это позволяет предположить, что существует некий экстремум – оптимальная ширина запрещённой зоны – как область максимальной эффективности использования излучения [1].

Оценим оптимальную ширину запрещённой зоны, используя зависимость спектральной плотности потока солнечного излучения от длины волны, представленную на рис. 1.

Для анализа используем кривую спектральной плотности потока излучения на уровне моря при нахождении солнца в зените. Данная кривая по 48 точкам была воспроизведена в программе Excel. Делением ординаты каждой точки на соответствующую этой точке энергию фотона получаем график зависимости числа фотонов, падающих на квадратный метр поверхности за одну секунду, от длины волны. Данный график был делим на семь участков, на каждом из которых точечную диаграмму заменяем соответствующей линией тренда в виде

полинома второго порядка. Интегрирование этого графика (суммы последовательных графиков) в заданных пределах позволяет определить количество фотонов, относящихся к любой части солнечного спектра и падающих на поверхность за одну секунду. Полученный график представлен на рис. 2.

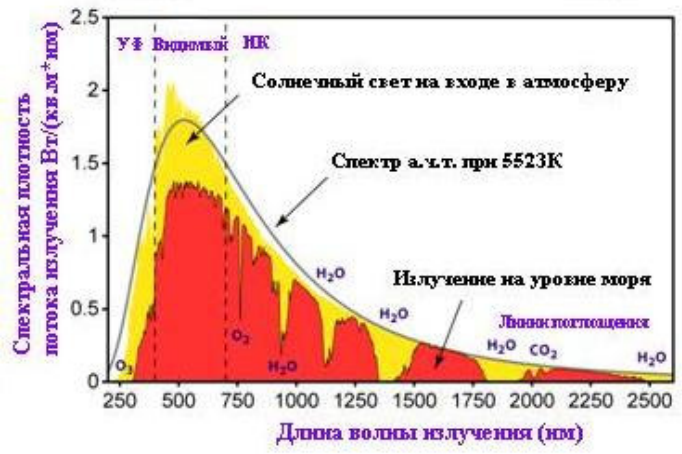


Рис. 1. Распределение мощности солнечного излучения по спектру..

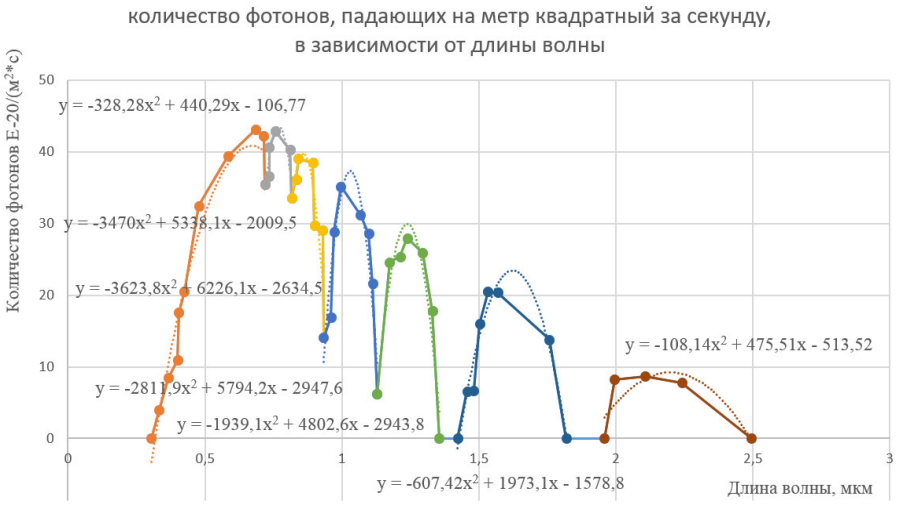


Рис. 2. Зависимость количества фотонов, падающих на поверхность, от длины волны.

Для семнадцати значений ширины запрещённой зоны в диапазоне от 0,4эВ до 2,0эВ интегрированием было получено значение количества фотонов, которое может быть использовано для генерации пар электрон – дырка в полупроводниках, то есть количество фотонов, энергия которых может быть преобразована в электрическую. Далее это количество было умножено на соответствующую ширину запрещённой зоны. Таким образом была получена максимальная мощность, которую полупроводник с такой шириной запрещённой зоны способен преобразовать в электрическую с единицы площади активной поверхности солнечного элемента.

Интегрированием по аналогичной схеме исходного графика мощности была получена суммарная мощность, приносимая всем солнечным спектром на квадратный метр поверхности. По полученным данным был построен график, показывающий зависимость максимально возможного коэффициента полезного действия солнечного элемента от ширины запрещённой зоны полупроводника, из которого этот элемент изготовлен. График представлен на рисунке 3. На этом рисунке также отмечены уже достигнутые КПД для нескольких наиболее распространённых в фотовольтаике полупроводниковых структур.

Следует отметить, что величина теоретического КПД учитывает невозможность снижения неустранимых потерь: потерь на термализацию - передачу решетке энергии фотона, превышающей ширину запрещенной зоны, и потерь энергии фотонов низких энергий - тех, энергия которых меньше ширины запрещенной зоны и не вызывает генерации электронно-дырочный пар.

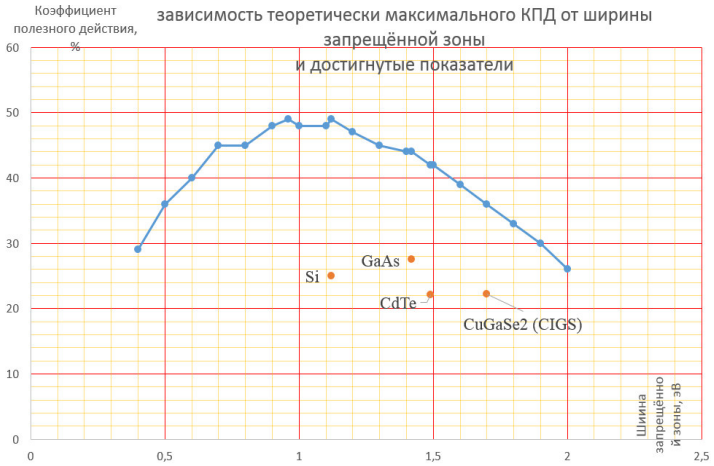


Рис. 3. Зависимость максимального значения теоретического КПД солнечного элемента от ширины запрещённой зоны полупроводника.

Согласно полученным результатам, целесообразно применение для фотоэлектрических преобразователей (ФЭП) полупроводников с ширинами запрещённых зон от 0,9эВ до 2эВ [1].

Для сравнения на рис. 4 представлена зависимость предельного электрического КПД гомогенного солнечного элемента в зависимости от ширины запрещенной зоны [3].

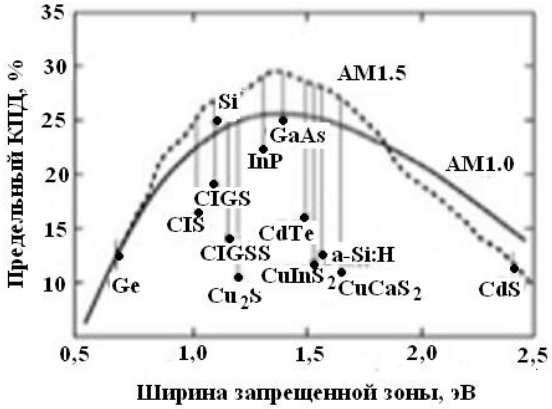


Рис. 4. Зависимость максимального КПД солнечного элемента от ширины запрещённой зоны полупроводника:CIS – $CuInSe_2$; CIGS – $Cu(In,Ga)Se_2$; CIGSS – $Cu(In,Ga)(S,Se)_2$.

Несовпадение теоретических и реальных значений КПД связано со многими явлениями, возникающими при преобразовании энергии, которые приводят к потерям энергии. К ним относятся неполное собирание фотогенерированных носителей заряда, рекомбинационные потери носителей заряда в переходе, электрические потери мощности при прямом напряжении смещения, омические потери мощности на последовательном и шунтирующем сопротивлениях, потери на отражение при отражении света от водоприемных поверхностей, потери при затенении фотоактивной поверхности (например, контактной сеткой), потери на нефотоактивное поглощение (просветляющим покрытием, дефектами и т.п.). Эти потери обуславливаются конструкцией солнечного элемента, технологией его производства, чистотой вещества [4].

Кристаллический кремний, основной материал для ФЭП, обладает низким коэффициентом поглощения, поэтому толщина солнечных элементов должна составлять сотни микрон. Это, вкупе с затратами материала при изготовлении (резка) и высокой стоимостью кремния приборного качества, приводит к высокой цене солнечных элементов. Применение тонкоплёночной технологии эпитаксии тонких пленок кристаллического кремния позволяет значительно снизить расход материала. Один из основных используемых процессов - химическое осаждение из газовой фазы, при котором газовая смесь H_2 и прекурсоров SiH_4, SiH_2Cl_2 или $SiHCl_3$ термически разлагается на поверхности разогретой подложки с образованием Si и летучего HCl.

При создании непосредственно тонкоплёночных ФЭП в настоящее время наиболее широко применяются CdTe, CuInSe2 (CIS) и Cu(In1–xGax)Se2 (CIGS), а также аморфный гидрогенизированный кремний.

Тонкопленочная технология CdTe позволяет получать ФЭП со стабильным КПД порядка 10%, имеет незначительные производственные издержки, обеспечивающие низкую стоимость продукции. Недостатками данной технологии являются трудность контроля и воспроизводства процесса (низкий выход годных), токсичность кадмия (необходимость дополнительной защиты ФЭП и дорогостоящей утилизации) и редкость теллура, который примерно в 10 раз более редкий, чем индий (проблема гарантии поставок).

Тонкопленочная технология диселинида меди и индия CuInSe2 (CIS) и Cu(In1–xGax)Se2 (CIGS) позволяет получать ФЭП со стабильным КПД 11-13%. Применяется термическое испарение, что удешевляет процесс, но приводит к низкому выходу годных. Значительным недостатком является редкость и дороговизна индия (также существует проблема гарантии поставок).

Тонкоплёночная технология аморфного гидрогенизированного кремния позволяет получать ФЭП с КПД 13%, но стабильность их параметров хуже из-за деградации материала под действием света. Фотоиндуцированная деградация аморфного кремния (эффект Стеблера – Вронского) заключается в повышении плотности дефектов в материале под действием света, что приводит к снижению фотопроводимости и КПД элемента. В источниках [1,5,7] утверждается, что при наличии в матрице аморфного кремния включений кристаллического кремния с размером кристаллов порядка 10 нм влияние данного эффекта снижается. На получение такой структуры – полиморфного кремния – наибольшее влияние оказывает доля водорода в водородно-силановой газовой смеси. Каскадные (многопереходные) ФЭП на основе гидрогенизированного кремния имеют КПД порядка 22%, но технология их производства и контроля сложна и дорога. Основной способ нанесения тонких плёнок аморфного кремния – плазмо-химическое осаждение из паровой фазы. Поглощательная способность аморфного кремния значительно выше, чем кристаллического, поэтому толщина элемента может составлять всего 0,5 – 1 мкм [1]. Исходя из возможностей лаборатории, было принято решение заняться изучением технологии изготовления солнечных элементов на основе аморфного гидрогенизированного кремния (a-Si:H). На имеющемся оборудовании можно реализовать химическое осаждение из паровой фазы, но без применения плазмы.

В работе [7] подробно рассмотрен механизм термического разложения силанов. Показано, что при давлениях выше 1 кПа при пиролизе доминируют гомогенные реакции, и твёрдый продукт образуется преимущественно в виде аэрозольных частиц, а при давлениях ниже 1 кПа преобладают гетерогенные реакции, и твердый продукт образуется в виде осадка на стенках реактора.

По результатам изучения нескольких источников [5,6,7] были выбраны два метода осаждения плёнок a-Si:H, которые возможно реализовать на имеющемся оборудовании, определены диапазоны входных параметров для осаждения и выбрана желательная структура получаемых плёнок. Подобранные способы: CVD с пиролизом на подложке [5,7]; CVD с активацией горячей нитью [6].

Диапазоны входных параметров для обоих способов: температура подложки может варьироваться от 100 до 1000̊ C; давление в камере должно быть меньше 10^3 Па; соотношение газов в камере $[H_2]/ [SiH_4]$ должно быть больше 20 (под $[SiH_4]$ имеется в виду 5%-ая смесь

моносилана с аргоном) для получения полиморфного и аморфного кремния; выбор материала подложки ограничивается только допустимой для него температурой. Это могут быть пластики, металлы, стёкла, керамика, полиимид и другие материалы.

Для метода с активацией горячей нитью в качестве активатора можно применять сетку из вольфрамовой проволоки диаметром 0,5 мм, шириной 15 мм, длиной 45 мм и шагом 3 мм, свёрнутую в змейку. Температура проволоки должна находиться в интервале 1400-1600° С. Сетка должна находиться на расстоянии 10 мм от подложки. Рекомендуемая температура подложки для данного метода 220 - 500° С.

Литература

1. Афанасьев В. П., Теруков Е. И., Шевченко А. А. Тонкопленочные солнечные элементы на основе кремния. - 2-е изд. - СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2011. 168 с.
2. Павлов П.В., Хохлов А.Ф. Физика твёрдого тела: учеб. – 3-е изд., стер. – М.: Высш. шк.; 2000, 494с.: ил.
3. Гременюк В.Ф., Тиванов М.С., Залесский В.Б. Солнечные элементы на основе полупроводниковых материалов. - Международный научный журнал «Альтернативная энергетика и экология» №1(69) 2009, с.59-124.
4. Фаренбрух А., Бьют Р. Солнечные элементы: теория и эксперимент/ Пер. с англ. под ред. М.М. Колтуна - М.: Энергоатомиздат, 1987. - 280 с.: ил.
5. Казанский А.Г. Тонкопленочные кремниевые солнечные элементы на гибких подложках. - МГУ им. М.В.Ломоносова. - Радиоэлектроника, 2015.
6. Получение пленок аморфного и нанокристаллического кремния методом активации горячей нитью / М. Н. Андреев [и др.]. // Инженерно-физический журнал. - 2015. - Т. 88, № 4. - С. 969-972 : 6 рис. - Библиогр.: с. 972 (9 назв.) . - ISSN 0021-0285
7. А.А. Онищук, В.Н. Панфилов. Механизм термического разложения силанов. - Институт химической кинетики и горения Сибирского отделения Российской академии наук. - Успехи химии, 2001.

СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС

Определение возможности использования теплоприёмников суммарного теплового потока ФОА 020 при проведении тепловакуумных испытаний в термовакуумной камере

А.Ю. Кочетков, Е.В. Шеметова
г. Химки АО «НПО им. С.А. Лавочкина». kochetkov@laspace.ru

Целью данной работы является определение возможности использования приёмника суммарного теплового потока ФОА 020 при проведении тепловакуумных испытаний изделий в термовакуумной камере.

The possibility of heat receivers use of the total heat flow by conducting heat-vacuum tests in a thermovacuum chamber. A.Yu. Kochetkov, E.V. Shemetova. *The purpose of this work is to determine the possibility of using a receiver of the total heat flux by conducting thermovacuum tests of products in a thermovacuum chamber.*

Теплоприёмник ФОА 020, в соответствии с требованиями технической документации должен устанавливаться в корпус изделия таким образом, чтобы тепловой поток, воспринимаемый им, мог передаваться на корпус изделия. При проведении тепловакуумных испытаний изделий нет возможности устанавливать дополнительные теплоприёмники на корпус, если это не предусмотрено конструкцией.

Для определения возможности использования ФОА 020 способом отличным от предписанного была собрана специальная испытательная установка на базе термовакуумной камеры (ТВК). Схема испытательной установки представлена на рис. 1.

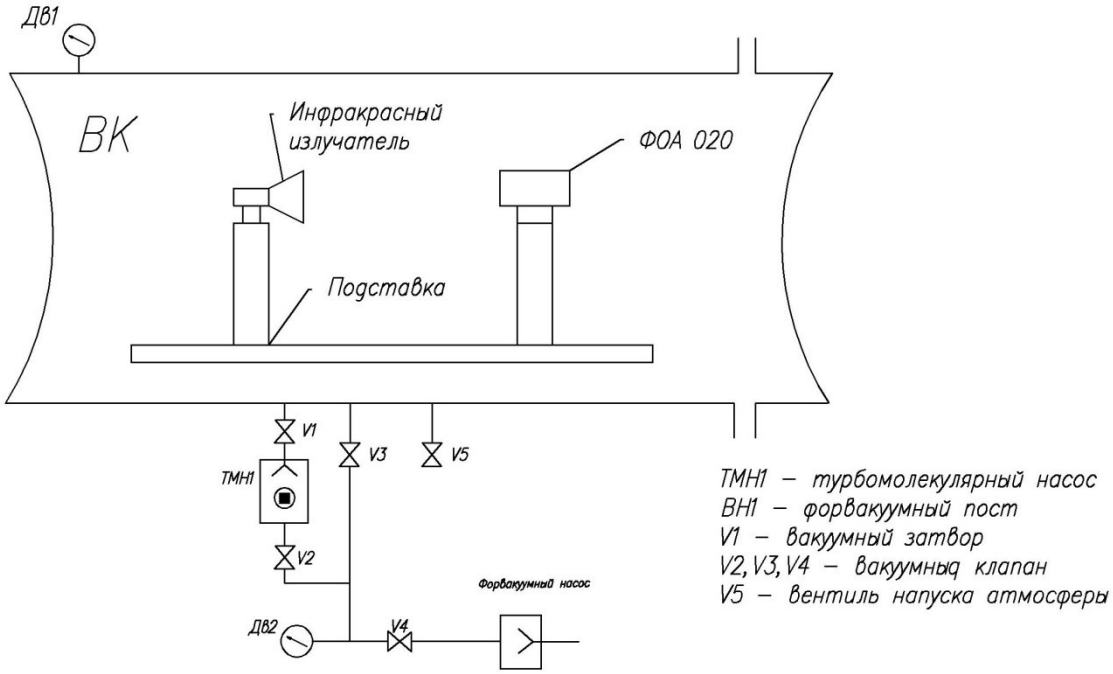


Рис. 1. Схема испытательной установки.

В термовакуумную камеру помещалось приспособление, состоящее из подставки и установленными на ней двумя опорами. На одной из опор был установлен теплоприёмник, на другой инфракрасный излучатель.

Авторами статьи было решено провести две серии экспериментов. Первая серия теплоприёмник устанавливается «как есть», то есть без теплоизоляции, вторая серия – на теплоприёмник устанавливалась специальная теплоизоляция. На рис. 2 представлена схема установки теплоприёмника в соответствии с требованиями технической документации, на рис.3 представлена схема установки теплоприёмника в эксперименте с теплоизоляцией.

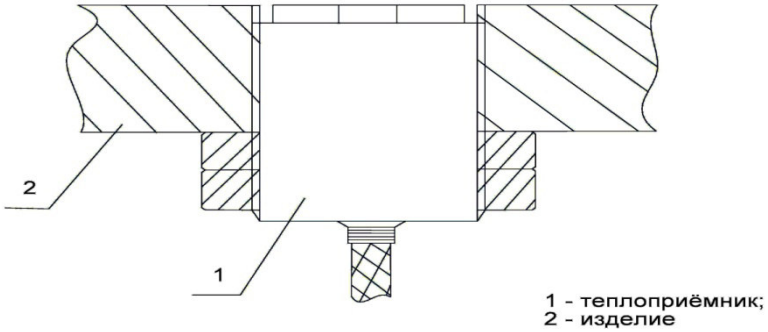


Рис. 2. «Правильная» схема установки теплоприёмника.

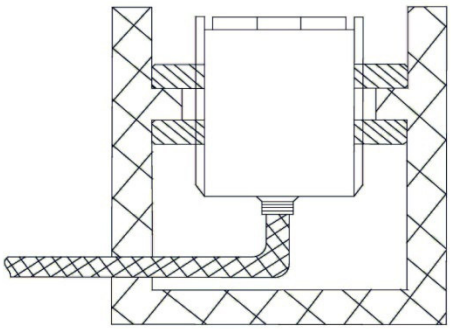


Рис. 3. Установка теплоприёмника с дополнительной теплоизоляцией.

Сначала был проведён эксперимент по определению зависимости показаний теплоприёмника от давления в ТВК. Результаты эксперимента представлены на рис. 4. Из графика видно, что давление в ТВК не оказывает большого давления на показания теплоприёмника. Разница в показаниях не превышает 5 %. Также из графика видно, что время выхода на стационарный режим показаний превышает четыре часа, что существенно. Такое большое время выхода показаний на стационарный режим отличается от паспортных данных и вероятно связано с отсутствием организованного стока тепла с теплоприёмника в окружающее пространство.

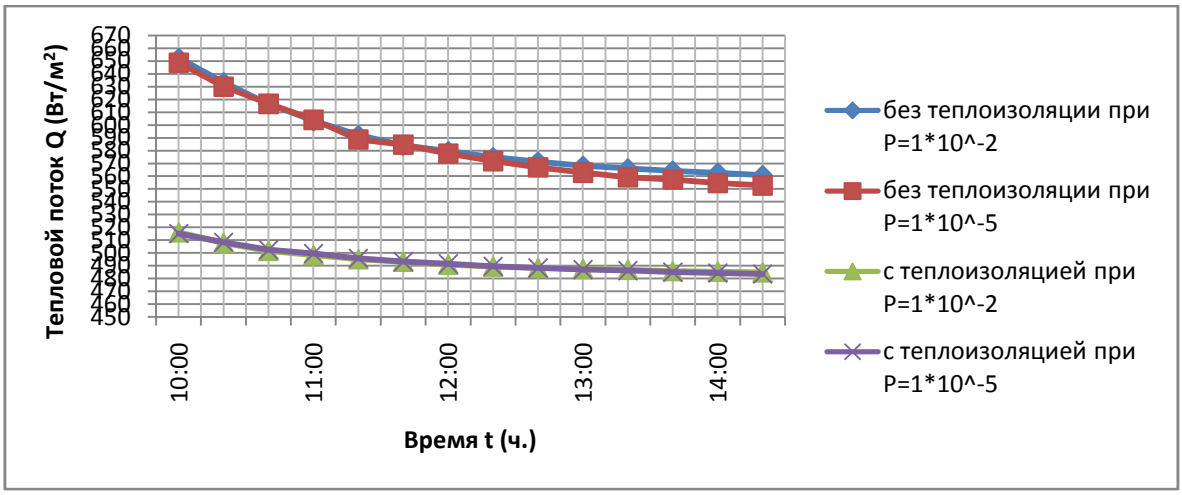


Рис. 4. Зависимость показаний теплоприёмника с теплоизоляцией и без теплоизоляции от давления в ТВК.

На рис. 5 представлены зависимости сопротивления термодатчика и э.д.с. теплоприёмника из эксперимента, представленного на рис. 4.

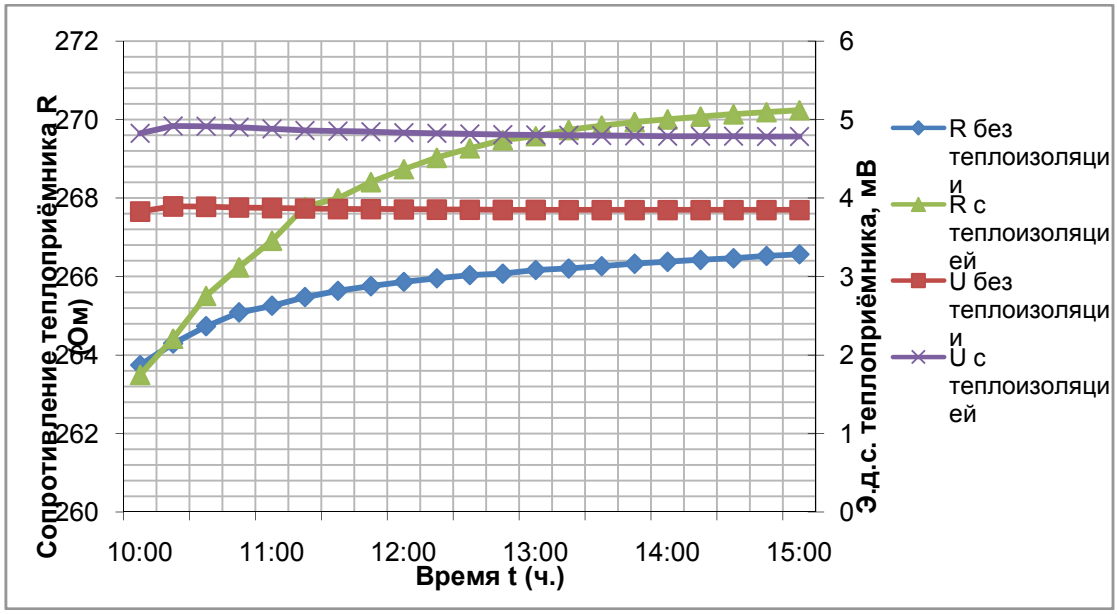


Рис. 5. Зависимости сопротивления термодатчика и э.д.с. теплоприёмника от времени эксперимента.

На графиках хорошо видно, что сопротивление терморезистора растёт по времени, в то время как э.д.с. немного уменьшается. Большое время выхода на стационарный режим связано с отсутствием необходимого теплостока в окружающее пространство. Тепловой поток падающий на теплоприёмник не сбрасывается, в тепло накапливается в датчике за счёт теплоёмкости. Это хорошо видно при установленной теплоизоляции.

Поскольку было показано, что давление в ТВК не сильно влияет на показание теплоприёмника было решено в дальнейшем проводить эксперимент только на давлении $1x10^{-5}$ мм рт.ст. Был проведён эксперимент по определению показаний теплоприёмника с теплоизоляцией и без теплоизоляции в зависимости от подаваемой тепловой мощности.

Теплоприёмник без теплоизоляции устанавливался на испытательный стенд как показано на рисунке 1. В ТВК создавалось давление $1x10^{-5}$ мм рт.ст.

На инфракрасный излучатель последовательно устанавливалась мощность от 200 до 1200 Вт/м^2, с шагом 200 Вт/м^2. Время от установки мощности на инфракрасном излучателе до снятия показаний с теплоприёмника составляло два часа, после чего устанавливалась следующая мощность. Тепловая мощность фиксировалась теплоприёмником. Электрическая мощность, выделяемая инфракрасным излучателем, измерялась и фиксировалась вольтметром и амперметром с погрешностью не более 1 %. После проведения серии ТВК разгерметизировалась и на теплоприёмник устанавливалась теплоизоляция. ТВК выводилась на рабочий режим. На инфракрасный излучатель подавался тот же ряд электрических мощностей, с тем же интервалом в два часа, что и в предыдущем эксперименте. С теплоприёмника снимались показания.

Результаты эксперимента представлены на рис. 6.

График наглядно демонстрирует влияние способа установки теплоприёмника на его показания. Разница показаний до установки на него теплоизоляции и после достигает 50%.

Разница показаний теплоприёмника говорит о различных условиях теплообмена теплоприёмника с окружающей средой. В первом случае поглощённый тепловой поток в основном переизлучается в окружающее пространство со всей поверхности теплоприёмника и только небольшая его часть идёт на нагрев теплоприёмника. Во втором случае поглащённый тепловой поток в основном разогревает корпус теплоприёмника.

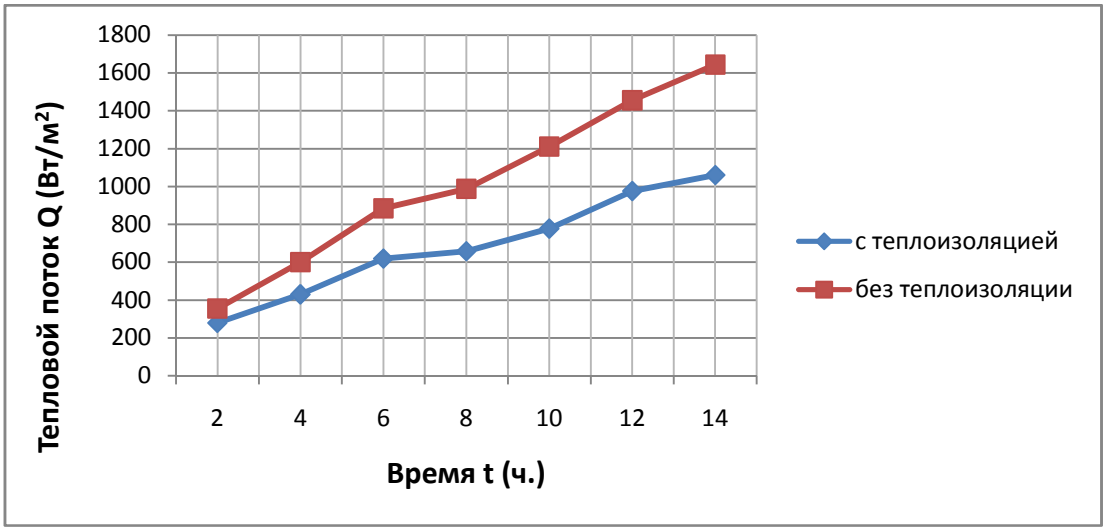


Рис. 6. Зависимость показаний теплоприёмника с теплоизоляцией и без теплоизоляции от подаваемой мощности.

В результате проведённой работы можно сделать вывод о том, что использование теплоприёмника суммарного теплового потока ФОА 020 в ТВК установленного с отклонением от требований технической документации затруднено. Использование паспортных данных не позволяет достичь требуемой точности измерений тепловых потоков. Использование теплоприёмника указанными способами требует специальной калибровки.

Литература

1. О.Н. Фаворский, Я.С. Каданер. Вопросы теплообмена в космосе. Высшая школа, М, 1972.
2. Р. Зигель, Дж. Хауэлл. Теплообмен излучением. Мир, М, 1975.
3. ОСТ 92 4306-77 Преобразователи первичные теплового потока. Общие технические условия.

Повышение чувствительности масс-спектрометрического метода течеискания способом «щупа»

Е.В. Жировов, В.А. Кобзев, О.Е. Чубаров, А.В. Ципун
Москва, АО «Криогенмонтаж», Староваганьковский пер., д. 23, стр. 1

В статье представлены результаты экспериментальных исследований методов повышения чувствительности испытаний и оценки локальной негерметичности способом «щупа». Исследования проводились на установке, укомплектованной масс-спектрометрическим течеискателем, криоадсорбционным насосом с сферическим модулем, капиллярным шлангом, щупом и газовой завесой, манометрическим преобразователем.

Methods to increase the sensitivity of tests and the local leakage assessment by the "probe method." E.V.Zhirovov, V.A.Kobzev, O.E. Chubarov, A.V.Tsipun. *The article presents the results of experimental studies of methods to increase the sensitivity of tests and the local leakage assessment by the "probe method." The studies were conducted at the facility, equipped by a mass spectrometer leak detector, cryosorption pump with a spherical module, capillary tubing, a probe and gas veil, a gauge transducer.*

Введение

Проблема оценки суммарной негерметичности изделий решена достаточно успешно (чувствительности испытаний достигает $1{,}33\cdot10^{-10}$ Па·м^3/с), однако оценка локальной негерметичности остается невысокой. Так, в изделиях, работающих под избыточным давлением, утечки через микронеплотности, фиксируемые щупом-натекателем (способом «щупа») не превышают $6{,}65\cdot10^{-8}$ Па·м^3/с). Щуп-натекатель представляет собой «исскуственную течь», которая калибруется на определенную величину пропускной способности, либо выполняется регулируемой, путем изменения величины проходного сечения.

Наиболее распространенной конструкцией, используемой при поиске локальных мест течей, является натекатель с игольчатым затвором – дросселирующее устройство, которое состоит из иглы, коаксиально перемещающейся относительно неподвижного седла. При щуповых испытаниях с использованием масс-спектрометрических течеискателей конструкции применяемых щупов-натекателей не позволяют пропускать поток газа больше, чем $2{,}66\cdot10^{-4}\div4\cdot10^{-4}$ Па·м^3/с (предел возможности систем откачки течеискания). Это понижает чувствительности испытаний. С другой стороны, попадание в щуп, а, следовательно, в течеискатель, который находится в окружающей атмосфере газов, значительно увеличивает фоновые сигналы.

Постановка задачи

Учитывая вышеизложенное, можно выдвинуть ряд требований к схемам этого способа, основные из которых следующие:

1. Замена дополнительного насоса (механического) на насос с избирательной способностью.
2. Изолирование щупа в месте поиска течей от окружающей среды.
3. Увеличение газового потока через щуп, значительно превышающего $4\cdot10^{-4}$ Па·м^3/с за счет уменьшения фоновых сигналов.

Исходя из этих требований необходимо было решить следующие задачи:

1. Повысить чувствительность испытаний способом «щупа»
2. Разработать схемы и конструкцию щупов-натекателей, которые позволяли бы значительно понизить порог чувствительности испытаний способом «щупа»
3. Повышение чувствительности способом «щупа» с применением насосов селективной откачки на базе криоадсорбционных насосов с сферическим модулем.

Для повышения чувствительности способа «щупа» механический насос был заменен на криоадсорбционный с быстротой действия порядка s= $0.05 \cdot 10^{3}$ м^3/с., что позволит увеличить газовый поток через щуп от $2{,}66 \cdot 10^{-2}$ до $6{,}65 \cdot 10^{-2}$ Па·м^3/с.

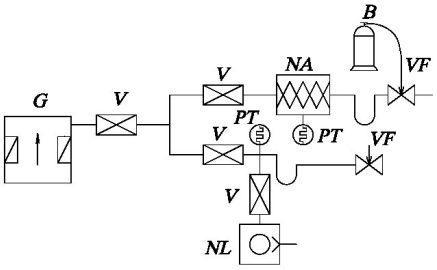


Рис. 1. Схема установки для проведения испытаний на герметичность способом «щупа». G – течеискатель; NA – криоадсорбционный насос; NL–механический насос; B – баллон с защитным газом; PT – преобразователи манометрические тепловые; VF–щуп-натекатель; V–клапан; T – капиллярный шланг.

Была определена зависимость чувствительности испытаний от величины газового потока, наибольшая чувствительность достигается при газовом потоке через щуп $2{,}66 \cdot 10^{-2} \div 4 \cdot 10^{-2}$ Па·м^3/с, чувствительность испытаний возросла в 10±15 раз. Конструкция насоса технологична в изготовлении, непрерывный ресурс работы при газовом потоке $2{,}66 \cdot 10^{-2} \div 4 \cdot 10^{-2}$ Па·м^3/с, τ=50 часов. Регенерация насоса осуществляется при T=293K в течение 4÷6 часов.

Повышение чувствительности способа «щупа» с применением криоадсорбционного насоса, привело к увеличению фоновых сигналов флюктуаций выходного прибора ВПУ (выносной пульт управления) течеискателя. Для устранения этого недостатка на щуп-натекатель была изготовлена насадка рис. 2, через которую подавали газообразный азот.

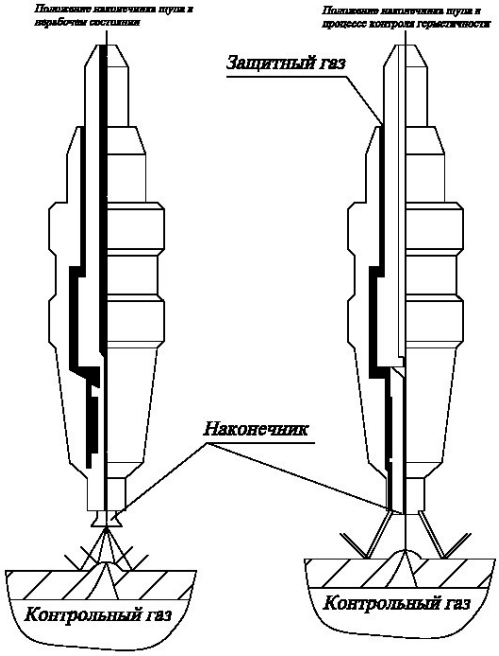


Рис. 2. Щуп-натекатель с газовой завесой.

Повышение чувствительности испытаний способом «щупа» с применением газовой завесы

Принцип работы щупа основан на создании в процессе испытаний газовой завесы вокруг участка поверхности изделия, подвергающегося проверке.

Газовая занавеса выполняет двойную роль:

1. Является защитной проверяемой зоной от воздействия внешних факторов, т.е. влияния содержания в атмосфере контрольного газа.

2. Завеса позволяет увеличить расход контрольного газа через щуп до $2{,}66\cdot10^{-2} \pm 6{,}65\cdot10^{-2}$ Па·м^3/с.

Возможность увеличения расхода объясняется тем, что основная часть потока через щуп представляет собой используемый для создания завесы газообразный азот, который хорошо поглощается криоадсорбционным насосом, не оказвывая существенного влияния на давление в масс-спектрометрической камере течеискателя. При перекрытом выходном отверстии щупа весь подаваемый внутрь щупа азот в виде струи проходит через центральное отверстие и по внешней поверхности наконечника выбрасывается наружу. При открытии входного отверстия щупа до давления порядка 10^{-2} Па, соответствующего показателям 150-200 мка «Вакуумметра магнитного» течеискателя, часть газообразного азота поглощается криоадсорбционным насосом, а остальная часть, в виде той же направленной струи через центральное отверстие и по внешней поверхности наконечника выбрасывается наружу. При контроле герметичности изделия наконечник, вступая в контакт с проверяемой поверхностью изделия, преодолевает сопротивление пружины (рис. 2 позиция 2) и герметично сообщает входное отверстие щупа и центральное отверстие наконечника. Весь поступающий, при этом внутрь щупа газообразный азот выбрасывается наружу по внешней поверхности наконечника и, создавая при этом газовый барьер вокруг проверяемого участка, ограждает зону поиска течи от влияния окружающей среды. Подсоединение щупа к вакуумной системе течискателя, осущественного с помощью хлорвинилового шланга с внутренним диаметром 1÷2 мм, позволяет свести к минимуму явление «гелиевой памяти», присущее резиновым шлангам. Проведенная нашей мобильной вакуумной лабораторией отработка способа «щупа» с щупом-натекателем с газовой завесой и криоадсорбционным насосом, в качестве дополнительного насоса позволила определить преимущества схемы щупа новой конструкции перед ранее используемой. Проведенные сравнительные испытания по определению чувствительности системы (течеискатель-щуп) представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты испытаний.

Применяемый щуп	Поток газа от контрольной течи, Па·м^3/с				
	$6{,}65\cdot10^{-8}$	$1{,}4\cdot10^{-8}$	$5{,}7\cdot10^{-9}$	$1{,}9\cdot10^{-9}$	$1{,}2\cdot10^{-9}$
Старая конструкция, $\alpha_т$, в	0,5	0,25	0,1	0	0
Новая конструкция, $\alpha_т$, в	4,5	3	2,1	1,0	0,5

Лабораторная отработка схемы конструкции щупа с газовой завесой и криоадсорбционным насосом, в качестве дополнительного насоса, показала, что чувствительность способа «щупа» возрастает до величины $1{,}33\cdot10^{9}$ Па·м3/с.

Выводы:

- Применение новой схемы течеискания и щупа с газовой завесой позволяет увеличить суммарный газовый поток через щуп до $2{,}66\cdot10^{2}$ Па·м^3/с (в 50 раз превышает максимальный расход газа через щуп применяемой конструкции и тем самым повысить чувствительность испытаний способом «щупа» до $1{,}33\cdot10^{-9}$ Па·м3/с)
- Применение щупа с газовой завесой позволяет стабильно фиксировать течи в диапазоне $1{,}33\cdot10^{-9}$ до $1{,}33\cdot10^{-5}$ Па·м^3/с с ошибкой ±0,5 мм по длине шва

- Минимально скорость движения при работе с щупом с газовой завесой составляет 20 мм/с, при этой скорости течеискатель фиксирует наличие течи практически мгновенно.
- Выполнение требования по обязательной «гелиевой чистоте» помещения, т.е. о максимально допустимом содержании гелия в атмосфере помещения не более чем в 1,5 раза больше концентрации гелия в чистом воздухе – необязательно.

Суммируя вышеизложенное, можно сделать вывод, что внедрение щупа с газовой завесой будет способствовать значительному снижению трудоемкости процесса испытаний изделий способом «щупа» и повышению качества испытаний.

Вакуумные испытания и вакуумирование резервуара сферического криогенного типа РС -1400/0,4 (объём теплоизоляционной полости – 700м^3) из состава ракетного космического комплекса «Ангара», космодром Плесецк, Архангельской области

В.В.Веденеев, Л.К.Куцый, Е.В.Жировов, В.А.Кобзев, К.В.Сметанин
Москва, ЗАО «Криогенмонтаж», Староваганьковский пер., дом 23 стр.1
E-mail: www.cryomont.ru

В данной статье приводится опыт проведения вакуумных работ на объекте ракетно-космического комплекса «Ангара» космодрома Плесецк, Архангельской области.

В условиях открытой монтажной площадки (температура окружающего воздуха от +35ºС до -45ºС) успешно проведены работы по испытаниям и вакуумированию уникального криогенного резервуара типа РС – 1400/0,4 для жидкого кислорода полезным объемом 1437м^3, рабочим давлением 0,55МПа (5,5кг/см^2), массой хранимого жидкого кислорода – 1480тн (1,48·10^6 кг). Рабочая температура жидкого кислорода – минус 183^{0}С . Потери от испарения при хранении не более – 33 кг/ч (для жидкого кислорода). Объём вакуумной теплоизоляционной полости – 700 м^3. Давление (вакуум) в теплоизоляционной полости перед заполнением резервуара жидким продуктом не более 1,33·10^{-1} Па (1·10^{-3}мм.рт.ст.)

Vacuum tests in Plesetsk, Archangelsk region. V.V.Vedeneyev, L.K.Kutsi, E.V.Zhirovov, V.A.Kobzev, K.V.Smetanin. *The article describes the experience of vacuum works of unique cryo-depositary liquid oxygen PC 1400/0,4 (volume of insulating vacuum cavity - 700m^3) occurring in Plesetsk cosmodrome in the Arkhangelsk region at an open assembly area and ambient temperature from +35C to -45C.*

9 июля 2014 года в 16 часов 00 минут успешно произведён первый пуск ракеты космического назначения «Ангара 1.2 ПП» с площадки № 35 космодрома Плесецк, Архангельской области. Спустя 21 минуту после старта неотделяемый габаритно – массовый макет полезной нагрузки со второй ступенью достиг заданного района полигона «Кура» на полуострове Камчатка на расстоянии 5700 км от места старта.

В качестве одного из компонентов ракетного топлива использовался жидкий кислород.

ЗАО «Криогенмонтаж» смонтировало и пустило в эксплуатацию систему заправки ракетоносителя «Ангара» жидким кислородом, которая включает в себя следующее:

I. Резервуар для хранения и выдачи жидкого кислорода РС-1400/0,4

Технические характеристики резервуара РС-1400/0,4 [1]:

- Номинальная вместимость – 1437м^3
- Рабочее давление - 5,5кгс/см^2

- Масса хранимого жидкого кислорода - не более 1480тн.
- Рабочая температура жидкого кислорода – минус 183ºС
- Потери от испарения при хранении - не более 33 кг/ч
- Объем вакуумной теплоизоляционной полости – 700м^3
- Диаметры:
  - наружного кожуха – 16 м
  - внутреннего сосуда - 14 м
- Материалы:
  - наружный кожух - углеродистая сталь;
  - внутренний сосуд - нержавеющая сталь.

II. Система криогенных трубопроводов различного диаметра с запорной арматурой общей протяженностью около 1000м.

Резервуар РС – 1400/0,4 (внутренний сосуд и наружный кожух) изготавливается на монтажной площадке из заводских элементов, так называемых "лепестков".

По окончании изготовления и сборки резервуара проводились его испытания в следующей последовательности:

1) Внутренний сосуд испытывался на прочность пробным давлением 0,84МПа (8,4кгс/см^2) с контролем его технического состояния методом акустической эмиссии, при котором сосуд проверялся на наличие развивающихся дефектов. При выполнении работ использовалась 12-ти канальная система акустико-эмиссионного контроля "Малахит АС-15А".

Для обработки результатов акустико-эмиссионного контроля использовался уникальный специализированный комплексный программный пакет "БУРЯ", в котором заключен многолетний опыт испытания промышленных объектов. Алгоритм программы обеспечивает корреляционную обработку зарегистрированных акустико-эмиссионных сигналов, их необходимую фильтрацию (параметрическую или графическую). Программные приложения способны обнаружить и отфильтровать как случайные, так и периодические электромагнитные помехи (в том числе от сварки и от линий электропередач). Приведение амплитуды зарегистрированных акустико-эмиссионных сигналов к источнику излучения производится с учетом функции затухания сигналов при их распространении. Автоматически определяются координаты выделенных кластеров и их числовые характеристики. Формируется таблица параметров акустико-эмиссионных сигналов вошедших в кластер и таблицы общего числа сигналов, сформировавших каждое событие, что даёт возможность судить о достоверности полученных результатов и алгоритма вычислений. При измерениях производилась запись форм волны, что позволяло при необходимости уточнять истинное место нахождения источника. В нашем случае это позволяло выяснить находится ли источник акустической эмиссии на поверхности сферы (внутренний сосуд) или сигналы идут со стороны фундамента и через опоры, как по волноводу, достигая поверхности сферы.

В процессе акустико-эмиссионных испытаний сосуда внутреннего резервуара сферического РС-1400/0,4 давлением 0,84 МПа (8,4 кгс/см^2) источников акустической эмиссии активного типа, соответствующих развивающимся дефектам не выявлено. Выявленные при локализации отдельные сигналы носили разрозненный характер и не были объединены в какой-нибудь малозначительный кластер, и соответственно, были отнесены к разряду пассивных источников акустической эмиссии.

На рис. 1 представлен первый этап проведённых работ, а именно, вид функции затухания амплитуды акустико-эмиссионного сигнала при распространении и способ определения предельно допустимого расстояния между датчиками в локационной схеме. На рис.2. представлена схема расстановки 12-ти преобразователей акустической эмиссии на поверхности объекта контроля. Результаты локализации источников акустической эмиссии на последнем этапе измерений, при выдержке на пробном давлении 0,84МПа (8,4 кгс/см^2), представлены на рис. 3-7.

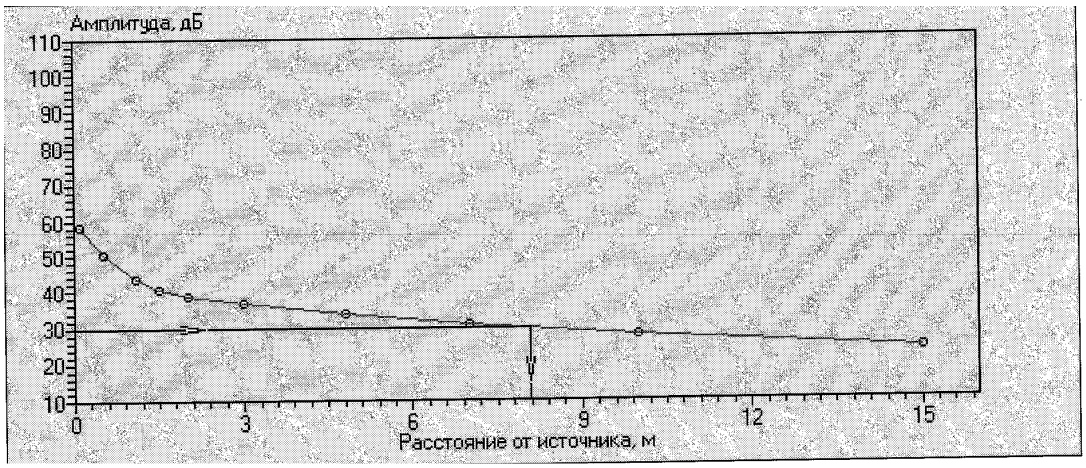


Рис. 1. Вид функции затухания амплитуды акустико-эмиссионного сигнала при распространении в материале объекта и определение предельно допустимого расстояния между датчиками при объединении их в локационную схему.

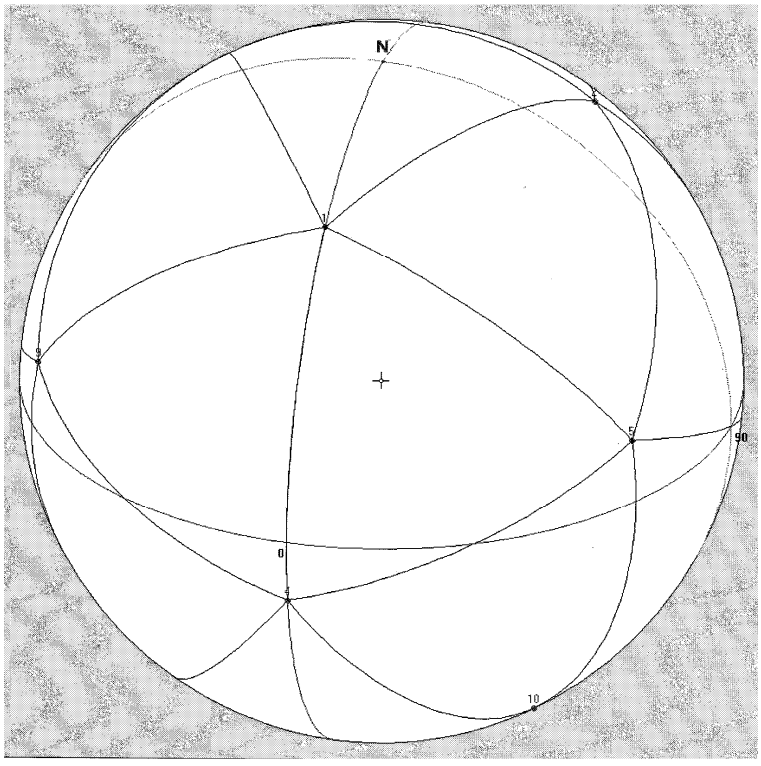


Рис. 2. Схема расстановки 12-ти преобразователей акустической эмиссии на поверхности объекта контроля.

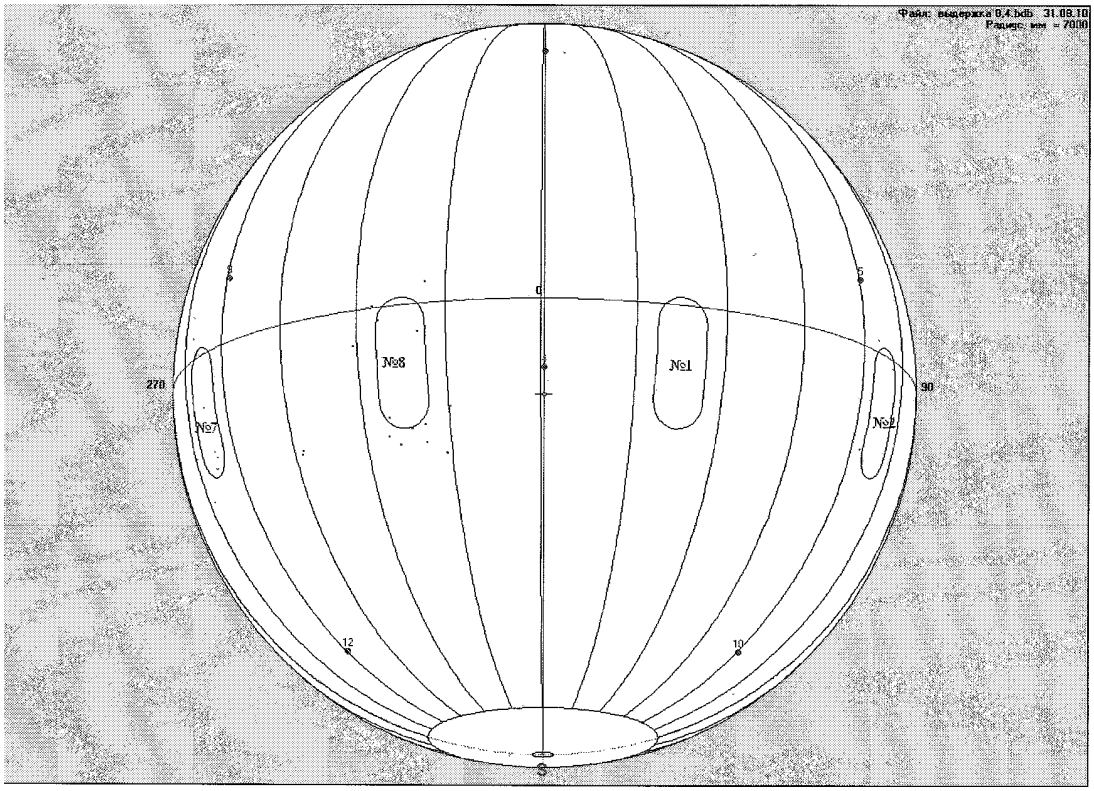


Рис. 3. Карта локации №1.

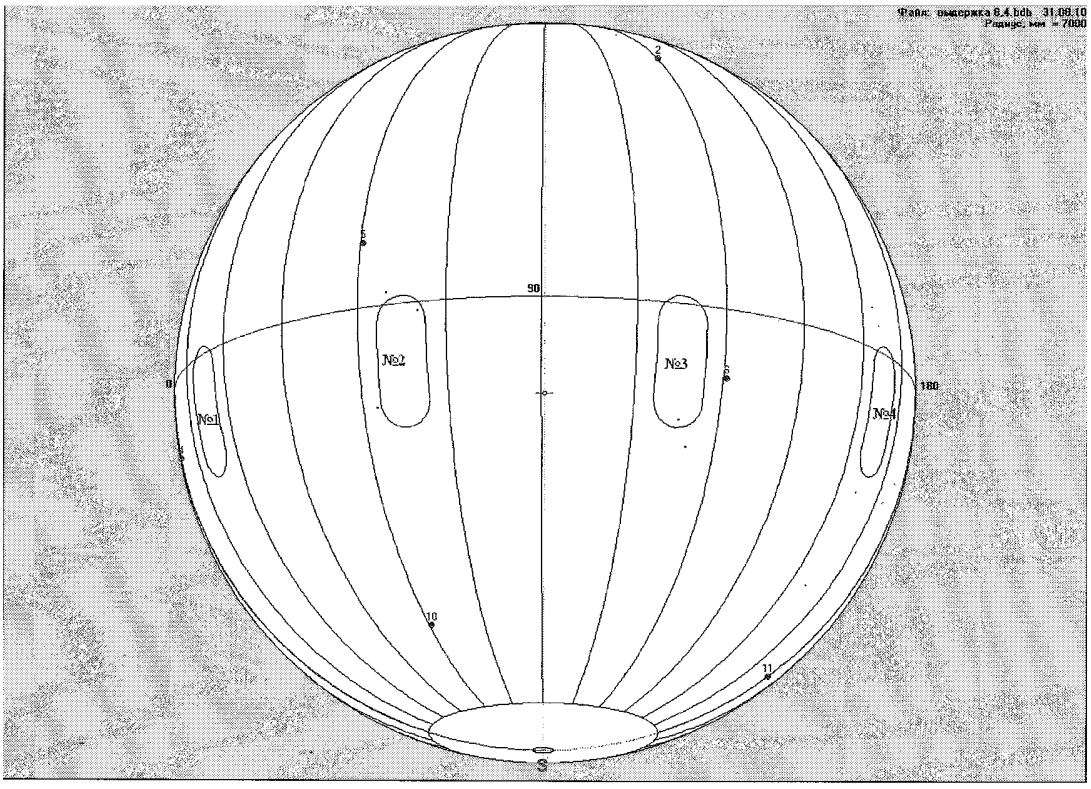


Рис. 4. Карта локации №2.

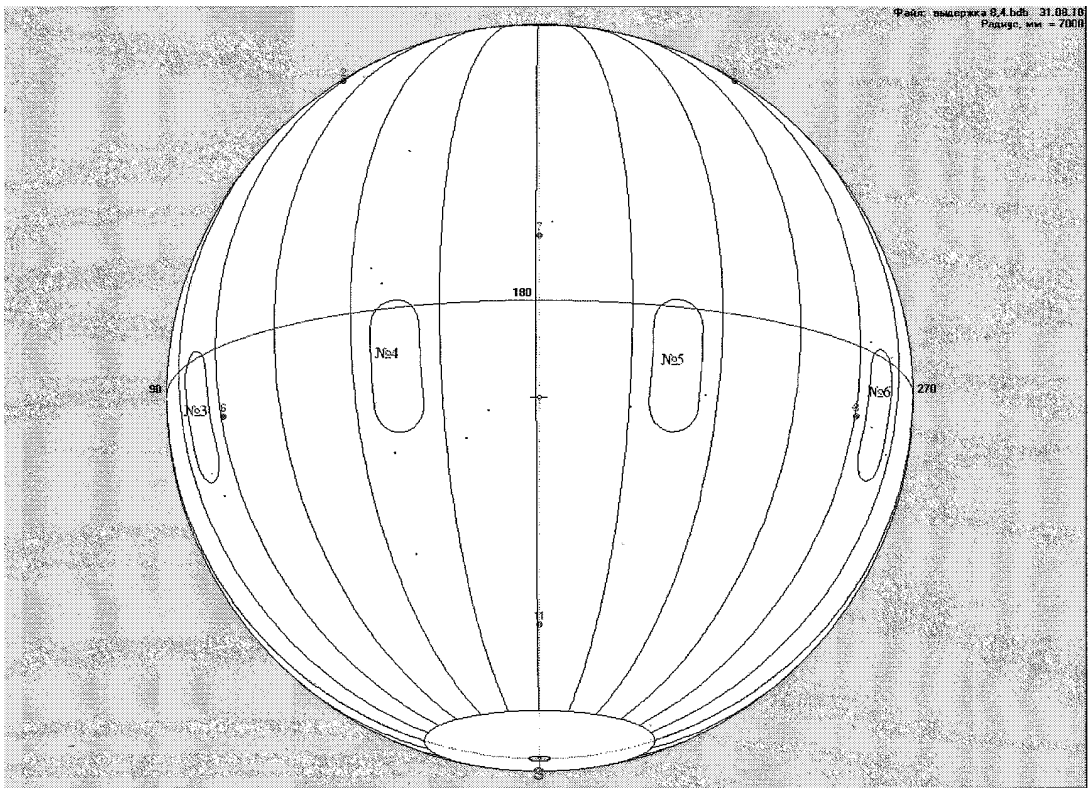


Рис. 5. Карта локации №3.

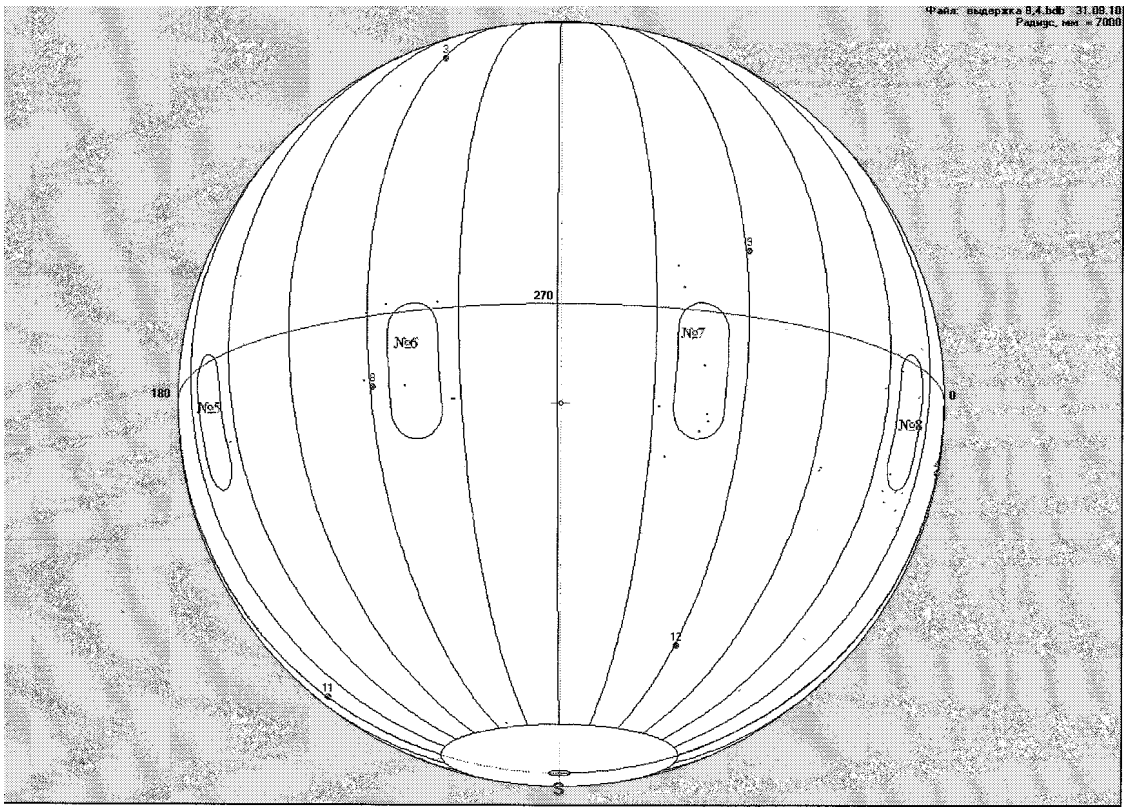


Рис. 6. Карта локации №4.

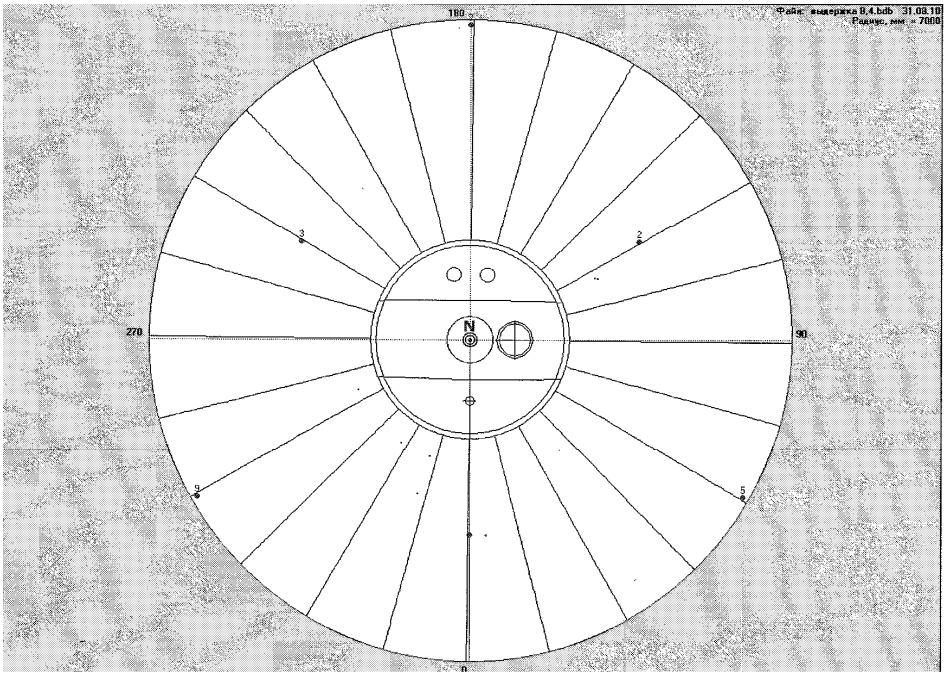


Рис. 7. Карта локации. Вид сверху.

2) Испытания на герметичность 100% сварных швов внутреннего сосуда, выполненных ручной сваркой, способом накопления в атмосферном чехле при давлении 0,65МПа (6,5 кгс/см^2) 1% гелиево-воздушной смеси во внутреннем сосуде.

При испытаниях подобных крупных объектов нашей организацией впервые использовался криоадсорбционный насос НКС-50 [2], применение которого в качестве дополнительной приставки к гелиевому течеискателю ТИ-1-22 позволило повысить чувствительность испытаний на полтора-два порядка, и соответственно, снизило концентрацию гелия в гелиево-воздушной смеси при проведении испытаний с 5-10% до 1%.

Порог чувствительности испытаний не более $1{,}33\cdot10^{-7}$ м3·Па/с ($1\cdot10^{-3}$л ·мкм рт ст/с).

На рис. 8 представлен эскиз криоадсорбционного насоса НКС-50.

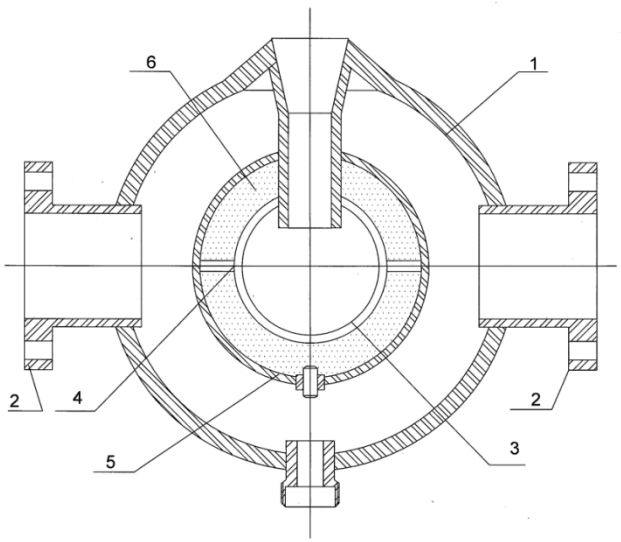


Рис. 8.Криоадсорбционный насос НКС-50.
1- корпус; 2 - подсоединительные патрубки; 3 - резервуар для криогенной жидкости;
4 - экваториальное ребро; 5 - пористый экран; 6 – адсорбент.

Основные данные криоадсорбционного насоса НКС-50:

- Диапазон рабочих давлений, Па.....$1 \cdot 10^{1} \div 5 \cdot 10^{-4}$
- Быстрота действия в рабочем диапазоне давлений, $м^3/с$:
- по азоту.....5,6·10-2
- по кислороду..... 4,3·10-2
- по аргону.....$4{,}0 \cdot 10^{-2}$
- Адсорбент.....Цеолит СаЕН-4В; уголь СКТ-4
- Хладагет.....Жидкий азот
- Габаритные размеры, мм.....300х400х300
- Масса, кг.....8

3) После заварки люка – лаза кожух резервуара испытывался способом обдува гелием при одновременной откачке теплоизоляционной полости резервуара. Локальное натекание (зарегистрированный сигнал от течи) не допускается. Порог чувствительности испытаний не более $1{,}33 \cdot 10^{-7}$ м3·Па/с ($1 \cdot 10^{-3}$л ·мкм рт. ст/с).

4) Испытания внутреннего сосуда в комплексе способом вакуумной камеры при давлении 0,65МПа (6,5 $кгс/см^2$) во внутреннем сосуде 1 % гелиево-воздушной смеси с применением в качестве приставки к течеискателю ТИ-1-22 криоадсорбционного насоса НКС-50 . Порог чувствительности испытаний (допустимая утечка) не более $1{,}33 \cdot 10^{-7}$ м3·Па/с ($1 \cdot 10^{-3}$л ·мкм рт ст/с).

5) После срезания заглушки люка-газа и нанесения изоляции на поверхность и опоры внутреннего сосуда (теплоизоляционные маты – комбинация прокладок из стеклобумаги БМД-К по ТУ-6-11-529 и экранов из металлизированной пленки ТМ-2 по ТУ304-10-007) и последующей заварки люка лаза теплоизоляционная полость вакуумировалась и обезгаживалась.

Контроль качества обезгаживания производился манометрическим методом. Суммарный газовый поток не превышал величину $1 \cdot 10^{-3}$ $м^3 \cdot$ Па/с (8л мкм рт ст/с) при применении вымораживающей ловушки перед манометрическим преобразователем.

При проведении работ по вакуумированию такого объема теплоизоляционной полости на начальном этапе ("срыв атмосферы") нашей организацией впервые применялись безмасляные мембранные вакуумные насосы типа НВМ-20 (использовались перед включением механического насоса НВЗ-90), которые очень хорошо зарекомендовали на проведении данного этапа работ. Мембранные вакуумные насосы типа НВМ-20, являются совершенно сухими, обеспечивают чистоту получаемого вакуума на первоначальном этапе, предельно просты в эксплуатации. Применение вышеуказанных насосов позволило в полной мере соблюсти технологию вакуумирования теплоизоляционной полости криогенного резервуара РС-1400/0,4 с нанесенной изоляцией по скорости ее откачки не допуская срыва изоляции, а также позволило, на данном этапе, ускорить работу, не допуская попадание паров воды при откачке теплоизоляционной полости в механический насос НВЗ-90.

Принципиальная схема мобильного вакуумного стенда для испытаний и вакуумирования криогенного резервуара РС-1400/0,4 приведена на рис.9. Условные обозначения согласно [3]. Стенд был изготовлен и смонтирован в стандартном 20-ти футовом морском контейнере.

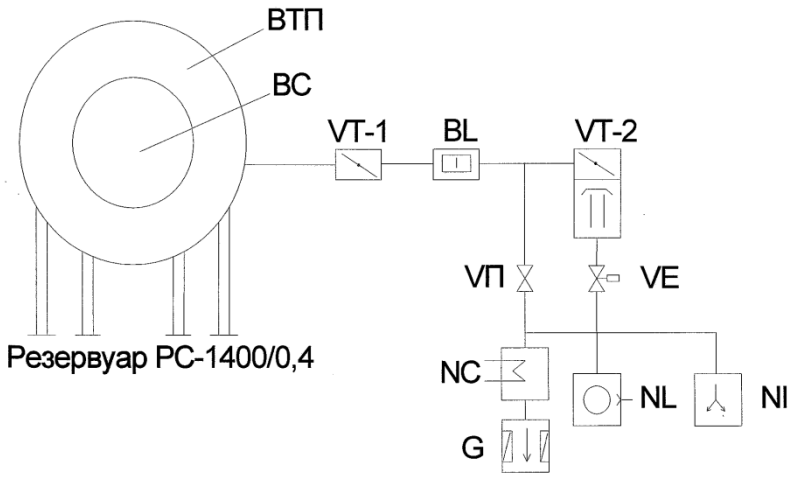


Рис. 9. Принципиальная вакуумная схема мобильного стенда для испытаний и вакуумирования криогенного резервуара РС-1400/0,4.
ВТП - вакуумная теплоизоляционная полость объемом 700 м^3; ВС - внутренний сосуд объемом 1437 м^3; VT-1 - затвор тарельчатый Ду-250 (непосредственно на резервуаре РС-1400/0,4); BL - азотная ловушка; ND - насос диффузионный НВБМ-2,5; VT-2 - затвор тарельчатый Ду250; VП - клапан (вентиль) с ручным приводом Ду100; VE - клапан с электромагнитным приводом КМУ-63; NC - криоадсорбционный насос НКС-50; G - течеискатель гелиевый ТИ-1-22; NL - насос механический НВЗ-90;NI - насосы мембранные НВМ-20.

На рис. 10-12 приведены фотографии системы хранения жидкого кислорода на базе резервуара РС-1400/0,4.



Рис. 10. Жировов Е.В. и Кобзев В.А.(слева, вдалеке) возле резервуара РС-1400/0,4.



Рис. 11. Резервуар РС-1400/0,4. Монтаж закончен.



Рис. 12. Система заправки: резервуар Р-1400/0,4 с испарителями подъема давления.

В результате проведённой работы опробована технология вакуумных испытаний и вакуумирования криогенного резервуара РС-1400/0,4 в суровых условиях космодрома Плесецк, Архангельской области.

Система заправки жидким кислородом ракетно-космического комплекса принята в эксплуатацию и успешно показала себя при двух первых пусках легкой и тяжелой ракет космического назначения "Ангара" в 2014 году.

Литература

1. ТУ 26-04-639-85 Резервуары сферические.
2. Описание на криоадсорбционный насос НКС-50.
3. Вакуумная техника. Справочник. Под общей редакцией К. Е. Демихова, Ю. В. Панфилова. М., Машиностроение, 2009.

СЕКЦИЯ 6. БИОМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Перспективы применения лазерной модификации поверхности при создании прогнозируемого микрорельефа под плазменное напыление покрытий

И.П. Гришина, А.В. Лясникова, С.В. Телегин, О.А. Дударева, О.А. Маркелова
Саратов, ул. Политехническая, 77, Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., kafbma2011@yandex.ru

В статье рассматривается технология формирования развитого микрорельефа поверхности под плазменное напыление с помощью лазерной обработки. Показано влияние режимов лазерной обработки на структуру сформированного поверхностного слоя.

Perspectives of application of laser surface modification in creation of predictable microrelief for plasma deposition of coatings. I.P.Grishina, A.V.Lyasnikova, S.V.Telegin, O.A.Dudareva, O.A.Markelova. *The technology of formation of the developed microrelief of a surface for plasma spraying by means of laser processing is considered in the article. The influence of laser treatment modes on the structure of the formed surface layer is shown.*

Актуальной задачей современной имплантологии является снижение числа послеоперационных отторжений после имплантации [1,2]. Одним из путей решения поставленной проблемы является создание внутрикостных имплантатов, обладающих прогнозируемыми структурно-морфологическими и механическими характеристиками [1,2].

Технология плазменного напыление нашла широкое распространение при формировании композитных покрытий внутрикостных имплантатов за счет экономичности, возможности получения покрытий, обладающих развитой структурой и достаточно высокой адгезией [1]. Известно, что плазменное напыление покрытий можно осуществлять как в среде инертного газа, так и в вакууме [3].

Традиционная технология обработки поверхности под плазменное напыление включает очистку заготовок в УЗ-ванне в растворе ПАВ и последующую пескоструйную обработку для придания металлической поверхности развитого микрорельефа. При этом пескоструйная обработка имеет ряд недостатков связанных с возможностью загрязнения поверхностей, на которые в последующем будет произведено напыление, и невозможностью добиться прогнозируемого микрорельефа.

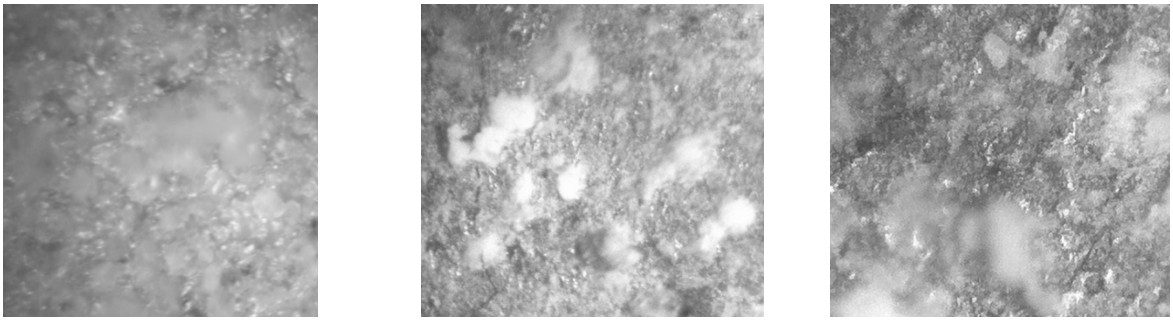
Во избежание указанных проблем, предлагается заменить этап пескоструйной обработки лазерной модификацией поверхности [4].

Экспериментальные образцы из титана марки ВТ1-00 обрабатывались с использованием Nd:YAG-лазерного технологического комплекса «LRS-50» с длиной волны 1,064 мкм в воздушной среде по нескольким технологическим режимам (с оплавлением поверхности и без оплавления).

На сформированную поверхность наносилось покрытие на основе порошка гидроксиапатита с использованием полуавтоматической установки УПН-28 при следующим технологическим режимам: ток дуги – 350 А, дисперсность порошка ГА – 70-90 мкм, расход плазмообразующего газа – 20 л/мин, дистанция напыления порошка ГА до 50 мм.

Исследование сформированных покрытий с использованием оптической микроскопии показало, что на поверхности образов с подслоем, сформированным лазерным излучением с оплавлением поверхности (рис.1, *а*) частицы формируют равномерное покрытие с размерами отдельных агломератов до 100 мкм.

Поверхность образцов с лазерной обработкой без оплавления поверхности (рис.1, *б*) представляет собой равномерное скопление агломератов-частиц размером 50-150 мкм. Образцы, полученные по традиционной технологии, отличаются неравномерностью покрытия, имеются как непокрытые участки подложки, так и скопление большого количества отдельных образований (рис. 1, *в*).



а *б* *в*

Рис.1. Микрофотографии поверхности титановых образцов:
а – с применением лазерного излучения с оплавлением поверхности; б – с применением лазерного излучения без оплавления поверхности; в – без применения лазерного изучения (пескоструйная обработка), поле зрения 500 мкм.

При этом толщина покрытий для образцов подвергнутых лазерной обработке варьируется в пределах 30-35 мкм. На образцах, полученных по традиционной технологии, толщина покрытия имеет разброс от 20 до 45 мкм.

Полученные данные свидетельствуют о возможности формирования покрытий, обладающих прогнозируемым микрорельефом с использованием технологии лазерной модификации поверхности взамен традиционной технологии пескоструйной обработки.

Исследование выполнено при финансовой поддержке стипендий Президента РФ для молодых ученых и аспирантов СП-5291.2018.4. и СП-5048.2018.4, а также Грантов РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00677 мол_а (в части исследования структурно-морфологических характеристик покрытий).

Литература

1. Лясников В.Н. Биосовместимые материалы и покрытия медицинского назначения : учеб. пособие / В.Н. Лясников, А.В. Лясникова, Г.П. Фетисов. – Москва: Спецкнига, 2015. – 519 с.
2. Лясникова А.В. Нанокомпозитные плазменные эндопротезирования / Лясникова А.В., Гришина И.П., Дударева О.А., Маркелова О.А., Лясников В.Н., Барабаш А.П., Шпиняк С.П. // Конструкции из композиционных материалов. 2016. № 4 (144). С. 57-62
3. Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование / М.: Металлургия, 1992. – 432 с.
4. Perez del Pino A., Fernandez-Pradas J.M., Serra P., Morenza J.L. Depth profiling characterisation of the surface layer obtained by pulsed Nd:YAG laser irradiation of titanium in nitrogen // Surface & Coatings Technology. 2003. Vol. 187. P. 106-112.

Перспективы применения замещенных фторгидроксиапатитовых порошков в качестве основы покрытий внутрикостных имплантатов

А.В. Лясникова, В.Н. Лясников, О.А. Дударева, И.П. Гришина, О.А. Маркелова
Саратов, ул. Политехническая, 77, Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., kafbma2011@yandex.ru

Рассмотрены особенности применения фторгидрокисапатитов и замещенных фторгидроксиапатитов в медицине. Представлены перспективы использования замещенных фторгидроксиапатитовых порошков в качестве покрытий внутрикостных имплантатов, полученных с помощью технологии плазменного напыления.

Perspectives of application of substituted fluorohydroxypatite powders as a basis of intra-intensive implant covering. A.V. Lyasnikova, V.N.Lyasnikov, O.A.Dudareva, I.P.Grishina, O.A.Markelova. *Specific features of the use of fluorhydrocapatitates and substituted fluorhydroxyapatites in medicine are considered. The prospects of using substituted fluorohydroxyapatite powders as coatings of intraosseous implants obtained with the help of plasma deposition technology are presented.*

Актуальной проблемой современной имплантологии является снижение количества отторжений внутрикостных имплантатов. Известна технология плазменного напыления покрытий, позволяющая формировать биоактивные слои на внутрикостных частях имплантатов различного назначения, тем самым создавая идеальную поверхность с точки зрения долговременности и надежности функционирования [1].

В качестве порошка для нанесения покрытий применение нашел порошок фторгидроксиапатита (ФГАП). В общем случае порошок ФГАП получают замещением гидроксильной группы ОН на ионы фтора, что приводит к созданию материала с формулой: $Ca_{10}(PO_4)_6Fx(OH)_{2-x}$ [2].

Технология нанесения покрытий на основе ФГАП заключается в очитке напыляемой поверхности в УЗ-ванне, воздушно-абразивной обработки поверхности для создания необходимого микрорельефа и напыления с использованием полуавтоматической установки УПН-28 по следующим технологическим режимам: дистанция напыления от 70 до 100 мм, ток дуги – от 300 до 350 А, дисперсность порошка ФГАП – 70-100 мкм [2].

При напылении ФГАП происходит его диспергирование в плазменной струе, наблюдается сохранение достаточно крупных частиц сфероидной формы, которые создают свой собственный микрорельеф с развитой шероховатостью и не повторяют предыдущую поверхность (рис.1). Это обеспечивает возможность регулирования параметров биокомпозиционного покрытия, изменяя режимы напыления с целью повышения однородности структуры.

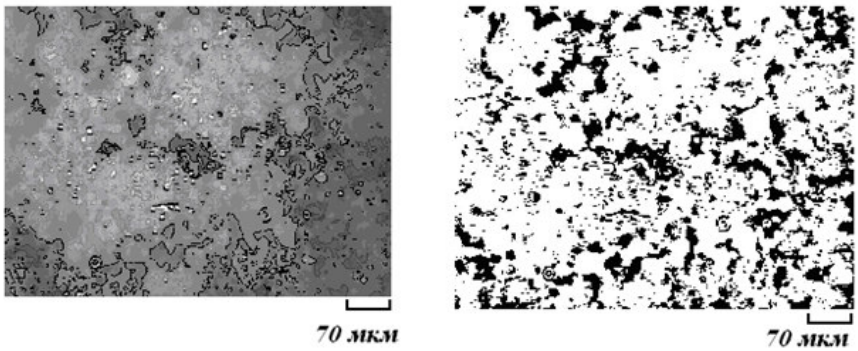


Рис.1. Микрофотографии поверхности напыленных ФГАП покрытий [2].

При напылении ФГАП формируется достаточно равномерный микрорельеф: относительная неравномерность не более 16%, количество впадин и пор до 620, максимальный размер – около 70 мкм, разброс размеров не более 12,4% (рис.1) [2].

Для оценки медико-биологических свойств ФГАП покрытий был проведен модельный эксперимент [3], целью которого была оценка процессов костномозгового кроветворения на титановых дисках с ФГАП покрытием, с применением длительных культур костного мозга.

Проведенные исследования показали, что фторгидроксиапатит обладает повышенными остеоинтегративными свойствами, не вызывает отрицательных реакций, и не оказывает ингибирующего влияния на рост клеток. Так, процентное содержание стромальных и кроветворных клеток для диска с ФГАП составляло 84 %, а доля этих же клеток на диске с гидроксиапатитом (ГА) составила только 37 %. Таким образом, покрытия внутрикостных имплантатов на основе ФГАП, способствуют построению костной ткани и стимуляции остеоинтеграции [3].

Интерес представляет исследование возможности замещения некоторого количества кальция в структуре ФГАП на частицы металлов, например серебра, стронция, цинка и др.

Введение в структуру ФГАП частиц серебра улучшает его антимикробные свойства, а наличие в структуре фтора придает стабильность покрытию и улучшает его механические характеристики [4].

Проводились исследования [5], показывающие эффективность применения в медицине композиций на основе стронцийзамещенных ФГАП и ГАП. Полученные материалы оказывают влияние на увеличение жизнеспособности и функциональной активности остеобластов.

В лаборатории кафедры ФМБИ СГТУ имени Гагарина Ю.А. успешно синтезирован цинкзамещенный ФГАП. Ведение цинка в структуру соединений придает порошкам и покрытиям на их основе антимикробный эффект, также возможно улучшение механических свойств покрытий, что подтверждается результатами исследований цинкзамещенных ГА и трикальцийфосфатных покрытий [6-9].

Порошок цинкзамещенного ФГАП осаждали из растворов при pH на уровне 8-9 по реакции:

$$(10\text{-}x)Ca(NO_3)_2 + xZn(NO_3)_2 + 6(NH_4)_2HPO_4 + 6NH_4OH + 2NH_4F \rightarrow$$
$$\rightarrow\downarrow Ca_{10-x}Zn_x(PO_4)_6F_2 + 20NH_4NO_3 + 6H_2O, \text{ где: } 0 < x < 2$$

Полученный осадок прокаливали при температурах 200 и 600 °С. Рентгенофазовый анализ порошка (РФА) цинкзамещенного ФГАП показал, что он полностью соответствует структуре соединения в форме $Ca_{5-x}Zn_x(PO_4)_3F$ (рис. 2).

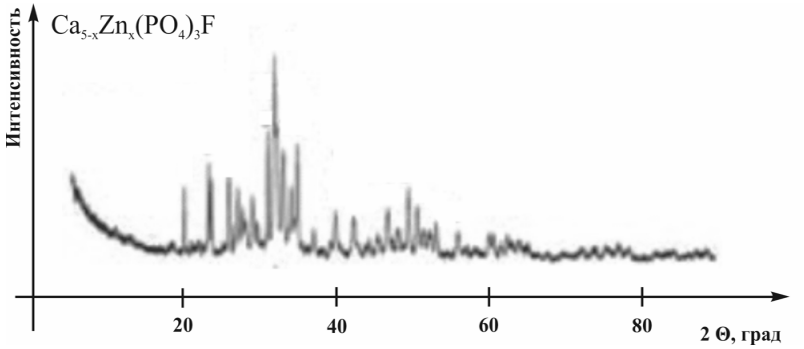


Рис.2. РФА порошка цинкзамещенного ФГАП.

Частицы порошка цинкзамещенного ФГАП имеют правильную форму с плоскими гранями размером 10-30 мкм, сгруппированных в агломераты размером 50-70 мкм (рис. 3).

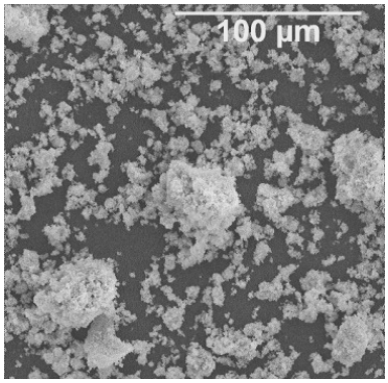


Рис.3. РЭМ порошка цинкзамещенного ФГАП.

Таким образом, весьма перспективным является разработка технологий синтеза и плазменного напыления порошков замещенных ФГАП. Причем от выбора замещающего элемента будут зависеть свойства полученных покрытий, что открывает широкие возможности улучшения механических, структурно-морфологических и медико-биологических характеристик готовых изделий с нанесенными покрытиями. В настоящее время нами ведутся исследования в этом направлении.

Коллектив авторов выражает благодарность за проведение синтеза порошка цинкзамещенного ФГАП профессору Пичхидзе С.Я.

Исследование выполняется при финансовой поддержке гранта Президента для государственной поддержки молодых российских ученых РФ – докторов наук МД-1403.2017.8, а также Гранта РФФИ в рамках научного проекта № 16-08-01250 а.

Литература

1. Лясников В.Н. Плазменное напыление: монография / В.Н. Лясников, А.В. Лясникова, О.А. Дударева. Саратов: Сарат. гос. техн. ун-т, 2016. 643 с.
2. Применение электроплазменной технологии для нанесения фторгидроксиапатитовых биоактивных покрытий на дентальные имплантаты / А.В. Лясникова, О.А. Дударева // Известия Томского политехнического университета. 2006. Т. 309. № 2. С. 153-158.
3. Курдюмов С.Г., Воложин А.И., Орловский В.П. Фторгидроксиапатит для дентальной имплантации // Современные проблемы имплантологии: Труды VI Междунар. научно-техн. конф. – Саратов, 2002 – С. 69–71.
4. Huang Y, Song G, Chang X, et al / Nanostructured Ag+-substituted fluorhydroxyapatite-TiO2 coatings for enhanced bactericidal effects and osteoinductivity of Ti for biomedical applications // International Journal of Nanomedicine. 2018. Vol.13. P. 2665-2684.
5. Osteoblastic cell response on biphasic fluorhydroxyapatite/strontium-substituted hydroxyapatite coatings / Yin P., Feng F.F., Lei T., Zhong X.H., Jian X.C. // J Biomed Mater Res A. 2014. Vol.102(3). P. 621-627.
6. Bahman Nasiri-Tabrizi, Abbas Fahami, / Mechanochemical Synthesis of Fluorapatite-Zinc Oxide (FAp-ZnO) Composite Nanopowders // ISRN Ceramics. 2012. Vol. 2012. P. 1-9.
7. Miao S., Cheng K., Weng W., Du P., Shen G., Han G., Yan W., Zhang S. / Fabrication and evaluation of Zn containing fluoridated hydroxyapatite layer with Zn release ability // Acta Biomaterialia, 2008. Vol. 4. Iss. 2. P. 441-446.
8. Biocomposite Plasma-Sprayed Coatings Based on Zinc-Substituted Hydroxyapatite: Structure, Properties, and Prospects of Application/ A. V. Lyasnikova, O. A. Markelova, V. N. Lyasnikov, O. A. Dudareva/ Mechanics of Composite Materials, 2016, Vol. 51, Issue 6, pp 801-804.
9. Composition and microstructure of zinc-substituted tricalcium phosphate and plasma biocoating based hereon / A. V. Lyasnikova, O. A. Dudareva, V. N. Lyasnikov, O. A. Markelova, I. P. Grishina // Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 2018. – Vol. 56(9-10). – P. 541-545.

Исследование поверхностных характеристик углеродных плёнок, полученных при помощи НЧ плазматрона атмосферного давления в матричном режиме нанесения

А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, *Ю.Г. Богданова
Москва, МАИ (НИУ), Волоколамское шоссе, д. 4
****Москва, МГУ имени М.В.Ломоносова, Ленинские горы, д. 1,***
E-mail: seriousash@yandex.ru

В настоящей работе представлены результаты исследования поверхностных характеристик углеродных покрытий, полученных при помощи низкочастотного плазматрона атмосферного давления. Описан процесс матричного режима обработки поверхности подложек. Исследовано влияние технологических параметров осаждения из газовой фазы в матричном режиме на свойства формируемых покрытий. Исследованы контактные углы смачивания полученных покрытий при помощи микроскопа с гониометрической подставкой, а также шероховатость при использовании атомно силовой микроскопии.

Investigation of surface characteristics of carbon coatings, produced by low frequency plasmatron of atmospheric pressure in matrix mode. A.V. Shvedov, A.N. Lyamin, V.M. Elinson, Yu.G. Bogdanova. *The surface properties of carbon coatings produced by low frequency plasmatron at atmospheric pressure are studied. The process of the matrix mode of substrate surface treatment is described. The influence of technological parameters of matrix mode CVD of carbon coatings is studied. The contact angle of wetting and the roughness of obtained coatings are investigated by using a microscope with a goniometer stand and an AFM.*

В настоящее время, исследования и разработки в области перспективных материалов во многом определяют вектор развития современной науки и техники в различных областях народного хозяйства [1, 2]. Среди подобных материалов особенное внимание уделяется тонким углеродсодержащим плёнкам, свойства которых изменяются в широких пределах в зависимости от используемых методов их формирования [3, 4]. Ионно-плазменные методы осаждения из газовой фазы в вакуумеявляются одними из наиболее востребованных для создания подобных покрытий, однако в последнее время всё больше внимания уделяется исследованиям и разработкам методов с использованием плазмы атмосферного давления.Благодаря отсутствию необходимости создания и поддержки вакуума, а также простоте управлением процессами, плазма атмосферного давления нашла своё примененииедля синтеза металлических порошков [5], для осаждения тонких плёнок из газовой фазы [6], обработки текстильных материалов [7] и др.

В вышеупомянутых процессах преимущественно используется низкотемпературная плазма, диэлектрического барьерного разряда (ДБР), который, в силу конструкции электродов [8] позволяет эффективно производить обработку и модификацию поверхности различных изделий по всей площади. Однако, будучи тлеющим газовым разрядом, ДБР подвержен повышенному влиянию окружающей среды на протекающие процессы, а деградация диэлектрических барьеров не позволяет обеспечить как достаточно высокую воспроизводимость результатов, так и возможность прецизионного контроля получаемых результатов обработки. Использование низкочастотных (НЧ) дуговых газовых разрядов и устройств, работающих на их основе (плазматроны), позволяют обеспечить локальное формирование покрытий с заданными параметрами с минимизированным влиянием атмосферы и низкой степенью деструкции термолабильных подложек [8].

Для создания покрытия с заданными характеристиками по всей площади обрабатываемого изделия или подложки при помощи НЧ-плазматронаприменяется матричный режим обработки. Он представляет собой процесс, при котором для создания развитой поверхности целесообразно производить локальное формирование покрытия с последующим нанесением нового покрытия и фиксированным расстоянием между точками нанесения.Для формирования равномерного и воспроизводимого по свойствам покрытия или процесса травления было принято решение проводить обработку в точках, которые являются вершинами равностороннего треугольника, как показано на рис 1, где а – расстояние между вершинами треугольника.

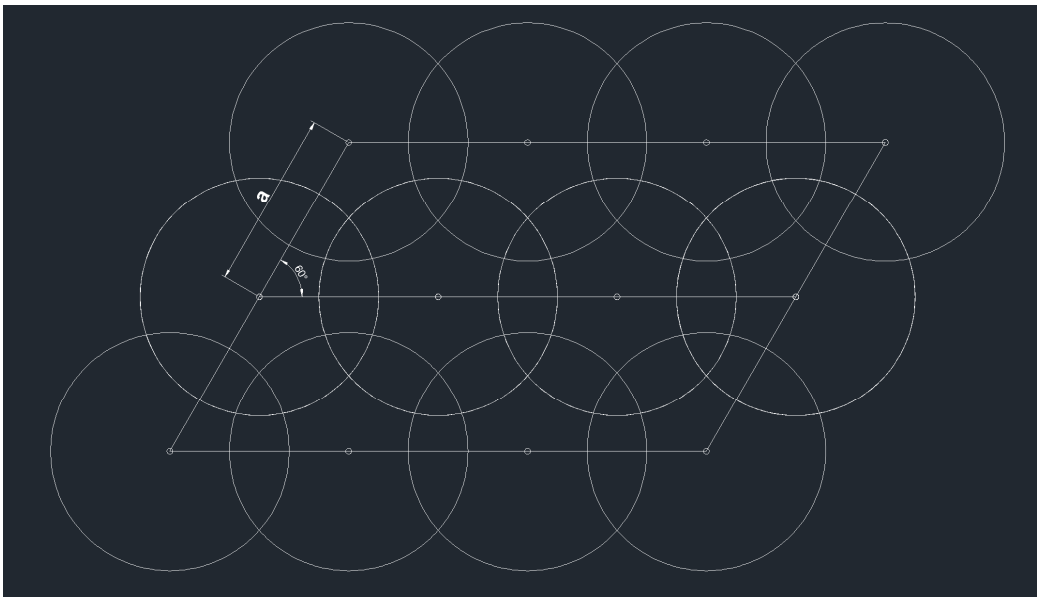


Рис. 1. Схематическое изображение матричного режима обработки.

Этот технологический параметр позволяет масштабировать свойства и характеристики получаемых покрытий или результатов обработки поверхности, вне зависимости от технологических параметров протекания НЧ дугового газового разряда.

Таким образом, целью работы является исследование поверхностных характеристик углеродных плёнок, полученных при помощи НЧ плазматрона атмосферного давления в матричном режиме нанесения.

Для проведения осаждения из газовой фазы углеродных плёнок использовался НЧ плазматрон атмосферного давления (рис. 2). Данный аппарат уже был использован для исследования инактивации различных микроорганизмов при использовании инертных газов [6], где были установлены основные особенности процессов НЧ дугового газового разряда.

Осаждение из газовой фазы обеспечивается подачей смеси из нескольких потоков газов согласно схеме на рис 3.

Формирование покрытий производилось по следующим технологическим параметрам: используемый плазмообразующий/транспортный газ (He или Ar), расстояние плазматрон-подложка (15–24 мм), время нанесения (5–20 с), расстояние между вершинами равностороннего треугольника (3–6 мм). Суммарный поток газов составлял 7,1 ± 0,1 л/мин. Частота газового разряда была зафиксирована на значении 105 кГц. Формирование покрытий производилось на подложки из монокристаллического кремния для последующего измерения толщины на микроинтерферометре МИИ-4, и на подложки из полиэтилентерефталата (ПЭТФ). Исследование контактного угла смачивания производилось при помощи микроскопа с

гониометрической подставкой. Исследование рельефа и шероховатости поверхности производилось на установке NTMDTSolverNext.

Полученные углеродные покрытия на подложке из кремния представляли собой однородную тонкую углеродную плёнку с неярко выраженными точками, в которых происходило осаждение из газовой фазы.

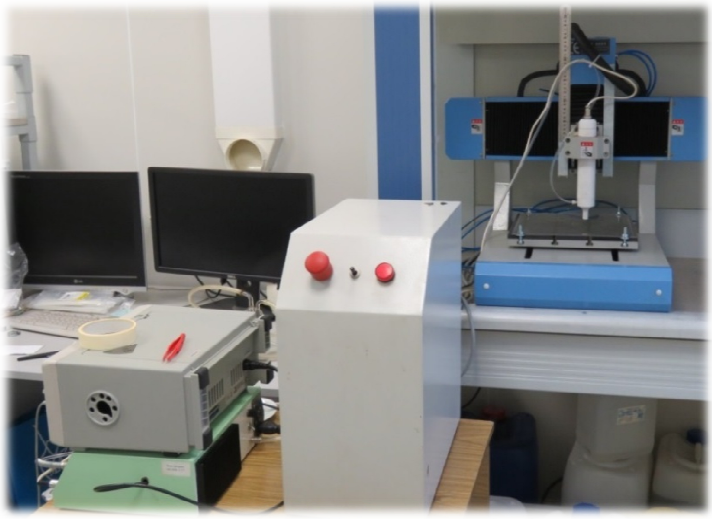


Рис. 2. НЧ-плазматрон атмосферного давления.

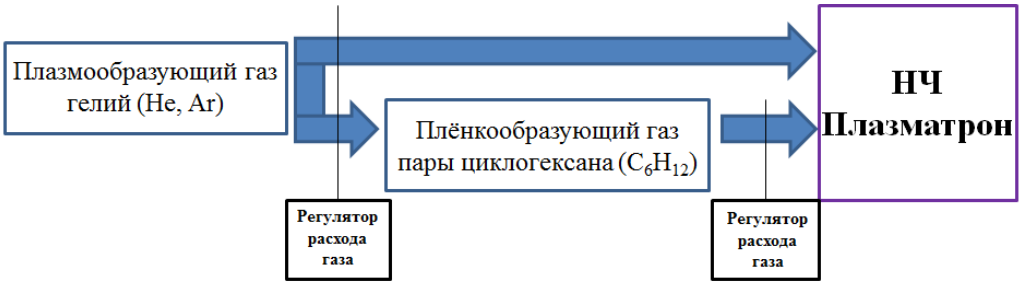


Рис. 3. Схема подключения газового блока.

Стоит отметить, что покрытия, осаждённые на ПЭТФ, были практически не заметны невооружённым глазом, а также на них наблюдалась более однородная тонкая плёнка, что говорит об ином характере роста покрытия. Исследование толщины полученных покрытий проводились на образцах на кремневой подложке в нескольких точках: в центре покрытия, в точках вершин треугольника и посередине одного из бёдер треугольника. Исследование показало, что скорость роста углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка и времени нанесения. Это связано с увеличенным энерговкладом в газовый разряд между соплом плазматрона и подложкой, на которую производилось нанесение. Так же это связано с увеличением диффузии частиц газа из плазменной струи в окружающую среду. Было установлено, что использование аргона в качестве плазмообразующего газа позволяет добиться 5-тикратного увеличения скорости роста, что, скорее всего, связано с более интенсивной ионизацией газовой смеси (рис. 4).

Исследования контактного угла смачивания производилось на образцах, как из монокристаллического кремния, так и ПЭТФ (рис. 5 и 6).

Полученные результаты свидетельствуют о повышении гидрофильности ПЭТФ, что связано с эффектом травления, который во время процесса осаждения из газовой фазы. Образцы кремния, показанные на графике, демонстрируют незначительное повышение гидрофобности, что особенно заметно на рис 6.

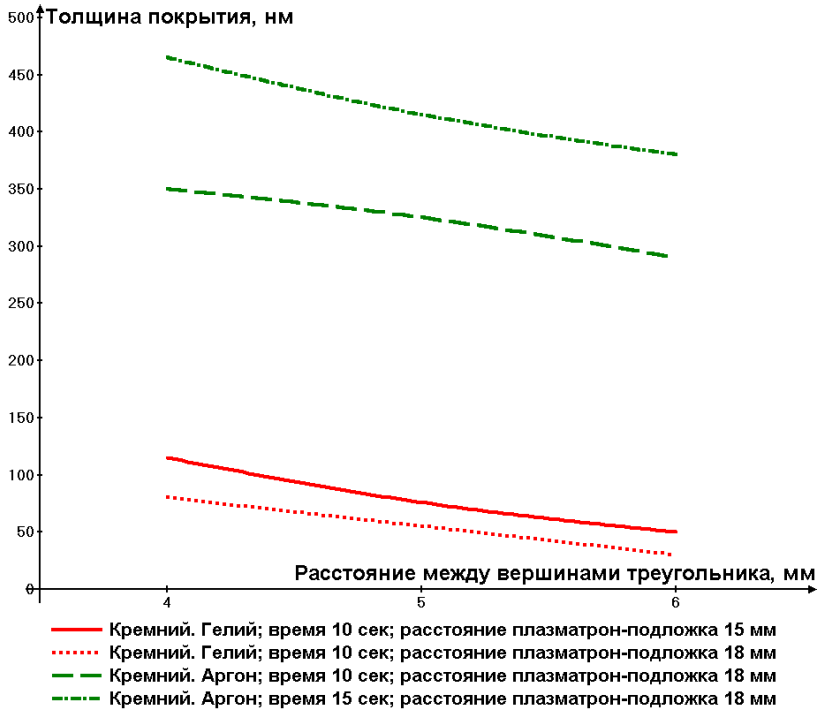


Рис. 4. Зависимость средней толщины полученных углеродных покрытий от расстояния между вершинами треугольника, от расстояния плазматрон-подложка и от используемых плазмообразующих газов.

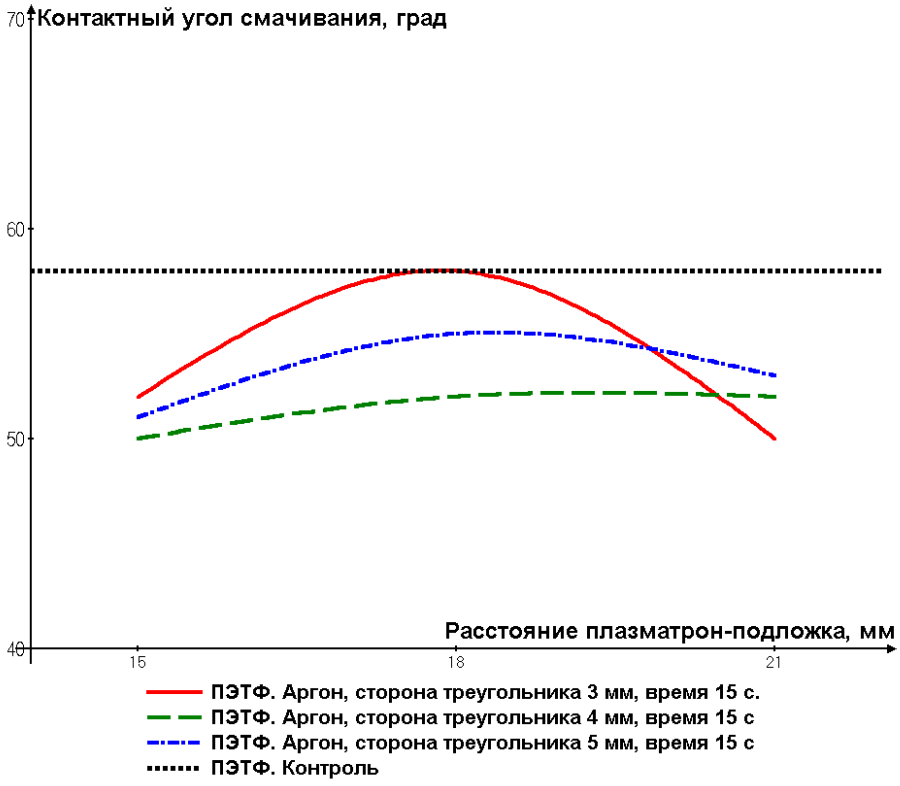


Рис. 5. Контактный угол смачивания полученных покрытий в зависимости от расстояния плазматрон-подложка, расстояния между точками треугольника и от используемого плазмообразующего газа.

Это связано с тем, что процесс травления кремния во время осаждения углеродных покрытий из газовой фазы, практически сводится к 0, поскольку кремний, будучи полупроводником, имеет иной характер проводимости, в отличие от диэлектрика ПЭТФ, который влияет на сам процесс протекания НЧ дугового газового разряда. Таким образом, можно сделать вывод, что получаемые углеродные покрытия при помощи используемого метода, описанного в работе, приводят к незначительному увеличению гидрофобности. Использование различных плазмообразующих газов показало незначительное увеличение гидрофильности полученных покрытий на подложке из ПЭТФ, за исключением точки на расстоянии между вершинами треугольника, которое было равно 3 мм.



Рис. 6. Контактный угол смачивания полученных покрытий в зависимости от расстояния плазматрон-подложка, расстояния между вершинами треугольника и от используемого плазмообразующего газа.

Полученные углеродные покрытия, сформированные на подложках из кремния, были исследованы при помощи атомно-силовой микроскопии.

Как можно заметить на рис. 7, были обнаружены следы графитизации, возникшей при небольшом расстоянии плазматрон-подложка, которая существенно снижается с увеличением значения данного параметра. По всей видимости, это связано с относительно высокой концентрацией плазменного пучка и его более высокой энергетической плотностью, приводящими к термической деструкции формирующейся плёнки с образованием графита. Данное явление рассматривается как дефект и для его предотвращения целесообразно рассмотреть обработку с увеличенным значением расстояния плазматрон – подложка.

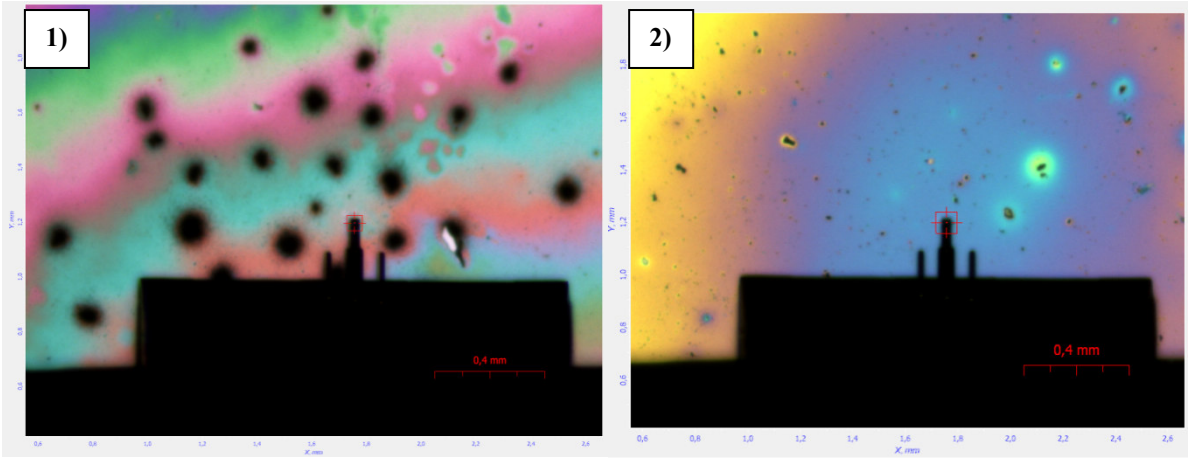


Рис. 7. Углеродные покрытия на кремниевой подложке при одинаковых технологических параметрах за исключением расстояния плазматрон-подложка: 1 – 15 мм; 2 – 18 мм.

Была исследована шероховатость поверхности (рис 8). Значения для шероховатости (Sq) для покрытий, полученных с использованием плазмообразующего газа аргона варьировались от Sq = 3,1 нм до Sq = 5,4 нм, в то время как использование в качестве плазмообразующего газа гелия позволяло получить относительно более гладкие покрытия – Sq= 0,9 ± 0,2 нм. Это говорит о том, использование аргона приводит не только к более интенсивному росту покрытия, но и позволяет добиться более развитой поверхности, что только подтверждает результаты, полученные после исследования контактного угла смачивания, где гелий приводил больше к травлению подложки ПЭТФ, чем к росту углеродной плёнки.

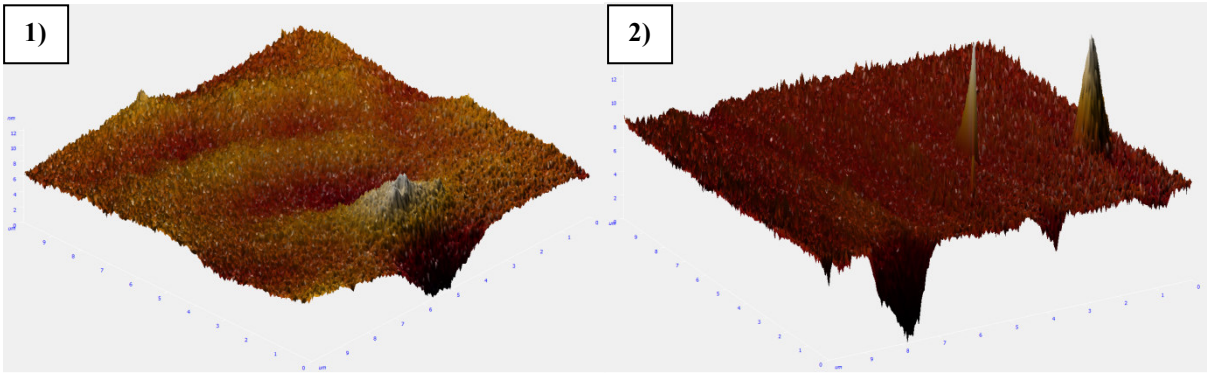


Рис. 8. Рельеф полученных углеродных покрытий на кремниевой подложке: 1 – с использованием плазмообразующего газа гелия; 2 – с использованием плазмообразующего газа аргона.

Таким образом, вработе показана возможность формирования углеродных покрытий в матричном режиме нанесения. Было установлено влияние технологических параметров процессов нанесения на физические свойства сформированных покрытий.Было показано, что толщина углеродных покрытий линейно зависит от расстояния плазматрон-подложка, времени нанесения и расстояния между вершинами равностороннего треугольника. Использование в качестве плазмообразующего газа аргона позволило добиться значительного увеличения толщины полученных покрытий по сравнению с гелием,однако в зависимости от расстояния плазматрон-подложка и расстояния между вершинами треугольника максимальная толщина углеродного покрытия варьируется от центра покрытия, до точек нанесения. Был установлен контактный угол смачивания полученных покрытий и его зависимости от технологических параметров нанесения в матричном режиме, а также был доказан факт травления подложки из ПЭТФ во время нанесения углеродного покрытия. Установлено влияние плазмообразующего газа на шероховатость и рельеф полученных углеродных покрытий.

Литература

1. A. Lazea-Stoyanova, V.S. Teodorescu and G. Dinescu, Innovative atmospheric pressure plasma jet for copper particles synthesis // 22nd International Symposium on Plasma Chemistry, 2015; Antwerp, Belgium
2. Jana Kredl, Juergen F. Kolb, Uta Schnabel, Martin Polak, Klaus-Dieter Weltmann, Deposition of Antimicrobial Copper-Rich Coatings on Polymers by Atmospheric Pressure Jet Plasmas // Materials 2016, 9, 274; doi:10.3390/ma9040274.
3. И.П. Суздалев. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2006, 592 с.
4. В.М. Елинсон, П.А. Щур, Д.В. Кириллов, А.Н. Лямин, О.А. Сильницкая, Исследование механических характеристик однослойных и многослойных наноструктур на основе углеродных и фторуглеродных покрытий // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, М: Наука, 2018 (4), с 69 – 74.
5. А. М. Кутепов, А. Г. Захаров, А. И. Максимов, В. А. Титов, «Плазменное модифицирование текстильных материалов: перспективы и проблемы» // Рос.хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. XLVI, № 1, с 103.
6. В.М. Елинсон, В.А. Петров, В.И. Смирнов, Т.С. Кузнецова, В.П. Холоденков // «Использование холодной плазмы атмосферного давления для инактивации вегетативных и споровых форм микроорганизмов» // Материалы XVIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2012, с. 351 – 355.
7. А. М. Кутепов, А. Г. Захаров, А. И. Максимов, В. А. Титов, «Плазменное модифицирование текстильных материалов: перспективы и проблемы» // Рос.хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. XLVI, № 1, с 103.
8. А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, Л.И Кравец. Исследование углеродных и фторуглеродных покрытий, полученных с помощью плазматрона атмосферного давления // Сборник научных трудов XXI международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России», XXVII Международного симпозиума «Тонкие плёнки в электронике». Москва: МГТУ им Н.Э. Баумана, 2016, с.192 – 196.

Параметры рельефа наноструктурированных фторуглеродных барьерных слоев, сформированных из газовой смеси C_4F_8 + C_6H_{12},на поверхности ПЭТФ

В.М. Елинсон, П.А. Щур, А.Н. Лямин
Москва, МАИ (НИУ0, Волоколамское шоссе, 4
E-mail: shur-pavel@mail.ru

В работе приводится сравнительный анализ параметров рельефа (Rq) наноструктурированных фторуглеродных поверхностей, сформированных на поверхности ПЭТФ из плазмообразующих смесей CF_4+C_6H_{12} и C_4F_8+C_6H_{12}. Измерение параметров рельефа проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа SolverNext (NTMDT,г. Зеленоград) с АСМ головкой. Было установлено исходя из анализа скоростей нанесения фторуглеродного покрытия с помощью микроскопа МИИ-4 наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси C_4F_8 + C_6H_{12}. Был обнаружен специфический рельеф в области переходных процессов при использовании газовой смеси C_4F_8+C_6H_{12}, который сопровождается стойкостью к плесневым грибам.

Relief parameters of nanostructured fluorocarbon barrier layers formed from the gas mixture C_4F_8 + C_6H_{12} on the PETF surface. V.M. Elinson, P.A. Shchur, A.N. Lyamin. *The paper compares the relief parameters (Rq) of nanostructured fluorocarbon surfaces formed on the surface of PET from the plasma-forming mixtures CF_4 + C_6H_{12} and C_4F_8 + C_6H_{12}. The measurement of the relief parameters was carried out using a scanning probe microscope Solver Next (NT MDT) with an AFM head. The analysis of the fluorocarbon coating deposition rates with the help of the microscope MII-4 revealed the presence of the transient process region by usage of the plasma-forming mixture C_4F_8 + C_6H_{12}. A specific relief in the field of transient processes was observed while using the gas mixture C_4F_8 + C_6H_{12}, which is accompanied by resistance to mold fungi.*

Полимеры нашли широкое применение в различных областях науки и техники: в электронике (в частности в политронике), в медицине, а также в авиации и космонавтике, где к полимерам предъявляются особо высокие требования по надежности и срокам службы. При длительной эксплуатации полимерных материалов на их свойства значительно влияет биодеструкция (разложение материалов под действием микроорганизмов), которая приводит к снижению механических характеристик, изменению оптических и диэлектрических свойств, увеличению влагопропускания. В связи с этим необходим поиск методов для модификации полимерных материалов с целью увеличения стойкости к биодеструкции. [1-3]

В работах [4,5] показана возможность создания наноструктурированных фторуглеродных барьерных слоев на поверхности полимерных материалов с помощью методов ионно-плазменной технологии из газовой смеси: CF_4 (элемента, производящего травление поверхности) + C_6H_{12} (элемента, производящего нанесение). Барьерные слои, созданные в области переходных процессов (переход от нанесения пленки к её травлению по мере уменьшение фторсодержащего компонента в плазмообразующей смеси), уменьшают адгезию микробных клеток, что увеличивает стойкость к биодеструкции и позволяет увеличить сроки службы изделий из полимерных материалов с модифицированной поверхностью.

Для расширения возможности использования плазмообразующих смесей с фторсодержащим компонентом является возможным использование октафторциклобутана (C_4F_8) в качестве элемента, производящего травление и циклогексана (C_6H_{12}) в качестве элемента, производящего нанесения, так как C_4F_8 широко используется в технологии создания элементов микроэлектроники,в частности в Bosh процессах [6,7].

Для более точной оценки рельефа представляется необходимым оценка параметров рельефа с помощью АСМ. АСМ позволяет расширить представление о высоте пиков неоднородности, их расположении и количестве.

Таким образом, целью данной работы является исследование методами АСМ рельефа наноструктурированных фторуглеродных барьерных слоев, сформированных из плазмообразующейсмесиC_4F_8+C_6H_{12}на ПЭТФ.

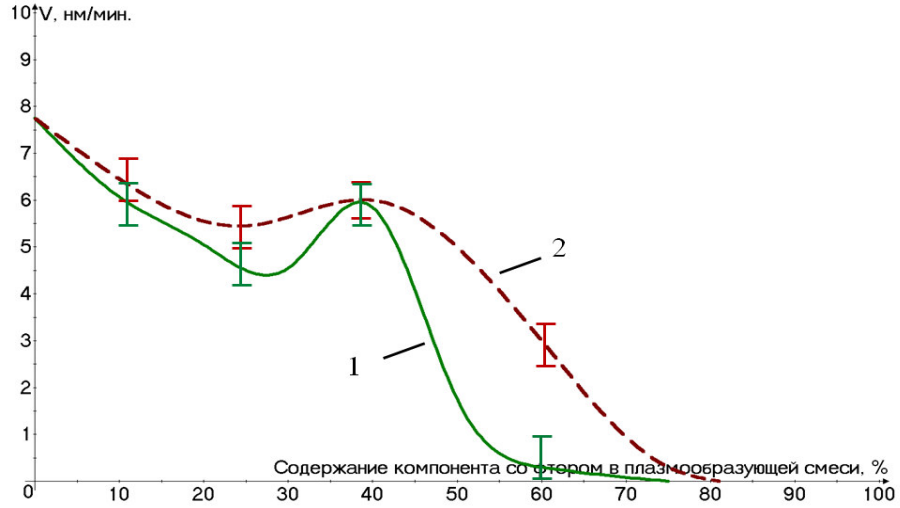


Рис. 1 Зависимость скорости роста фторуглеродных покрытий на поверхности полиэтилентерефталата:
1- от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси CF_4 + C_6H_{12};
2- от содержания C_4F_8 в плазмообразующей смеси C_4F_8 + C_6H_{12}

Формирование барьерных слоев проводилось на вакуумной установке УВН71-П3, оснащенной двумя источниками ионов ИИ-4-0.15. На первом этапе с помощью одного ИИ производилась ионная обработка с помощью тетрафторметана (CF_4)в течение 30 минут с целью очистки поверхности, а также улучшения адгезии фторуглеродной пленки. Время обработки было выбрано в связи с достижением наибольшего значения среднеквадратического отклонения шероховатости для данного рельефа [8]. На втором этапе с помощью второго ИИ наносилась фторуглеродная плёнка с различным соотношением октафторциклобутана (C_4F_8)и циклогексана (C_6H_{12}) в газовой смеси в течение 20 минут.

В качестве модельного полимера был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ), как один из наиболее используемых полимеров в авиации, космонавтике и электронике [9, 10].

Измерение параметров поверхности проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NTMDTSolverNext с АСМ головкой (г. Зеленоград) в полуконтактном режиме для получения наиболее четкой картины поверхности «мягкого» полимера. Сканы размером 10*10 мкм и 5*5 мкм были обработаны в программе NovaPX. Для каждого образца было проведено не менее 5 измерений в различных областях поверхности. Параметры измерений АСМ микроскопа были подобраны опытным путем для получения адекватной картины поверхности с наименьшим количеством шумов и с максимальной четкостью.

Для выявления наличия области переходных процессов были измерены скорости нанесения покрытий при различном содержании фторсодержащего компонента в плазмообразующей смеси и при разных плазмообразующих смесях. Пик при содержании 40% C_4F_8 в плазмообразующей смеси, свидетельствует об изменении скорости нанесения и образовании специфического рельефа, подтверждающего наличие области переходных процессов, которая также проявлялась при использовании плазмообразующей смеси CF_4 + C_6H_{12} с содержанием CF_4 от 40% до 60% рис. 1).

В данной работе предложена методика описания графиков в зависимости от весового содержания фтора в плазмообразующей смеси, которая позволяет обобщить подход к описанию полученных результатов. Весовое содержание всех химических элементов в смесях представлено в таблице 1.Весовая (массовая) доля (Wt) – величина, нормированная на 1 (в

долях) или на 100 % и характеризует, отношение массы i-го компонента, содержащегося в системе к общей массе системы.

Таблица 1. Весовая доля (Wt) химических элементов в плазмообразующих смесях CF_4+C_6H_{12} и C_4F_8+C_6H_{12}

Состав смеси	**Wt(F), %**	**Wt(C), %**	**Wt(H), %**
(0%) CF_4+(100%)C_6H_{12}	0	85,71	14,29
(10%) CF_4+(90%)C_6H_{12}	8,99	78,2	12,81
(25%) CF_4+(75%)C_6H_{12}	22,35	67,05	10,6
(40%) CF_4+(60%)C_6H_{12}	35,51	56,07	8,42
(60%) CF_4+(40%)C_6H_{12}	52,73	41,64	5,63
(75%) CF_4+(25%)C_6H_{12}	65,46	31	3,54
(100%) CF_4+(0%)C_6H_{12}	86,3	13,7	0
(0%) C_4F_8+(100%)C_6H_{12}	0	85,71	14,29
(10%) C_4F_8+(90%)C_6H_{12}	17,25	71,7	11,05
(25%) C_4F_8+(75%)C_6H_{12}	33,63	58,57	7,8
(40%) C_4F_8+(60%)C_6H_{12}	46,61	47,98	5,41
(60%) C_4F_8+(40%)C_6H_{12}	59,37	37,56	3,07
(75%) C_4F_8+(25%)C_6H_{12}	66,65	31,55	1,8
(100%) C_4F_8+(0%)C_6H_{12}	76	24	0

На рис. 2 представлен график зависимости среднеквадратического отклонения шероховатости Rq от содержания фтора в плазмообразующих смесях, а также параметры рельефа ПЭТФ, модифицированного фторуглеродной пленкой при использовании смеси C_4F_8 + C_6H_{12}.

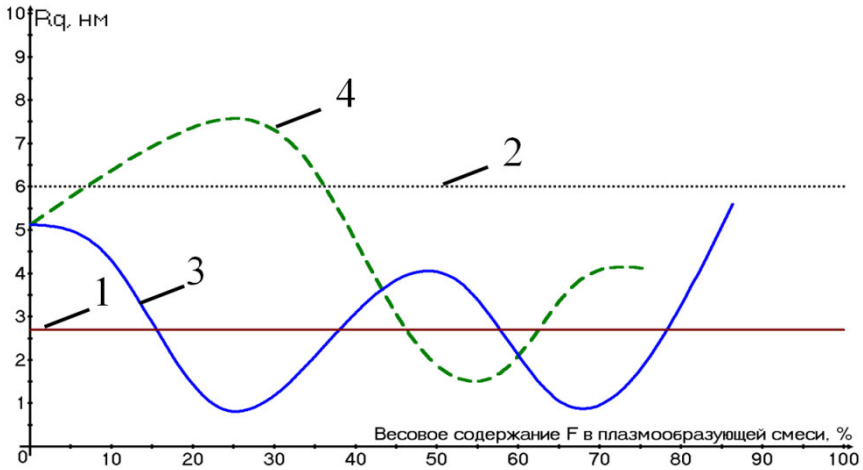


Рис.2.Зависимость среднеквадратичного отклонения шероховатости поверхности (R_q) для ПЭТФ от весовой доли фтора (F) в плазмообразующих смесях CF_4 + C_6H_{12} и C_4F_8 + C_6H_{12}: 1 – исходный ПЭТФ; 2 – обработка CF_4, 30 мин.; 3 – в плазмообразующей смеси CF_4 + C_6H_{12}; 4 - в плазмообразующей смеси C_4F_8 + C_6H_{12}

При модификации поверхности ПЭТФ фторуглеродной пленкой с малым весовым содержанием фтора (до 25%) происходит увеличение Rq, что проявляется в увеличении высот пиков неоднородностей и соответственно увеличении реальной площади поверхности по отношению к геометрической. Дальнейшее уменьшение значений Rq связано превалирующими процессами травления поверхности и уменьшением высот пиков и расстояния между ними. При 59,37% фтора в смеси снова происходит рост значений Rq, что, по-видимому, связано с образованием специфического рельефа. Специфический рельеф также наблюдался при 35,51% и 52,73% Wt(F) в плазмообразующей смеси$CF_4 + C_6H_{12}$.

С увеличением содержания CF_4 в плазмообразующей смеси CF_4+C_6H_{12} прямо пропорционально увеличивается содержание фтора (F) от 0 до 86,3%, уменьшается содержание углерода (C) с 85,71% до 13,7%, а также уменьшается содержание водорода (H) с 14,29% до 0%.Характер зависимости содержания химических элементов от содержания C_4F_8 в плазмообразующей смеси C_4F_8+C_6H_{12} схож с зависимостью для смеси CF_4+C_6H_{12}, однако наблюдается небольшое изменение кривой зависимости.

Обнаружено, что грибостойкость у модифицированных образцов ПЭТФ проявляется при 60% фторсодержащего компонента в плазмообразующих смесях $CF_4 + C_6H_{12}$, $C_4F_8 + C_6H_{12}$ (Wt(F) 52,73% и 59,37% соответственно).

Полученные результаты позволяют сделать следующие выводы:

1. Было установлено принципиально наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$, которая сопровождалась образованием специфического рельефа и изменением скорости роста пленки.

2. Предложенная методика описания графиков в зависимости от весового содержания фтора в плазмообразующей смеси позволяет обобщить подход к описанию полученных результатов.

3. При модифицировании поверхности ПЭТФ фторуглеродной пленкой с малым весовым содержанием фтора (до 25%) в плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$происходит увеличение среднеквадратического отклонения шероховатости. Дальнейшее уменьшение значений Rq связано превалирующими процессами травления поверхности и уменьшением высот пиков и расстояния между ними. При 59,37% фтора в смеси снова происходит рост значений Rq, что, по-видимому, связано с образованием специфического рельефа. Специфический рельеф на ПЭТФ также наблюдался при 35,51% и 52,73% Wt(F) в плазмообразующей смеси$CF_4 + C_6H_{12}$. На ПС минимум Rq наблюдается при 30% фтора (0,7 нм), а максимум при 50% (1,65 нм), что также свидетельствует об образовании специфического рельефа.

4. Обнаружено, что грибостойкость проявляется при 60% фторсодержащего компонента в плазмообразующих смесях $CF_4 + C_6H_{12}$, $C_4F_8 + C_6H_{12}$ (Wt(F) 52,73% и 59,37% соответственно). По-видимому, грибостойкостьсвязана с совокупностью таких факторов, как рельеф (Rq, D, Hmax) и содержанием фтора в газовой смеси.

Литература

1. Organics Electronics Materials, Processing, Device and Applications. Franky So 2010, Taylor &Francis Group, NW, p.296.
2. A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review // Biotechnology Advans., 2008, № 26, p. 246-265.-2
3. Афиногенов Г.Е., Панарин Е.Ф. Антимикробные полимеры. СПб: Гиппократ. 1999.
4. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A.,Ghaidarova and Lyamin A.N. Colonization by *Staphylococcus aureus*of Nano-Structured Fluorinated surfaces, Formed by Different Methods of Ion-Plasma Technology. Bulletin of Experimental Biology and Medicine, vol. 162, #1, November, Microbiology and Immunology.
5. V. Elinson, S. Andreevskaya, A. Lyamin, N. Shevlyagina, V. Zhukhovitsky, P.A. Shur // «Barrier layers based on nanostructured fluorocarbon films: structure, interaction with microorganisms, mechanical properties», Formatex Research Center,Editor: A. Méndez-Vilas, Monograph

"Antimicrobial Research: Novel bioknowledge and educational programs", August 2017, pp. 294-300
6. ЕлинсонВ.М., ЛяминА.Н., ХазиевБ.С., ЩурП.А. Наноструктурирование поверхности полимеров ионно-плазменными технологиями для повышения антибактериальных свойств/ Журнал "Наноматериалы и наноструктуры – XXI век", № 4,2014, стр. 23-28.
7. Амиров И.И., Алов Н.В. // «Формирование микроструктур на поверхности кремния во фторсодержащей плазме в циклическом процессе травление/пассивация», Химия высоких энергий, 2008, том 42, №2, сс. 164-168
8. Amirov I.I., Shumilov A.S., Kupriayanob A.N., Lukichev V.F. // Modelling of plasma reactive ion etching of ultra-high aspect ratio Si trenches. “Micro- and nanoelectronics – 2009”.2009, Moscow-Zvenigorod, Russia.Book of abstracts, O3-22.
9. Елинсон В.М., Щур П.А., Лямин А.Н.//«Параметры рельефа наноструктурированных поверхностей на основе полиэтилентерефталата», Сборник научных трудов «XXII научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника»», 2015, с. 187-191
10. V.M.Elinson, M.A.Yurovskaya, A.N.Lyamin, N.A.Ovchinnikova, A.V.Naumkin. // Plasma Processes and Polymers, Wiley-VCH Verlag GmbH& Co, v.6., 2009, p.S85-S91
11. Shah A.A., HasanF.,Hammed A., Ahmed S. Bioligical degradation of plastics: A comprehensive review. Biotechnol.Adv., 2008, 26(3), pp. 246-265

Исследование параметров топологии поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированной в плазмообразующей смеси C_6H_{12} – CF_4

В.М. Елинсон, В.И.Кузькин
Москва, Московский Авиационный Институт (Национальный Исследовательский Университет), Волоколамское ш.,4, г. Москва, 125993, kuzkinn@rambler.ru

Методами АСМ проведено исследование топологии поверхности полиэтилентерефталата, модифицированной в плазмообразующей смеси C_6H_{12} – CF_4. Представлены зависимости основных параметров шероховатости от соотношения газовых компонентов. Описано влияние состава плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного покрытия на величину этих параметров.

Parameters of the of polyethylene terephthalate (PET) surface topology modified in the plasma-forming mixture C_6H_{12} – CF_4. V.M.Elinson, V.I.Kuzkin. *The study of polyethylene terephthalate suface topology(PET) modified in the plasma-forming mixture C_6H_{12} – CF_4 was carried out by AFM methods. The dependences of the main parameters of the roughness on the ratio of gas components are presented. The influence of the composition of plasma-forming mixture by the formation of fluorocarbon coating on the value of these parameters is described.*

Модифицирование поверхности полимерных материалов с приданием им определенных свойств является актуальной задачей, поскольку поверхность влияет на функциональные характеристики изделий с использованием полимеров и время их работоспособности.

Объемные свойства материала в значительной степени зависят от поверхностных характеристик, а с определенных размеров (10-100 нм), поверхностные свойства начинают доминировать над объемными, определяя свойства системы в целом [1].

Спецификой обработки поверхности диэлектрика ионным пучком является то, что при ионно-лучевой обработке происходит значительное повышение температуры подложки, при этом скорость роста температуры увеличивается с возрастанием ускоряющего напряжения

ионного источника. Данное повышение температуры может изменить свойства материала подложки. Другим явлением, сопровождающим ионную обработку, является возникновение и рост на поверхности подложки структур конической или пирамидальной форм. Этот эффект обусловлен различием скоростей травления отдельных участков поверхности подложки из-за неоднородности состава материала [2].

Важнейшей задачей является создание барьерных слоев на поверхности полимеров, что существенно снижает уровень влагопропускания, а наноструктурирование и обработка поверхности различными способами позволяет усилить ее стойкость к биодеструкции [3].

Модификация поверхности фторуглеродными соединениями позволяет управлять свойствами полимеров в достаточно широких диапазонах величин в результате замены атома водорода в молекулах приповерхностных слоев на атомы фтора [4]. Насыщение поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) фтором приводит к более высокой термостабильности и гидрофобности, так как энергия связи C-F существенно выше, чем энергия связи C-H.

В данной работе рассматриваются результаты исследования топологии поверхности полиэтилентерефталата, модифицированной в вакууме в газовой среде C_6H_{12} – CF_4 с энергией ионов 3 кэВ в течение 10 минут, полученные методами АСМ.

Топология поверхности образцов ПЭТФ исследовалась атомно-силовым микроскопом Veeco Dimension Icon (США) с радиусом острия зонда R=5 нм. Размер площади исследуемой поверхности образцов 1 мкм × 1 мкм.

Параметры рельефа являются одной из основополагающих характеристик поверхности. Увеличение шероховатости поверхности приводит к повышению адгезии, к росту коэффициента трения, облегчению механического сцепления и увеличения площади контактной поверхности.

В данной работе приведены результаты расчетов следующих параметров амплитуды шероховатости (ГОСТ25142-82).

Среднеквадратичная шероховатость, определяемая как среднее значение измеренных отклонений от средней линии взятых на длине оценки

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{j=1}^{N} r_j^2} \quad (1)$$

Максимальная высота профиля, определяемая как максимальная высота от пика до пика впадины. Абсолютное значение разности между самым высоким и самым низким пиком

$$R_t = \min_{1\le j\le N} r_j + \max_{1\le j\le N} r_j \quad (2)$$

Максимальная глубина впадины профиля, определяемая как самая глубокая впадина, глубина наиболее глубокой впадины на профиле шероховатости на длине оценки

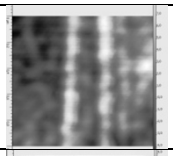
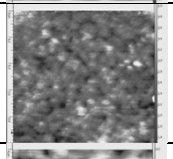
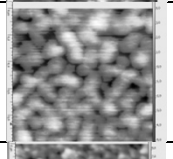
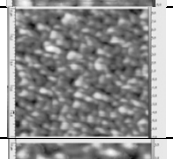
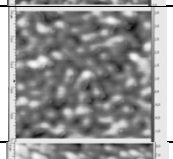
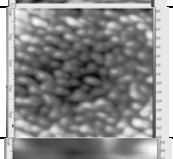
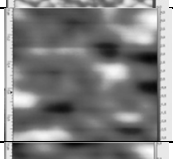
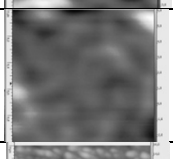
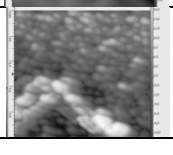
$$R_v = \min_{1\le j\le N} r_j \quad (3)$$

Наиболее характерные изображения образцов наноструктурированной поверхности (НСП) ПЭТФ и характеристики шероховатости представлены в таблице 1.

Длина линии, на которой оценивались данные характеристики шероховатости, проводилась по диагонали скана и составляла величину около 1,4 мкм.

Отклонения шероховатости целесообразно применять для оценки произошедшей модификации поверхности, поскольку он в значительной степени отражает изменения рельефа поверхности. При этом увеличение R_q свидетельствует об увеличении реальной площади поверхности по отношению к геометрической, т.е. об изменении адгезии, росте коэффициента трения, облегчению механического сцепления и увеличении площади контактной поверхности.

Таблица 1. Некоторые характеристики шероховатости топологии НСП ПЭТФ и характерные изображения в зависимости от соотношения газовых компонентов рабочей атмосферы.

	C_6H_{12}/CF_4(%)	R_q,нм	R_t,нм	R_v,нм	Топология
1.	80/20	0,72	3,35	1,69	
2.	70/30	0,33	1,75	1,02	
3.	65/35	2,71	11,67	6,48	
4.	60/40	3,09	15,1	7,75	
5.	55/45	1,12	5,8	2,42	
6.	35/65	2,06	9,89	5,34	
7.	30/70	0,95	4,34	2,13	
8.	25/75	0,42	1,77	0,95	
9.	20/80	2,92	15,24	8,3	

На рис. 1, 2 и 3 показано изменение среднеквадратического отклонения R_q, максимальной высоты профиля R_t и максимальной глубины впадины профиля R_v шероховатости для образцов ПЭТФ в зависимости от концентрации CF_4.

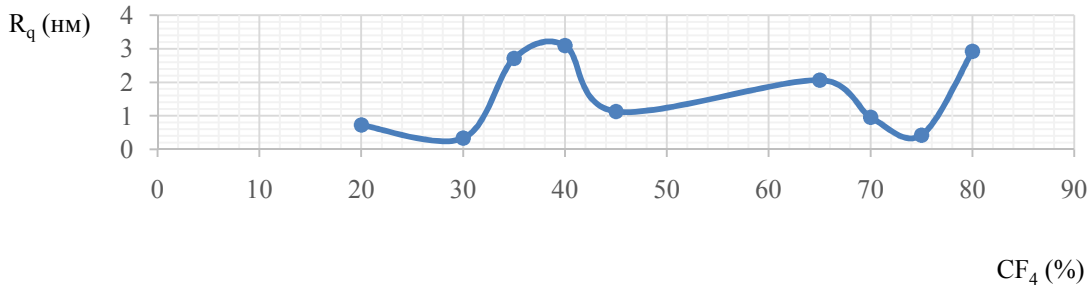


Рис.1. Зависимость среднеквадратичной шероховатости поверхности R_q от концентрации CF_4.

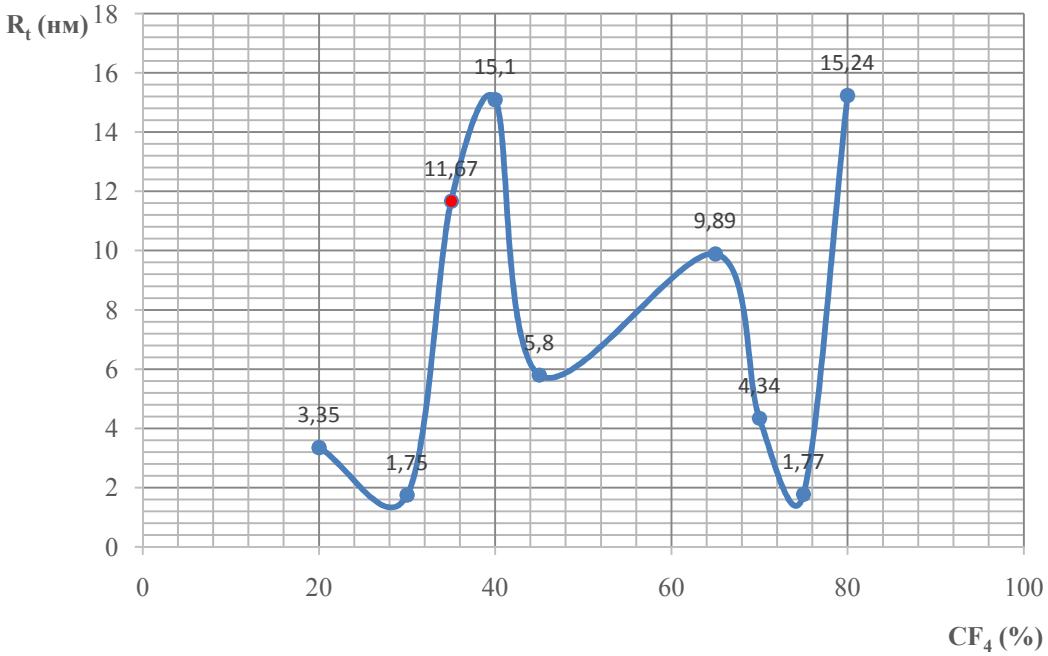


Рис. 2. Зависимость максимальной высоты профиля R_t от концентрации CF_4.

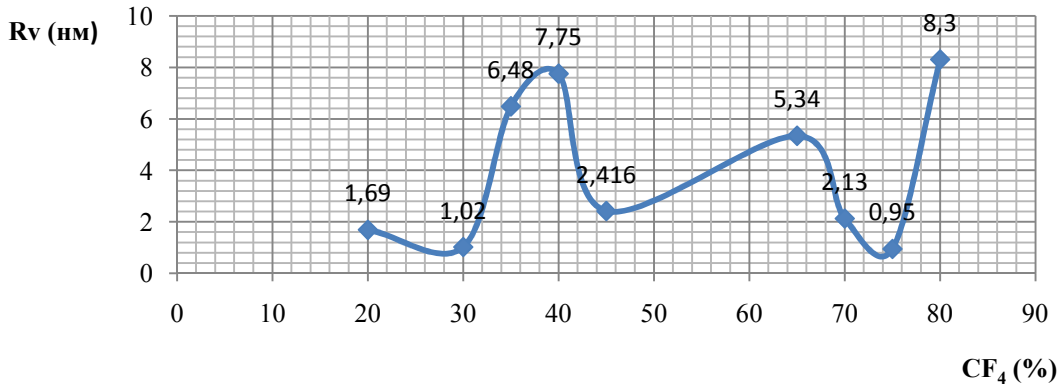


Рис. 3. Зависимость максимальной глубины впадины R_v от концентрации CF_4.

Анализ зависимости изменения среднеквадратического отклонения, максимальной высоты профиля и максимальной глубины впадины профиля шероховатости от концентрации CF_4 при модификации поверхности образцов ПЭТФ показал, что в большинстве случаев наноструктурирование поверхности полимеров ионно-плазменными потоками в смеси C_6H_{12} – CF_4 приводит к значительному изменению топологии поверхности. Изменение величин R_q, R_t и R_v для различных рабочих сред связано с использованием различных газов – наличием различных химических и физических составляющих потока частиц рабочего газа. Подобный ионно-плазменный метод создания НСП позволяет управлять характеристиками нанорельефа, что дает возможность формирования наноструктур с заданным рельефом поверхности. Полученные диапазоны изменения значений R_q от 0,33 нм до 3,09 нм, R_t от 1,75 нм до 15,24 нм и R_v от 1,02 нм до 8,3 нм при изменении соотношения газовых компонентов даёт возможность изменять реальную площадь поверхности, по крайней мере, в несколько раз. Для данной работы в качестве исходного материала подложки был выбран двухосноориентированный ПЭТФ марки ПЭТ-Э (ГОСТ 24234-80) Владимирского химического завода толщиной 30 мкм и с высоким (до 35%) содержанием кристаллической фазы. Модифицирование поверхности этого материала приводит не только к изменению рельефа и параметров шероховатости: изменение реальной площади и создание более развитой структуры сопровождается обрывом химических связей C-H, C-O, C=O и формированию новых C-F, что в свою очередь изменяет координационную сферу поверхностных атомов и регибридизацию их валентных электронов. Возникают новые квантовые локализованные поверхностные электронные состояния [5].

Изменения топологии поверхности приводят к изменениям и увеличению толщины переходного слоя от собственно наноструктурированной поверхности к объёму ПЭТФ, что также влияет на физико-химические свойства исходного материала.

С точки зрения достижения максимального значения среднеквадратического отклонения шероховатости профиля поверхности (максимально развитой поверхности) целесообразней использовать обработку ионами тетрафторметана. В предыдущих работах [6] было показано, что преобладание этой составляющей компоненты в плазмообразующей газовой смеси приводит к травлению поверхности подложки. Осаждение тонкой плёнки α-CH осуществляется из газовой среды с преобладающем содержании циклогексана. При определённом соотношении этих компонентов осуществляется переходный процесс, приводящий к образованию особого состояния поверхности с барьерными антиадгезионными свойствами. Данные по изменению параметров топологии в зависимости от состава плазмообразующей рабочей атмосферы ещё раз подтверждают возможность формирования подобной поверхностной структуры.

Следует заметить, что поведение различных топологических величин в зависимости от технологических параметров очень схожи. Их изменение отличается только амплитудой. Максимальное изменение наблюдается у максимальной высоты профиля $R_{t\,max} - R_{t\,min} = 13{,}49$ нм. Минимальное – у среднеквадратичной шероховатости поверхности $R_{q\,max} - R_{q\,min} = 2{,}76$ нм.

Во всех трёх зависимостях наблюдается максимум при 35% – 40% концентрации CF_4, что можно объяснить наличием переходного процесса травление – осаждение. Увеличение топологических параметров шероховатости при высокой концентрации тетрафторметана связано со значительным преобладанием травления, которое формирует развитую поверхность, и образованием химических связей C-F.

Что касается морфологии, то минимальное значение зерна наблюдается у образцов, полученных при 30%, 40%, 65% и 80% концентрации тетрафторметана. Величина диаметра зерна составляет около 50 нм. Максимум величины зерна наблюдается в образцах с 70% и 75% CF_4 – порядка 150 нм. При этом экстремальные значения параметров шероховатости

Структурирование поверхности ПЭТФ приводит к изменению топологии, морфологии и химического состава приповерхностных слоев, что отражается на электронных состояниях, локализованных вблизи уровня Ферми и внутри запрещённой зоны

Выводы:

1. Изменение концентрации CF_4 в плазмообразующей газовой смеси CF_4 - C_6H_{12} при модификации поверхности полиэтилентерефталата приводит к значительному изменению параметров шероховатости топологии поверхности.

2. Максимальное изменение величины наблюдается у максимальной высоты профиля R_t от от 1,75 нм (при 30% CF_4) до 15,24 нм (при 80% CF_4).

3. Минимальное изменение значений наблюдалается у среднеквадратического отклонения R_q от 0,33 нм (при 30% CF_4) до 3,09 нм (при 40% CF_4).

4. Минимальное значение величины зерна составляет около 50 нм у образцов, полученных при 30%, 40%, 65% и 80% концентрации тетрафторметана.

5. Максимум величины зерна составляет около 150 нм в образцах с 70% и 75% CF_4.

6. Наиболее развитая поверхность модифицированного ПЭТФ образуется в результате конкуренции процессов травления и нанесения при 35 – 40% концентрации CF_4 в плазмообразующей газовой смеси CF_4 - C_6H_{12}, а также при высокой концентрации тетрафторметана (около 80%).

Литература

1. К. Оура, В.Г. Лифшиц, А.А. Саранин, А.В. Зотов, М. Катаяма. Введение в физику поверхности. М. Наука. 2006.
2. Яблоков М.Ю., Соколов И.В., Малиновская О.С., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. Определение толщины модифицированного слоя пленки политетрафторэтилена, обработанной в тлеющем разряде. // Химия высоких энергий – 2013, т. 47, № 1, с. 76–77
3. Диденко Л.В. Исследование процессов колонизации и персистенции микроорганизмов на искусственных материалах медицинского назначения / Диденко Л.В., Автандилов Г.А., Смирнова Т.А., Шевлягина Н.В., Царев В.Н., Лебеденко И.Ю., Елинсон В.М., Тиганова И.Г., Романова Ю.М., Ипполитов О.В. // Журнал Микробиологии эпидемиологии и иммунобиологии. - 2015. - №5. - 64-69 с.
4. Новое в технологии соединений фтора: Пер. с японск./ Под ред. Н.Исикавы. // М.: Мир, 1984.
5. В.Ф.Киселев, С.Н.Козлов, А.В.Зотеев. Основы физики поверхности твердого тела. М.: Изд-во Московского университета. Физический факультет МГУ, 1999.
6. В.М. Елинсон, О.А. Сильницкая, Л.В. Диденко, Н.В. Шевлягина. Антиадгезионные и антимикробные слои на основе наноструктурированных фторуглеродных плёнок // Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», Россия, Судак, 2016, с. 250-256.

Технология изготовления коаксиальной иглы для системы автоматизированной пункции сосудов

П.О. Предтеченский
Москва, МГТУ им.Н.Э.Баумана,
2-я Бауманская улица, 5
e-mail: lalkanaft@yandex.ru

Система автоматизированной пункции сосудов позволяет проводить основные лабораторные исследования крови. Система предназначена для использования как в больницах и станциях переливания крови, так и в местах ЧС. С помощью коаксиальной иглы система измеряет импеданс окружающей среды и таким образом распознает момент прокола сосуда. Традиционные методы пункции сосудов зачастую приводят к осложнениям, риски которых позволяет минимизировать система автоматизированной пункции сосудов.

The technology of manufacturing a coaxial needle for a system of the automated vessel puncture. P.O. Predtechenskiy. *The system of automated puncture of blood vessels allows to carry out basic laboratory blood tests. The system is designed to be used in hospitals and blood transfusion stations, as well as in emergency areas. Using a coaxial needle, the system measures the impedance of the environment and thus recognizes the moment of puncture of the vessel. Traditional methods of puncture of the vessel often lead to complications, these risks can be minimized by an automated system of puncture.*

Система автоматизированной пункции сосудов, представленная на рис. 1, состоит из трех блоков:

1. Блок визуализации сосудов.
2. Блок позиционирования
3. Блок пенетрации

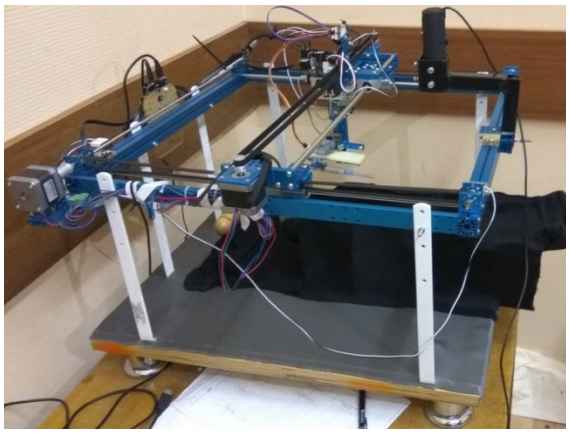


Рис. 3. Блок позиционирования.

Коаксиальная игла является компонентом блока пенетрации. Основным принципом работы блока пенетрации является измерение импеданса в реальном времени при прохождении тока через окружающую среду. Известно, что импеданс резко снижается при попадании иглы в кровь. Таким образом, остановка движения блока пенетрации производится сразу же при падении импеданса, то есть в момент прокола сосуда.

Зависимость значения импеданса от времени прокола показано на рис. 2.

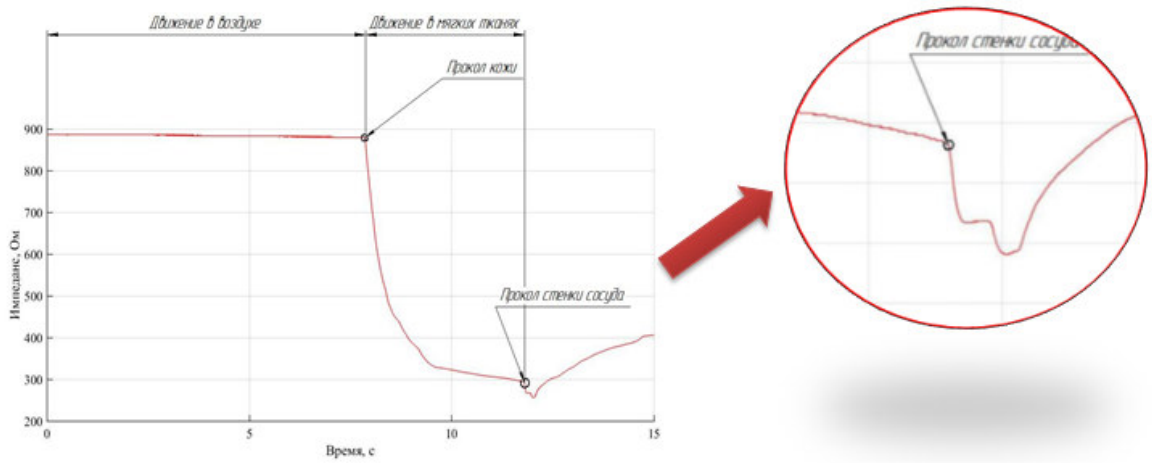


*Рис.**2.** Зависимость величины импеданса от окружающей среды.*

В качестве иглы-электрода использовалась обычная инъекционная игла. Однако при использовании инъекционной иглы возникает зависимость измеряемого импеданса от скорости введения иглы в биоткани, потому что площадь контакта в момент пенетрации меняется. А это влияет на точность измерений. Для повышения точности определения момента прокола было предложено разработать иглу-электрод специальной формы. Игла представляет собой чередование слоев проводника и диэлектрика, причем внешний слой иглы является диэлектриком кроме колющей части. Данная конструктивная особенность позволяет проводить измерения импеданса локально вблизи кончика иглы. Схема коаксиальной иглы представлена на рис. 3.

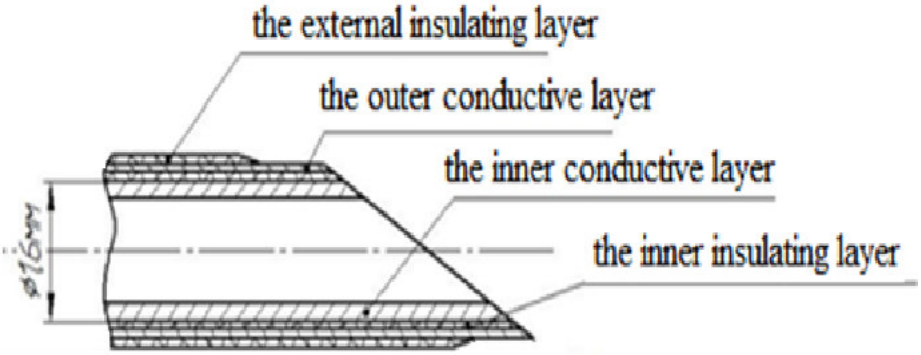


Рис. 3. Схема коаксиальной иглы.

Согласно техническому заданию, в качестве диэлектрика предлагается диоксид кремния, в качестве проводящего слоя – нержавеющая сталь 12Х18Н10Т или никель.

Нержавеющая сталь марки 12Х18Н10Т не может быть использована в качестве материала проводника, так как при магнетронном нанесении состав пленки может отличаться от состава мишени, что отрицательно сказывается на воспроизводимости таких покрытий и их физических свойствах. Поэтому в качестве материала проводника был выбран никель.

В качестве материала диэлектрика по ТЗ предлагается диоксид кремния SiO2. При анализировании его свойств было выявлено, что данный материал не обладает достаточной адгезионной прочностью для его использования. В качестве альтернативы был предложен

нитрид титана TiN. Такое покрытие инертно к биоматериалам, обычно используется в качестве изоляционного, упрочняющего или декоративного слоя на изделиях.

Таким образом, структура коаксиальной иглы представляет собой покрытие TiN-Ni-TiN.

Затем был проведен ряд экспериментов по нанесению никелевых пленок на подложки из корундовой керамики. Образец пленки представлен на рис. 4.

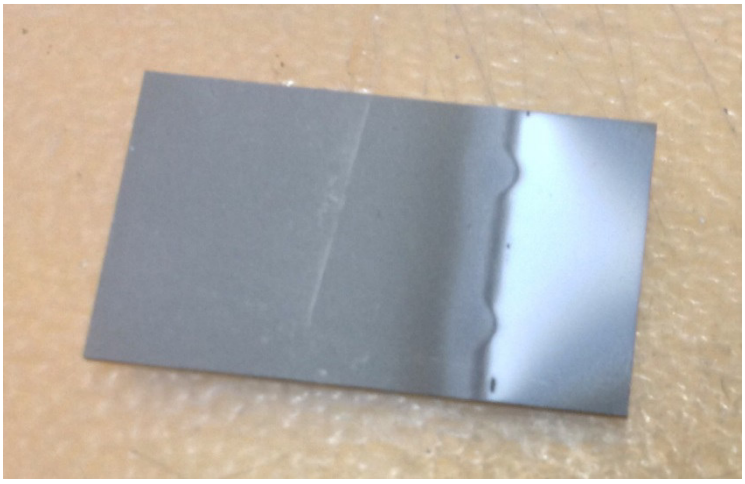


Рис. 4.Образец пленки Ni.

После проведения экспериментов было обнаружено, что даже при кратковременном нахождении на воздухе на поверхности образов образуется слой оксида никеля. Оксид никеля является опасным для организма человека соединением, поэтому от использования никеля для формирования проводящих слоев пришлось отказаться. Заменой ему был выбран титан, так как этот материал традиционно применяется для изготовления протезов, не является токсичным и не вызывает аллергических реакций. Таким образом, конечная структура коаксиальной иглы представляет собой TiN-Ti-TiN.

В результате проведенной работы согласно предъявленному техническому заданию были выбраны материалы для формирования слоев коаксиальной иглы.Было выявлено, что предлагаемые в техническом задании материалы проводящего слоя не могут быть использованы по ряду причин.

В дальнейшем планируется проводить отработку нанесения TiN и проведение нанесения на стандартные инъекционные иглы.

Литература

1. Кудашов И.А., Потапов И.В., Галямов А.З., Щукин С.И., Петров В.И. Применение коаксиальных игл-электродов для контроля качества венепункции // Биомедицинская радиоэлектроника – 2017. - №8. - С. 9 - 14.
2. Справочник химика / Редкол.: Никольский Б.П. и др.. — 3-е изд., испр. — Л.: Химия, 1971. — Т. 2. — 1168 с.
3. Юрьев Ю.Н., Михневич К.С., Кривобоков В.П., Сиделёв Д.В., Киселева Д.В., Новиков В.А. Свойства пленок нитрида титана, полученных методом магнетронного распыления – 2014. // Известия Самарского научного центра Российской академии наук, том 16, №4(3)

СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ

Подогреватель торцевых металлопористых катодов

В.Н. Ильин, Е.В. Демидов, А.А. Корнюхин, П.А. Кругленя, А.В. Крылов, О.Ю. Масленников
Москва, ООО «Инновации», ул. Введенского, 3, корп.1;
e-mail**: **btvp81@mail.ru

Работа посвящена конструктивно-технологическому исполнению подогревателей торцевых металлопористых катодов, выполненных в виде резистивного нагревателя, заплавленного в керамический изолятор. Предлагаемая конструкция подогревателя обеспечивает повышение эксплуатационной надежности и технологичности катодно-подогревательных узлов электровакуумных приборов, в том числе СВЧ диапазона.

***Heating unit for face dispenser cathodes. V.N.Ilyin, E.V.Demidov, A.A.Kornyukhin, P.A.Kruglenya, A.V.Krylov, O.Y.Maslennikov.** This report deals with constructive and technological realization of heating unit for face dispenser cathodes. The heater is made as a resistive element fused inside a ceramic insulator. The presented design of the heater results in increased exploitation reliability and simplified technique for cathode-heater assemblies of electron vacuum devices including microwave ones.*

В производстве торцевых катодно-подогревательных узлов широко применяются подогреватели выполненные в виде резистивного нагревателя из тугоплавкого металла, заплавленного в керамический изолятор из алюмооксидной керамики типа ВК-99 или ВК-98 и размещенного внутри металлического корпуса катода [1].

В данной работе предлагается вариант конструктивно-технологического исполнения указанного типа подогревателей, обеспечивающий существенное повышение их эксплуатационной надежности и долговечности. Это в первую очередь относится к подогревателям, работающим при повышенных тепловых нагрузках, при которых из-за лавинообразного роста ионной проводимости керамического изолятора на участках между резистивным нагревателем и металлическим корпусом катода, а также в промежутках между участками резистивного нагревателя с высокой напряженностью электрического поля высока вероятность их разрушения (перегорания). Наиболее опасными с точки зрения разрушения подогревателя являются форсированные режимы его работы при постоянном токе накала. Кроме того, предлагаемый конструктивный вариант подогревателя обеспечивает существенное повышение технологичности изготовления подогревателей с промежутками между участками нагревателя на уровне десятых долей миллиметр, на которых существует высокая вероятность из короткого замыкания в процессе заплавления нагревателя керамическим изолятором.

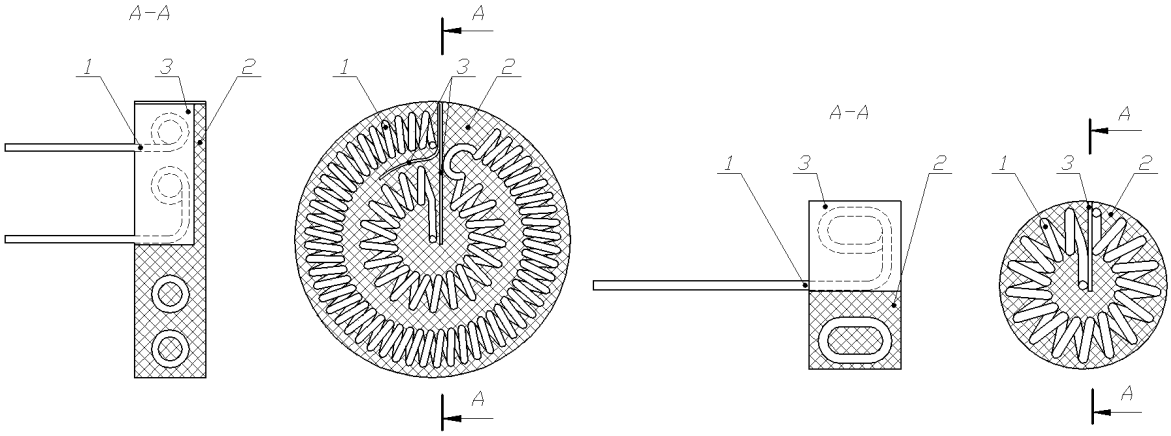
Сущность предлагаемого конструктивно-технологического решения состоит в том, что в керамическом изоляторе в промежутках между участками резистивного нагревателя, где высока вероятность их разрушения (перегорания) при работе катода или короткого замыкания в процессе заплавления нагревателя керамическим изолятором, формируются вакуумируемые зазоры, открытые в вакуумную полость прибора.

Предлагаемое конструктивно-технологическое решение может быть использовано при изготовлении подогревателей катодов электровакуумных приборов с различной конфигурацией резистивного нагревателя, заплавленного в керамический изолятор.

Данное решение поясняется рис. 1а, б, на которых представлены схемы конструктивного исполнения подогревателей торцевых металлопористых катодов

электровакуумных приборов с резистивным нагревателем 1, содержащих в керамическом изоляторе 2 зазоры 3, расположенные в промежутках между участками резистивного нагревателя и открытые в вакуумную полость электровакуумного прибора.

На рис.1а представлена схема конструкции подогревателя с резистивным нагревателем в виде спирали, сформованной в два кольца с открытым в вакуумную полость прибора зазором в промежутке между участками нагревателя с высокой напряженностью электрического поля, более 20В/мм. На рис. 1б представлена схема конструкции подогревателя с резистивным нагревателем в виде спирали, сформованной в одно кольцо, в котором зазор сформирован в промежутке между участками нагревателя размером 0,1мм, равным размеру промежутка.



а. б.

Рис.1. Подогреватели металлопористых катодов.

Повышение эксплуатационной надежности и технологичности изготовления подогревателей катодов электровакуумных приборов при использовании данного конструктивно-технологического решения объясняется не только высокими электроизоляционными свойствами вакуумируемого при работе катода зазора, формируемого в промежутке между участками резистивного нагревателя, но и существенным увеличением между этими участками протяженности керамической изоляции.

Апробация предлагаемой конструкции была проведена на подогревателях торцевых металлопористых катодов, применяемых в катодно-подогревательных узлах клистрона КИУ-216. При этом было установлено, что формирование открытого в вакуумную полость прибора зазора величиной от 0,2 до 0,5 мм в промежутках между участками нагревателя с напряженностью электрического поля более 20 В/мм существенно повышает эксплуатационную надежность подогревателя, в частности, увеличивает запас по мощности накала катодно-подогревательных узлов не менее чем в 1,5 раза на постоянном токе, и в 1,9 раза на переменном токе накала.

Подтверждение повышения технологичности изготовления подогревателей было получено при изготовлении подогревателей катодно-подогревательных узлов, в которых величина промежутка между участками нагревателя составляла 0,1-0,2мм. Введение зазора в промежутках между участками позволило полностью исключить брак при заплавлении нагревателя керамическим изолятором.

В предлагаемом конструкторско-технологическом решении минимальная величина зазора может составлять 0,01 мм, что связано с технологическими возможностями его формирования, а максимальная его величина ограничивается размером промежутка между участками резистивного нагревателя.

Данная работа выполнялась по государственному контракту №1244.1008799.13.059 с Минпромторгом России.

Литература

[А.А. Лучин «Подогреватели катодов ЭВП (теория и технология)», Москва, изд. ««ЦНИИ «Электроника»» 1991 г. стр. 37-41; 74-76]

К вопросу о несостоятельности с математической точки зрения традиционного метода определения эмиссионной неоднородности из результатов эмиссионных испытаний

С.В. Королев
Москва, «ВЭИ филиал РФЯЦ ФГУП ВНИИТФ им. Забабахина Е.И.»
Красноказарменная ул., д. 12, e-mail: svulm@list.ru

Показано, что традиционный метод определения эмиссионной неоднородности, связанный с двойным дифференцированием вольт-амперных характеристик, описываемых интегральным уравнением Фредгольма 1-го рода, с математической точки зрения являются несостоятельным, поскольку не учитывает некорректность задачи. Некорректность задачи связана с неоднозначностью решения обратной задачи описываемой уравнением Фредгольма 1-го рода и большой обусловленностью матрицы перехода от экспериментальных результатов к искомым величинам. Предложен метод определения эмиссионной неоднородности из результатов эмиссионных измерений, учитывающий некорректность задачи. Метод базируется на работах академика А.Н. Тихонова посвященных решению некорректных задач. Методом Монте-Карло доказана сходимость предложенного решения к точному решению при погрешности исходной информации, стремящейся к нулю. Приведены результаты применения предложенного метода для определения функции распределения работы выхода для ряда эмиссионных материалов.

On the issue of insolvency from the mathematical point of view of the traditional method of determining emission in homogeneity from the results of emission testing. S.V. Korolev. *It is shown that the traditional methods of determining the emission inhomogeneity associated with the double differentiation of the volt-ampere characteristics described by the Fredholm integral equation of the 1st kind are mathematically invalid, since they do not take into account the inaccuracy of the problem. The inaccuracy of the problem is associated with the ambiguity of the solution of the inverse problem described by Fredholm equation of the 1st kind and the large dependence of the transition matrix from experimental results to the desired values. The method of determination of emission inhomogeneity from the results of emission measurements, taking into account the inaccuracy of the problem, is proposed. The method is based on the works of the academician A. N. Tikhonov devoted to the solution of ill-posed problems. The convergence of the proposed solution to the exact solution with the error of the initial information tends to zero is proved by the Monte Carlo method. The results of applying the proposed method to determine the distribution function of the work function of the number of emissive materials.*

Анализ многочисленных научных публикаций [1-5] показывает −успешное функционирование СВЧ устройств, используемых в радиолокации и радионавигации, приемо-передающих устройств космической связи зависит от эмиссионной неоднородности материалов, используемых в этих устройствах. Очевидна необходимость разработки оперативных методов определения статистичес-ких функций распределения эмиссионной неоднородности, позволяющих контролировать качество вакуумных и плазменных и твердотельных СВЧ устройств на всех этапах их производства и эксплуатации.

Можно показать [1,2], что вольтамперные характеристики изделий электроники описываются уравнением Фредгольма 1-го рода:

$$j(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} K(u,\varphi,T)\cdot f(\varphi)\cdot d\varphi \qquad (1)$$

Где $K(u,\varphi,T)$ - ядро интегрального уравнения, зависящее от вида диагностируемого объекта:

Термоэлектронная эмиссия $K(u,\varphi,T) = \min\left(p\cdot u^{3/2}, 120.4\cdot T^2\cdot \exp\left(-\frac{e\varphi + c\sqrt{u}}{\kappa T}\right)\right)$;

Автоэлектронная эмиссия $K(u,\varphi,T) = \frac{e^2\cdot(u\varphi)^2}{8\pi\varepsilon\cdot t^2(u\varphi,\varepsilon)}\cdot\exp\left[-\frac{8\pi\sqrt{2\cdot m\cdot\varepsilon^3}}{3h\cdot e\cdot u\cdot\varphi}\theta(u\varphi,\varepsilon)\right]$

$f(\varphi)$ – статистическая функция распределения (для вакуумной электроники – работа выхода)

Если эмиссионная поверхность однородна, с работой выхода φ_0, то $f(\varphi) = \delta(\varphi - \varphi_0)$

Где $\delta(x)$ – дельта функция Дирака

$$\delta(x) = \begin{cases}\infty, & x = 0\\ 0, & x \neq 0\end{cases},\ \int_{-\infty}^{+\infty}\delta(x)dx = 1 \quad \text{и} \quad \int_{-\infty}^{+\infty}\psi(x)\cdot\delta(x-y)dx = \psi(y)$$

При фиксированной температуре

$$j(u_i,\varphi_j) = \int_{-\infty}^{+\infty} K(u_i,\varphi)\cdot\delta(\varphi-\varphi_j)d\varphi = K(u_i,\varphi_j) \Rightarrow j(u_i,\varphi_j) = K(u_i,\varphi_j)$$

Поэтому, выборка из вольтамперной характеристики (экспериментальные результаты) – это, с математической точки зрения, матричное уравнение при двух заданных значениях параметров, например работы выхода и напряжения

$$\begin{bmatrix} j_1(u_1)\\ \cdots\\ j_n(u_n)\end{bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{11}(u_1,\varphi_1) & \cdots & K_{1m}(u_1,\varphi_m)\\ \vdots & \ddots & \vdots\\ K_{n1}(u_n,\varphi_1) & \cdots & K_{nm}(u_n,\varphi_m)\end{bmatrix}\cdot\begin{bmatrix} f(\varphi_1)\\ \cdots\\ f(\varphi_m)\end{bmatrix}\Delta\varphi \Rightarrow |j| = |K|\cdot|f|$$

Традиционно полагается, что путем численного, двойного дифференцирования ВАХ можно определить статистическую функцию распределения эмиссионной неоднородности [1-5]:

$$f(j) = -A\frac{d^2 j}{d\left(\sqrt{u}\right)^2}$$

Однако попытка воспроизвести данную методику дала неожиданный результат. Для моделирования традиционной методики определения эмиссионной неоднородности была априорно задана функция распределения работы выхода (ФРРВ) (левый рисунок), по ней рассчитывалась модельная вольт-амперная характеристика (1) (центр рис. 1). И далее, с помощью двойного численного дифференцирования определялись эмиссионная неоднородность.

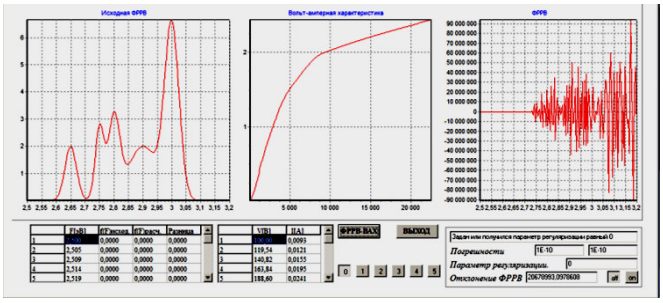


Рис. 1. Моделирование процесса определения функции распределения.

Результат моделирования показал невозможность получения с помощью традиционной методики достоверного результата. С математической точки зрения такое поведение решения задачи указывает на её некорректность, связанную с неоднозначностью решения обратной задачи, описываемой интегральным уравнением Фредгольма 1-го рода [6], и с высокой обусловленностью оператора перехода от экспериментальных результатов к искомым величинам [7].

Можно показать**,** что так как, в самом общем случае, ошибки могут быть как в матрице перехода от искомых данных к экспериментальным результатам, так и в векторе левой части, то соответствующая оценка погрешности решения определения ФРРВ $f(\varphi)$ имеет вид [7]:

$$\frac{\left\|\Delta f(\varphi)\right\|_V}{\left\|f(\varphi)\right\|_V} \le \frac{cond(K)}{1-cond(K)\cdot\dfrac{\left\|\Delta K\right\|_M}{\left\|K\right\|_M}}\cdot\left(\frac{\left\|\Delta K\right\|_M}{\left\|K\right\|_M}+\frac{\left\|\Delta I\right\|_M}{\left\|I\right\|_M}\right) \quad (2)$$

Где $cond(K)$ − обусловленность матрицы $cond(K)=\left\|K\right\|_M\cdot\left\|K^{-1}\right\|_M$

$\left\|K\right\|_M$ − согласованная норма матрицы.

При бесконечной норме обусловленность имеет величину порядка $cond_{inf}\simeq 4\cdot10^{21}$,
При этом, согласованной с ней бесконечная векторная норма равна $\left\|f(\varphi)\right\|_\infty=\max_{1\le i\le m}\left|f(\varphi_i)\right|$

Очевидно, если погрешность может достигать величины (2), то учитывая, что

$$cond(K)\cdot\left(\frac{\left\|\Delta I\right\|_M}{\left\|I\right\|_M}\right)\le\frac{cond(K)}{1-cond(K)\cdot\dfrac{\left\|\Delta K\right\|_M}{\left\|K\right\|_M}}\cdot\left(\frac{\left\|\Delta K\right\|_M}{\left\|K\right\|_M}+\frac{\left\|\Delta I\right\|_M}{\left\|I\right\|_M}\right)$$

то в качестве заниженной оценки погрешности можно использовать неравенство

$$\frac{\left\|\Delta f(\varphi)\right\|_V}{\left\|f(\varphi)\right\|_V}\le cond(K)\cdot\left(\frac{\left\|\Delta I\right\|_M}{\left\|I\right\|_M}\right)\to\frac{\left\|\Delta f(\varphi)\right\|_V}{\left\|f(\varphi)\right\|_V}\le 4\cdot10^{21}\cdot\left(\frac{\left\|\Delta I\right\|_M}{\left\|I\right\|_M}\right)$$

Лучшие, на сегодняшний день, АЦП, используемые при регистрации ВАХ, имеют 24 двоичных разряда. Относительная погрешность таких АЦП $\frac{\max_{1\le i\le m}|\Delta I_i|}{\max_{1\le i\le m}|I_i|}\approx 2^{-23}\approx 1.2\cdot10^{-7}$

$$\frac{\left\|\Delta f(\varphi)\right\|_V}{\left\|f(\varphi)\right\|_V}\le 4\cdot10^{21}\cdot1.2\cdot10^{-7}=4.8\cdot10^{14} \quad (3)$$

Таким образом, относительная погрешность определения эмиссионной неоднородности традиционным методом может достигать величины $4.8\cdot10^{14}$. Поэтому, традиционный метод определение эмиссионной неоднородности [1-5] с помощью двойного численного дифференцирования, *с математической и практической точек зрения является не состоятельным*.

Корректный метод диагностики. В данной работе, в отличие от традиционного метода, предлагается алгоритм определения эмиссионной неоднородности и распределения работы выхода лишённый указанного недостатка. При этом предполагается, что точное решение $\overline{\boldsymbol{f(\varphi)}}\in \boldsymbol{W_2^1}(-\infty,\infty)$, и оператор A преобразования $\boldsymbol{j=Af}$ непрерывен и взаимно однозначен. Далее, предполагалось, что вместо точных значений величины токоотбора $\boldsymbol{j(u)}$ известно его приближенное значение $\boldsymbol{j_\delta(u)}$:

$$\left\|j(u)-j_\delta(u)\right\|_{L^2}=\int_{U_{\min}}^{U_{\max}}\left(j(u)-j_\delta(u)\right)^2du=\delta^2$$

Кроме того, известно, что из-за погрешности регистрации напряжения ядро уравнения содержит погрешность, т.е. вместо точного значения ядра K известно его приближенное значение K_h

$$\left\|K-K_h\right\|_{L_2}^2=\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}\int_{u_{\min}}^{u_{\max}}\left[K(u,\varphi)-K_h(u,\varphi)\right]^2 d\varphi du=h^2$$

В соответствии с рекомендациями, данными в работе Тихоновым А.Н. [7], функция распределения работы выхода $f(\varphi)$ (эмиссионная неоднородность) ищется, как результат минимизации функционала Тихонова (5) на положительно определенных, ограниченных множествах

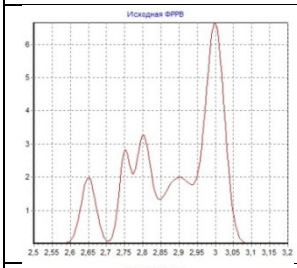
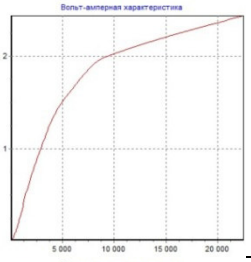
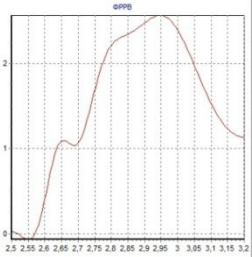
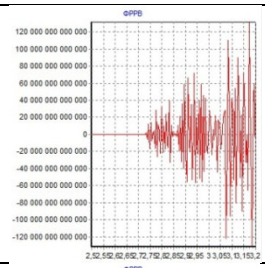
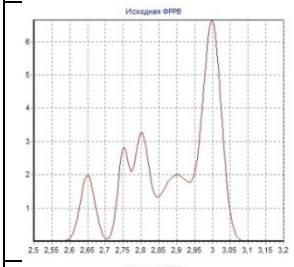
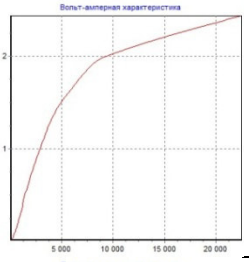
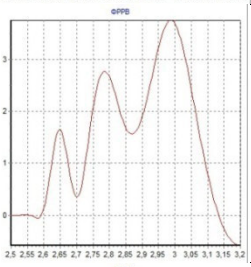
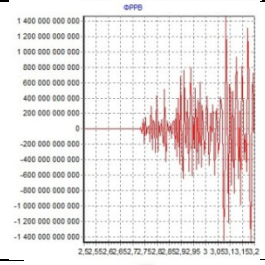
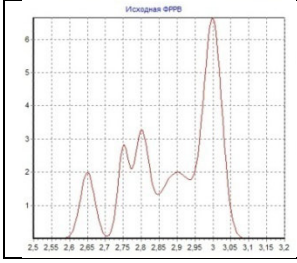
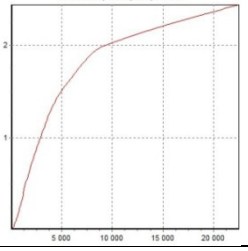
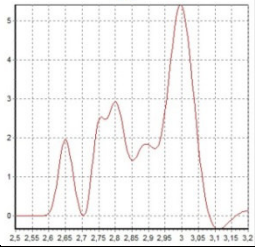
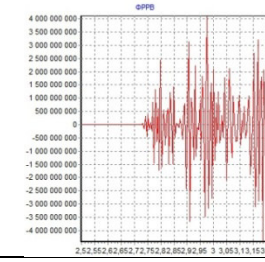
$$\vartheta=\int_{U_{\min}}^{U_{\max}}\left\{\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}K_h(u,\varphi)\cdot f(\varphi)d\varphi-j_\delta(u)\right\}^2 du+\alpha\cdot\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}\left\{f^2(\varphi)+\left[f'(\varphi)\right]^2\right\}d\varphi \quad (5)$$

где $j_\delta(u)$ - экспериментальные значения токоотбора;
Ядру K_h соответствует приближенный оператор, причем $\|K_h-K\|\le h$
$f(\varphi)\ge 0,\ f'(\varphi)$- искомая функция распределения вместе со своей производной;
α - параметр регуляризации, определяемый по обобщенной невязке:

$$\rho_\eta(\alpha)=\int_{u_{\min}}^{u_{\max}}\left\{\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}\left[K_h(u,\varphi)\cdot f(\varphi)d\varphi-j_\delta(u)\right]^2 d\varphi\right\}du-\left\{\delta+h\cdot\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}\left\{f^2(\varphi)+\left[f'(\varphi)\right]^2\right\}d\varphi\right\}^2=0$$

В таблице 1 показаны результаты моделирования методом Монте-Карло процесса определения эмиссионной неоднородности методом регуляризации и традиционным методом для ряда значений разрядности АЦП. Сравнение результатов определения функции распределения работы выхода из ВАХ выше указанными методами для ряда разрядностей регистрирующей аппаратуры доказывает сходимость решения к точному в методе регуляризации и отсутствие сходимости традиционного метода.

Таблица 1.

Априорная ФР	ВАХ		Метод регуляризации	Традиционный метод
		DL=10^{-6}, H=10^{-4} 13бит		
		DL=10^{-8}, H=10^{-6} 20 бит		
		DL=10^{-10}, H=10^{-8} 27 бит		

В таблице 2 приведены результаты определения влияния разрядности регистрирующей аппаратуры на погрешность определения ФРРВ для метода регуляризации и традиционного метода. Для традиционного метода приведены результаты расчетов (столбец “теория”) и статистического моделирования (столбец “моделир”).

Таблица 2

n		*С учетом некорректности*		*Без учета некорректности*			
				S_1		S_2	
$\frac{1}{2^n-1}$	n	S_1	S_2	Моделир.	Теория	Моделир.	теория
$1.0\cdot10^{-8}$	27 bit	0,97	0,29	$4\cdot10^{9}$	$8.5\cdot10^{11}$	$1\cdot10^{9}$	$4\cdot10^{13}$
$1.2\cdot10^{-7}$	23 bit	1,43	0,51	$1\cdot10^{11}$	$8.5\cdot10^{12}$	$2\cdot10^{11}$	$4\cdot10^{14}$
$1.0\cdot10^{-6}$	20 bit	2,96	0,69	$1,4\cdot10^{12}$	$8.5\cdot10^{13}$	$3,4\cdot10^{11}$	$4\cdot10^{15}$
$1.5\cdot10^{-5}$	16 bit	3,60	0,82	$1,4\cdot10^{13}$	$8.5\cdot10^{14}$	$3,2\cdot10^{12}$	$4\cdot10^{16}$

$$S_1 = \max_{i=1,2,\ldots n}\left|f(\varphi_i) - f_\delta(\varphi_i)\right|; \quad S_2 = \left\|f(\varphi) - f_{\delta,h}(\varphi)\right\|_{L_2}^2 = \sqrt{\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}}\left[f(\varphi) - f_{\delta,h}(\varphi)\right]^2 d\varphi}$$

Результаты доказывают – метод регуляризации Тихонова позволяет получить однозначное решение задачи определения эмиссионной неоднородности из результатов эмиссионных испытаний, сходящейся к точному, при погрешности исходной информации стремящейся к нулю.

При этом, для получения точного решения в диапазоне 1 эВ с помощью предлагаемого метода, разрядность аппаратуры должна быть порядка АЦП 24-27 бит.

Метод был использован при исследовании эмиссионной неоднородности ряда термоэмиссионных материалов. В работе эмиссионно-спектральным методом исследован процесс активирования барий никелевого прессованного оксидного эмиссионного материала.

Активирование состояло в выдержке эмиттера при температуре 1250K в течение 4-х часов при давлении $1\cdot10^{-7}$ тор. В процессе активирования периодически регистрировалась эмиссионная характеристика и определялись эмиссионная неоднородность и распределение работы выхода.

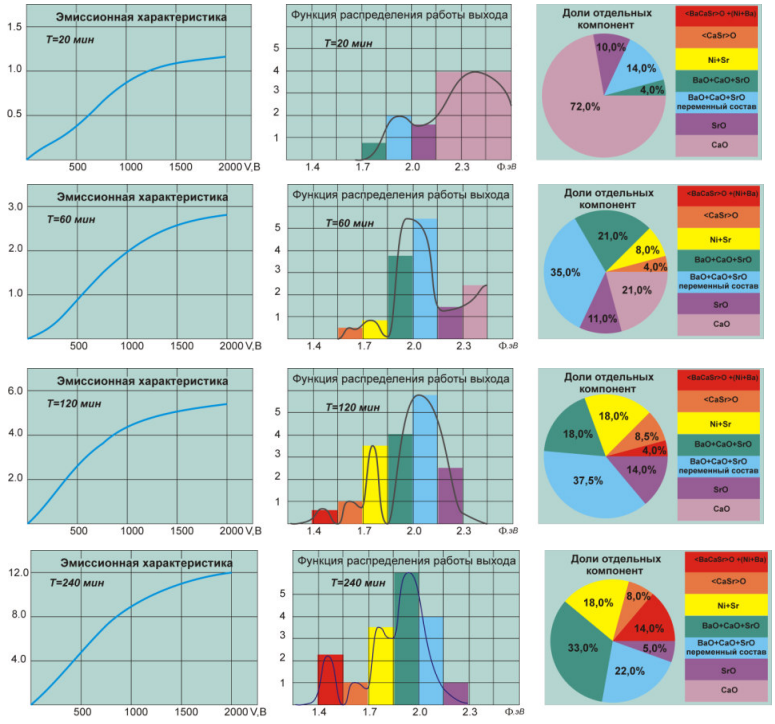


Рис. 3 Активирование Ba-Ni эмиссионного материала.

Картина изменения эмиссионных характеристик и ФРРВ показанная на рис.3. имеет многомодальный характер. Характерные пики – это пики 1.45eV, 1.62eV, 1.72 eV, 1.92 eV.пик 1.45 eV –⟨BaSrCa⟩O и пленка Ba на Ni; пик 1.62 eV-⟨SrCa⟩O; пик 1.72 eV-пленка Sr на Ni и отдельные кристаллы Ba, пик 1.92 eV-смесь окислов CaO+SrO+BaO; пик- 2.22 eV-SrO; пик 2.50 eV-CaO

Результаты распространены на автоэмиссионную электронику (определение статистических функций распределения форм фактора и работы выхода многоострийных автоэмиссионных структур), плазменную электронику (определение функций распределения ионов и электронов методом Ленгмюра), полупроводниковые приборы и другие методы диагностики связанных с определением статистических функций распределения из вольт-амперных характеристик.

Литература

1. Ходкевич С.П., Киселев А.Б. Низкочастотные шумы и эмиссионная неоднородность окислов щелочноземельных металлов // Электронная техника. Сер.1. Электроника СВЧ.1972.В.
2. Hasker J.and Van Hijngen N.C.J. Cathode and scaling properties related to the shape of current voltage characteristics // Applied Surface Science. –1985.– v24.P.318–329.
3. Самсонов Д. Б. Низкочастотные колебания пространственного заряда и их влияние на характеристики винтового электронного потока и параметры гиротронов. Автореферат дис. на соискание ученой степени к.ф.м.н. Код специальности ВАК: 01.04.04 С-П. 2008 29 с.
4. Глявин М.Ю. Гиротроны для технологических комплексов и диагностических систем. Автореферат. СП-б.:-2009.
5. Шаповалов А.С. Исследование особенностей трансформации флуктуаций в радиоэлектронных системах СВЧ с повышенным уровнем собственных шумов. Автореферат — Саратов.:-2002,
6. Тихонов А.Н., Гласко В.В. О приближенном решении уравнения Фредгольма 1-го рода //ЖВМ и МФ.– 1964. –Т.4,№3.
7. Дж. Форсайт, К. Молер Численное решение систем линейных алгебраических уравнений «Мир» Москва 1969.

Теория высоковольтного тлеющего разряда с полым анодом

Т.М. Сапронова, К.Н. Ульянов
Москва, ВЭИ – филиал ФГУП «РФЯЦ – ВНИИТФ им. академика Е.И.Забабахина» ул. Красноказарменная,12; sapron0109@mail.ru

Развита кинетическая теория высоковольтного тлеющего разряда (ВТР). Решено уравнение Пуассона в слое объёмного заряда с учётом потока ионов, поступающих из плазмы в слой, ионизации газа в слое электронами, ионами и быстрыми атомами. На катоде имеет место потенциальное и кинетическое вырывание электронов с поверхности. Для различных значений плотности газа и коэффициента вторичной эмиссии рассчитаны ВАХ, определены размеры слоя объемного заряда, получены распределения электрического поля в слое и другие характеристики ВТР. Предложенная математическая модель может быть использована для расчета характеристик ускорителей электронов на основе ВТР.

Theory of high-voltage glow discharge with hollow anode T. M. Sapronova, K. N. Ulyanov. *Kinetic theory of high-voltage glow discharge (HVGD) is developed. The Poisson equation in the bulk charge layer is solved taking into account the flow of ions coming from the plasma into the layer, the ionization of gas in the layer by electrons, ions and fast atoms. There is a potential and kinetic extraction of electrons from the surface on the cathode. For different values of gas density and secondary emission factor, current-voltage characteristics are calculated, the volume charge layer dimensions are determined, the electric field distributions in the layer and other HVGD characteristics are obtained. The proposed mathematical model can be used to calculate the characteristics of electron accelerators based on HVGD.*

Высоковольтный тлеющий разряд – это разновидность аномального тлеющего разряда в левой ветви кривой Пашена при напряжениях 5 – 150 кВ [1, 2, 3]. Разряд имеет растущую вольтамперную характеристику. Плотность тока ВТР при $U\approx100$ кВ может достигать значения порядка 1 А/см^2. Электроны выходят с катода за счёт потенциального вырывания положительными ионами, а также кинетического вырывания при бомбардировке катода ионами и быстрыми атомами, которые образуются при перезарядке в слое объёмного заряда. К слою приложено всё напряжение, поэтому электроны ускоряются в слое и образуют практически моноэнергетический пучок. Эффективный коэффициент вторичной электронной эмиссии в ВТР при $U\approx30$ – 150 кВ может достигать весьма высоких значений (10 – 20), поэтому ускорители электронов, в которых используется ВТР, имеют высокий КПД (порядка 0.90 – 0.98).

В настоящей работе развита кинетическая теория ВТР. Решено уравнение Пуассона в слое с учётом потока ионов, поступающих из плазмы, ионизации газа в слое электронами, ионами и быстрыми атомами, образования потока быстрых атомов за счет перезарядки ионов, вторичной электронной эмиссии под действием быстрых ионов и атомов. Для различных напряжений, плотностей тока, плотностей газа будут рассчитаны значения размера слоя, эффективного коэффициента вторичной электронной эмиссии для ионов и быстрых атомов, распределения электрического поля, плотности потоков ионов и быстрых атомов. Рассчитаны вольтамперные характеристики разряда.

Рассмотрим модель разряда, состоящую из слоя объемного заряда размером x_1 и плазмы размером L. Напряжение разряда приложено к слою, с границы плазмы в слой втекает ионный ток плотностью $j_i(0)$. Начало координат находится на границе плазмы и слоя, ось координат направлена к катоду. Электрическое поле E в слое определяется уравнением Пуассона:

$$\frac{dE}{dx} = 4\pi e(N_i - N_e), \quad E = -\frac{d\varphi}{dx} \tag{1}$$

Ионы в слое в электрическом поле движутся в режиме сильной подвижности [4], а электроны – в режиме свободного пролета. Тогда:

$$N_i = \frac{j_i}{eV_i}, \qquad V_i = \left(\frac{2eE}{\pi m_i N_0 \sigma_r}\right)^{\frac{1}{2}}, \qquad V_e = \left(\frac{2e\Delta\varphi}{m_e}\right)^{\frac{1}{2}}$$

Зависимость $j_i(x)$ определяется уравнением неразрывности для ионов:

$$\frac{d}{dx} N_i V_i = N_0 \frac{j_{e0}}{e} \sigma_{ea}^i(\varepsilon_e) + N_0 N_i V_i \sigma_{ia}^i + N_0 N_a^* V_a^* \sigma_{aa}^i + S_{ea}^{i2} \tag{2}$$

Первый член в правой части (2) описывает ионизацию газа плотностью N_0 электронами, выходящими с катода, второй член – ионизацию ионами, третий член – ионизацию быстрыми атомами, образовавшимися в слое при перезарядках ионов ($V_i=V_a^*$), четвертый член описывает ионизацию газа вторичными электронами, рождающимися в слое. Граничное условие для (2) на катоде $j_{e0}=j_{eT}+j_{e\gamma}$, на границе плазмы $j_i=j_i(0)$. Запишем уравнения (1) и (2) в безразмерной форме. Пусть $E = \tilde{E}E^*$, $\varphi = \tilde{\varphi}\varphi_1$, $x = \tilde{x}x_1$, $y_2 = eN_iV_i \big/ j_{e\gamma}$, $y_3 = eN_a^*V_a^* \big/ j_{e\gamma}$. Имеем:

$$\frac{d\tilde{E}}{d\tilde{\varphi}} = -\frac{1}{\tilde{E}}\left(\kappa \frac{y_2}{\tilde{E}^{\frac{1}{2}}} - (1+\tilde{\varphi})^{-\frac{1}{2}}\right), \tag{3}$$

$$\frac{dy_2}{d\tilde{\varphi}} = \left[a_1(y_2+y_3) + \frac{a_2}{\tilde{E}}\left(\tilde{\sigma}_{ea}^i - \int\limits_{-1+\frac{1}{\beta}}^{\tilde{\varphi}} dy_2(\tilde{\varphi}')\left(\frac{\ln(\beta(\tilde{\varphi}-\tilde{\varphi}'))}{\beta(\tilde{\varphi}-\tilde{\varphi}')}\right)\right)\right] \tag{4}$$

$$\tilde{x}(\tilde{\varphi}) = -a_3 \int\limits_0^{\tilde{\varphi}} \frac{d\tilde{\varphi}}{\tilde{E}(\tilde{\varphi})} \tag{5}$$

При записи уравнений (3) и (4) использовалось соотношение $d\tilde{x} = -(\varphi_1 \big/ \tilde{E}E^* x_1)d\tilde{\varphi}$. Граничное условие для уравнения (4): $j_i(0)=0.5 \cdot j_{e0} \cdot N_0 \cdot \sigma_{ea}^i(e\varphi_1) \cdot L \cdot (1+\chi_2)$, где χ_2 учитывает ионизацию газа в плазме вторичными электронами. Выражения для безразмерного потока атомов y_3 и для χ_2, входящие в (4) и в граничное условие к (4) и коэффициенты в уравнениях (3)– (5), имеют вид:

$$y_3 = \int\limits_0^{\tilde{\varphi}} d\tilde{\varphi}' y_2(\tilde{\varphi}') e^{-M_a(\tilde{x}(\tilde{\varphi})-\tilde{x}(\tilde{\varphi}'))}, \quad \chi_2 = \frac{\beta}{\ln\beta} \int\limits_0^{-1+\frac{1}{\beta}} dy_2 \frac{\ln\left(\beta\cdot(1+\tilde{\varphi})\right)}{\beta\cdot(1+\tilde{\varphi})}, \quad \kappa = \left(\pi \frac{m_i}{m_e} \frac{N_0\sigma_r\varphi_1}{E^*}\right)^{\frac{1}{2}},$$

$$a_1 = \frac{\sigma_{ia}^{i0}}{2\sigma_r}\frac{e\varphi_1}{\varepsilon^*}, \qquad a_2 = \frac{N_0\sigma_{ea}^{i0}\varphi_1}{E^*}, \qquad a_3 = \frac{\varphi_1}{E^* x_1}, \qquad \beta = \frac{e\varphi_1}{I}, \qquad M_a = N_0\sigma_{aa}^{el}x_1.$$

Сечения ионизации ионами и быстрыми атомами линейно возрастают с ростом энергии ε этих частиц и считаются равными. Они имеют вид: $\sigma_{ia}^i = \sigma_{aa}^i = \sigma^{i0}\varepsilon/\varepsilon^*$, где $\varepsilon = eE/(2N_0\sigma_r)$. Здесь ε^*- характерная энергия, зависящая от рода газа. Сечение ионизации газа электронами аппроксимировалось известным выражением: $\sigma_{ea}^i = \sigma_{ea}^0 \cdot \ln(\beta\tilde{\varphi})/\beta\tilde{\varphi}$. Запишем граничное условие на катоде в безразмерной форме:

$$1 = \delta_i + \delta_a, \qquad \delta_i = y_2(1)\left[\gamma_0 + \pi^{-1/2}\int\limits_0^{\infty} \gamma_k(\varepsilon_1 t) e^{-t} t^{-1/2} dt\right]$$

$$\delta_a = M_i \int\limits_0^1 d\tilde{x}' y_2(\tilde{x}') e^{-M_a(1-\tilde{x}')} \gamma_k(\varepsilon(\tilde{x}')), \quad t = \frac{\varepsilon}{\varepsilon(1)}, \quad \varepsilon(\tilde{x}) = \frac{eE^*\tilde{E}(\tilde{x})}{N_0\sigma_r} \tag{6}$$

Параметры δ_i и δ_a характеризуют доли плотности тока вторичной электронной эмиссии при столкновении потоков ионов (δ_i) и атомов (δ_a) с катодом. При записи выражения для δ_i значение коэффициента вторичной электронной эмиссии при кинетическом вырывании электронов $\gamma_k(\varepsilon)$ усреднялось с функцией распределения ионов по энергиям [4] на катодной границе:

$$f_i = (2N_0\sigma_r m_i/\pi eE)^{\frac{1}{2}} \exp(-N_0\sigma_r m_i V_i^2/2eE)$$

При записи δ_a учитывался весь спектр энергий быстрых атомов на катоде. При записи выражения для ионизации вторичными электронами в слое (4) учитывался факт, что вторичные электроны и ионы рождаются парами. Поток ионов, родившихся в слое, на катодной границе

равен потоку вторичных электронов на анодной границе. Поэтому в уравнении (4) ионизация вторичными электронами выражена через y_2. Таким образом, математическая модель, включающая уравнения (3), (4), позволяет провести расчеты зависимости $\tilde{E}(\tilde{\varphi})$, $y_2(\tilde{\varphi})$ при различных значениях параметров N_0, L, φ_1, j_e. Граничное условие (6) определяет связь между параметрами. Например, можно задаться значениями N_0 и L и определить зависимость $\varphi_1(j_e)$, т.е. ВАХ разряда. Зависимости $E(x)$, $\varphi(x)$, $y_2(x)$, $y_3(x)$ рассчитываются с использованием связи между напряженностью поля, потенциалом и координатой (5).

В качестве примера расчета параметров высоковольтного разряда низкого давления был выбран разряд в гелии, который наряду с другими легкими газами (водородом, дейтерием) применяется в газонаполненных ускорителях электронов. Расчеты были выполнены в широком диапазоне изменения N_0, j_e для различных значений коэффициента вторичной эмиссии электронов. Зависимость $\gamma_k(\varepsilon)$ в соответствии с [5] имеет вид $\gamma_k(\varepsilon)=\kappa\cdot\sqrt{\varepsilon}$, где энергия ионов (и быстрых атомов) измеряется в эВ. В расчетах были использованы значения $\kappa=3.5\cdot10^{-2}$ ($\gamma=5$ при $\varepsilon=2\cdot10^4$ эВ) и $\kappa=0.105$ ($\gamma=15$ при $\varepsilon=2\cdot10^4$ эВ), $\sigma^0_{ea}=1.3\cdot10^{-16}$ см^2, $\sigma^0_{ia}=4\cdot10^{-17}$ см^2, $\sigma_r=10^{-15}$ см^2, $\varepsilon^*=10^3$эВ [3]. Результаты расчетов представлены на рис. 1(а, б), 2(а – г), 3(а, б), 4(а, б) и в таблицах.

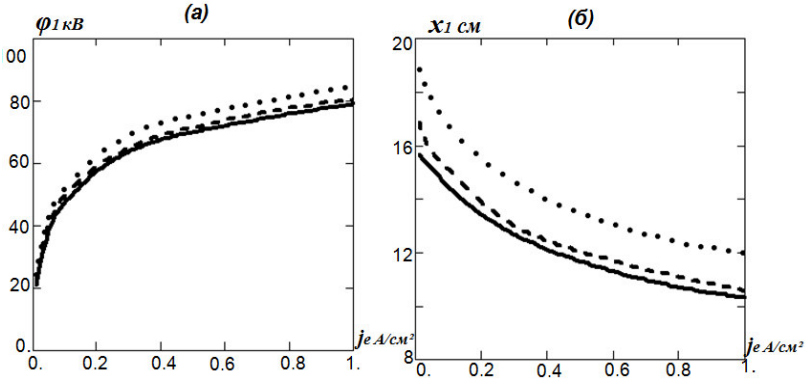


Рис. 1. Влияние вторичных электронов на ВАХ (а) и размер слоя (б) для $N_0=1\cdot10^{15}$ см$^{-3}$, $\gamma^*=15$, $L=10$ см. Сплошная линия – $Б\neq0$, $\chi_2\neq0$; пунктир – $Б=0$, $\chi_2\neq0$; точки – $Б=0$, $\chi_2=0$.

На рис.1(а) представлена вольтамперная характеристика ВТР, рассчитанная с учетом ионизации газа вторичными электронами в слое и плазме (сплошная кривая), ВАХ ВТР, когда ионизация вторичными электронами в слое не учитывается ($Б=0$), а также ВАХ ВТР без учета ионизации вторичными электронами ($Б=0$, $\chi_2=0$). Отметим, что учет ионизации вторичными электронами приводит к уменьшению потенциала $\varphi_1(j_e)$. На рис 1(б) представлены зависимости размера слоя от плотности тока для тех же вариантов расчета. Учет ионизации вторичными электронами уменьшает значения $x_1(j_e)$.

На рис. 2(а) для трех значений плотности тока представлены зависимости напряженности электрического поля от координаты x_1-x (для наглядности). При увеличении плотности тока размер слоя сокращается, значение φ_1 увеличивается и сильно увеличивается напряженность электрического поля на катоде. Объёмный заряд слоя – положительный. Он возрастает в направлении катода. На рис.2(б) представлена функция распределения вторичных электронов f_{e2} на анодной границе слоя для двух значений плотности тока первичных электронов j_e.

Таким образом, ФРЭЭ на анодной границе состоит из дельта-функции (пучок первичных электронов) и функции f_{e2}, имеющей широкое энергетическое распределение. На рис. 2(в) и 2(г) представлены зависимости безразмерных потоков атомов y_3 и ионов y_2 от координаты x_1-x. Обратим внимание на интенсивное увеличение этих потоков в направлении катода, а также на тот факт, что из-за большого числа перезарядок поток атомов на катоде значительно превышает поток ионов. Отметим, что значение безразмерной плотности потока ионов на катоде очень мало, например, для $j_e=1.0$ А/см^2 оно равно 0.04. Такое же значение имеет поток вторичных электронов на анодной границе слоя.

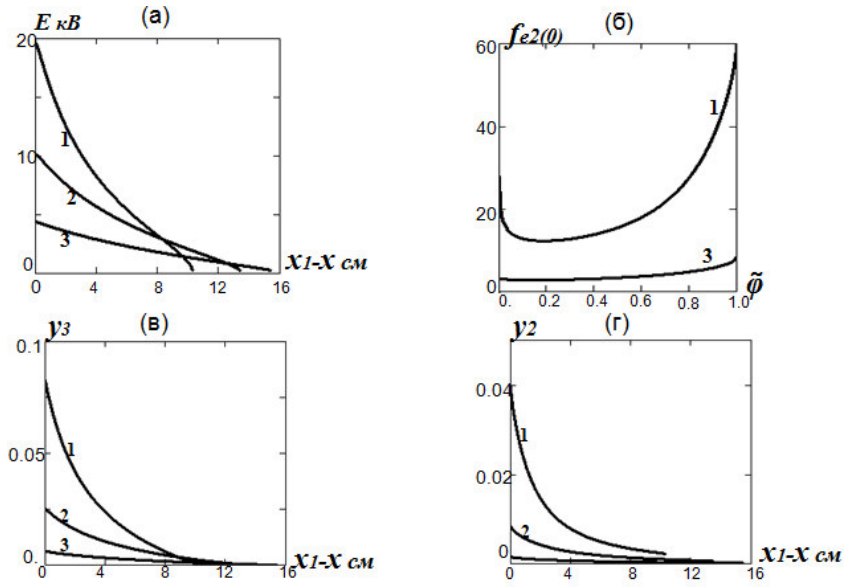


Рис. 2. (а) – Зависимость напряженности электрического поля в слое от координаты x_1-x; (б) – вид функции распределения вторичных электронов на анодной границе; (в, г) – зависимости безразмерных плотностей потоков ионов y_2 и атомов y_3 от координаты x_1-x для значений параметров $N_0=1\cdot10^{15}$ см$^{-3}$, $\gamma^*=15$, L=10 см, 1– $j_e=1,0$, 2– $j_e=0,2$, 3– $j_e=0,03$ (А/см^2).

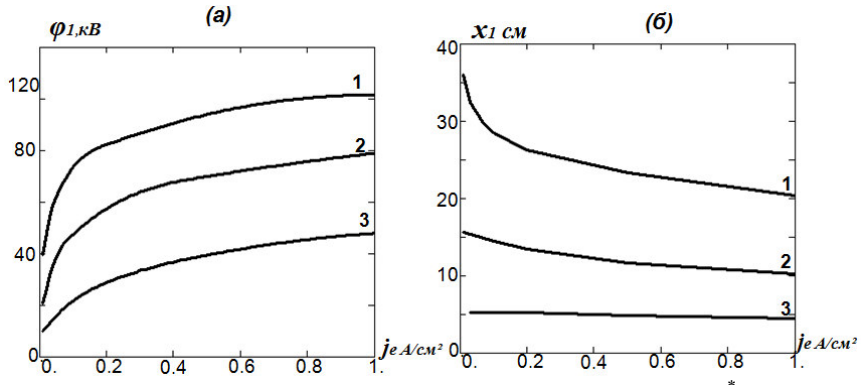


Рис. 3. (а) – вольтамперные характеристики; (б) – размер слоя для $\gamma^*=15$, L=10см, 1 – $N_0=0.5\cdot10^{15}$см$^{-3}$, 2 – $N_0=1\cdot10^{15}$см$^{-3}$, 3 – $N_0=2\cdot10^{15}$см$^{-3}$.

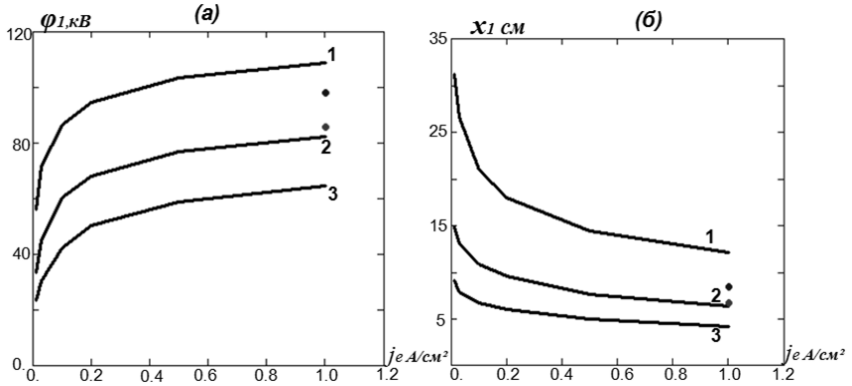


Рис.4. (а) – вольтамперные характеристики; (б) – размер слоя для $\gamma^*=5$, L=10см, 1 – $N_0=1\cdot10^{15}$см$^{-3}$, 2 – $N_0=2\cdot10^{15}$см$^{-3}$, 3 – $N_0=3\cdot10^{15}$см$^{-3}$.

На рис.3(а) для трех значений плотности газа и $\gamma^*=15$ представлены ВАХ ВТР. На рис.3(б) приведены зависимости размера слоя от плотности тока. При увеличении плотности газа значения φ_1 и x_1 существенно уменьшаются. На рис. 4(а, б) представлены аналогичные

зависимости для γ^*=5. Уменьшение γ^* приводит к увеличению напряжения φ_1 и размера слоя при одинаковых значениях плотности газа.

В таблице приведена более подробная информация о параметрах ВТР. Для шести значений плотностей тока (j_e=0.01, 0.03, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 А/см^2) при N_0=1·10^{15}см$^{-3}$, γ^*=15 в таблице представлены значения напряжения φ_1, размера слоя x_1, доли плотностей тока вторичной электронной эмиссии с катода под действием ионов δ_i и потока быстрых атомов δ_a, значения безразмерных плотностей потоков ионов $y_2(1)$ и атомов $y_3(1)$ на катоде, число перезарядок в слое M, усредненные по функциям распределения ионов γ_i и атомов γ_a значения коэффициентов вторичной эмиссии электронов, а также значение электрического поля на катоде. Следует обратить внимание на тот факт, что хотя плотность потока атомов на катоде значительно превышает плотность потока ионов, однако вклад во вторичную эмиссию с катода ионов и быстрых атомов отличается заметно в меньшей степени. Это связано с существенным различаем их функций распределения на катоде. На катод поступают ионы с гораздо большей средней энергией, поэтому у них значительно выше эффективный коэффициент вторичной электронной эмиссии (γ_i заметно больше γ_a). В поток атомов дают существенный вклад быстрые атомы, образовавшиеся в области слабого поля в прианодной части слоя. Этот факт связан с тем, что сечение упругого столкновения быстрого атома с медленным σ_{aa} много меньше сечения перезарядки σ_r. В поток ионов основной вклад дают ионы, образовавшиеся в прикатодной области в сильном поле и имеющие большую энергию.

Таблица. N_0=1·10^{15}см$^{-3}$, L=10см, γ^*=15

φ_1 кВ	20.7	31.5	47.5	57.5	70.0	79.0
j_e А/см^2	0.01	0.03	0.1	0.2	0.5	1.0
x_1 см	15.7	15.4	14.5	13.4	11.7	10.3
δ_1	0.21	0.22	0.24	0.26	0.30	0.34
δ_2	0.79	0.78	0.76	0.74	0.70	0.66
y_2	0.063	0.052	0.044	0.042	0.041	0.040
y_3	0.27	0.20	0.15	0.13	0.11	0.082
χ_2	0.39	0.38	0.37	0.36	0.36	0.36
M	15.7	15.4	14.5	13.4	11.7	10.3
γ_i	3.3	4.1	5.4	6.2	7.4	8.5
γ_a	2.9	3.9	5.0	5.9	7.0	8.0
$E(1)$ кВ	2.7	4.4	7.5	10.0	14.8	19.4

Разработанная математическая модель высоковольтного разряда является кинетической. Электроны, выходящие с поверхности катода и вторичные электроны, родившиеся в слое, движутся в режиме убегания. Длины свободного пробега этих электронов при высоких напряжениях значительно превышают размеры слоя и плазмы. Отношение плотности потока вторичных электронов к плотности тока электронов, выходящих с катода равно $y2(1)<<1$ (таблица), поэтому ФРЭЭ имеет сильно выраженную пучковую часть и слабо выраженный спектр вторичных электронов. Именно этим свойством ВТР отличается от аномального тлеющего разряда, спектр электронов в котором перекрывает весь диапазон энергии без явно выраженной пучковой части. Разработанная кинетическая математическая модель, корректно учитывающая основные физические процессы, может быть использована при оптимизации режимов генерации электронных пучков для различных технологических применений.

Таким образом, разработанная модель вполне пригодна для выбора режимов генерации электронных пучков для различных технологических применений.

Литература

1. Грановский В.Л. Электрический ток в газе. Установившийся ток. М.: Наука, 1971. 543 с.
2. Новиков А.А. Источник электронов высоковольтного тлеющего разряда с анодной плазмой. М.: Энергоатомиздат, 1983. 215 с.
3. Ульянов К.Н. Теория высоковольтного тлеющего разряда //ТВТ. 1978. Т.16. С. 1121.
4. Каган Ю.М., Перель В.И. О движении положительных ионов в собственном газе //ДАН СССР. 1954. Т.38. 575 с.
5. Каминский М. Атомные и ионные столкновения на поверхности металла. М.: Мир, 1967. 506 с.

Исследование автоэмиссионных активированных катодов

В.А.Смирнов, *В.И. Кочнев, *А.В. Коннов, Е.П. Шешин
Москва, Московский физико-технический институт (государственный университет)
Москваа, *АО «НПП «Торий»
e-mail: torlab144@gmail.com

Рассмотрены различные типы активированных автоэмиссионных катодов с подачей эмиссионно-активных компонентов на эмиттер из постороннего источника и изнутри материала эмиттера. Показаны возможные пути снижения работы выхода автоэмиссионных катодов.

Study of field emission activated cathodes. V.A. Smirnov, V.I. Kochnev, A.V. Konnov, E.P. Sheshin. *Various types of activated cathodes with the supply of emission-active components to the emitter from the external source and from the bulk of the emitter are considered. Possible ways to reduce work function of field emission cathodes are shown.*

В технике электровакуумных приборов (ЭВП) при использовании автоэмиссионных катодов (далее автокатод, автоэмиттер) на основе тугоплавких металлов (Ta, W, Mo) и модифицированного углерода с работой выхода 4,2 – 4,5 эВ для получения приемлемых плотностей тока ~0,1 А/см^2 необходима напряженность электрического поля порядка 10^7 В/см [1]. Это условие затрудняет применение автокатодов, особенно в мощных СВЧ приборах, работающих с анодным напряжением до 20 кВ и более, несмотря на прогресс в конструировании электронно-оптических систем с многоячеистой структурой эмиттеров [2]. При больших напряжениях трудно избежать пробоев и искрений, разрушающих эти структуры. Поэтому, появились работы по активированным автокатодам [3], которые, согласно теории Фаулера – Нордгейма, с меньшей работой выхода эмиттера могут обеспечить заданную плотность тока при значительно пониженной напряжённости поля.

На рис. 1. представлены результаты расчёта по формуле (1) зависимости отбора тока от работы выхода. Видно, что при одинаковой напряжённости поля для автоэмиттеров с φ 2 – 2,5 эВ возможен отбор тока на несколько порядков выше, чем для эмиттеров на основе традиционно используемых материалов с работой выхода φ 4 – 4,5 эВ. Также возможно существенно снизить напряжённость поля при сохранении величины отбираемого тока.

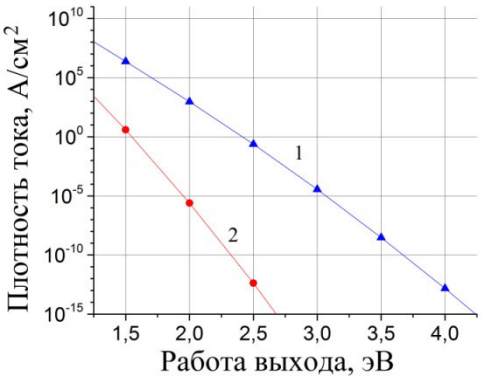


Рис. 1. Зависимость плотности тока катода от работы выхода;
1 – напряжённость поля 10^7В/см; 2 – напряжённость поля 5×10^6В/см.

Однако, такая активация должна обеспечивать непрерывное восстановление эмиссионной способности катода, подвергающегося дезактивирующим факторам – ионной бомбардировке и нагреву проходящим током. Работы по исследованию доставки эмиссионно – активного вещества, например, Ba, на рабочую поверхность эмиттера, ведутся в двух основных направлениях: первое – напыление из посторонних источников; второе – подача изнутри материала эмиттера. Во втором случае эмиттер должен быть выполнен из композита (например, сплава), содержащего эмиссионно – активное вещество, и иметь температуру, обеспечивающую нужную скорость диффузии этого вещества к поверхности эмиттера. Таким образом, необходим подбор композита, у которого возможен разогрев его структуры (иглы, фольги) проходящим током эмиссии, а также с нужной прочностью физико – химической связи эмиссионно-активного вещества в композите.

Успехи по первому направлению позволили создать СВЧ приборы с автозапуском – маломощные магнетроны [4,5], в которых комбинированный катод содержит автоэмиттер из тонкой Ta фольги и вторичный эмиттер из Pd-Ba сплава. Под действием электронной бомбардировки и нагрева вторичный эмиттер испаряет Ba, который активирует автоэмиттер, снижая его работу выхода. В макете такого магнетрона с анодом и коаксиально размещенным внутри него катодом нами исследовалась автоэмиссия в диодном режиме (без магнитного поля). Автоэмиттер выполнен в виде 5 колец из танталовой фольги толщиной 4 мкм с наружным диаметром 3,5 мм, т. е. с общей площадью эмитирующих торцов 0,66 мм^2 (с учётом боковой поверхности фольги шириной 4 мкм). С одной стороны он выступает над вторичным эмиттером на 0,12 мм, а с другой его расстояние до анода составляло 0,45 мм, просвет между кольцами равен 0,5 мм. Прибор откачивался с прогревом до 10^{-7} – 10^{-8} мм рт. ст. На рис. 2. представлена вольт – амперная характеристика автоэмиттера до 12 кВ, а на рис. 3. – изменение анодного напряжения во времени при отборе постоянного тока 1 мА.

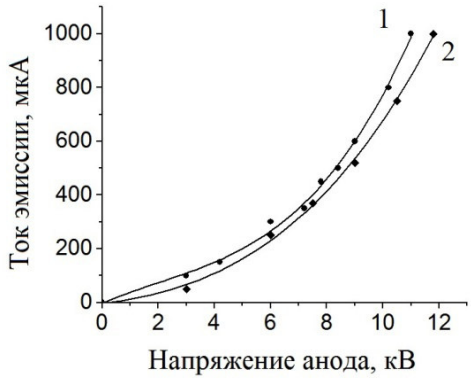


Рис. 2. ВАХ автокатода: 1 – начальные измерения; 2 – после 5 часов прогона.

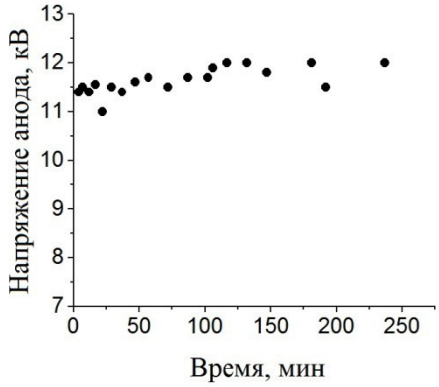


Рис. 3. Зависимость анодного напряжения во время испытания автокатода с отбором тока 1 мА.

Видно, что свойства автоэмиттера в течение 5 часов испытаний были практически стабильны. При токе I = 1mA (соответствующем анодному напряжению 12 кВ) плотность автоэмиссионного тока для эффективной поверхности автоэмиттеров (j) составила $1{,}5\times10^{-1}$ А/см^2. Расчётная напряженность электрического поля $E_0 = 2{,}7\times10^5$ В/см без учёта коэффициента усиления поля, который можно представить как отношение выступа фольги к её толщине K = 0,12 мм / 0,004 мм = 30. Тогда максимальное поле $E = E_0\times K = 8{,}1\times10^6$ В/см. На рис. 4. приведены значения работы выхода (φ) автоэмиттера в зависимости от K, полученные в результате решения уравнения Фаулера – Нордгейма в форме [1]:

$$j = 1{,}4\times10^{-6}\left(\frac{E^2}{\varphi}\right)\times10^{\left(\frac{4{,}39}{\sqrt{\varphi}}\right)}\times10^{-2{,}82\times10^7\left(\frac{\varphi^{3/2}}{E}\right)}. \quad (1)$$

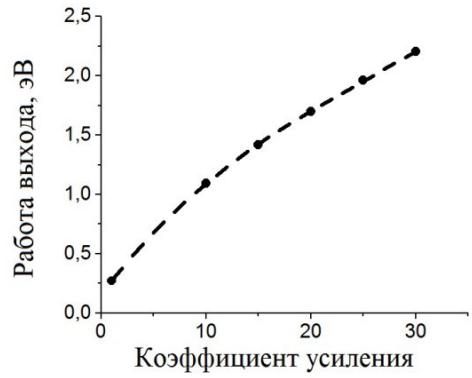


Рис. 4. Зависимость работы выхода от коэффициента усиления поля.

Величина φ при E_0 для системы Ta-Ba неправдоподобно мала, также φ при E требует коррекции в меньшую сторону, т. к. есть некоторое экранирование фольг друг другом, и максимальное значение K будет несколько меньше. Наиболее вероятный диапазон значений φ 2,0 – 2,2 эВ, что соответствует литературным данным для адсорбционных систем Ta – Ba, Ta – Ba,O (наличие следов кислорода всегда возможно) [6] и экспериментально подтверждает активирование автоэмиттера напылением Ba со вторичного эмиттера.

Для более эффективного активирования автоэмиттеров в магнетронах с автозапуском и с целью уменьшения расхода драгметаллов в [7] предлагается вторичный эмиттер выполнять из спечённых порошков, содержащих один из металлов – Ni, Fe, Co и один из интерметаллидов Ba с Cu, Al или Pd, при этом содержание Ba во вторичном эмиттере должно составлять 2 – 10% вес., а в качестве интерметаллидов Ba использовать вещества $BaAl_4$, $BaCu_{13}$ и $BaPd_5$.

При использовании автоэмиссионных катодов в приборах О–типа нами предложены схемы СВЧ приборов [8], в которых эмитирующие поверхности находятся в прямой видимости источника – испарителя эмиссионно – активного вещества. Этот источник может быть расположен на аноде или управляющем электроде. Примеры вариантов такой схемы показаны на рис. 5 а, б. Здесь интересно отметить имеющиеся факты паразитной автоэмиссии в практике серийно выпускаемых генераторов мощных импульсов (ГМИ) с оксидным термокатодом. Наблюдались значительные устойчивые токи автоэмиссии до 100 – 200 мА с сеток (охлаждённых водой), запылённых продуктами испарения с катода и подогревателя (BaO, Ba, MgO) при напряжениях сетка – анод 70 – 90 кВ и расстояниях 14 мм. Аноды (охлаждаемые водой) прорезались насквозь потоком автоэлектронов.

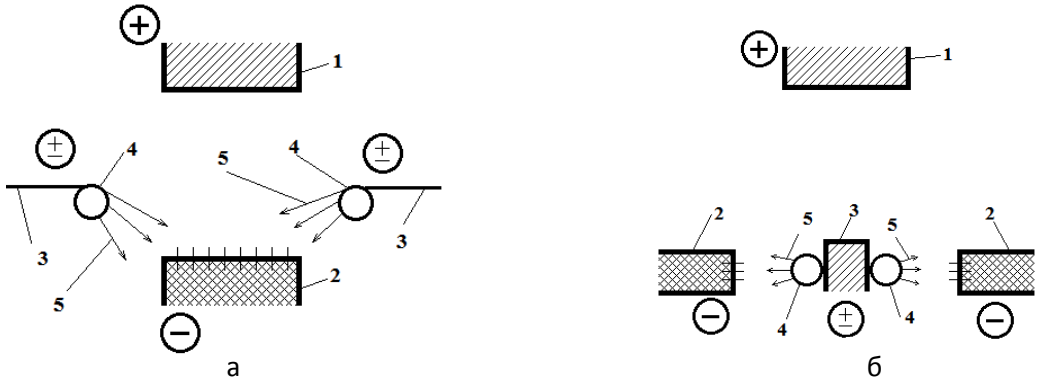


Рис. 5 а, б. 1 - анод, 2 – автокатод, 3 – управляющий электрод, 4 – источник-испаритель эмиссионно-активного вещества, 5 – поток бария.

По второму направлению исследовалась автоэлектронная эмиссия образцов NiAlBa и NbCe сплавов. Эти материалы разработаны как альтернатива вторично – электронным эмиттерам на основе сплавов PtBa и IrLa с целью замены драгметаллов. Поскольку Ni с Ba не дают сплавов, был введён Al в качестве связки между основой и эмиссионно – активным элементом. Nb с Ce образуют ограниченные твёрдые растворы [9]. По данным [10] рабочая температура NiAlBa сплава лежит в диапазоне 650-900 °C, работа выхода 2,2 – 2,4 эВ. Для NbCe сплава рабочая температура – 1000 – 1400 °C, а работа выхода по измерениям термоэмиссии составила 2,7 – 2,8 эВ при 1400 °C.

Исследовались образцы 5×5 мм из фольги толщиной 0,3 мм. С одного торца катод затачивался с двух сторон до толщины 10 мкм. Измерения проводились в разборной установке при вакууме 10^{-5} мм. рт. ст., расстояниях катод – анод 3 мм и напряжениях 6-12 кВ. На рис. 6. представлены первые ВАХ для 2-х образцов. Получены токи 190 мкА для NiAlBa сплава (плотность тока $1{,}27\times10^{-1}$ А/см^{2}с учётом эмиссии боковой поверхности шириной в 10 мкм) и 25 мкА для NbCe сплава (плотность тока $1{,}67\times10^{-2}$ А/см^2).

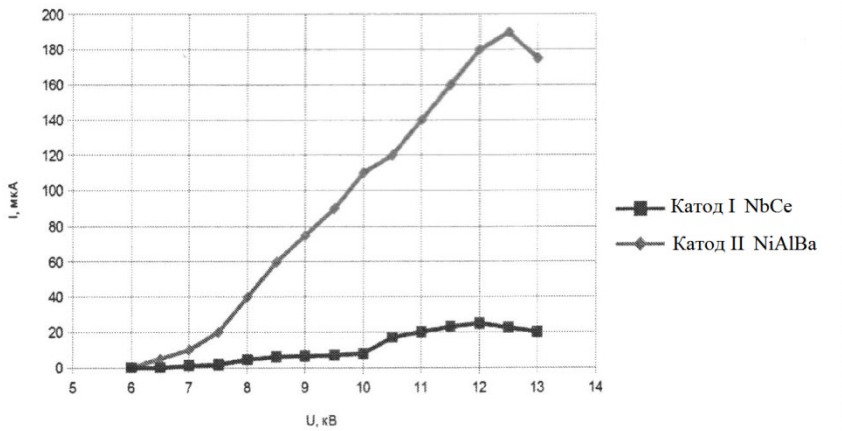


Рис. 6. ВАХ автокатода: 1 – на основе NbCe сплава, 2 – на основе сплава NiBa

Работы выхода, рассчитанные по формуле (1) и при K = 200, соответственно равны 2.2 и 2.3 эВ, что согласуется также с параметрами адсорбционных систем Ni-Ba, Nb-La, Nb-La,O, Nb-Y,O [6]. После 70 минут работы наблюдалось медленное падение эмиссии возможно из-за плохого вакуума. В дальнейшем предполагается продолжить исследования на тонкой фольге в высоком вакууме.

Результаты измерений указывают на перспективность применения сплавов с пониженной работой выхода в качества автоэмиттеров.

Литература

1. Елинсон М. Н., Ненакаливаемые катоды, М. «Советское радио», 1974 г.
2. Дармаев А. Н., Комаров Д. А., Морев С. П., Шестёркин В.Н., Шалаев П. Д., Экспериментальные исследования и численное моделирование электронного потока, формируемого матричными углеродными автоэмиссионными ячейками Григорьева – Шестёркина, Радиотехника и электроника 2014 г., том 59, №8, с. 774-781.
3. Федоров А. Н., Лобанов С. В., Шешин Е. П., Термо- и автоэмиссионные свойства наноструктурированных катодов, изготовленных на основе интеркалированного пирографита, Труды 25 международной конференции «Радиационная физика твёрдого тела», Севастополь, 2015 г., стр. 358-366.
4. Пипко Ю. А., Семёнов Л. А., Галактионова И. А., Еремеева Г. А., Есаулов Н. П., Ильин В. Н., Марголис Л. М., Магнетрон с безнакальным катодом. Патент РФ №2019877 приоритет от 17 апреля 1991 г.
5. Ли И. П., Калушин С. В., Пути совершенствования конструкции и технологии изготовления катодов малогабаритных магнетронов импульсного действия, XX юбилейная научно-техническая конференция «Вакуумная наука и техника», материалы конференции сентябрь 2013 г., стр. 243.
6. Фоменко В. С., Эмиссионные свойства материалов, справочник, «Наукова Думка», Киев, стр. 219, 1981г.
7. Смирнов В. А., Чудин В. Г., Мельничук Г. В., Гурко А. А., Потапов Ю. А., Судаков Ю.С., Сигалаев В. Н., Магнетрон с безнакальным катодом, патент РФ на полезную модель №146140, приоритет 18.04.2014 г.
8. Смирнов В. А., Мельничук Г. В., Чудин В. Г., Комаров Д. А., Кочнев В. И., Морев С. П., СВЧ прибор О–типа с безнакальным катодом, патент РФ на полезную модель №155052, приоритет 29.10.2014 г.
9. Савицкий Е. М., Терёхова В. Ф., Буров И. В., Журнал неорганической химии, 1462-1463, 1959 г.
10. Судаков Ю. С., Смирнов В. А., Гугнин А. А., Мазин А. М., Горлова В. В., Эмиссионные свойства сплавов Ni – Cu – Ba И Ni – Al – Ba., Электронная техника, Серия I, Электроника СВЧ, Выпуск 6, стр. 76-77, 1976 г.

Влияние акустических колебаний УЗ диапазона на скорость обезгаживания материалов в производстве электровакуумных приборов

******И.Ф.Ханбеков, *И.П.Ли, *В.С.Петров,*А.А. Полунина, *Д.Н.Локтев, **А.В.Глущенков***
Москва, *АО Плутон
Москва, **МГТУ им. Н.Э. Баумана
E-mail: ivan.khan@ya.ru, i.li@pluton.msk.ru, vsempetrov@yandex.ru

Описываются основные этапы обезгаживания электровакуумных приборов. Приведен график термовакуумной обработки электровакуумного прибора, приведены графики акустической обработки медной штенгельной трубки во время обезгаживания, дано описание переноса атомов внедрения в кристаллической решетке металла упругой акустической волной.

Acoustic vibrations of ultrasonic range – their influence on the material outgassing rate by electrovacuum device production. I.F. Khanbekov, I.P. Lee, V.S. Petrov, A.A. Polunina, D.N. Loktev, A.A. Glushchenkov*. The main stages of electric vacuum devices pumping are described. A graph of thermal vacuum treatment of an electro-vacuum device is given, graphs of acoustic treatment of a copper rod tube during pumping are given, a description of the introduction atoms transfer by an elastic acoustic wave in the metal crystal lattice is given.*

Откачка электровакуумных приборов СВЧ диапазона (далее ЭВП) наиболее длительный, энергозатратный и ответственный технологический процесс, в ходе которого формируется работоспособность всего изделия. Продолжительность откачки (обезгаживания) электровакуумных приборов может составлять от нескольких десятков часов, до нескольких суток. Одним из основных критериев работоспособности изделия и его соответствие заявленным требованиям, таким как мощность, спектр генерируемого излучения и долговечность, является состав остаточных газов и их концентрация (остаточное давление).

Для описания этапов обезгаживания ЭПВ рассмотрена откачка при комнатной температуре. Разумеется, такая откачка никогда не применялась в технологии производства ЭПВ из-за ее низкой производительности и годится только для определения основных этапов сложного процесса. Однако, ее теоретическое описание, представленное графиками рис.1. является исходной физико-химической основой [1], относительно которой возможна разработка практической вакуумной технологии.

Штенгельная откачка ЭВП при комнатной температуре характеризуется теоретической последовательностью длительности циклов откачки.

Первый цикл описывает откачку свободного атмосферного газа, на откачном посту обеспечивается форвакуумным и высоковакуумным насосами от атмосферного давления 10^3Торр до минимального технического давления остаточных газов 10^{-6}Торрв интервале длительности 0 – 10^3 с (0 – 16,7 мин.). Изменение давления свободного газа $\boldsymbol{P}$ в функии от длительности $\boldsymbol{\tau}$, описывается уравнением $\boldsymbol{P=exp(-\alpha\tau)}$.

Окончание интервала длительности первого цикла откачки связано с возникновением «десорбционной» газовой нагрузки.

Второй цикл описывает откачку десорбционной газовой нагрузки, которая проявляется в интервале 10^3с – 10^7с (16,7 мин – $1{,}67\cdot10^2$ мин: 150 мин).

Откачка десорбционной газовой нагрузки осложнена наличием коллоидных (пылевидных) частиц с размерами несколько мкм. Наличие коллоидных частиц является препятствием для свободного вылета с поверхности атомарных и молекулярных частиц в вакуум, и, соответственно, препятствием для достижения минимально технически возможного давления остаточного газа.

Изменение давления свободного газа $\boldsymbol{P}$ в функии от длительности $\boldsymbol{\tau}$, описывается уравнением $\boldsymbol{P=\beta\tau^{-1}}$.

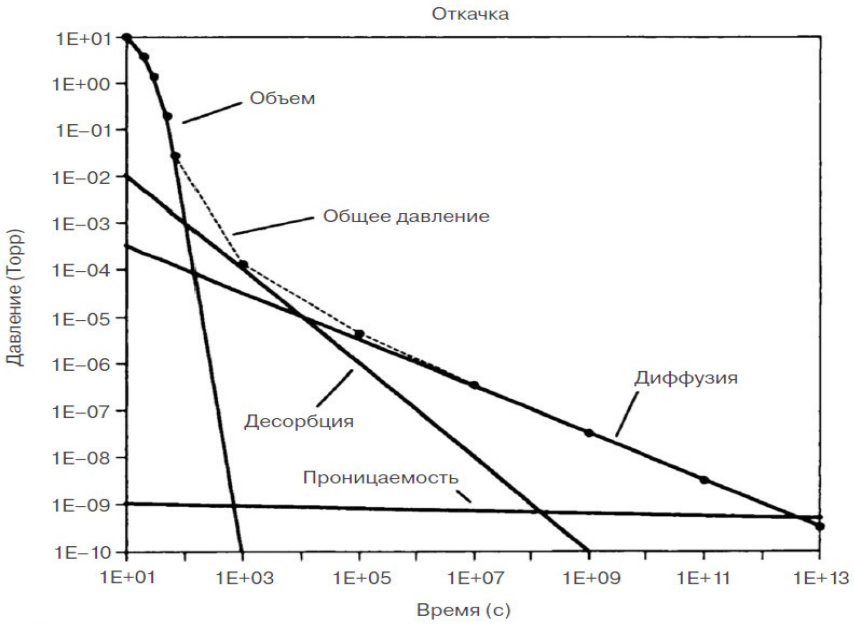


Рис.1. Теоретическая зависимость уменьшения давления P, Торр от длительности откачки свободного воздуха из корпуса ЭВП при комнатной температуре, где «объем» - изменение давления при откачке исходного свободного газа, «десорбция» и «диффузия» - изменение давления технологического газа, «общее давление» - изменение давления смеси исходного и технологического газов, «проницаемость» изменение давления при натекании атмосферы из внешней среды.

Изменение давления свободного газа $\boldsymbol{P}$ в функии от длительности $\boldsymbol{\tau}$, описывается уравнением $\boldsymbol{P = \beta\tau^{-1}}$.

После окончания интервала откачки «десорбционной» газовой нагрузки возникает «диффузионно-десорбционная» газовая нагрузка. Исходная концентрация адсорбированных на поверхности газовых молекул является стационарной и отражает условия взаимодействия деталей внутренней арматуры с атмосферным воздухом при сборке магнетрона. При откачке происходит уменьшение стационарной концентрации физически адсорбированных молекул на поверхности деталей внутренней арматуры до нуля при снижении давления остаточных газов с 10^{-2}Торр до 10^{-5}Торр.

Третий цикл описывает откачку диффузионно-десорбционной газовой нагрузки, он формируется за интервал длительности 10^{7}с – 10^{13}с ($1{,}67\cdot10^{4}$ мин или 278 час) при снижении давления остаточных газов с 10^{-5}Торр до 10^{-8}Торр.

Механизм образования диффузионно-десорбционной газовой нагрузки состоит в формировании динамической концентрации газовых молекул на поверхности, которая зависит от диффузионных параметров газовых атомов в объеме деталей внутренней арматуры при комнатной температуре. Диффузионные параметры, в свою очередь, зависят от характеристик твердого раствора внедрения «металл - газ» и от концентрации в нем газового компонента.

При термической откачке ЭВП все вышеперечисленные процессы протекают с большей скоростью, но, тем не менее, диффузионно-десорбцинный цикл имеет малую скорость и занимает не менее ¾ всего времени обезгаживания изделия рис.2. Стоит, также отметить, что в поликристаллах существует несколько взаимосвязных путей диффузии, так что общее перемещение диффузанта определяется суммой массопереноса, происходящего по каждому из этих путей. Как правило, поток диффузанта по этим путям учитывается путем введения эффективного коэффициента диффузии в виде

$$D_{eff} = f_c D_C + f_g D_g + f_d D_d$$

где D_C, D_g и D_d - коэффициенты диффузии при диффузии по кристаллической решетке, по границам зёрен и по дислокациям, соответственно, и f_c,f_g и f_d – соответствующие доли атомов,

диффундирующие по этим путям.**[2]** Коэффициент диффузии по границам зерен характеризуется размером зерен и размером границ зерен, также на скорость диффузии влияет геометрическая форма обезгаживаемых деталей и их материал.

Повышение температуры нагрева корпуса выше 550 С, с целью ускорения газовыделения невозможно, ввиду того, что это разрушит или повредит электровакуумный прибор. Применение акустической стимуляции во время термо-обезгаживания не оказывает разрушающего воздействия на ЭВП, но ускоряет газовыделение.

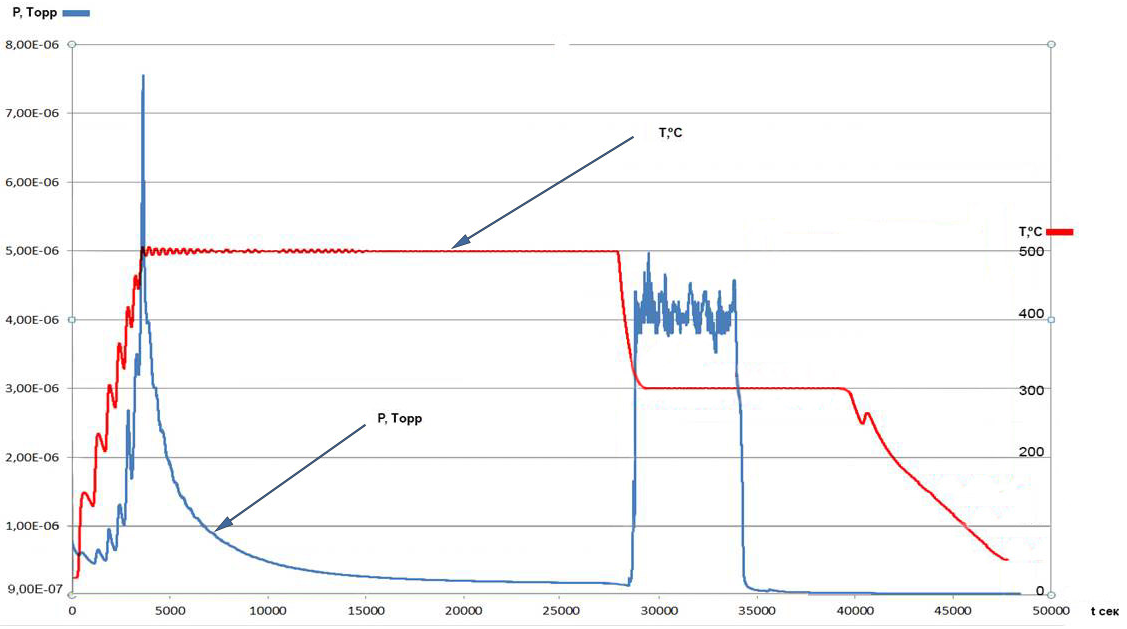


Рис.2.График термовакуумной обработки электровакуумного прибора на откачном посту.

В α – твердых растворах металлических кристаллов происходит перенос атомов внедрения упругой волной, создаваемой пьезоактивными пластинами, механически прикрепленными к корпусу электровакуумного прибора. Для возбуждения объемной и поверхностной акустических волн применяются монокристаллы лантан галлиевого силиката $La_3Ga_5SiO_{14}$, лантан галлиевого танталата $La_3Ga_{5,5}Ta_{0,5}O_{14}$.

Если при этом корпус магнетрона нагрет до 550°С, возникает эффект термоакустического переноса. Пластины из монокристаллов *ЛГС и ЛГТ* не теряют своих пьезоэлектрических свойств при нагревании вплоть до 1500°С, что подходит для применения в термоакустической обработке.

При термоакустическом переносе атомы внедрения перемещаются в объеме кристаллической решетки металлов в условиях вынужденной диффузии с большей скоростью чем при термическом воздействии. Следовательно, условие связывающей границы будет выполняться более эффективно, и адсорбция, и конденсация атомов внедрения на поверхности деталей внутренней арматуры электровакуумного прибора в таких условиях будут характеризоваться меньшим временем жизни на поверхности.

Кроме того, акустическая волна способна эффективно удалять с поверхности коллоидные частицы, очищая адсорбированные слои газовых молекул от дополнительного гидравлического сопротивления, образующегося при сборке корпуса на атмосфере.

Для сравнения приведены графики зависимости парциальных давлений газов от времени при откачке медной штенгельной трубки с ультразвуковой обработкой на частотах 100кГц и 55кГц.

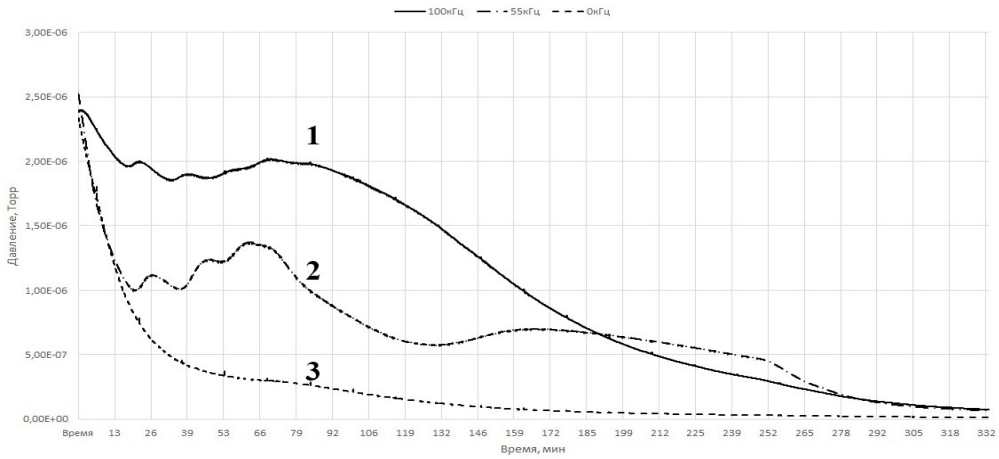


Рис.3. График зависимости изменения парциального давления воды (18 а.е.м)во время откачки при различных частотах УЗ колебаний.Кривые: 1 – 100кГц, 2 – 55кГц, 3 – без УЗ.

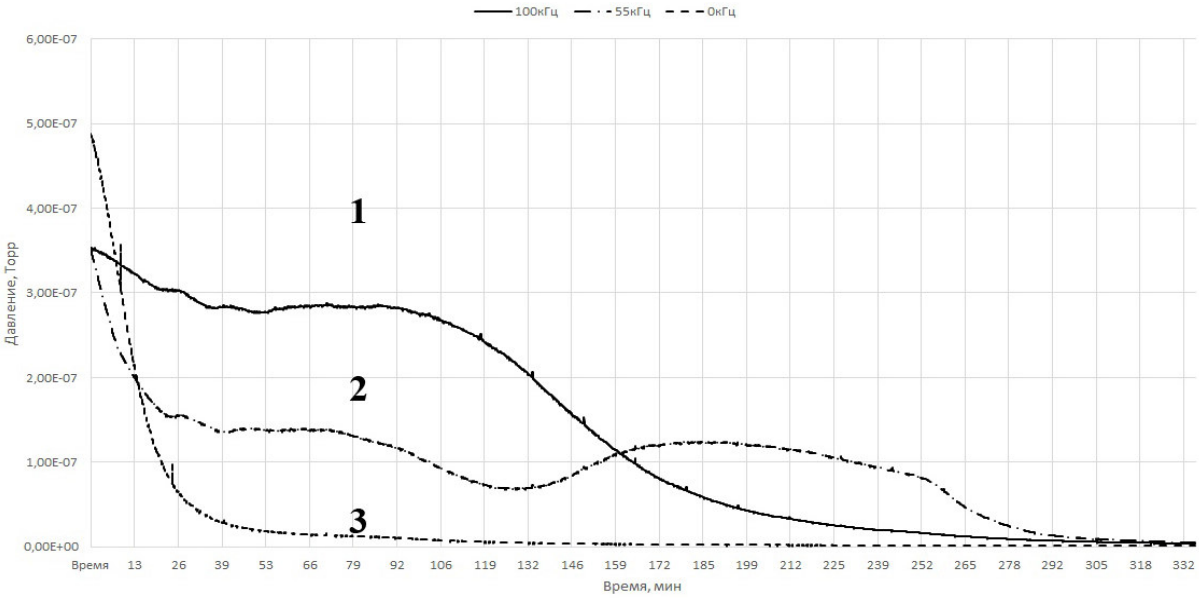


Рис.4.График зависимости изменения парциального давления водорода (2 а.е.м)во время откачки при различных частотах УЗ колебаний. Кривые: 1 – 100кГц, 2 – 55кГц, 3 – без УЗ.

Экспериментальные данные показали, что частота УЗ колебаний влияет на скорость не только общего потока, но и непосредственно на конкретные газы. На рис.4 рис.5 приведены графики изменения парциальных давлений для воды (18 а.е.м) и молекулярного водорода 2 (а.е.м) в зависимости от частоты УЗ, в данном случаенаибольшая скорость десорбции наблюдалась при частоте 100кГц – кривые 1, при этом график суммарного парциального давления Рис.5 показывает что десорбция остальных газовых компонентов наиболее активно протекала при частоте 55кГц – кривая 2. Подобное явление объясняется зависимостью скоростей диффузионно-десорбционных процессов для различных компонентов внедрения от частоты УЗ колебаний, вероятно частота 100кГц оказалась более подходящей для стимуляции десорбции воды и водорода, но менее подходящей для прочих газов.

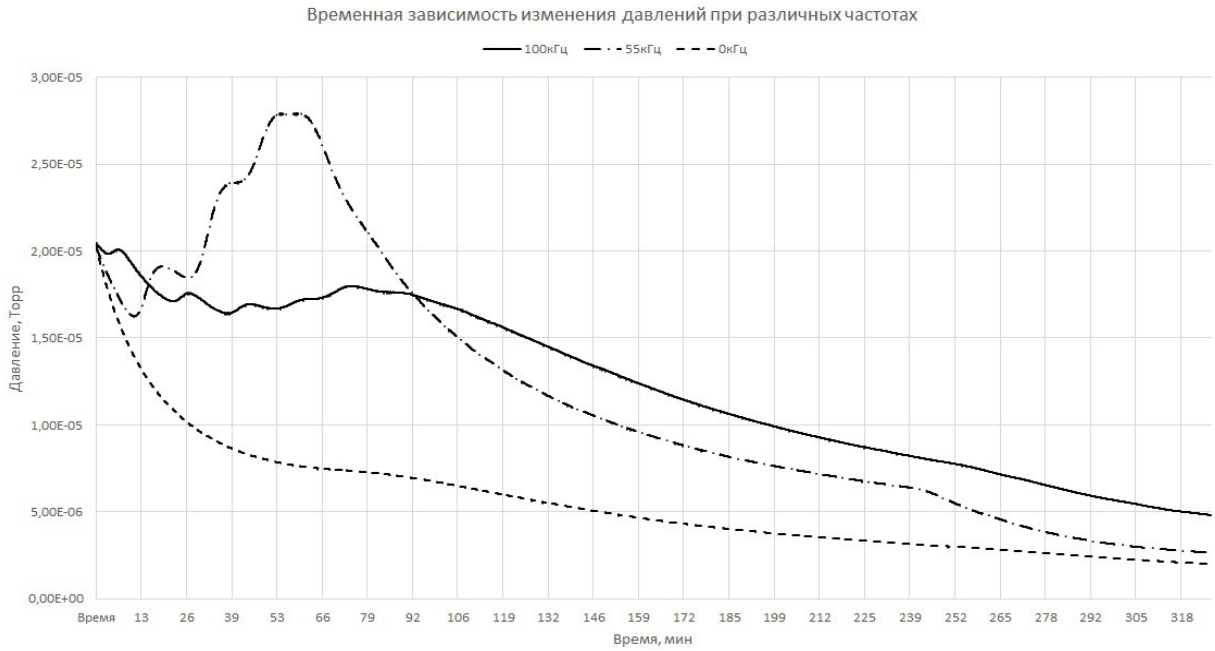


Рис.5.График зависимости изменения суммарного парциального давления во время откачки при различных частотах УЗ колебаний. Кривые: 1 – 100кГц, 2 – 55кГц, 3 – без УЗ.

Создание адаптивной технологии обезгаживания ЭВП предполагает последовательное применение нескольких частот УЗ колебаний во время откачки изделия, такая технология предполагает увеличение не только общего газового потока но и управление десорбцией и диффузией конкретных газовых компонентов, являющихся наиболее вредными для нормальной работы ЭВП. В настоящий момент основным критерием качества технологического процесса откачки ЭВП служит остаточное давление, при реализации управляемой технологии откачки к имеющемуся критерию добавится еще один – предсказуемый состав остаточной атмосферы.

Литература

1. Хоффман Д, Сингх Б, Томас ДжСправочник по вакуумной технике и технологиям 2011.Перевод с английского Ю.Л. Цвирко под редакцией В.А. Романько, С.Б. Нестерова.
2. Бекман И Н2016 Математика диффузии.189.

Флуктуация автоэмиссионного тока из углеродных волокон

Л.Н.Вин, Е.П.Шешин, З.Я.Лвин, Н.Ч.Чжо. З.Н.Аунг
Московский физико-технический институт (государственный университет)
Email-lwinnaingwin52@gmail.com

Флуктуационный ток является фактором, который ограничивает функциональные возможности практически всех радиоэлектронных устройств. Избыточный шум может быть вызван флуктуациями параметров, в нелинейных элементах. Фликерный шум имеет спектр розового шума, поэтому иногда две эти помехи считаются синонимами.

Fluctuation of field emission current from carbon fibers. L.N. Vin, E.P. Sheshin, Z.Y. Lvin, N.Ch. Chzho, Z.N. Aung. *Fluctuation current is a factor that limits the functionality of all radio electronic devices. Excess noise can be caused by parameter fluctuations, in nonlinear elements. Flicker noise has a spectrum of pink noise, so sometimes these two are considered synonymous.*

Флуктуации тока и напряжения называют электрическим шумом. Электрические цепи и электронные приборы демонстрируют большое разнообразие флуктуационных явлений. Некоторые виды электрических шумов имеют фундаментальное происхождение и присущи всем системам, другие возникают лишь при определенных условиях и/ или характерны лишь для некоторых приборов и элементов электрических цепей.

Шум может быть обусловлен как самим механизмом протекания электрического тока, так и флуктуациями других неэлектрических величин, которые преобразуются во флуктуации тока или напряжения. Причины возникновения ряда шумов до конца не выяснены. Ниже рассматриваются некоторые типичные примеры электрических флуктуаций. Там есть много шумы, которые тепловой шум, дробовой шум, избыточный шум и фликерный шум и.т.д.

Тепловой и дробовой шумы, рассматривавшиеся выше, относят к фундаментальным типам флуктуаций. Механизм их возникновения хорошо изучены, и уровень флуктуаций предсказуем. Избыточный шум широко использует понятие о флуктуациях параметров системы. Например, в силу некоторых причин могут случайным образом приизменять емкость конденсатора или сопротивление резистора, высота потенциального барьера p-n перехода полупроводникового прибора. Если к электрической цепи, содержащей такие элементы, приложить напряжение, возникнут избыточные флуктуации тока. Реальные системы часто генерируют шум, мощность которого превышает величину, ожидаемую для теплового и дробового шума. Эти добавочные флуктуации и называют избыточными шумами.

Избыточный шум может быть вызван флуктуациями параметров, в нелинейных элементах часто имеет другие зависимости мощности флуктуаций напряжения от тока. В качестве примера рассмотрим полупроводниковый диод, вольт-амперная характеристика которого описывается выражением:

$$I = I_0(\exp(\alpha U) - 1)$$

I_0 - обратный ток насыщения диода, U - напряжение на p-n переходе, α - некоторая постоянная.Реальным фактором, ограничивающим рост мощности шума на низких частотах, является конечная длительность измерения шума. В полупроводниковых усилителях зависимость типа 1/f прослежена вплоть до частот порядка 10^{-6} Гц.

Этот шум называют шумом эффекта мерцания, а также 1/f шумом. Был впервые обнаружен при исследовании дробового шума электронных ламп на низких частотах [1] и [2].

Фликерный шум был вызван колебаниями параметров радиосвязи, можно наблюдать, когда напряжение прикладывается к элементу, или пропусканием тока через него. Шум эффекта мерцания, который характеризуется его спектральной плотностью мощности, пропорционален 1, где u является параметром формы спектра. Для многих устройств параметр

формы спектра, который принимает значения вокруг блока; поэтому такой шум часто упоминается как 1/f - шум. Фликкерный шум появляется наиболее заметно на низких частотах.

Фликер-шум ограничивает чувствительность и стабильность многих электронных устройств, к которым предъявляются постоянно возрастающие требования. Это приводит к необходимости создания полупроводниковых приборов с низким уровнем шума.

Исследования фликер-шума, в том числе измерения его спектра, осуществляются в течение около 80 лет, но не показывают природу шума до конца [3]. Измерение спектра шума, который используется для получения информации о его происхождении. На данный момент, существует значительный теоретический и экспериментальный материал о физических и статических свойствах различных объектов фликер-шума, который был получен рядом исследователей: Ван дер Зил [4], [5].

Результаты работ по флуктуациям автоэмиссионного тока как в низкочастотном диапазоне с применением ЭВМ, так и в высокочастотном свидетельствуют о том, что типы флуктуационного процесса преобладают на поверхности автокатодов, является фликерным шумом с характерной зависимостью интерсивности шума W от частоты f в виде

$$w \approx \frac{1}{f}$$

Тем не менее, появились сообщения о том, что в некоторых случаях, автоэмиссионный ток углеродных материалов флуктуаций носят чисто физический характер и проявляются в виде импульсных всплесков мощности.

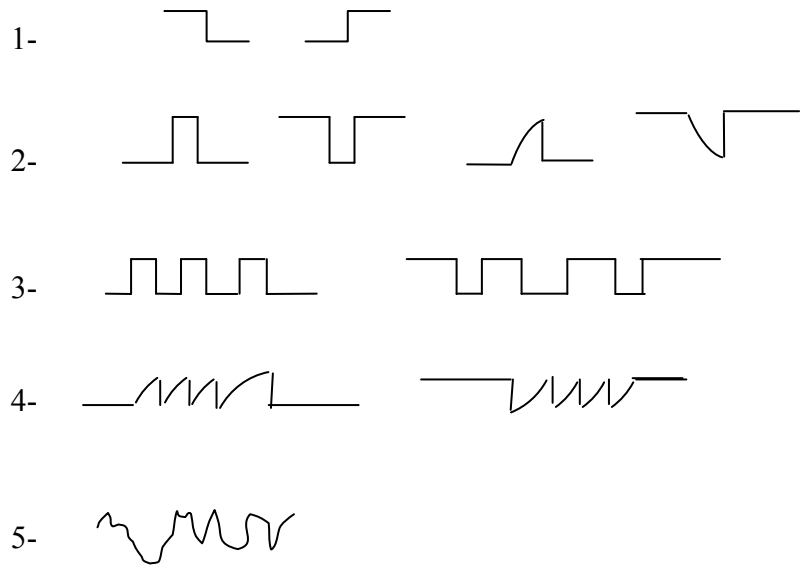


Рис. 1. Типы конфигурации флуктуаций автоэмиссионого тока; 1- скачко-образный переход тока на другой уровень; 2 – импульсное измерение величины тока;3 – импульсная генерация с постоянной амплитудой и относительно быстрым фронтом;4 – импульсная генерация с относительно медленным фронтом; 5- шумоподобный сигнал.

В процессе эксперимента проанализировано около10^4 реализации. Измерения показали, что зарегистрированые реализации на флуктуаций автоэмиссионного тока можно разделить на пять типов в соответствии с самой простой конфигурацией.

Эти помехи в воспроизведении видео, чаще всего связаны с кадровой синхронизацией, а также с чересстрочной разверткой. Однако мерцание может возникнуть и по другим причинам.

Например, при недостаточной обработке некачественного цифрового сигнала или при выводе на экран статических объектов.

Помимо этого фликкерным шумом называют шум, который возникает в электронных системах. Чаще всего он связан с постоянным током и является следствием неоднородностей в проводящей сфере. Также фликкерный шум может возникнуть из-за рекомбинации зарядов, которые формируют электрический ток.

Углерод обладает многими свойствами идеального материала, описанного выше; и в качестве намека в более ранней работе (Бейкер и др. a1 1972), а затем при поддержке работы Lea (1973), углеродное волокно представляет в первый раз, практическое поле электронной эмиссии- источник, который может работать в диапазоне давлений, найденного в коммерчески сделанных трудно вакуумных трубках.

Оригинальный разведочные работы проводили на волокна, которые были подвергнуты термообработке только при 500℃. Результаты эти были весьма много обещающими, однако, поскольку их происхождение было неизвестно, дальнейшая работа была проведена на четко определенных волокнах (Batt и др a1 1968). Эти образцы были подвергнуты термообработке до 2750℃, составили 7μм в диаметре, имели определенное сопротивление $2\times10^{-4}\Omega$ см, модуль упругости при изгибе $4.5\times10^{11}\mathrm{N}m^{-2}$, так и конечный предел прочности на разрыв $2\times10^{9}\mathrm{N}m^{-2}$ Флуктуационный ток в полевом токе - это отклонение тока от среднего значения. Эти флуктуации в основном определяются ионами бомбардовых автокатодов остаточных газов.

Современное исследование поля излучения тока флуктуации представляет большой практический интерес для развития электронных катодов. Ток автоэмиссии экспоненциально зависит от прозрачности потенциального барьера и, следовательно, сильно зависит от процессов, происходящих на поверхности катодов.

Согласно текущему методу флуктуационного анализа в электронных устройствах можно считать, что катоды, работающие в электрическом устройстве, такие как холодные катоды с электронным пучком, электронный пучок, проходящий последовательно по цепочке через ряд точек, может быть некоторое время τ, тогда оно Переходит в другую точку. Поэтому флуктуация катодного тока времени, меньшего τ, усредненная и не существенная для такого устройства, может выражать, как $q_n = \overline{I_n}\tau$,, где $\overline{I_n}$ -- среднее для времени τ тока пучка Применяется к длине целевой точки. Измерения одного и того же значения $\overline{I_n}$-от точки к точке, наоборот, имеют большое значение для стабильной работы устройства. Аналогичный эффект на катодном токе измеряется непрерывно фильтром нижних частот, таким как интегрирующий RC-контур имеет частоту 1 / τ, где τ = RC.

Если рассматривать ток автокатода как постоянный случайный статический процесс, но набор последовательно измеряемых токов в качестве значений процесса, вы можете рассчитать среднее значение тока и его дисперсию $\bar{I}$, а σ^2- среднее значение тока и Дисперсия будет зависеть от количества образцов и времени измерения точки. В нестационарном процессе ситуация еще сложнее. Колебания тока в полевых условиях анализа проводились на 5 частотах аналого-цифровой преобразователь - 10 кГц, 1 кГц, 100 кГц, 10 Гц, 1 Гц. В этом случае серии были сняты при 100 показаниях ADC более 100mcs - 1с, соответственно. В результате измеренное значение $\bar{I}$и σ следует за:

Средний текущий ток выборки $\bar{I} = \frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N} I_n$

Относительное стандартное отклонение $\sigma = \frac{1}{I}\sqrt{\frac{N}{N-1}\left(\overline{I^2} - \overline{I^2}\right)}$

Дифференциальное отклонение $\Delta = \frac{1}{I}\sqrt{\frac{N}{N-1}\sum_{n=1}^{N-1}(I_{n+1} - I_n)^2}$

Значение Δ выражается через функцию автокорреляции R (τ)

$$\Delta^2 = \frac{2}{\bar{I}^2}\big(R(0) - R(\tau)\big),$$

Где τ_1- время между двумя последовательными измерениями.

Частотная зависимость дисперсии оценки для катодов волоконных расслоений НМВ-4 была точно такой же функцией введения; Величина σ для больших и малых токов равна 0,4 и 0,7 соответственно, а переходная область движется дальше в область больших токов.

Для механизма нестабильности численной оценки он может быть использован в предложенной модели [8] взрывного квазистационарного шума. Это означает, что ток эмиссии представляет собой сумму токов N слабо взаимодействующих центров. Показано, что в этом случае дисперсионная функция независима по отношению к флуктуациям простейших членов, получается

$$\sigma^2 = \frac{1}{2N}$$

где N- среднее число излучающих центров.

Для практического использования полевых эмиссионных катодов важно не только частотно-временные, но и другие характеристики флуктуаций тока эмиссии, в частности распределение амплитуды шума.

Одним из наиболее важных вопросов, связанных с исследованием флуктуаций автоэлектронного тока и практическим использованием автокатодов, вопросявляется о стационарности процесса флуктуаций.

В случае, если необходимо установить время релаксации характеристика квазистационарного τ является процесс измерения статистического усреднения шумовых характеристик их было достаточно, чтобы провести какое-то время гораздо больше, чем τ . В частности, если оценка дисперсияшума σ приводит к тому, что с увеличением измерения времени *t*до значения $\tau\sigma$ возрастает, а при $t > \tau$ не изменяется, то мы можем говорить с квазистационарной времени дисперсия τ релаксации. Значение в этом случае может быть связано с физическими процессами на поверхности катода.

В этом разделе, исследование [6] в зависимости от $\sigma(\tau)$ для катодов полиакрилонитрильном углеродного волокна, измеренная при tна порядков – от 10^{-2} до 10^5 с и средней плотности тока 350–400А/$см^2$. Для устранения инструментальные погрешности, все измерения проводились с помощью аналого-цифрового преобразователя (с точностью до 0,1% и времени преобразования 8мкс) по командам от ЭВМ. Результаты были введены в компьютер и обрабатываются в режиме реального времени. Измерение частоты, равной 1 кГц. Рассмотрим непрерывный размер выборки от 10 до 10^8 точек (время измерения от 10 мс да 30 часов. Соотвестовенно,) производится ряд в следующей последовательности из 10 точек, затем 10^2и10^3 точек, затем $10^4, 10^5$ и10^6, и.т.д. вплоть до $10^8 - 10$ точек, то количество образцов в серии в обратном порядке и 10 точек уменьшилось. Эти примеры значений для σ в среднем более 15 образцов объемом 10 точек, 13 размер выборки 10^2, по 11– для 10^3точек и.т.д. Таким образом, общая стоимость машинного времени составила около 50 часов, в течение которых автокатод испускаемые 170-190мкА ток при напряжении на аноде 1839 ± 1В.

Экспериментальная зависимость $\sigma(\tau)$показана на рис(2). Отсюда следует, что величина дисперсии возрастает с увеличением времени, пока единицы измерения минут, а затем не изменяется с увеличением единиц временм до нескольких часов и увеличивается в диапазоне от десятков часов.

В то же время, средний ток 170-190 мА в течение времени эксперимента незначительно изменяться. Известно, что проблема неустойчивости преобладающей механизм если рассматривать тока- плотности, которые изменяют микроструктуру излучающей поверхности под действием механического поля напряжений и ионной бомбардировки[7]. Рис. 2 следует, что время релаксации для таких процессов около 2 минут. Измерение макрогеометрии катода приводит к колебаниям тока от характеристики переменной порядка десятков часов или более.

Таким образом, излучение катодов из углеродного волокна можно считать квазистационарной в диапазоне от нескольких минут до нескольких часов, в течение всего срока службы катода. Вопрос о сверхмедленных флуктуации тока (медленно десятки часов), связанных с серьезными экспериментальными трудностями, особенно с огромными затратами машинного времени, и требует дальнейшего изучения.

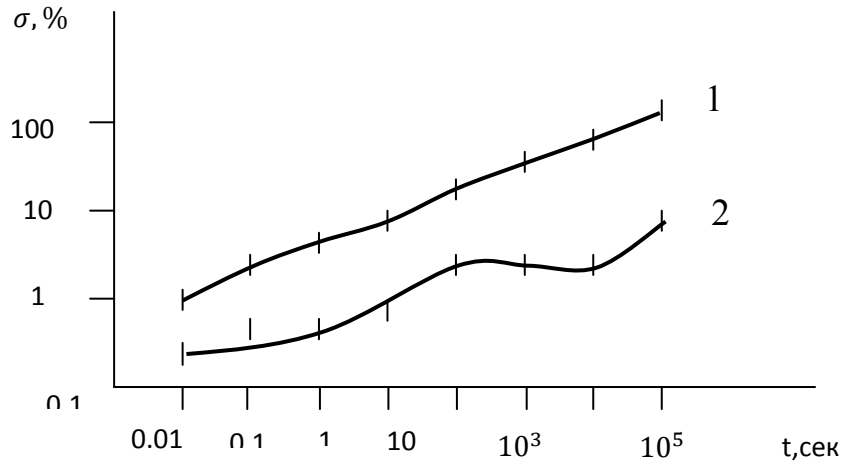


Рис. 2. Зависимость оценок дисперсии от времени измерения для автокатода из одиночного полиакрилонитрильного углеродного волокна.(1- I=0.3мкА, 2-I=180 мкА).

Литература

1. Johnson, J.B. The schottkyeffect in low frequency circuits /J.B. Johnson//Phys. Rev. 1925.Vol.26- № 71.
2. Малахов, А. Н. Флуктуации в автоколебательных системах / А.Н. Малохов .М; наука, 1968.
3. Малахов , А.Н. К вопросу о спектре фликкер-шума/А.Н.Малахов // Радиотехника и электроника .1959. –Т.4 .-№1.-с 54.
4. Van Der Ziel, A. On the noise spectra of semiconductor noise and of flicker effect / A, Van Der Ziel // Physica.1950. –vol.16.-№ 8.-P .359-372/
5. Ван Дер Зил, А. Единое представление шумов типа 1/f в электронных приборах : фундаментальноые источники /А. Ван Дер Зил// Пер. С англ.-ТИИЭР.1988.-Т.76.-№ 3. – с.5–34.
6. Бахтизин Р.З., Гоц С. С. Взрывной шум в автоэмиссионных приборах // Радиотехника и электроника.– 1981. –Т.XXYI.–№ 11.– С.2390–2397.
7. Романов А.Д., Кириллов В. П., Тишин Е.А. Взрывной шум автоэмиссионного тока // Труды МФТИ; Сер. Радиотехника и электроника , 1975.–№ 10.– С .139–141.
8. Шешин Е. П. Структура поверхности и автоэмиссиионные свойства углеродных материалов.– М: Издательство МФТИ, 2001.– 288с .

Комплексная методика контроля качества материалов катодов СВЧ приборов

В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
Москва, МИРЭА, пр. Вернадского, 78
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Предложена комплексная методика контроля качества катодов, позволяющая определять форму, средние размеры и толщину центров термоэмиссии на поверхности катодов, среднее расстояние между центрами термоэмиссии, степень активирования центров термоэмиссии. В основе методики лежит комплексная математическая обработка вольт - амперных характеристик термоэмиссионного тока с поверхности катода.

The Complex Method of the Microwave Devices Cathode Materials Quality Control. V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V.Shumanov, S.O.Moskalenko. *The suggested complex method of the cathodes quality control allows to measure as the form, the middle dimensions and the thickness of the electron emission centers on the cathode surface as the middle dimension between the electron emission centers and the degree of cathode emission activity. The suggested method is based on the mathematical processing of the electron emission volt-ampere dependences.*

Материалы катодов СВЧ ЭВП представляют собой металлооксидные композиции, различающиеся составом металлической и оксидной фаз и технологией изготовления. Во всех типах катодов эмиссионно-активный компонент катода – кристаллиты BaO – выделяется на этапе активирования катода в результате термического разложения тройного карбоната или алюмината при прогреве катода в вакууме,а материал металлической матрицы является как катализатором разложения исходного карбоната или алюмината, так и инициатором формирования в образующихся кристаллитах BaO кислородных вакансий, определяющих эмиссионные свойства кристаллитов [1]. Взаимодействие металлической и карбонатно-алюминатной фаз протекает по их границам, что и определяет природу эмиссионной неоднородности поверхности катодов, параметрами которой являются форма и средний размер кристаллитов BaO, среднее расстояние между ними, степень их термоэмиссионной активности. В настоящее время используется несколько методов исследования эмиссионной неоднородности катодных материалов. Применение эмиссионного микроскопа позволяет регистрировать изменение плотности центров термоэмиссии с температурой катода [2], однако разрешающая способность микроскопа недостаточна для определения среднего размера активных центров термоэмиссии. Наиболее популярным является метод Мирама[3], в основе которого лежит эмпирически установленная корреляция между формой и положением кривой «работа выхода – плотность тока термоэмиссии» и характером неоднородности термоэмиссии катода. Другим критерием оценки качества катодного материала является определение температурного коэффициента работы выхода, причем экспериментально установлено, что однородно активированные катоды имеют низкое значение данной величины [4].

Данная статья посвящена разработке на примере металлопористого катода комплексной методики контроля качества катодных материалов, позволяющей определять форму и средние размеры центров термоэмиссии на поверхности катодов, среднее расстояние между центрами термоэмиссии, степень активирования центров термоэмиссии, относительную площадь эмиссионно-активной поверхности катодов и значения эффективной и истинной работы выхода кристаллитов BaO.

На рис. 1а приведена структура поверхности металлопористого катода (МПК), который получают пропиткой пористой вольфрамовой губки с пористостью 25-28 % алюминатом бария-кальция при температуре 1950 ^{0}C в среде водорода [5].

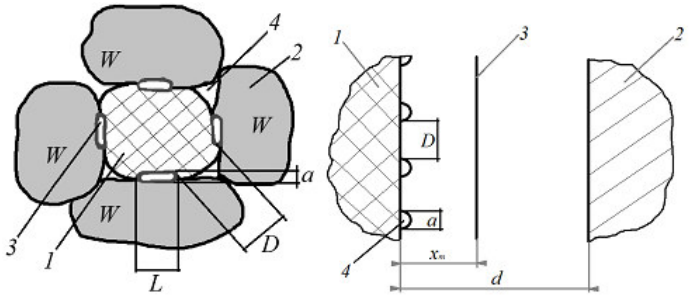


Рис. 1. Структура поверхности МПК (а) и схема, иллюстрирующаяизменение ВАХ (б)

*На рис. 1а обозначено: 1 – зерна алюмината, 2 – зерна вольфрама, 3 – зерна кристаллитов BaO, 4 – поры,**D** - среднее расстояние между кристаллитами BaO. Форму кристаллитов BaO в местах контакта фаз 1 и 2 в МПК модно представить в виде цилиндров диаметром**a** и длиной **L**.*

Для области насыщения термоэлектронная эмиссия с кристаллитов BaO составит [6]

$$I = S^* A_0 T^2 \exp\left[-\frac{\varphi^* - e\left(\frac{e(\varepsilon+1)K_1}{4\pi\varepsilon_0(\varepsilon-1)}\right)^{1/2} E^{1/2}}{kT}\right], \quad (1)$$

где S^* – площадь центров термоэмиссии, k – постоянная Больцмана, T - температура, e – заряд электрона, φ^* - истинная работы выхода кристаллитов оксида бария, ε_0 – диэлектрическая постоянная, ε – высокочастотная диэлектрическая проницаемость оксида бария, E – напряженность электрического поля в зазоре катод – анод, K_1 – константа, характеризующая усиление электрического поля у поверхности цилиндрических кристаллитов оксида бария, A_0 – постоянная Ричардсона. Для модели цилиндрических центров термоэмиссии S^* равна

$$S^* \approx S\frac{\gamma naL}{(D+a)^2}, \quad (2)$$

где n – число центров термоэмиссии в квадрате со стороной D, γ – относительная площадь поверхности катода, занятая алюминатной фазой. Для цилиндрических центров термоэмиссии константа $K_1 = 2d/a\ln\left(2d/a\right)$, анапряженность поля E^* будет равна [6]

$$E^* = \frac{2U}{a\ln\left(\frac{2d}{a}\right)} = \frac{2d}{a\ln\left(\frac{2d}{a}\right)}\frac{U}{d} = K_1 E \ . \quad (3)$$

Логарифмируя соотношение (1), получим, что в области насыщения тока термоэмиссии вольт - амперная характеристика при фиксированной температуре будет иметь вид

$$\ln I = \ln\left(S^* A_0 T^2\right) - \frac{\varphi^*}{kT} + \left[\frac{e}{kT}\left(\frac{e(\varepsilon+1)K_1}{4\pi\varepsilon_0(\varepsilon-1)}\right)^{1/2}\right] E^{1/2} \quad (4)$$

В соотношении (4) константа K_1 сильно зависит от геометрических параметров кристаллитов оксида бария, при этом первое слагаемое в правой части (4) зависит от них логарифмически. Поэтому тангенс угла наклона линейной части вольт – амперной характеристики будет равен выражению в квадратных скобках в правой части соотношения (4), из которого может быть найден коэффициент усиления поля K_1, по которому из (3) можно определить средний размер кристаллитов оксида бария, с которых имеет место максимум термоэмиссии.

Для области ограничения тока пространственным зарядом вольт – амперная характеристика зазора катод – анод описывается известным законом «трех – вторых» [6]. Рис.

1б иллюстрирует изменение характера вольт – амперной характеристики (ВАХ) при изменении величины напряжения в зазоре катод-анод. На рис. 1б обозначено: 1 – катод, 2 – анод, 3 – плоскость минимума потенциала, x_m – расстояние от катода до плоскости минимума потенциала U_m в зазоре катод – анод, параметры аи Dсоответствуют рис.1а. При этом с увеличением напряжения U плоскость минимума потенциала сдвигается влево в сторону катода.

Если расстояние x_m будет больше или равно расстоянию между эмиттирующими частями кристаллитов оксида бария D, то термоэмиссия с катода будет регистрироваться как с квазиоднородного катода в режиме «плоского диода». В этом случае вольт – амперная характеристика будет иметь вид [6], где K_2 – константа

$$I = K_2 \frac{(U - U_m)^{3/2}}{(d - x_m)^2}, \tag{5}$$

Если расстояние x_m будет меньше расстояния D, то термоэмиссия с катода будет регистрироваться, как с набора независимых кристаллитов, каждый из которых работает в режиме цилиндрического диода. В этом случае вольт – амперная характеристика будет иметь вид [6]

$$I = K_3 \frac{(U - U_m)^{3/2}}{d\beta^2\left(d/a\right)}, \tag{6}$$

где K_3 – константа, β – функция отношения d/a. С увеличением величины U от нулевого значения на ВАХ в области ограничения тока пространственным зарядом появится излом, положение которого на шкале напряжений позволяет определить среднее расстояние Dмежду кристаллитами BaO. Для МПК области термоэмиссии являются квазиплоскими образованиями – шириной a и длиной L, поэтому при дальнейшем увеличении напряжения на ВАХ появится второй излом.

В соответствии с [7] для плоского диода зависимость потенциала U от координаты x в зазоре катод-анод может быть выражена в виде универсальной функции η(ξ) с безразмерными переменными η и ξ, где C – постоянная

$$\eta = \frac{e}{kT}(U - U_m),\ \xi = C(x - x_m), C = 4\left(\frac{\pi}{2k}\right)^{3/4} m^{1/4} e^{1/2} T^{-3/4} j^{1/2}, \tag{7}$$

В соотношения (7) e – заряд электрона, m - масса электрона, j – плотность тока насыщения термоэмиссии $j = I/S$. При этом в режиме работы «плоского диода» площадь S равна общей площади эмитирующей поверхности катода. Поэтому по величинеx_m в точке излома вольт – амперной можно определить среднего расстояния между кристаллитами BaO в соответствии с [7].

На рис. 2а в качестве примера приведен участок ВАХ для области ограничения тока пространственным зарядом для МПК при температуре 780 ^{0}C. На кривой рис. 2а выделяются три участка, экстраполируемые прямыми 1, 2 и 3, при этом перпендикуляры 4 и 5 позволяют определить значения напряжения катод-анод, при которых наблюдаются изломы экспериментальной кривой. Перпендикуляр, обозначенный цифрой 6, отмечает значение напряжения, выше которого кривая переходит в область тока насыщения.

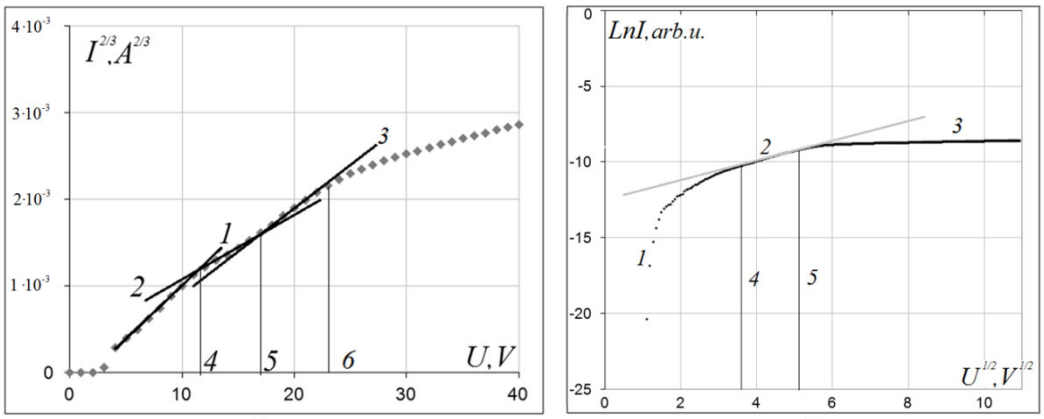


Рис. 2. Пример ВАХ дляМПК для области ограничения тока пространственным зарядом (а) и области тока насыщения (b) при Т = 780 ^{0}С.

На рис. 2б приведен участок ВАХ для области тока насыщения термоэмиссии при температуре 780 ^{0}С, где 1 – экспериментальны зависимость, 2 – экстраполирующая прямая линейного участка кривой 1, позволяющая определить величину тока насыщения при нулевом поле в зазоре катод-анод, а также наклон линейного участка кривой 1. Перпендикуляр 4 на рис. 2б соответствует перпендикуляру 6 на рис. 2а, а перпендикуляр 5 на рис. 2б – началу участка 3, на котором наблюдается отклонения от закона Шоттки при увеличении напряжения.

На рис. 3а приведены экспериментальные зависимости параметров a, L и D от температуры для МПК. На рисунке обозначены зависимости: параметр a – 1, параметр D - 2, параметр L – 3. На рис. 3б приведены температурные зависимости площади поверхности S^{**}кристаллитов BaO, с поверхности которых имеет место максимум термоэмиссии. При этом величина S^{**} равна

$$S^{**} = S^*/\gamma S, \tag{8}$$

выражена в процентах, а параметр S^* берется из соотношения (2) для цилиндрических центров термоэмиссии. При этом параметр n для простоты принят равным единице, а параметр γ = 0,29 для МПК. Для МПК параметры L и D слабо зависят от температуры, в то время как параметр**а** с ростом температуры уменьшается примерно в семь раз. Это связано с тем, что вольфрам является эффективным активатором кристаллитов BaO в смысле генерации в них кислородных вакансий.

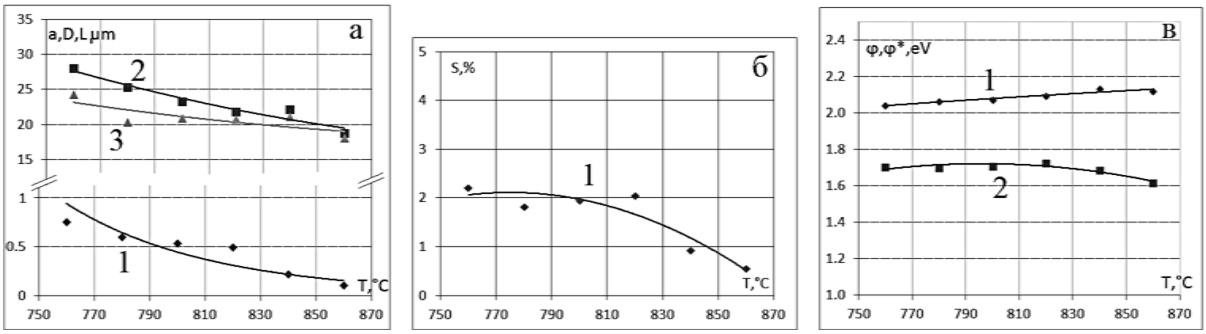


Рис. 3. Параметры неоднородности эмиссионной поверхности импрегнированного катода: а – параметры a, D и L, б - параметр S^{**}, в – параметры φ и φ^*.

Величина работы выхода «по полному току» может быть определена с использованием известного выражения [6]

$$\varphi^* = kTln\left[\frac{S^*A_0T^2}{I_{sut}}\right], \tag{9}$$

где ток I_{sut} – величина тока насыщения, определяемого экстраполяцией прямой 2 на рис. 2б к значению U=0. На рис. 3в приведены экспериментальные температурные зависимости эффективного значения 1 работы выхода катодных материалов φ без учета неоднородности

катода, то есть при условии $S^* = S$ в соотношении (9). На этом же рисунке приведены истинные значения 2 работы выхода φ^* катодных материалов, рассчитанные с использованием соотношения (9) и результатов, приведенных на рис. 3б. При определении эффективной эмиттирующей поверхности нами было принято n=1. Если же n>1, то систематическая погрешность определения параметра φ^* для n = 2 – 4 составит

$$\Delta\varphi^* = kT\ ln(n) \approx 0.05 - 0.10\ eV \quad . \qquad (10)$$

На рис. 4 приведены рассчитанные зависимости работы выхода BaO от концентрации кислородных вакансий. Расчеты проведены в соответствии с моделью работы[1], но со скорректированными значениями параметров электронной структуры BaO. Кривые соответствуют температуре, К: 1 – 400, 2 – 500, 3 – 700, 4 – 800, 5 – 900, 6 – 1000, 7 – 1100, 8 – 1200, 9 – 1300, 10 – 1400, 11 – 1500, 12 – 1600.

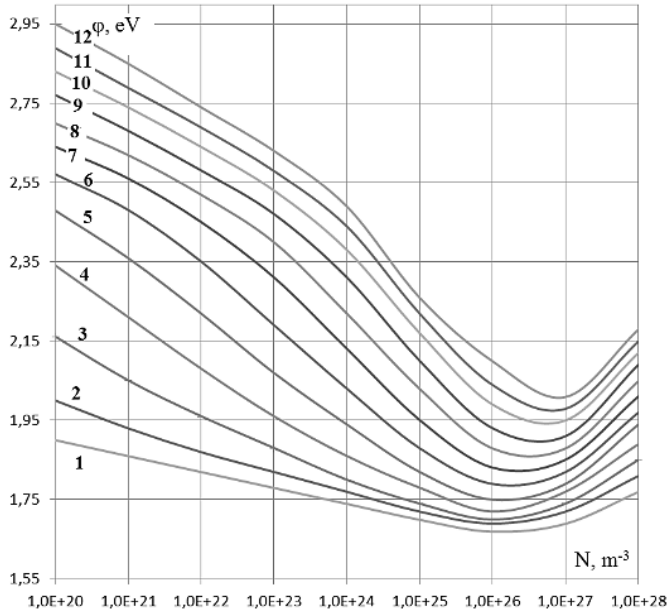


Рис. 4. Расчетные температурные зависимости работы выхода BaO.

На рис. 5 приведены расчетные температурные зависимости работы выхода BaO при концентрации кислородных вакансий, $м^{-3}$: 1 – 10^{20}, 2 – 10^{21}, 3 – 10^{22}, 4 – 10^{23}, 5 – 10^{24}, 6 – 10^{25}, 7 – 10^{26},8 – 10^{27}, 9 – 10^{28}. Сравнение кривых на рис. 4 и 5 показывает, что минимум работы выхода кристаллитов BaO имеет место при концентрации кислородных вакансий в интервале 10^{26} – 10^{27} $м^{-3}$, при этом и температурный коэффициент работы выхода в данном интервале имеет минимальные значений, что соответствует представлениям работы [4]. Оптимальным интервалом для измерения температурного коэффициента является интервал 700-900 К, в котором температурный коэффициент наиболее значительно изменяется при изменении концентрации кислородных вакансий, то есть степени активирования катодного материала.

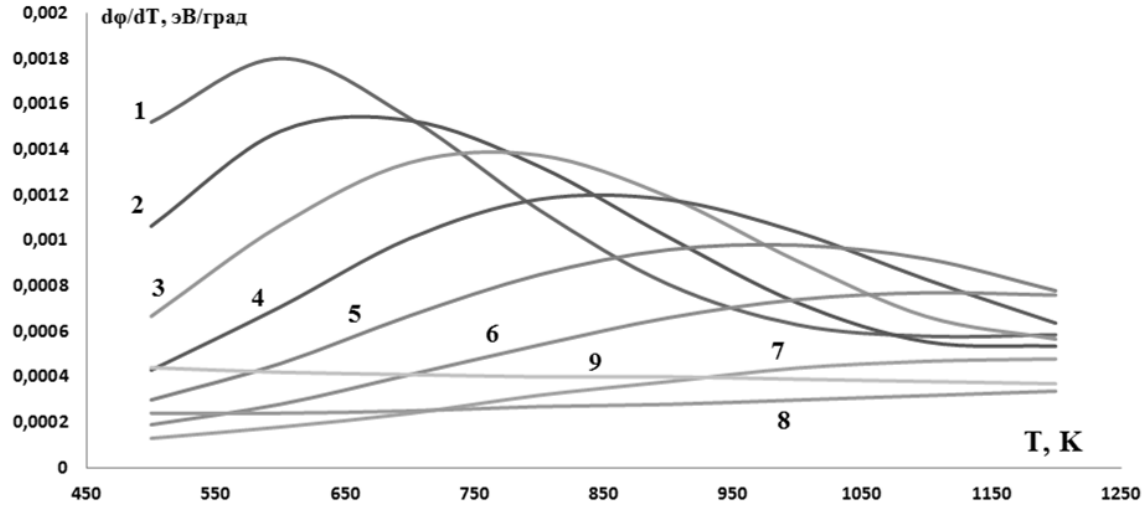


Рис. 5. Расчетные температурные зависимости температурного коэффициента работы выхода BaO.

Таким образом, по результатам теоретических и экспериментальных исследований предложена комплексная методика контроля качества катодов, позволяющая определять форму, средние размеры и толщину центров термоэмиссии на поверхности катодов, среднее расстояние между центрами термоэмиссии, степень активирования центров термоэмиссии. В основе методики лежит комплексная математическая обработка вольт - амперных характеристик термоэмиссионного тока с поверхности катода.

Литература

1. Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидсодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.
2. Brodie I., Vancil B.The Nature of the Emitting Surface of Scandate Cathodes // IEEE IVEC 2014 Book of Abstracts. p.p. 53-54.
3. Wang Y., Wang J., Liu W., Liang W., Yang F. Recent progress on nanosized-scandia-doped dispenser cathodes // IEEE IVEC 2014 Book of Abstracts. p.p. 51-52.
4. Никонов Б.П. Оксидный катод. М.: Энергия, 1979. - 240 с.
5. Капустин В.И.,Ли И.П.,Шуманов А.В. Новый метод определения параметров неоднородности термоэмиссии материалов катодов СВЧ приборов // ЖТФ, 2018, том 88, вып. 3, с.472-478.
6. Добрецов Л.Н., Гомоюнова М.В. Эмиссионная электроника. М.: Наука. 1966. - 564 с.
7. Царев Б.М. Расчет и конструирование электронных ламп. М.: Энергоиздат. 1961. - 235 с.

Физический механизм отклонения термоэмиссии катодов от закона Шоттки

[*]В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
[*]Москва, Московский технологический университет (МИРЭА), пр. Вернадского, 78
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Отклонение вольт - амперных характеристик материалов катодов СВЧ приборов от закона Шоттки обусловлено проявлением дрейфа и диффузии кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария, являющихся эмиссионно-активным компонентом катодных материалов. Обработка экспериментальных зависимостей с использованием предложенного математического аппарата позволяет определить толщину кристаллитов оксида бария и коэффициент диффузии кислородных вакансий.

The Physical Mechanism of the Deviation of Cathode Thermoionic Emission from the Schottky Low. V.I. Kapustin, I.P. Li, A.V. Shumanov. *The deviation of the I-V characteristics of cathode materials in microwave devices from the Schottky law is caused by the occurrence of drift and diffusion of oxygen vacancies in barium-oxide crystallites, which are emission-active components of the cathode materials. The processing of experimental dependences using the proposed mathematical tools makes it possible to determine the barium-oxide-crystallite thickness and diffusivity of oxygen vacancies.*

Начиная с 1979 года [1], в литературе имеется множество публикаций по свойствам «скандатных» катодов – импрегнированных катодов СВЧ приборов, содержащих дополнительно к основным компонентам скандий в виде оксида скандия, гидрида скандия, интерметаллидов скандия и т.д. Плотность тока таких катодов достигает 400 A/cm^2 [1], что существенно превышает плотность тока импрегнированных катодов - 15-20 A/cm^2. Однако проблема создания промышленных образцов «скандатных» катодов столкнулась с трудностью корректного измерения эмиссионных свойств катодов, в частности, величины работы выхода катодным материалов, а также с проблемой спада тока термоэмиссии катодов.

Начальный участок вольт – амперных характеристик катодов описывается известным законом «трех – вторых»

$$I = \beta U^{3/2}, \quad (1)$$

где I – плотность тока катода, U – напряжение катод – анод, β – константа, называемая первеансом электронного пучка и зависящая от геометрии электронной пушки. Для области насыщения тока термоэмиссии величину плотности тока можно представить в виде

$$I = A_0 T^2 exp\left[-\frac{\varphi - e\left(\frac{eK_1E}{4\pi\varepsilon_0}\right)^{1/2}}{kT}\right], \quad (2)$$

где k – постоянная Больцмана, T - температура, e – заряд электрона, φ - работа выхода материала, ε_0 – диэлектрическая постоянная, E – напряженность поля в зазоре катод – анод, K_1 – константа, характеризующая усиление электрического поля у поверхности из-за возможной кривизны поверхности, A_0 – постоянная Ричардсона. Зависимость плотности тока термоэмиссии от напряженности электрического поля и называют законом Шоттки.

На рис. 1 приведена вольт-амперная характеристика импрегнированного катода, выполненного из вольфрамовой губки с пористостью 28%, пропитанной алюминатом состава $2{,}5BaO{\cdot}0{,}4CaO{\cdot}Al_2O_3$, в координатах lnI – $U^{1/2}$. Катод активировали в течение 1 часа при температуре 1150 ^{0}C, температура измерения – 780 ^{0}C. Шаг по напряжению составлял 1 V.

Область 1 в координатах $I^{2/3}$ – U описывается уравнением (1) и имеет вид прямой с тангенсом угла наклона $\beta^{2/3}$. Область 2 описывается уравнением (2), при этом экстраполяция его к напряжению U = 0 V дает значение тока насыщения термоэмиссии, а наклон экстраполирующей прямой позволяет определить параметр K_1 из уравнения (2). Область 3 и

есть область отклонения тока термоэмиссии от закона Шоттки, при этом положение отрезков 4 и 5, отмечающих напряжения перехода из областей 1 в 2 и из 2 в 3 соответственно, зависят от морфологии кристаллитов оксида бария, выделяющихся из алюминатов на этапе активирования катода (отрезок 4) и от режимов активирования и измерений (отрезок 5). При этом характер участка 3 зависит от скорости изменения напряжения U при измерениях. При измерениях с шагом более 10 V выделение участка 2 затруднено, поэтому в ряде работ были предложены косвенные методы определения величины тока насыщения катода. Например, по отклонению экспериментальной кривой на 10% от кривой 6, как показано стрелкой 7, причем кривая 6 является экстраполяцией кривой 1 в область более высоких напряжений [1]. Или по пересечению (точка 9) экспериментальной кривой с кривой 7, которая в координатах $I^{2/3}$ – U имеет тангенс угла наклона, составляющий 0.73 от тангенса угла наклона кривой 1 [1].

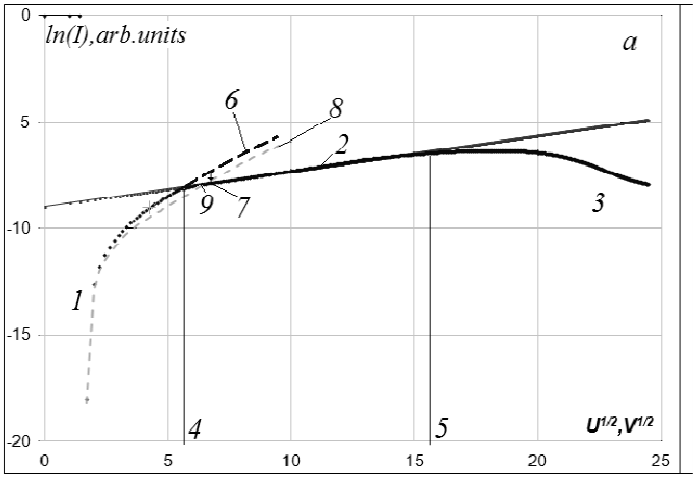


Рис. 1. Вольт – амперная характеристика импрегнированного катода.

Отклонение вольт – амперной характеристики в области 3 от закона Шоттки связано с перераспределение кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария в результате диффузии и дрейфа кислородных вакансий в соответствии со схемой, приведенной на рис. 2. На рис. 2 обозначено: 1 – анод, 2 – металлическая фаза катода, 3 – кристаллит оксида бария толщиной l, d – расстояние катод – анод, U – приложенное напряжение, E – напряженность электрического поля в кристаллите оксида бария, V – кислородная вакансия. Отметим, что реальному дрейфу ионов кислорода в направлении (-x) в соответствии с полярностью приложенного напряжения и соответствует дрейф кислородных вакансий в направлении (+x).

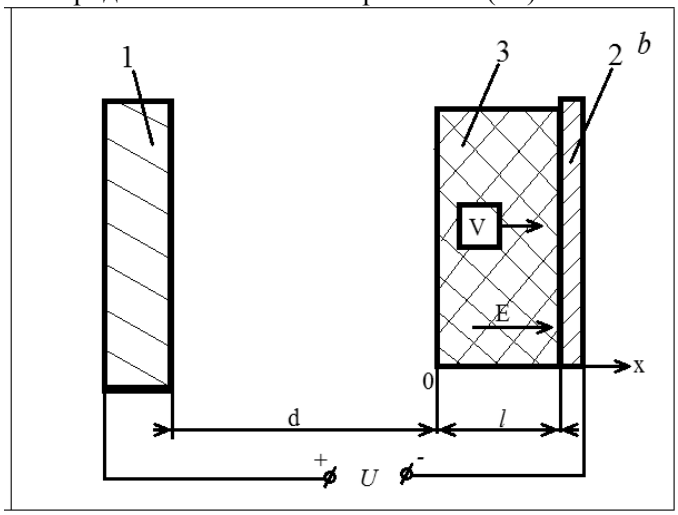


Рис. 2. Схема дрейфа и диффузии кислородных вакансий в оксиде бария.

Для схемы рис. 2 уравнение диффузии кислородных вакансий с концентрацией $N_V(x;t)$ имеет вид

$$\frac{\partial N_V}{\partial t} = D\left[\frac{\partial^2 N_V}{\partial x^2} - \alpha\frac{\partial N_V}{\partial x}\right], \qquad (3)$$

причем начальные и граничные условия будут

$$N_V(x;t=0) = N_{V0} \;\; ; \quad \left(\frac{\partial N_V}{\partial x} - \alpha N_V\right)_{x=0;l} = 0\,. \qquad (4)$$

С учетом соотношения Эйнштейна для коэффициентов диффузии и дрейфовой подвижности, параметр α можно представить в виде

$$\alpha = \frac{\mu E}{D} = \frac{qE}{kT} = \frac{qUK_1}{d\varepsilon kT}\,. \qquad (5)$$

В соотношениях (3) – (5) обозначено: N_V – концентрация кислородных вакансий, N_{V0} – начальная концентрация вакансий, D – коэффициент диффузии, k – постоянная Больцмана, T – температура, μ – дрейфовая подвижность вакансий, ε – диэлектрическая проницаемость оксида бария, q – эффективный заряд кислородной вакансии.

Решением уравнения (3) с граничными и начальными условиями (4) будет

$$N_V = f(x) + exp\left[\frac{\alpha x}{2} - \frac{\alpha^2 Dt}{4}\right]\left\{B_0 + \sum_{n=1}^{\infty} exp\left[-\frac{\pi^2 n^2 Dt}{l^2}\right]\left[A_n \sin\left(\frac{\pi n x}{l}\right) + B_n \cos\left(\frac{\pi n x}{l}\right)\right]\right\}, \qquad (6)$$

где обозначено

$$f(x) = \frac{\alpha l N_{VO}}{exp(\alpha l)-1}\,exp(\alpha x), \qquad (7)$$

$$B_0 = \frac{2N_{VO}}{\alpha l}\sinh\left(\frac{\alpha l}{2}\right)\left[1 - \frac{\alpha l}{exp(\alpha l)-1}\right], \qquad (8)$$

$$A_n = N_{VO}\frac{(-1)^n\frac{2}{\pi n}\sinh\left(\frac{\alpha l}{2}\right)}{\left(1+\frac{\alpha^2 l^2}{4\pi^2 n^2}\right)}\left[1 + \frac{\alpha l}{exp(\alpha l)-1}\right], \qquad (9)$$

$$B_n = N_{VO}\frac{(-1)^n\frac{\alpha l}{\pi^2 n^2}\sinh\left(\frac{\alpha l}{2}\right)}{\left(1+\frac{\alpha^2 l^2}{4\pi^2 n^2}\right)}\left[1 - \frac{\alpha l}{exp(\alpha l)-1}\right] \quad . \qquad (10)$$

Для области 3 на рис. 1а, как будет показано ниже, параметр $\alpha l \gg 1$, поэтому для x=0, логарифмируя уравнение (6), имеем

$$ln\left(\frac{N_V(t)}{N_{VO}}\right) = -\frac{\alpha^2 Dt}{4} + ln\left(\frac{B_0}{N_{VO}}\right) + ln\left[1 + \sum_{n=1}^{\infty}\left(\frac{B_n}{B_0}\right)exp\left(-\frac{\pi^2 n^2 Dt}{l^2}\right)\right]. \qquad (11)$$

В соответствии с работами [2-3], зависимость плотности тока насыщения с поверхности кристаллитов оксида бария от концентрации кислородных вакансий можно представить в виде приближенного аналитического выражения

$$I = A_0 T^2\frac{\varepsilon\varepsilon_0 kTN_V exp\left[-\frac{\Delta E_V+\chi-2(E_4-E_1)}{kT}\right]}{q^2 N_{SO}^2\left[1+\frac{aN_V}{N_{SO}}exp\left(-\frac{E_2-E_4}{kT}\right)\right]^2} \quad . \qquad (12)$$

В соотношении (12) учтено влияние кислородных вакансий на положение уровня Ферми в объеме оксида бария, искривление энергетических зон у поверхности оксида и связь между концентрациями кислородных вакансий в объеме и на поверхности оксида. В соотношении (12) обозначено: χ – электронное сродство оксида бария, ΔE_V – глубина уровня кислородных вакансий относительно дна зоны проводимости, N_{SO} – поверхностная плотность атомов в оксиде, a – параметр кристаллической решетки оксида, E_1 – энергия активации перехода атома кислорода из объема оксида в первый монослой, E_2 – энергия активации обратного перехода, E_4 – энергия активации перехода атома кислорода из первого монослоя в адсорбированное состояние. При этом максимум плотности тока термоэмиссии достигается при концентрации вакансий, равной

$$N_{V,max.} = \frac{N_{SO}}{a}exp\left(-\frac{E_4-E_2}{kT}\right) \quad . \qquad (13)$$

На рис. 3 приведена экспериментальная зависимость спада тока термоэмиссии импрегнированного катода при температуре 840 ^{0}C и напряжении U = 600 V, а на рис. 4 – та же зависимость, но в координатах $ln(I/I_0) - t$.Из соотношения (12) следует, что при $N_V < N_{V,max.}$ при уменьшении концентрации кислородных вакансий плотность тока термоэмиссии изменяется прямо пропорционально концентрации кислородных вакансий. На графике рис. 3

выделяется пять прямолинейных участков, тангенсы углов наклона которых вытекают из уравнения (11), и их выражения и значения приведены в таблице.

Обработка полученных результатов позволила определить значения параметров, фигурирующих в уравнении (3) и характеризующих кислородные вакансии в кристаллитах оксида бария импрегнированного катода. В частности, $К_1 = 52$; $\alpha l = 181; \alpha = 1.16{\cdot}10^{8}, m^{-1}$; $l = 1.56\, mkm$; $D = 1.65{\cdot}10^{-17}, m^2/s$; $\mu = 1.72{\cdot}10^{-16}, m^2/V{\cdot}s$. Значение параметра q для импрегнированного катода (оксид бария, легированный алюминием) взято из работы [4].

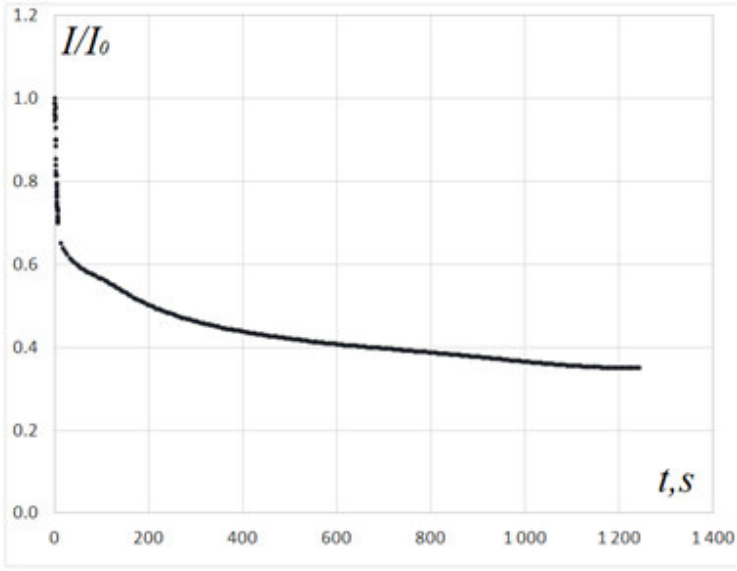


Рис. 3. Экспериментальная кривая спада тока термоэмиссии импрегнированного катода.

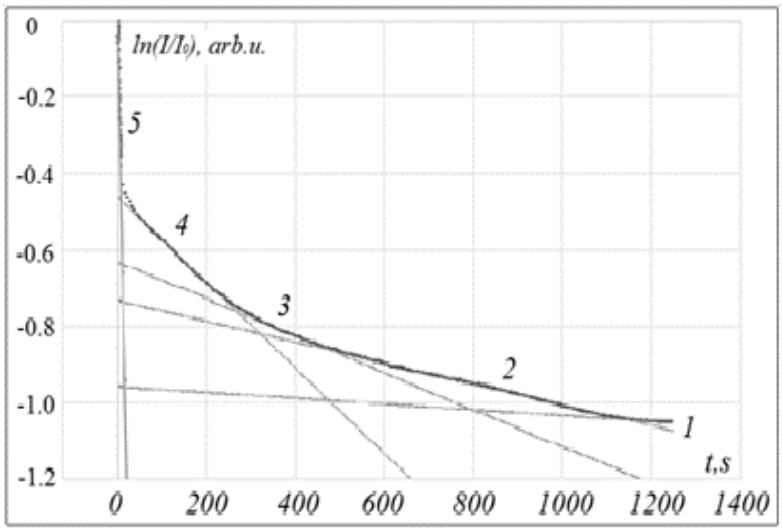


Рис. 4. Экспериментальная кривая спада тока термоэмиссиив координатах $ln(I/I_0) - t$.

Тангенсы углов наклона прямолинейных участков кривой рис.3

Тангенс угла наклона	Номер линейного участка				
	1	2	3	4	5
Выражение	$-\frac{\pi^2 D}{l^2}$	$-\frac{4\pi^2 D}{l^2}$	$-\frac{9\pi^2 D}{l^2}$	$-\frac{16\pi^2 D}{l^2}$	$-\frac{\alpha^2 D}{4}$
Значение, s^{-1}	$-7{,}57{\cdot}10^{-5}$	$-2{,}75{\cdot}10^{-4}$	$-4{,}83{\cdot}10^{-4}$	$-1{,}12{\cdot}10^{-3}$	$-5{,}58{\cdot}10^{-2}$

На рис. 5 приведены рассчитанные в соответствии с уравнением (12) и приведенные ранее в работе [2] зависимость плотности тока термоэмиссии оксида бария от концентрации кислородных вакансий при температуре: 1 – 600 К, 2 – 800 К, 3 – 1000 К, 4 – 1200 К, 5 – 1200 К. На этом же рисунке приведены схемы изменения концентрации кислородных вакансий в приповерхностной области оксида бария при подаче напряжения U при различных начальных условиях активирования катода. Точки a и d – состояния после активирования катода до различных значений концентрации кислородных вакансий, точки b и e – состояния в начале измерения спада тока, линии b-c и e-f – пути изменения концентрации вакансий в процессе измерения спада тока термоэмиссии. Отметим, что на пути e-f ток термоэмиссии сначала возрастает, а затем уменьшается, что действительно наблюдается экспериментально. Схема рис. 5 иллюстрирует, что для достоверного измерения коэффициента диффузии кислородных вакансий и их подвижности, а также толщины оксидного слоя требуется корректное соблюдение начальных условий измерений.

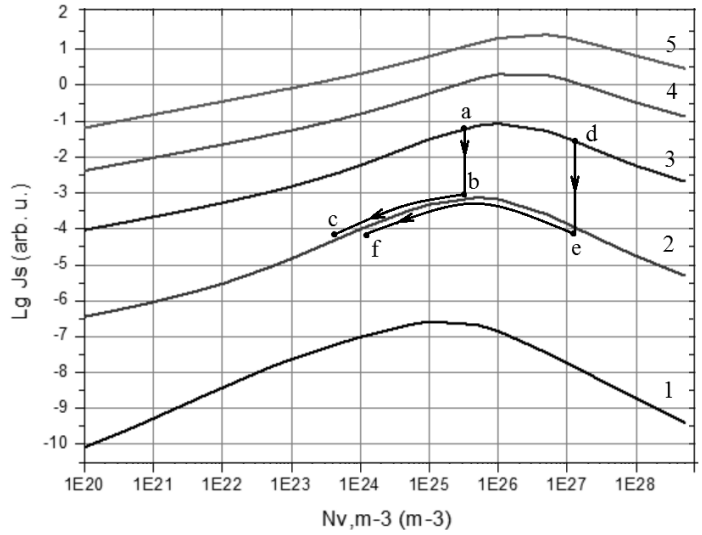


Рис. 5. Расчетная зависимость плотности тока термоэмиссии оксида бария от концентрации кислородных вакансий при различной температуре.

В работе [4] было показано, что микропримеси в кристаллитах оксида бария (кальций, алюминий, вольфрам, скандий) заметно влияют на величину эффективного заряда кислородной вакансии q. Кроме того, растворенные атомы скандия образуют с кислородными вакансиями комплексы, влияющие на величину работы выхода оксида бария. При этом и коэффициент диффузии такого комплекса будет отличаться от коэффициента диффузии кислородной вакансии, так что предложенная экспериментальная методика позволяет эффективно детектировать факт растворения скандия в кристаллитах оксида бария, то есть факт формирования именно «скандатного» катода. Предложенный математический аппарат и экспериментальная методика позволяют оптимизировать импульсный режим работы катодов в СВЧ приборах по параметру спада импульсов тока.

Литература

1. Gartner G., Geintter P., Lydtin H., Ritz A. Emission properties of top-layer scandate cathodes prepared by LAD // Appl. Surf. Sci. 1997. No 111. pp. 11-17.
2. Капустин В.И. Расчет температурной зависимости работы выхода окиси бария // Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1991. Т.55, № 12. С. 2455-2458.
3. Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидсодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.
4. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В. и др. Физический механизм работы скандатных катодов СВЧ приборов // ЖТФ. 2017. Том. 87, Вып. 1. С. 105-115.

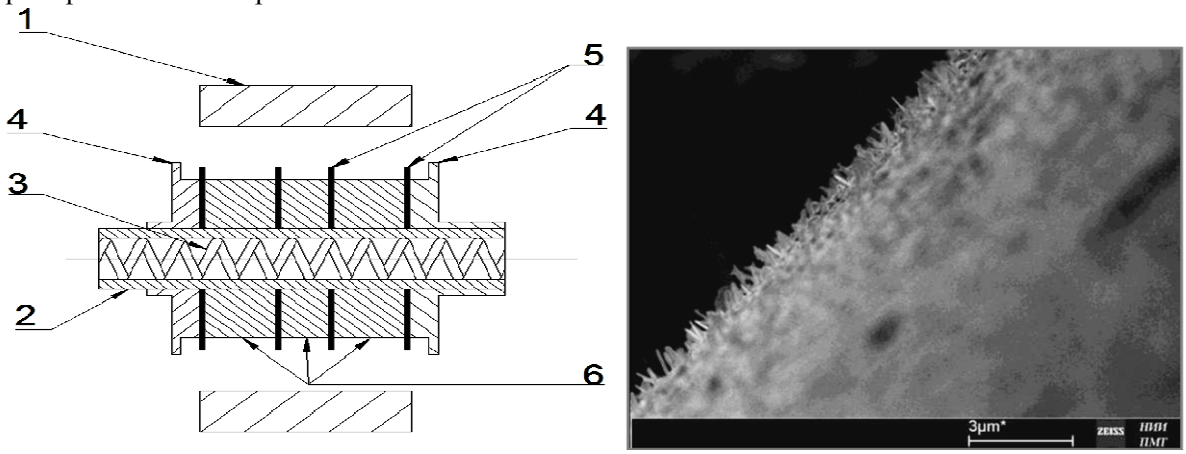
Методика контроля параметров автоэлектронной эмиссии катодов магнетронов с холодным запуском

В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
Москва, Московский технологический университет (МИРЭА), пр. Вернадского, 78
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Разработана цифровая измерительная система для регистрации вольт-амперных характеристик автоэмиссионных катодов СВЧ приборов. Предложена новая методика обработки экспериментальных результатов, позволяющая контролировать характер формирования автоэмиссионных вискеров на поверхности катодов – изменение их поверхностной плотности, геометрических размеров, работы выхода.

The Method of the Field Emission Parameters Control of the Magnetron Cathodes with Cold Switching. V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V. Shumanov, S.O.Moskalenko. *The digital measuring system for cathode I-V characteristics detection was developed. The new suggested method for experimental results processing is allowed to control the nature of the field emission whiskers forming on the cathode surface – the deviation of it's surface density, geometric dimensions, work function.*

Одним из важных классов электровакуумных (ЭВП) СВЧ приборов являются магнетроны с безнакальным запуском. Начальная генерация в таком приборе обеспечивается током автоэлектронной эмиссии с одной части катода, а поддержание генерации – током вторичной электронной эмиссии с другой части катода [1]. Схема катодного узла такого прибора показана на рис. 1а.



а б

Рис. 1. Конструкциякатодного узла магнетрона с безнакальным запуском (а) и вид торца танталовых автоэмиссионных катодов (б).

На рис. 1а обозначено: 1 – анодный блок магнетрона, 2 – керн катода, 3 – подогреватель, 4 – концевые экраны, 5 – автоэмиссионные катоды в воде танталовых шайб толщиной 2-4 мкм, выступающие над поверхностью катода на 100-200 мкм, 6 – вторично-эмиссионные палладий-бариевые катоды. Автоэлектронная эмиссия с торцевой поверхности шайб 5 происходит с так называемых вискеров, формирующихся в виде палладиевых столбиков диаметром в доли микрона и высотой в несколько микрон. На рис. 1б приведена микрофотография профиля шайб 5, на которой сформировались острия из палладия из состава катодных шайб 6 [1].

На рис. 2 показана модель торцевой поверхности танталовой шайбы, на которой в процессе тренировки и работы СВЧ ЭВП сформировались палладиевые вискеры. В рамках

предлагаемой модели принимается, что в среднем имеется два типа вискеров – длинные и короткие, которые, к тому же, могут быть покрыты барием. В процессе тренировки приборов коэффициент усиления поля β ≈h/a [2] может изменяться, гдеh - высота острия, а – его поперечный размеры. В процессе откачки ЭВП с прогревом катода острия могут покрываться барием, снижающим работу выхода, а при подаче высокого напряжения и роста вискеров барий может «уходить», что приведет к повышению работы выхода.На рис. 2 обозначено: 1 и 3 – длинные, 2 и 4 – короткие вискеры; 3 и 4 – вискеры, покрытые барием; 5 – центры зарождения вискеров; 6 – длинные вискеры, образовавшиеся на этапах активирования катода; 7 – наклоненные вискеры; К – катод с отрицательным потенциалом относительно анода А. На рисунке также обозначены ионы, которые могут образовываться при ионизации остаточных газов прибора и направления их движения в поле между А и К.

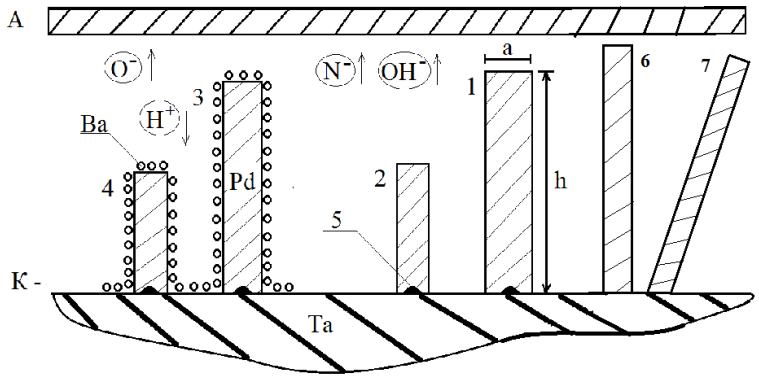


Рис. 2. Модель структуры поверхности автокатода СВЧ прибора.

Острия формируются на дефектах на поверхности тантала – ступеньках роста, дислокациях, прежде всего винтовых, границах зерен. Так как температура тренировки катодов не превышает 700 ^{0}C, то в первом приближении можно считать, что поверхностная плотность центров роста постоянна постоянна, но происходит перераспределение по типам 1-7. Из рис.2видно, что ионная бомбардировка ввиду малости массы иона H^+ не может приводить к распыления вискеров и потенциально возможной пленки бария на их поверхности. В то же время состав и структура поверхности вискеров может изменяться в результате полевого испарения. Величина электронного сродства палладия равна 0,56 эВ, барий не образует отрицательных ионов, но может образовываться ион BaO^-. Величина его электронного сродства неизвестна, но можно ожидать, что она лежит в интервале 1,46 эВ для O^- и 2,0 эВ для OH^-. Поэтому в электрическом поле будут испаряться ионы Pd^-, меняя форму вершин вискеров, и ионы BaO^- при наличии в остаточной среде кислорода, меняя покрытие поверхности вискеров барием.Термическая диффузия палладия по поверхности вискеров не может обеспечить их рост из-за отсутствия градиента концентрации палладия на поверхности вискеров. Поэтому на рис.2 переход от вискеров типа 2 к типу 1 может быть только из-за электродиффузии ионов Pd^- по поверхности вискеров. А это может быть и на этапе активирования катода при напряжении анод-катод порядка 100В, и при подаче высокого напряжения 2-4 кВ на катод в процессе работы ЭВП. В то же время перенос бария по поверхности вискеров может проходить и из-за наличия градиента концентрации бария, и при подаче напряжения, но при наличии следов кислорода в остаточных газах из-за электродиффузии ионов BaO^- по поверхности вискеров.

На рис. 3 приведена типичная вольт-амперная характеристика автокатода прибора, приведенного на рис. 1а, представленная в координатах Фаулера-Нордгейма. Кривая рис.3 имеет три характерные области: 1 - область с большим разбросом данных, видимо, из-за автоэмиссии с вершин нерегулярных вискеров типа 6-7, и областей 2 и 3 с малым разбросом данных, которые относятся к остриям 1-2 или 3-4. Участок 1 в общем случае может содержать 2 участка, обусловленных электродиффузиейPd^- и BaO^- по поверхности вискеров.

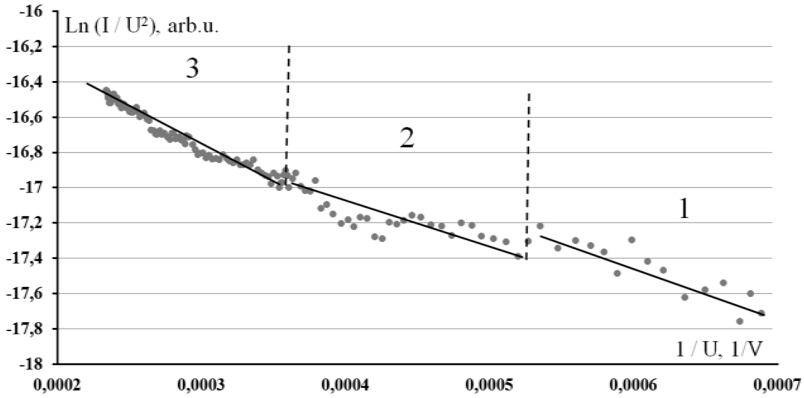


Рис. 3. Вольт-амперная характеристика автокатода прибора в координатах Фаулера-Нордгейма.

Известно, что плотность тока автоэмиссии с катода описывается уравнением Фаулера-Нордгейма [3]

$$j = B \cdot \frac{E^2}{\varphi} \exp\left[-\mathrm{S} \cdot \frac{\varphi^{3/2}}{E} \cdot \theta(y)\right], \tag{1}$$

где константы

$$B = \frac{e^2}{8\pi m}; \qquad S = \frac{8\pi}{3}\frac{(2m)^{1/2}}{h}, \tag{2}$$

при этом функция Нордгеймаθ(y) равна

$$\theta(y) = 0{,}965 - 0{,}739y^2; \qquad y = \frac{(eE)^{1/2}}{\varphi}. \tag{3}$$

Подставляя (3) в (1), получаем

$$j = B \cdot \frac{E^2}{\varphi} \exp\left[0{,}739 \cdot \mathrm{S} \cdot \frac{e}{\varphi^{1/2}} \cdot \theta(y)\right] \cdot \exp\left[-0{,}965 \cdot \mathrm{S} \cdot \frac{\varphi^{3/2}}{E}\right]. \tag{4}$$

Если принять, что $E = \frac{U}{d}\beta$, где d – расстояние катод – анод, то, логарифмируя (4), получаем

$$\ln\left(\frac{j}{U^2}\right) = \ln\left(\frac{B}{d^2}\right) + \ln\left(\frac{\beta^2}{\varphi}\right) + 0{,}739 \cdot S \cdot \frac{e}{\varphi^{\frac{1}{2}}} - 0{,}965 \cdot S \cdot \frac{\varphi^{3/2} d}{\beta} \cdot \frac{1}{U}. \tag{5}$$

В координатах $\ln\left(\frac{j}{U^2}\right) \div \frac{1}{U}$ соотношение (5) будет прямой линией вида

$$y = a - bx\,, \tag{6}$$

где параметры

$$a = \ln\left(\frac{B}{d^2}\right) + \ln\left(\frac{\beta^2}{\varphi}\right) + 0{,}739 \cdot S \cdot \frac{e}{\varphi^{\frac{1}{2}}}\,,\ b = 0{,}965\frac{Sd\varphi^{3/2}}{\beta} \tag{7}$$

В [3] предложено строить диаграмму в координатах a ÷ b, но такая диаграмма недостаточно информативна, так как оба параметра сложным образом зависят от параметров φ и β.

Выберем следующие координаты для анализа экспериментальных результатов

$$C = b^2 \exp(a) = \alpha_1 \cdot \varphi^2 \exp\left(\frac{\alpha_2}{\varphi^{\frac{1}{2}}}\right) \equiv "y" \tag{8}$$

$$D = \frac{1}{b} = \alpha_3 \cdot \frac{\beta}{\varphi^{\frac{3}{2}}} \equiv "x" \tag{9}$$

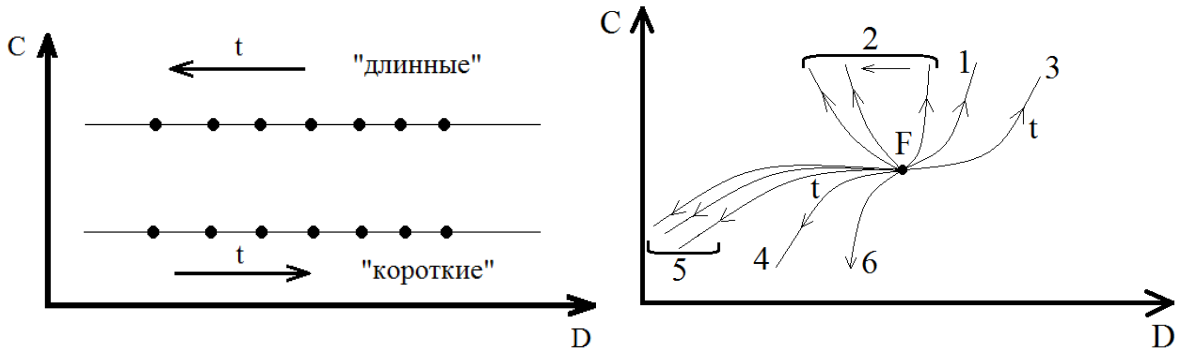
где α_1, α_2, α_3 константы, не зависящие от работы выхода и геометриивискеров.

Видно, что параметр C зависит только от работы выхода φ, а параметр D прямо пропорционален β и обратно пропорционален $\varphi^{\frac{3}{2}}$. Поэтому анализ экспериментальных

результатов целесообразно проводить в рамках модели, приведенной на рис. 4а и рис. 4б, отдельно для участков 2 и 3 по рис. 3 – для длинных и коротких вискеров.

В варианте 1 работа выхода вискеров не меняется в процессе тренировки, при этом длинные «усы» уменьшаются (разрушаются), а короткие – растут. Поэтому диаграмма в координатах «y» = C; «x» = D будет иметь вид, показанный на рис. 4а.Это будут две горизонтальные линии, на которых точки по времени тренировки смещаются по стрелкам.

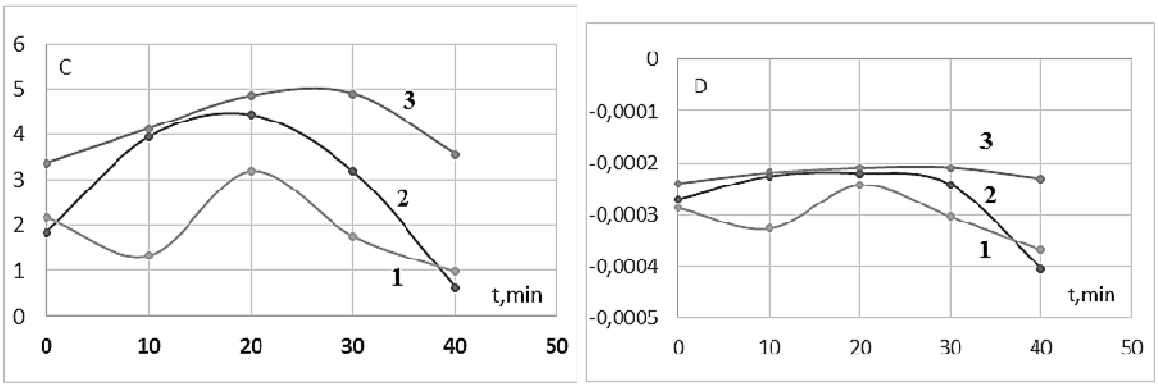
В варианте 2 при тренировке ЭВП работа выхода вискеров может меняется. Поэтому из (8) следует, что параметр C меняется сильно – экспоненциально, а параметр D – более слабо, по степенному закону. Изменение φ в процессе активирования будет видно, если графики на рис. 4б не будут горизонтальными. В этом случае для каждого типа острия возможны варианты, показанные на рис. 46:1 – φ – уменьшается, β – постоянна; 2 – φ – уменьшается, β – уменьшается. Скобкой показан диапазон кривых для данного случая; 3 – φ – уменьшается, β – растет; 4 – φ – растет, β – постоянна; 5 – φ – растет, β – уменьшается; 6 – φ – растет, β – растет.Видно, что при уменьшении φ кривые идут вверх от точки F, а при увеличении ϕ – вниз от точки F.



а б

Рис. 4. Вид диаграммы C÷D для варианта 1 (а) случая изменения ϕ в процессе активирования катода (б), где F – исходная точка.

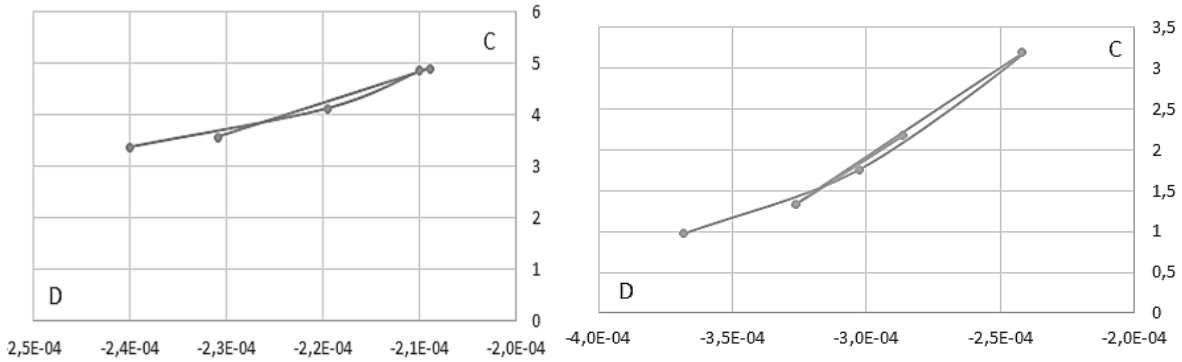
На рис. 5 приведены зависимости значений параметров Си D автокатода от времени тренировки прибора при напряжении на катоде 1500 В для участков 1, 2 и 3, отмеченных на рис. 3.



а б

Рис. 5. Зависимости значений параметров C (а)и D (б) от времени тренировки автокатода.

На рис. 6апоказано изменение соотношения между параметрами C и D для участка 3 вольт-амперных характеристик, а на рис. 6б – для участка 1.



а б

Рис. 6. Соотношения между параметрами C и D для участка 3(а) и участка 1 (б) рис. 3.

Сравнение результатов рис. 6а и 6б показывает, что характер изменения параметров вискеров, ответственных за данные участки, идентичен и в целом соответствует случаю 3 на рис. 4б.

На рис. 7показано изменение соотношения между параметрами C и D для участка 2 вольтамперных характеристик.

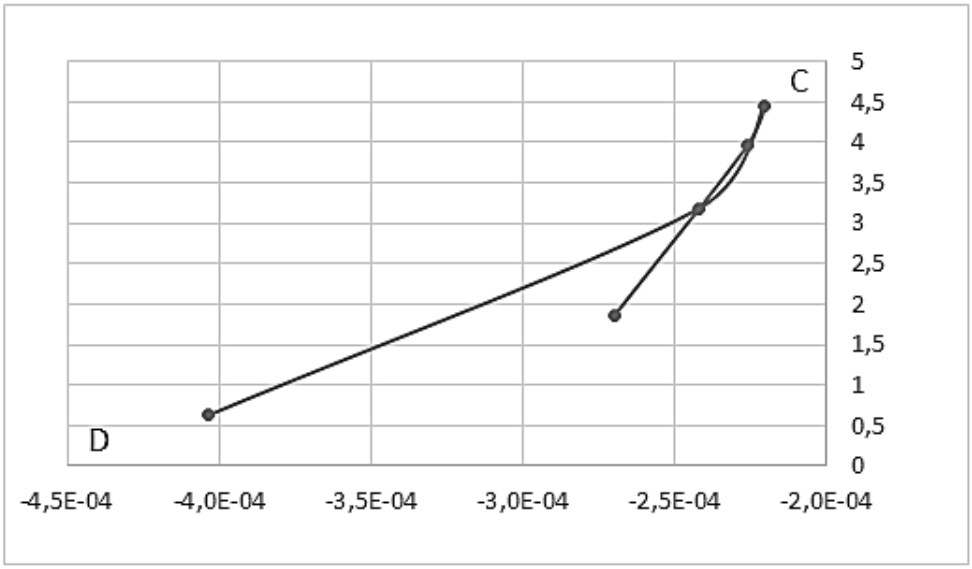


Рис. 7. Изменение соотношения между параметрами C и D для участка 2 рис. 3.

На начальном участке тренировки прибора в течение 20 мин. кривая на диаграмме C–D для вискеров, ответственных за данный участок кривой Фаулера-Нордгейма, возрастает, причем характер этого изменения аналогичен соответствующим участкам кривых на рис. 6. Однако при дальнейшей тренировке катода спад кривой на рис. 7 более сильный, чем спад кривых на рис. 6.

В свете модели, приведенной на рис. 2, участок 1 при малом напряжении на катоде можно приписать вискерам типа 6 и 7, участок 2 – вискерам типа 1 и 3, участок 3 – вискерам типа 2 и 4. В свете данной интерпретации экспериментальных результатов, тренировка автоэмиссионного катода при подаче на него высокого напряжения приводит к изменению степени покрытия вискеров пленкой бария, а для некоторых типов вискеров – и изменению из геометрических размеров.

Таким образом, в результате проведенных исследований разработана цифровая измерительная система для регистрации вольтамперных характеристик автоэмиссионных катодов СВЧ приборов. Предложена новая методика обработки экспериментальных

результатов, позволяющая контролировать характер формирования автоэмиссионных вискеров на поверхности катодов – изменение их поверхностной плотности, геометрических размеров, работы выхода.

Литература

8. Ли И.П., Петров В.С., Поляков В.С. и др.Одновременное активирование автоэлектронного ивторично-эмиссионного катодов магнетронас безнакальным запуском // Известия вузов. Электроника. 2014. Том30,№ 3(107).С. 30-36.
9. Бельский М.Д.,Бочаров Г.С.,Елецкий А.В., Sommerer T.J.Усиление электрического поля в холодных полевых катодах на основе углеродных нанотрубок // ЖТФ. 2010. Том 80, вып. 2. С. 130-137.
10. Егоров Н.В., Шешин Е.П. Автоэлектронная эмиссия. Принципы и приборы // М.:Издательство"Интеллект". - 704 с.

Влияние микропримесей на электронную структуру оксида бария

[*]В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко, [*]В.И. Свитов
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
[*]Москва, Московский технологический университет (МИРЭА), пр. Вернадского, 78
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Методами оптической и электронной спектроскопии исследовано влияние микропримесей на электронную структуру оксида бария. Установлено, что некоторые типы микропримесей упорядочивают кислородные вакансии, а некоторые формируют дополнительные поверхностные состояния вблизи края валентной зоны.

The Influence of Micro Impurities on the Electron Structure of Barium Oxide. V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V.Shumanov, S.O.Moskalenko, V.I.Svitov. *By using of the optical and the electron spectroscopy the influence of micro impurities on the electron structure of barium oxide wasinvestigated. It was determined that some impurities regulate the oxygen vacancies but some impurities form new surface states near the valence band.*

Эмиссионные свойства и металлопористых, оксидных, и оксидно-никелевых, и палладий-бариевых, и скандатных катодов определяются эмиссионными свойствами кристаллитов BaO, которые формируются в катодном материале на этапе его изготовления и активирования и определяются типом и концентрацией точечных дефектов в BaO[1]. Схема влияния точечных дефектов на эмиссионные параметры BaO приведена в таблице 1. Таблица составлена с учетом того обстоятельства, что в ионных кристаллах с широкой запрещенной зоной дефекты донорного типа в объеме кристалла создают на поверхности дефекты акцепторного типа, а дефекты акцепторного типа в объеме кристалла создают на поверхности дефекты донорного типа [2].

Таблица 1. Характер влияния точечных дефектов на электронную структуру BaO

Тип дефекта	Объем			Поверхность		
	Тип дефекта	Уровень Ферми	Работа выхода	Тип дефекта	Искривление зон у поверхности	Работа выхода
Кислородная вакансия (анионная)	Донорный	Резко поднимается	Резко понижается	Акцепторный	Зона искривляется вверх	Несколько повышается
Вакансия атомов бария (катионная)	Акцепторный	Резко понижается	Резко повышается	Донорный	Зона искривляется вниз	Несколько понижается

На рис. 1 приведена энергетическая схема BaO, содержащего только кислородные вакансии, которые в BaO являются собственными дефектами донорного типа.

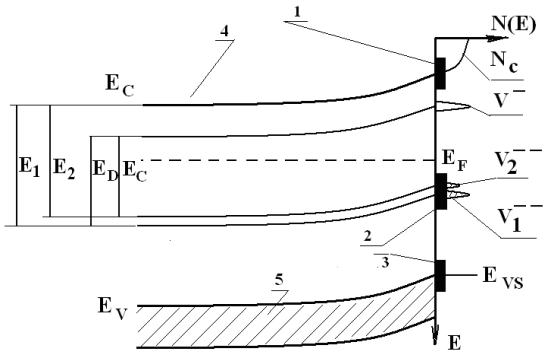


Рис. 1. Энергетическая схема оксида бария, содержащего кислородные вакансии.

Так как кислородные вакансии в объеме расположены неупорядоченно, то в соответствии с теорией неупорядоченных систем основной уровень кислородных вакансий должен расщепляться на две подзоны [3]. На необходимость учета данного обстоятельства при рассмотрении эмиссионных свойств оксидов впервые было указано в работе [4]. На рис. 1 обозначено: 1 и 3 – собственные поверхностные состояния оксида, 2 – поверхностные состояния, связанные с кислородными вакансиями, 4 – зона проводимости, 5 - валентная зона, E_C –уровень дна зоны проводимости, E_V и E_{VS} – уровень верха валентной зоны в объеме и на поверхности оксида соответственно, N_C – плотность состояний в зоне проводимости, V_1^{--} и V_2^{--} - плотности состояний соответственно в нижней и верхней подзонах двухзарядной кислородной вакансии, V^- - плотность состояний однозарядной кислородной вакансии, E_F – уровень Ферми, E_1, E_2, E_D и E_C – энергии переходов между соответствующими электронными уровнями.

При формировании кристаллитов BaO в многокомпонентных катодных материалах может иметь место внедрение атомов других компонентов материалов в кристаллическую структуру BaO, что приведет к изменениям в электронной структуре BaO и, соответственно, к изменениям его эмиссионных свойств. Данная работа посвящена исследованию влияния микропримесей в BaO на его электронную структуру методами оптической и электронной спектроскопии.

Образцы материалов для исследований приготавливали путем смешения и последующего спекания компонентов в вакууме при температуре 1200 ^{0}C в течение 2 ч. В качестве компонентов для приготовления порошков использовали карбонаты бария, кальция, стронция, оксиды алюминия, скандия, магния, порошки металлов – вольфрама, никеля.

Электронную структуру уровней кислородных вакансий исследовали путем регистрации оптического поглощения образцов материалов в диапазоне длин волн 600–1100 нм

с использованием оптического спектрометра *T*-70+ (*UV*/*VIS*) фирмы *PGInstrumentsLtd*. Шаг при развертке спектров - 0,5 нм, эффективная ширина щели — 5 нм [5]. На рис. 2 в качестве примера приведен спектр поглощения образца оксида бария, очищенный от шумов, из которого вычтены спектры рэлеевского и инфракрасного поглощения. Пики *A*, *B* и *E* относятся к поглощению на гидроксильных группах в BaO, пики *C* и *D* соответствуют переходам, показанным на рис. 1. Отношение площадей пиков *C* и *D* позволяет определить эффективный заряд двухзарядной кислородной вакансии e^*, а расстояние Δ между максимумами пиков *C* и *D* — значение эффективной массы электронов на двухзарядной кислородной вакансии.

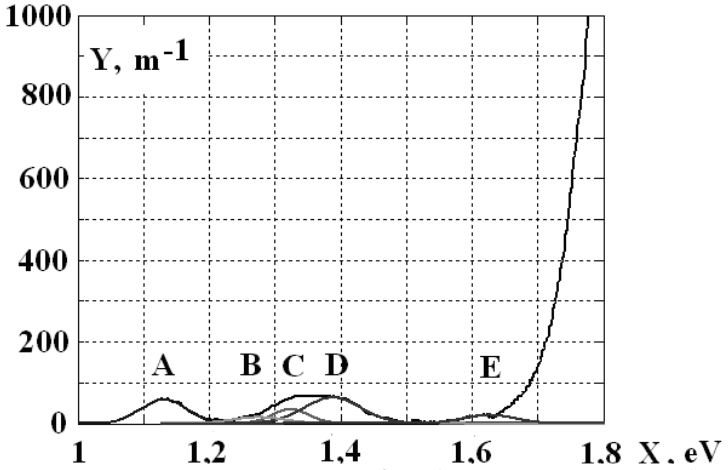


Рис. 2. Спектр оптического поглощения BaO, содержащего кислородные вакансии.

На рис. 3в качестве примера приведены зависимости расщепления электронного уровня ΔE (а) и эффективного зарядае*/е(б) кислородных вакансий в BaO от ионного радиуса легирующих примесей, характерных для оксидных (ОК) и оксидно-никелевых катодных материалов (НОК).

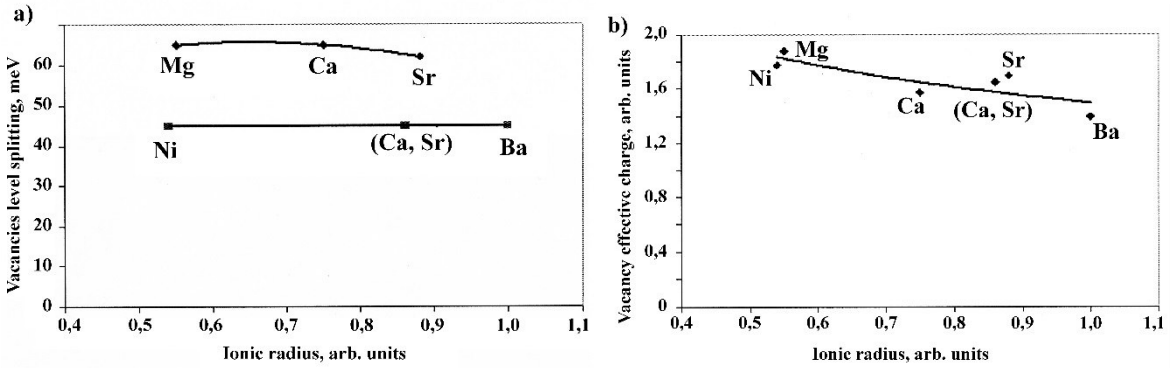


Рис. 3. Зависимости расщепления электронного уровня (а) и эффективного заряда (б) кислородных вакансий в BaO от ионного радиуса легирующих примесейдля ОК и НОК.

На рис. 4b в качестве примера приведена структура края валентной зоны модельного катодного материала «карбонат бария – оксид скандия», отожженного в вакууме при 1200 ^{0}C. Область 1 на рис. 4b соответствет валентной зоне BaO, область 2 – поверхностным состояниям, сформировавшимся в результате легирования BaO скандием. Отметим, что в образцах модельных материалов, в которых BaO легирован примесямиCa, Al, W, область 2 отсутствует, а область 1 сдвинута вправо в сторону уровня Ферми E_F, которому соответствует нулевое значение энергии связи.

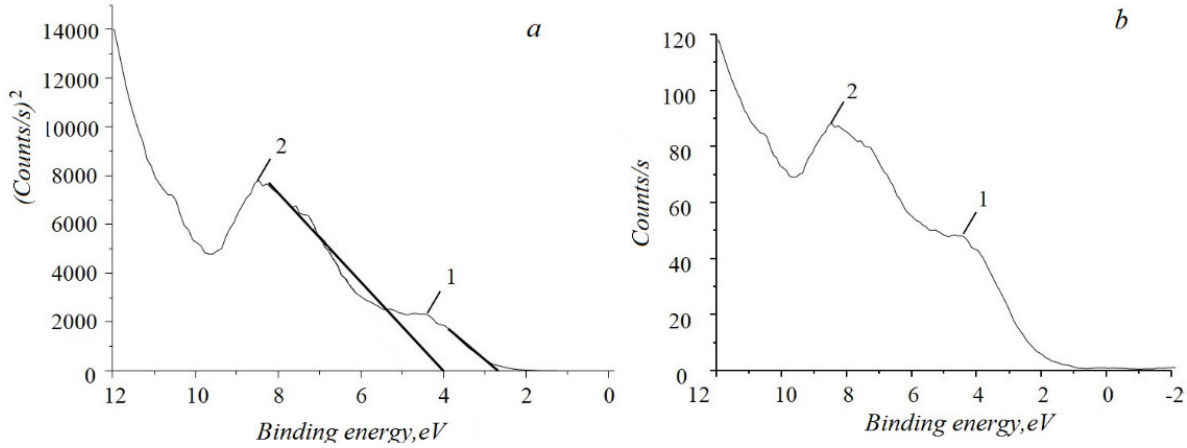


Рис. 4. Структура края валентной зоны материала «карбонат бария – оксид скандия».

Обработку спектров края валентной зоны проводили с учетом того обстоятельства, что вблизи края валентной зоны плотность электронных состояний $N_V(E)$ описывается приближенным соотношением

$$N_V(E) \approx \sqrt{|E_{VS} - E|}\,. \qquad (1)$$

В этом случае зависимость рис. 4b, но представленная в координатах $X \div (Y)^2$, где X – энергия связи, Y – интенсивность сигнала, имеет вид, показанный на рис. 4a и позволяет определить параметр N_{VS} путем экстраполяции правой ветви области 1 рис.4a к нулевому значению $(Y)^2$.

В таблице 2 приведены сводные данные по влиянию микропримесей на параметры электронной структуры BaO. Данные сгруппированы по типам катодных материалов, для которых характерны определенные типы микропримесей в BaO. Приведены также сведения о модельных системах, полезных для выявления механизма влияния микропримесей. В таблице обозначено: ΔE – расщепление уровня кислородных вакансий, e^*/eи m^*/m – соответственно эффективный заряд и эффективная масса электронов на кислородных вакансиях, E_F-E_{VS} – расстояние между уровнем Ферми и верхом валентной зоны в соответствии с рис. 1, R_{Me}/R_{Ba} – ионный радиус легирующего элемента относительно радиуса бария. Указан также основной эффект влияния микропримесей, который может проявляться в виде возникновения упорядочения кислородных вакансий и/или в появлении у края зоны проводимости дополнительных поверхностных состояний, приводящих в целом к снижению работы выхода.

Во-первых, микропримеси в общем случае увеличивают величину эффективного заряда кислородных вакансий, а значит, в среднем увеличивают эффективный заряд ионов кислорода в BaO. А это означает, в соответствии с теоретической моделью [1], что долговечность катода должна увеличиваться за счет снижения скоростей испарения компонентов BaO.

Во-вторых, некоторые типы микропримесей упорядочивают кислородные вакансии в кристаллической решетке BaO. А это означает, что возрастает диффузионная подвижность ионов кислорода по кристаллической решетке BaO, что непосредственно влияет на долговечность катодов.

В-третьих, некоторые типы микропримесей формируют дополнительные поверхностные состояния у верха валентной зоны BaO, что сопровождается снижением искривления энергетической зоны BaO вверх, то есть снижением работы выхода BaO.

Указанные закономерности можно соотнести к конкретным типам катодных материалов с различающимися типами компонентов – оксидным и оксидно-никелевым, металлопористым и скандатным, палладий-бариевым катодам.

Таблица 2.Параметры электронной структуры BaO, содержащего микропримеси

№	Фаза	ΔE, мэВ	e^*/e	m^*/m	E_F-E_{VS}, эВ	R_{Me}/R_{Ba}	Эффект влияния
Чистый оксид бария							
1	$BaO_{(1-ч)}$	45	1,39	$4{,}68\cdot10^{-4}$	2,70	1,0	
Оксидные и оксидно-никелевые катоды							
2	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Ca_y$	65	1,57	$6{,}76\cdot10^{-4}$	2,75	0,75	Увеличивает неупорядоченность вакансий
3	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Sr_y$	62	1,69	$6{,}43\cdot10^{-4}$	-	0,86	Увеличивает неупорядоченность вакансий
4	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Ni_y$	45	1,77	$4{,}68\cdot10^{-4}$	3,18	0,54	Формирует поверхностные состояния, упорядочивает вакансии
5	$Ba_{(1-y-z)}O_{(1-x)}Ca_ySr_z$	45	1,64	$4{,}68\cdot10^{-4}$	-	-	Совместно упорядочивают вакансии
Металлопористые с скандатные катоды							
6	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Ca_y$	65	1,57	$6{,}76\cdot10^{-4}$	2,75	0,75	Увеличивает неупорядоченность вакансий
7	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Al_y$	62	1,66	$6{,}43\cdot10^{-4}$	3,00	0,41	Увеличивает неупорядоченность вакансий
8	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}W_y$	68	1,44	$7{,}07\cdot10^{-4}$	3,05	0,47	Увеличивает неупорядоченность вакансий
9	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Sc_y$	25	1,46	$2{,}60\cdot10^{-4}$	4,00	0,60	Формирует поверхностные состояния, упорядочивает вакансии
10	$Ba_{(1-y-z)}O_{(1-x)}Ca_yAl_z$	58	1,31	$6{,}03\cdot10^{-4}$	-	-	Увеличивает неупорядоченность вакансий
Палладий-бариевые катоды							
11	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$	40	1,57	$4{,}16\cdot10^{-4}$	-	0,45	Упорядочивает кислородные вакансии
Модельные микропримеси							
12	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Mg_y$	65	1,88	$6{,}76\cdot10^{-4}$	-	0,54	Увеличивает неупорядоченность вакансий
13	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Ir_y$	42	1,55	$4{,}36\cdot10^{-4}$	-	0,47	Упорядочивает кислородные вакансии

По результатам исследования материалов методом оптической спектроскопии можно сделать следующие обобщения.

По результатам исследований верха валентной зоны методом ЭСХА установлено, что легирование BaO никелем, ионный радиус которого равен 0.54 от ионного радиуса Ba,

приводит не только к возникновению упорядочения кислородных вакансий, но и формированию зоны поверхностных состояний, влияющих на искривление энергетических зон у поверхности кристаллитов BaO, то есть на его эмиссионные свойства. При этом легирование BaO магнием, имеющим такой-же ионный радиус, что и никель, но отличающийся валентностью, не приводит к появлению дополнительных поверхностных состояний и не сопровождается, как отмечено выше, упорядочением кислородных вакансий.

Сравнение результатов по влиянию микропримесей Ni на электронную структуру кристаллитов BaO с результатами по влиянию микропримесей Sc позволяет сделать заключение, что качественно характер этого влияния идентичен, что, на наш взгляд, связано с тем, что ионные радиусы атомов Ni и Sc близки и лежат в интервале 0.54-0.60, при этом их валентность превышает валентность бария, равную +2. В то же время количественно влияние Ni на электронную структуру проявляется в меньшей степени, так как его валентность, равная +2.1-2.2, меньше валентности Sc, равной +3.

По результатам исследований можно сформулировать следующие закономерности влияния микропримесей в кристаллитах BaO на его электронную структуру:

- Основными параметрами атомов микропримесей, определяющими характер их влияния, являются ионный радиус микропримесей относительно ионного радиуса бария и величина максимальной валентности при образовании химических связей;
- В общем случае наличие микропримесей в кристаллитах BaO приводит к увеличению степени беспорядка в распределении кислородных вакансий в объеме кристаллитов BaO. Это должно сопровождаться снижением интенсивности диффузии кислорода по кислородным вакансиям, то есть влиять на стабильность эмиссионных свойств катодов;
- Если ионный радиус микропримесей лежит в интервале 0.54-0.60, а величина их максимальной валентности превышает +2, то возникает упорядочение в распределении кислородных вакансий и одновременно формируется зона поверхностных состояний, влияющая на искривление энергетических зон вблизи поверхности кристаллитов BaO. Данный эффект проявляется в «скандатных», оксидных и оксидно-никелевых катодах;
- Плотность состояний в поверхностной зоне, а значит и степень искривления энергетических зон BaO тем выше, чем выше величина максимальной валентности микропримеси в BaO. Данный эффект обуславливает различие между «скандатным», с одной стороны, и оксидными и оксидно-никелевыми катодами, с другой стороны;
- Аномальным является случай совместного легирования BaO микропримесями кальция и стронция, которое приводит к упорядочению кислородных вакансий. Данный эффект, совместно с эффектом влияния никеля, лежит в основе работы оксидных и оксидно-никелевых катодов.

Литература

5. Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидсодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.
6. ДэвисонС., Дж. Левин. Поверхностные (Таммовские) состояния. Пер. с англ. М.:Мир.1973.232 с.
7. МоттН., ДэвисЭ. Электронныепроцессывнекристаллическихвеществах. Пер. сангл. М.: Мир. 1974. 472 с.
8. Капустин В.И., Марин В.П. Влияние температуры и точечных дефектов на вторичную электронную эмиссию окислов // Радиотехника и электроника. 1983. № 7. С. 1366-1370.
9. Ли И.П., Петров В.С., Прокофьева Т.В. и др. Структура электронных уровней кислородных вакансий в оксиде бария // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2015. Вып. 2(535). С. 45-58.

Физический механизм работы палладий-бариевых материалов катодов СВЧ приборов

В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко, *А.А. Буш, **Ю.Ю. Лебединский
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
Москва, Московский технологический университет (МИРЭА), пр. Вернадского, 78
Московская обл., Долгопрудный, Московский физико-технический институт, Институтский пер., 9
E-mail:i.li@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Методами рентгеноструктурного анализа высокого разрешения, электронной спектроскопии для химического анализа и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов исследованы Pd-Ba катодные материалы. Сформулирован физический механизм работы палладий-бариевых катодов СВЧ приборов.

Physical Operating Principles of Palladium-Barium Cathodes Materials for Microwave Devices. V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V.Shumanov, S.O.Moskalenko, A.A.Bush, Yu.Yu.Lebedinsky. *By using of the X-ray diffraction with high resolution, the electron spectroscopy for chemical analysis and the electron characteristic energy loses methods, the Pd-Ba cathodes was investigated. The operation principles of the Pd-Ba cathodes materials foe microwave devices were formulated.*

Палладий-бариевые катодные материалы представляют собой композицию из порошковPd + (2-5)%Pd_5Ba. Палладий-бариевые катоды широко применяют в СВЧ ЭВП, прежде всего в магнетронных усилителях и генераторах. Рабочая температура катодов лежит в интервале 300-700 ^{0}C, при этом катод подвергается электронной бомбардировке со средней мощностью 5-15 Вт/см^2.Эмиссионные свойства Pd-Ba катодов зависят от технологических параметров их изготовления и активирования в приборах. Чувствительность свойств изначально двухфазных Pd-Ba катодов к температуре и длительность времени активирования свидетельствует о протекании в катодном материале физико-химических процессов, сопровождающихся формированием в материале новых фаз, собственно, и определяющих их эмиссионные свойства.

Известно, что исходные фазыPd и Pd_5Ba, в соответствии с установленными физико-химическими закономерностями эмиссионных свойств чистых металлов и сплавов [1], не могут обеспечить сочетание значений коэффициента вторичной электронной эмиссии σ и работы выхода φ, требуемых для катода магнетрона. Поэтому в настоящее время распространенными являются представления о «пленочном» механизме работы Pd-Ba катода [2]. Согласно данной модели, на поверхности катода формируется либо моноатомная пленка бария, либо пленка «слой кислорода - слой бария», которые снижают потенциальный барьер на поверхности катодного материала, снижая тем самым величину φ и увеличивая величину σ. Однако, во-первых, для формирования пленки бария на поверхности катода из-за низкого значения энергии активации поверхностной диффузии не требуется столь значительное время активирования катода при достаточно высокой температуре и, во-вторых, само существование таких пленок в отсутствие внешнего потока бария при температуре выше 700 ^{0}C невозможно ввиду испарения бария с поверхности или взаимодействия бария с кислородом из газовой фазы прибора [3]. В то же время существование пленок типа «слой кислорода - слой бария» в магнетронах при повышенной температуре и наличии электронной бомбардировки поверхности катода невозможно из-за эффекта электронно-стимулированной десорбции пленок типа «слой кислорода – слой щелочного/щелочноземельного/редкоземельного металла» [4].

Было установлено [5], что после активирования Pd-Ba катода при температуре 1000 ^{0}C в течение 8 ч в вакууме $1\cdot10^{-7}$ Па на поверхности катода формируются «бугорки» со средними линейными размерами 0.5-1 мкм. В то же время активирование катода при температуре 900 ^{0}C не приводит к образованию «бугорков», при этом сам катод не обладает требуемыми

эмиссионными свойствами. Исследование элементного состава «бугорков» показали, что они содержат барий, палладий и значительное количество кислорода. Это дает основание предположить, что поверхность катодного материала после активирования состоит из фаз Pd и Pd_5Ba, а также фазы BaO. При этом именно кристаллиты BaO, содержащие оптимальную концентрацию кислородных вакансий, могут обеспечить требуемые значения σ и φ Pd-Ba катода [6]. Так как вакуум в приборах при активировании катодов достаточно высокий, а парциальный состав его невоспроизводим, то кислород из остаточных газов в приборе не может быть источником формирования кристаллитов BaO при активировании катодов. Поэтому вопрос о механизме формирования эмиссионно-активных фаз на поверхности палладий-бариевых катодов остается открытым.

Целью данной работы является исследование физического механизма работы палладий-бариевых катодов, а именно, исследование источника и роли кислорода в формировании фаз, прежде всего фазы BaO, ответственных за эмиссионные свойства катодов.

Для изготовления катодных материалов использовали Ba металлический (ТУ 48−4−465−85) и Pd порошкообразный марки ПдАП−1 (ГОСТ 14836−82) фракции 20-45 мкм. Интерметаллид Pd_5Ba выплавляли в электродуговой печи с нерасходуемым электродом в среде очищенного аргона. После выплавки интерметаллид размалывали в шаровой мельнице и агатовой ступке, просеивали на ситах. Для изготовления катодов использовали фракцию интерметаллида 20-45 мкм. Катодные материалы прессовали и спекали в вакууме при 1050 ^{0}C в течение 2ч.

Исследования образцов материалов методом рентгеноструктурного анализа (РСА) высокого разрешения с внутренним Geэталоном показали, что компоненты Pd-Ba катодовимеют нанокристаллитную структуру, при этом размеры кристаллитов по различных кристаллографическим направлениям могут сильно различаться и зависят от технологической предыстории материалов. Технологическая предыстория компонентов катодов определяет и значения параметров кристаллической структуры нанокристаллитов, которые определяются не только наноразмерностью кристаллитов, но и типом и концентрацией растворенных в них микропримесей. Исследования образцов катодных материалов методом электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА) показали, что технологическая предыстория компонентов и собственно катодных материалов определяет тип и содержание микропримесей в сформировавшихся нанокристаллитах. На рис. 1 приведена корреляционная диаграмма между отклонением y=Δa параметра кристаллической решетки Pd от значения для массивного образца палладия, у которогоa=3.8902Å,и суммарным относительным содержанием кислорода и гидроксильных групп в образцах, определенным методом ЭСХА$x = \{Pd[O] + Pd[H,O]\}/Pd$.

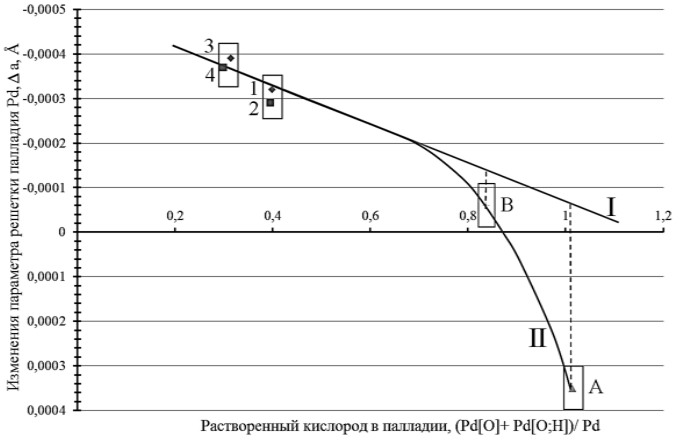


Рис. 1. Корреляционная диаграмма в координатах y= Δa; $x = \{Pd[O] + Pd[H,O]\}/Pd$.

На рис. 1 образцы 1 и 2 соответствуют различным партиям порошков Pd, полученным с завода-изготовителя. Образцы 3 и 4 – это образцы 1 и 2 соответственно, но после вакуумного отжига при температуре 1000 ^{0}C в течение 30 мин. Образец А получен переплавкой Pdи Ba с избытком Pd, составляющем 8%, при общей массе навески 50 г, а образец В – переплавкойPdи

Ba с избытком Pd, составляющем 8%, при общей массе навески 100 г. Отличие образцов A и B состоит в том, что скорость охлаждения образца B при кристаллизации меньше, чем образца A. Отличие образцов 1-4 и образцов A и B состоит в том, что первые по данным ЭСХА практически не содержат кристаллитов Pd[H, O], а вторые содержат их в заметном количестве.Прямая I – линейная экстраполяция изменения параметра решетки палладия при содержании в нем только примесей кислорода, нелинейная кривая II – изменение параметра решетки палладия при наличии в нем примесей кислорода и водорода.

Анализ результатов рис. 1 показывает, что вакуумный отжиг палладия, как и следовало ожидать, снижает содержание кислорода в палладии. Однако в кристаллитах избыточного палладия в образцах материалов A и B наблюдается повышенное содержание кислорода, в том числе в составе гидроксильных групп. Именно данный кислород ответствен за формирование кристаллитов BaO в палладий-бариевых катодных материалах по схемам

$$\{Pd[O] + Pd[H,O]\} + Pd_5Ba \Longrightarrow BaO_{(1-x)} \quad (1)$$

$$\{Pd[O] + Pd[H,O]\} + Pd_5Ba \Longrightarrow Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y \quad (2)$$

Данный механизм формирования кристаллитов BaO в палладий-бариевых катодных материалах объясняет то обстоятельство, что в процессе разработки и использования палладий-бариевых катодов выплавка фазыPd_5Baвсегда осуществляется с избытком палладия, что обеспечивает формирование запаса кислорода, необходимого для протекания процессов (1) и (2).

При формировании в катодном материале кристаллитов оксида бария $BaO_{(1-x)}$, содержащего кислородные вакансии, может иметь место растворение в данных кристаллитах атомов палладия с формированием фазы $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$. Кристаллиты этих фаз действительно наблюдаются методов ЭСХА.

Исследование электронной концентрации ф различных фазах катодных материалов были проведены нами методом спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (ХПЭЭ). На рис. 2 в качестве примера приведен спектр ХПЭЭ для образца B, описанного выше.

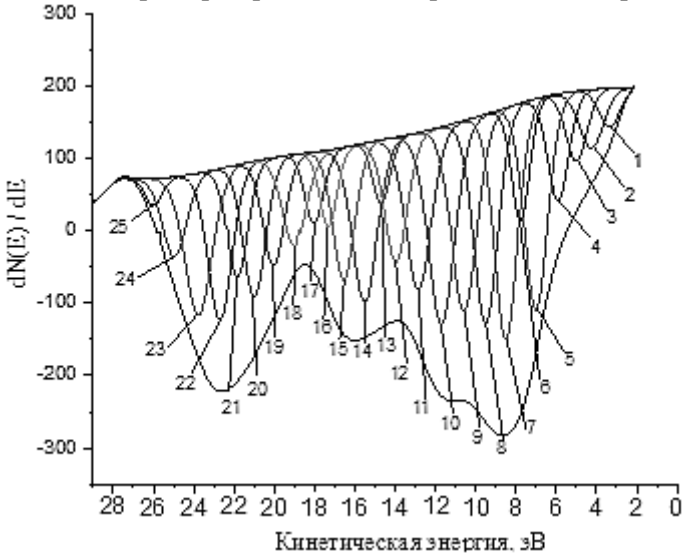


Рис. 2. Спектр ХПЭЭ для образца B состава Pd_5Ba+ 8%Pd.

Спектр на рис. 2 для повышения чувствительности получен численным дифференцированием спектра распределения вторичных электронов вблизи пика упруго отраженных электронов при энергии первичных электронов 1000 эВ. В спектре выделены Гауссовы пики, пронумерованные в порядке возрастания энергии потерь, с использованием стандартного пакета программ спектрометра. Ширина всех пиков на половине высоты составляет 1,20 – 1,40 эВ.

Характеристические потери в образцах катодных материалов обусловлены возбуждением объемных и поверхностных плазменных колебаний электронов в зонах проводимости кристаллитов фаз Pd_5Baи Pd, а также объемных и поверхностных плазменных

колебаний электронов на уровнях кислородных вакансий в кристаллитах фаз $BaO_{(1-x)}$ и фазы $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$.При этом потери энергии электронов в каждой фазе в общем случае составят

$$\Delta E = n_1 \Delta E_{vol.} + n_2 \Delta E_{surf.}, \quad (3)$$

где n_1и n_2 – целые числа, $\Delta E_{vol.}$ и $\Delta E_{surf.}$– соответственно энергии возбуждения объемного и поверхностного плазмонов. Для оксидных фаз $BaO_{(1-x)}$ и $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$ они определяются известными соотношениями [7]

$$\Delta E_{vol.} = \sqrt{\frac{e^{*2} N_V \hbar^2}{\varepsilon \varepsilon_0 m^*}}, \Delta E_{surf.} = \sqrt{\frac{e^{*2} N_S \hbar^2}{2\varepsilon \varepsilon_0 m^*}} \quad (4)$$

Здесь N_V и N_S соответственно - концентрации кислородных вакансий в объеме и на поверхности оксидов, m^* - эффективная масса электронов кислородный вакансий, e^* - эффективный заряд электронов, $\hbar$– постоянная Планка, ε – диэлектрическая проницаемость оксида, ε_0- диэлектрическая постоянная.

Для фазPd_5Ваи Pd, имеющих металлический тип проводимости, соотношения (4) напрямую неприменимы. Однако в рамках одноэлектронной модели металлов рассмотрение плазменных колебаний приводит к соотношениям (4), если формально положить ε = 1, e^*/e=1, m^*/m=1. При этом рассчитанные по соотношениям (4) значения электронной концентрации, конечно, не будут равны их истинным значениям, но позволяют оценить изменение концентрации электронов в зоне проводимости данных фаз при наличии в них примесей, например кислорода и водорода, концентрации которых зависит от технологии материалов. В таблице 1 в качестве примера приведена схема расшифровки спектра, приведенного на рис.2.

Таблица 1. Схема расшифровки спектрарис.2

№	E, эВ	$BaO_{(1-x)}$			$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$		Pd		Pd_5Ba	
		Ряд 1	Ряд 2	Ряд 3	Ряд 4	Ряд 5	Ряд 6	Ряд 7	Ряд 8	Ряд 9
-	0	0 surf.			0 surf.		0 surf.		0 surf.	
1	3.49	1 surf.								
2	4.24				1 surf.					
3	4.99		0s.+1v.							
4	5.90					0s.+1v.				
5	7.00	2 surf.					1 surf.			
6	7.77								1 surf.	
7	8.49		1s.+1v.		2 surf.					
8	9.50			0s.+2v.				0s.+1v.		
9	10.57	3 surf.				1s.+1v.				0s.+1v.
10	11.69		2s.+1v.							
11	12.84				3 surf.					
12	13.98	4 surf.		1s.+2v.			2 surf.			
13	14.68					2s.+1v.				
14	15.50		3s.+1v.						2 surf.	
15	16.55				4 surf.			1s.+1v.		
16	17.32	5 surf..		2s.+2v.		3s.+1v.				
17	18.02									1s.+1v.
18	19.00		4s.+1v.							
19	20.03			3s.+2v.						
20	20.99	6 surf.			5 surf.		3 surf.			
21	21.83					4s.+1v.				
22	22.69		5s.+1v.							
23	23.76			4s.+2v.				2s.+1v.	3 surf.	
24	24.96	7 surf.								
25	25.98				6 surf.	5s.+1v.				2s.+1v.

Для каждой регистрируемой фазы в таблице 1 в соответствии с соотношением (3) выделяются несколько рядов плазменных потерь, по которым с использованием соотношений

(4) определяются электронные концентрации в фазах Pd_5Baи Pd и концентрации кислородных вакансий в фазах $BaO_{(1-x)}$ и $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$. Значения их приведены в таблице 2. При расчете концентрации электронов в фазах Pd_5Baи Pd значения эффективного заряда и эффективной массы электронов были приняты, как для свободных электронов. Для фаз $BaO_{(1-x)}$ и $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$ эти значения были определены нами по методике [7] методом оптического поглощения.

При соотнесении рядов 1-3, 3-5, 6-7 и 8-9 соответствующим фазам были учтены следующие обстоятельства. Протекание реакций образования кристаллитов оксида бария по схемам (1) и (2) определяется только термодинамикой процессов, при этом различие значений энергии Гиббса образования фаз $BaO_{(1-x)}$ и $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$ будет незначительным из-за малости концентрации палладия, растворенного в кристаллитах оксида бария. Поэтому и концентрации кислородных вакансий в указанных фазах должны быть практически одинаковыми. Электронная концентрация в фазе Pd_5Ba должна бать выше, чем в фазе Pd, так как Pd имеет полностью заполненную d-оболочку, а Ba имеет два s-электрона на внешней оболочке. При этом соотношение значений электропроводности указанных фаз может быть иным из-за различия конфигураций поверхности Ферми в этих фазах, различия длины свободного пробега электронов относительно рассеяния.

Таблица 2. Сводные данные по электронным концентарциям и концентрациям кислородных вакансий в различных образцах

№	Фаза	Параметр	Фаза В	Фаза А	Катодный материал Pd+5% фазы В
1	Pd	$\Delta E_{vol.}$, эВ	9,47	9,66	9,47
		$\Delta E_{surf.}$, эВ	7,06	7,00	7,01
		N_V, $м^{-3}$	6,51E+28	6,77E+28	6,50E+28
		N_S, $м^{-3}$	7,24E+28	7,11E+28	7,13E+28
2	Pd_5Ba	$\Delta E_{vol.}$, эВ	10,58	10,65	10,58
		$\Delta E_{surf.}$,эВ	7,80	7,84	7,65
		N_V, $м^{-3}$	8,12E+28	8,23E+28	8,13E+28
		N_S, $м^{-3}$	8,84E+28	8,93E+28	8,50E+28
3	$BaO_{(1-x)}$	$\Delta E_{vol.}$, эВ	5,01	5,32	5,02
		$\Delta E_{surf.}$, эВ	3,51	3,53	3,48
		N_V, $м^{-3}$	1,762E+25	1,99E+25	1,77E+25
		N_S, $м^{-3}$	1,73E+25	1,75E+25	1,70E+25
4	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$	$\Delta E_{vol.}$, эВ	6,35	6,02	6,25
		$\Delta E_{surf.}$, эВ	4,09	4,42	4,00
		N_V, $м^{-3}$	1,97E+25	1,77E+25	1,91E+25
		N_S, $м^{-3}$	1,63E+25	1,91E+25	1,57E+25

Величина концентрации кислородных вакансий в фазах $BaO_{(1-x)}$ и $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$, сформировавшихся в палладий-бариевом катоде на этапе его изготовления, меньше концентрации кислородных вакансий в фазе$BaO_{(1-x)}$, которая, как было показано в работе [7], формируется в металлопористом и скандатном катоде. А это означает [6], что величина σ дляPd-Ba катода должна быть больше, а величина φ – меньше, чем указанные параметры для металлопористого или скандатного катодов, что в действительности и наблюдается на практике [2, 5].

Таким образом, результаты исследований позволили установить, что за формирование эмиссионных свойств Pd-Ba катодов ответственны кристаллиты BaO, формирующиеся на этапе изготовления и активирования катода, при этом «поставщиком» кислорода для образования данных кристаллитов являются кристаллиты Pd, особенно те, которые прошли электродуговую переплавку в качестве избыточной фазы при синтезе интерметаллида Pd_5Ba.

Литература

1. Савицкий Е.М., Буров И.В., Литвак Л.Н., Пирогова С.В. Электрические и эмиссионные свойства сплавов. М.: Наука, 1978. 269 с.
2. Дюбуа Б.Ч., Култашев О.К., Поливникова О.В. Эмиссионная электроника, нанотехнология, синергетика (к истории идей в катодной технологии) // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2008. Вып. 4 (497). С. 3-22.
3. Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов: справочник. Издание четвертое, переработанное и дополненное // Киев: Наукова думка, 1981. 340 с.
4. Агеев В.Н., Бурмистрова О.П., Кузнецов Ю.А. Десорбция, стимулированная электронными возбуждениями // УФН. 1989. Том 158, вып. 3. С. 389-420.
5. Ли И.П. Формирование структуры и физических свойств катодов для разработки малогабаритных магнетронов с безнакальным запуском // Дисс. канд. техн. наук: 01.04.07. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2012. 123 с.
6. Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидсодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.
7. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Лебединский Ю.Ю., Заблоцкий А.В. Физический механизм работы скандатных катодов СВЧ приборов // ЖТФ. 2017. Том 87. Вып. 1. С. 105-115.

Кристаллическая и электронная структура компонентов палладий-бариевых катодных материалов

В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко, *А.А. Буш, **Ю.Ю. Лебединский
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11
Москва, Московский технологический университет (МИРЭА), пр. Вернадского, 78
Московская обл., Долгопрудный, Московский физико-технический институт, Институтский пер., 9
E-mail:i.li@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Методом рентгеноструктурного анализа высокого разрешения определены размеры и кристаллографическая ориентация нанокристаллитов фаз Pd и Pd_5Ba в палладий-бариевом катоде. Методом электронной спектроскопии для химического анализа исследованы химическое состояния Ba и Pd в катодном материале и определен фазовый состав материала, в том числе наличие в фазах растворенных микропримесей.

The Crystalline and Electron Structure of the Palladium-Barium Cathode Material Components. V.I. Kapustin, I.P. Li, A.V. Shumanov, S.O. Moskalenko, A.A. Bush, Yu.Yu.Lebedinsky. *ByusingofhighresolutionX-raydiffractionmethod, the dimensions and crystallographic orientation ofPdandPd5Ba nanocrystal phases in the Pd-Ba cathodes was investigated. Byusing oftheelectronspectroscopyforchemicalanalysisthechemicalstatesofBaandPdin the Pd-Ba cathodes was investigated and the phases and micro impurities content of materials was determined.*

Палладий-бариевые катодные материалы представляют собой композицию из порошков палладия и интерметаллида Pd_5Ba с содержанием бария в композиции 0.5-2.0 %. Pd_5Ba получают электродуговой переплавкой бария и палладия в среде аргона с избытком палладия в количестве 5-8 % по отношению к стехиометрии соединения.

Катоды СВЧ приборов формируют либо прессованием и прокаткой композиции «палладий – интерметаллид» в ленту толщиной 200 мкм, которая используется в качестве

внешнего слоя цилиндрического или плоского катода, либо прессованием композиции в форме катода электронного прибора.Палладий-бариевые катоды начиная с 60-х годов прошлого века широко применяют в СВЧ ЭВП, прежде всего в магнетронных усилителях и генераторах. Рабочая температура катодов лежит в интервале 300-700 ^{0}C, при этом катод подвергается электронной бомбардировке со средней мощностью 5-15 Вт/см^2.

Эмиссионные свойства и долговечность Pd-Ba катодов, а также их устойчивость к электронной бомбардировке зависят от технологических параметров их изготовления и активирования в приборах. В частности, оптимальным режимом активирования катодов является прогрев в вакууме 10^{-7} Па при температуре 1070 ^{0}C в течение 6-8 ч [1]. Чувствительность свойств изначально двухфазных Pd-Ba катодов к температуре и длительность времени активирования свидетельствует о протекании в катодном материале физико-химических процессов, сопровождающихся формированием в материале новых фаз. Поэтому для оптимизации технологий катодов под различные типы приборов необходимы адекватные физические представления, описывающие механизм формирования эмиссионных центров, обеспечивающих требуемое сочетание эмиссионных свойств фаз, сформировавшихся в материале в результате его активирования. Отметим, что исходные фазыPd и Pd_5Ba, в соответствии с установленными физико-химическими закономерностями эмиссионных свойств чистых металлов и сплавов [2], не могут обеспечить сочетание значений σ и φ, требуемых для катода магнетрона.

Целью данной работы является исследование кристаллической и электронной структуры компонентов палладий-бариевых катодных материалов методом рентгеноструктурного анализа высокого разрешения и методом электронной спектроскопии для химического анализа.

Для изготовления катодных материалов в качестве исходных компонентов использовали Ba металлический (ТУ 48−4−465−85) и Pd порошкообразный марки ПдАП−1 (ГОСТ 14836−82) фракции 20-45 мкм. Интерметаллид Pd_5Ba выплавляли в электродуговой печи с нерасходуемым электродом в среде очищенного аргона. После выплавки интерметаллид размалывали в шаровой мельнице и агатовой ступке, просеивали на ситах. Для изготовления катодов использовали фракцию интерметаллида 20-45 мкм.

Исследования в растровом электронном микроскопе показали, что частицы порошков Pd и Pd_5Baсостоят из кристаллов размером 1-3 мкм и менее. Размеры кристаллов Pdи содержание в них микропримесей зависят от технологических параметров их производства на заводе-изготовителе. Размеры кристаллов Pd_5Ba, а также характер и содержание в них примесей зависят от скорости охлаждения при кристаллизации.

Размеры кристаллитов Pd и Pd_5Baи значения параметров их кристаллических структур исследованы на установке ДРОН-3 с внутренним эталоном, в качестве которого использовали порошок Ge фракции 20-25 мкм, полученный размолом монокристалла Ge, который добавляли в количестве 20-25 % в исследуемые порошки. Все исследования проведены с использованием Cu-Kα1 излучения с длиной волны 1.540598 Å. Положение пиков на рентгеновских спектрах с поправкой на положение пиков эталона позволило определить значения параметров кристаллической решетки кристаллитов Pd и Pd_5Ba, а уширение пиков Pd и Pd_5Ba - определить размеры кристаллитов по основным кристаллографическим направлениям. Для расчета размеров кристаллитов использовали известное уравнение Шеррера - Селякова

$$\Delta(2\theta_{hkl}) = \frac{a\lambda}{L_{hkl}cos\theta} + b\ , \qquad (1)$$

где L_{hkl} – средний размер частиц, Å, a – коэффициент, близкий к единице (0,94), λ – длина волны рентгеновского излучения, $\Delta(2\theta_{hkl})$ – ширина пиков на половине высоты (в радианах), θ – угловое положение пика в спектре,b – ширина германиевого пика, приведенного к положению пика исследуемого вещества. Если перевести значение уширения пиков в градусы, то средний размер частиц порошка будет равен

$$L_{hkl} = \frac{180a\lambda}{\pi(\Delta - b)cos\theta}\ . \qquad (2)$$

Структуру электронных уровней Pd и Ba в образцах исследовали с использованием спектрометра ThetaProbe фирмы ThermoScientific методом ЭСХА, шаг развертки спектров –

0,05 eV. Обработку результатов исследований проводили с использованием методик, описанных в работе [3]. Образцы для исследований изготавливали прессованием исходных порошковых компонентов в таблетки диаметром 6,7 мм и толщиной 1 мм, после чего таблетки спекали в вакууме при температуре 1100 ^{0}C в течение 2 часов.

На рис. 1а в качестве примера приведена рентгенограмма фазы Pd_5Ba+8% Pd, навеска при электродуговой плавке 50 г, фракции порошка после размола и просеивания 25-45 мкм. На рис. 1б в качестве примера приведена угловая зависимость уширения пиков фазы Pd_5Ba+8%Pd. Величину уширения пиков фаз Pd и Pd_5Ba(рис. 1б) определяли по расстоянию от значений уширения для каждого пика фаз до кривой, описывающей угловую зависимость уширения пиков Ge.

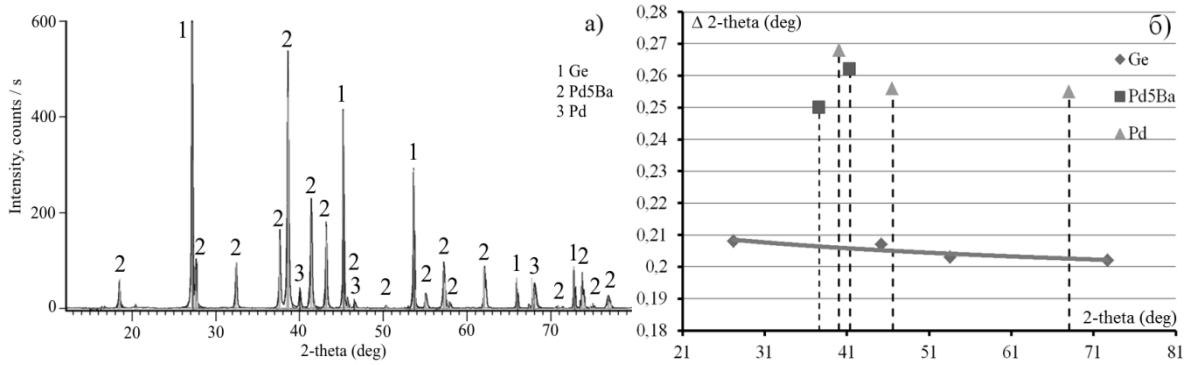


Рис. 1. Рентгенограмма фазы Pd_5Ba+8% Pd (а) и уширение пиков (б).

В таблице 1 приведены сводные данные по параметрам кристаллической структуры Pd и размерам кристаллитов по кристаллографическим направлениям. Палладий имеет простую кубическую решетку с параметром элементарной ячейки по данным базы ICCDдля массивного образца a=3.8902Å. Образцы 1 и 3 соответствуют различным партиям 1 и 2 порошков Pd, полученным с завода-изготовителя. Образцы 2 и 4 – это образцы 1 и 3 соответственно, но после вакуумного отжига при температуре 1000 ^{0}C в течение 30 мин. Как видно из таблицы 1, отжиг приводит к изменению параметра кристаллической решетки в материалах из партии 1 и 2 в примерно на 25%.

В таблице 2 приведены сводные данные по параметрам кристаллической структуры фаз Pd_5Ba+8%Pd. Образец А получен переплавкой компонентов с избытком Pd при общей массе навески 50 г, а образец В – переплавкой компонентов с избытком Pd при общей массе навески 100 г. Основное отличие образцов А и В состоит в том, что скорость охлаждения образца В при кристаллизации меньше, чем образца А. Интерметаллид Pd_5Ba по данным базы ICCD имеет гексагональную структуру с параметрами решетки a=5.5400 Å, c=4.3300 Å.

Таблица 1. Параметры кристаллической структуры Pd и размеры кристаллитов.

№ п/п	Фаза	Параметр ячейки a, Å	Изменение параметра ячейки Δa, Å	Индекс направления (hkl)	Размер кристаллитов по направлению, nm
1	Pd, партия 1, исходный	3.8898(8)	Δa= - 0.0003(2)	(111)	360
				(002)	290
				(202)	350
2	Pd, партия 1, отжиг	3.8898(1)	Δa= - 0.0003(9)	(111)	680
				(002)	230
				(202)	400
3	Pd, партия 2, исходный	3.8899(1)	Δa= - 0.0002(9)	(111)	420
				(002)	170
				(202)	145
4	Pd, партия 2, отжиг	3.8898(3)	Δa= - 0.0003(7)	(111)	640
				(002)	500
				(202)	660

Таблица 2.Параметры кристаллической структуры фаз Pd_5Ba + 8%Pd.

№ п/п	Фаза	Параметры ячейки a и c, Å	Изменение параметров ячейки Δa и Δc, Å	Индекс направления (hkl)	Размер кристаллитов по направлению, nm
Фазы Pd_5Ba + 8% Pd, навеска при плавке 50 г					
A	Pd_5Ba	a=5.5016(3) c=4.3520(3)	Δa= - 0.0383(7) Δc= + 0.0220(3)	(0001)	240
				$(10\bar{1}0)$	195
	Pd	a=3.8901(4)	Δa= - 0.0000(6)	(111)	170
				(002)	235
				(202)	420
Фазы Pd_5Ba + 8% Pd, навеска при плавке 100 г					
B	Pd_5Ba	a=5.5026(2) c=4.3514(2)	Δa= - 0.0373(8) Δc= + 0.0214(2)	(0001)	2620
				$(10\bar{1}0)$	290
	Pd	a=3.8905(5)	Δa= + 0.0003(5)	(111)	130
				(002)	160
				(202)	660

Как видно из таблицы 2, величина скорости кристаллизации интерметаллида Pd_5Ba не существенно влияет на размер кристаллитов вдоль направления **a**, однако уменьшение скорости кристаллизации приводит к увеличению размера кристаллитов вдоль направления **c** примерно в 10 раз.Размеры кристаллитов Pd после переплавки соизмеримы с размерами кристаллитов исходного Pd и Pd после отжига из таблицы 1. Однако параметры кристаллической решетки кристаллитов Pd, образовавшихся после выплавки интерметаллида с избытком Pd, принципиально отличаются от параметров кристаллитов Pd из таблицы 1. При кристаллизации с высокой скоростью охлаждения, как видно для Pd из образца A таблицы 2, параметр его кристаллической решетки практически не отличается от параметра решетки для массивного образца Pd, хотя должен был уменьшиться с учетом наноразмерности кристаллитов. Более того, при кристаллизации с более низкой скоростью охлаждения, как видно для Pd из образца B таблицы 2, параметр его кристаллической решетки, несмотря на наноразмерность кристаллитов, даже превышает параметр кристаллической решетки для массивного образца Pd.

На рис. 2а приведен участок спектра ЭСХА 3d3 и 3d5 уровнейPd для образца B с разбиением на Гауссовы пики, относящиеся к ризличным химическим состояниям Pd. Пики соответствуют состояниям Pd: 1 и 8 - Pd_5Ba, 2 и 9 –Pd, 3 и 10 - Pd[O;H], 4 и 11 - Pd[C], 5 и 12 - Pd[O], 6 и 13 – PdO, 7 и 14 - PdO_2. В квадратных скобках у фаз отмечены химические элементы, растворенные в кристаллитах этих фаз. На рис. 3б приведен спектр ЭСХА, относящийся к 3d5уровню Ba для образца B. Пики соответствуют состояниям Ba: 1 -Pd_5Ba[H], 2 - $Ba(OH)_2{\cdot}H_2O$, 3 - Pd_5Ba[C], 4 - Pd_5Ba[O;H], 5 - Pd_5Ba, 6 - Pd_5Ba[O], 7 - $BaO_{(1-x)}$, 8 -$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$.

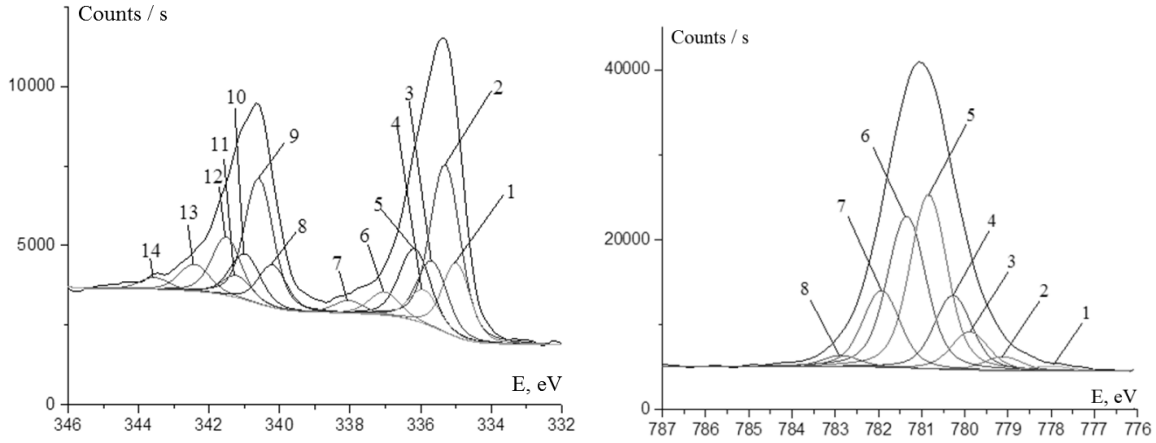


Рис. 3. Спектры ЭСХА состоянийPd (а) и Ba (б)в образца B таблицы 2.

В таблице 3 приведены сводные данные по химическим состояниям палладия в образцах 1 и 2 из таблицы 1 и образцах А и В из таблицы 2.Указаны положение пиков соответствующих химических состоянийE и интенсивность пиковI. Востпроизводимость положения Гауссовых пиков различных химических состояний палладия в различных образцах составляет 0.02 eV, ширина всех пиков на половине высоты лежит в интервале 0.95-1.01 эВ.В таблице 3 приведены также результаты исследований образца 1 из таблицы 1, отожженного в водороде при температуре 600 ^{0}C в течение 30 мин, а затем в вакууме при температуре 1000 ^{0}C в течение 1 ч.

Таблица 3. Сводные данные по химическим состояниям Pd в различных образцах.

№ п/п	Фаза	Pd №1, таблица 1			Pd_5Ba + 8%Pd, таблица 2	
		Исходный	Отжиг в вакууме	Отжиг в H_2 и в вакууме	Образец А	Образец В
		E, эВ/ I, отн. ед.	E, эВ / I, отн. ед.	E, эВ / I, отн. ед.	E, эВ / I, отн. ед.	E, эВ / I, отн. ед.
1	Pd_5Ba[H]	- / -	- / -	- / -	334.90 / 360	334.90 / 695
2	Pd_5Ba	- / -	- / -	- / -	335.07 / 2061	335.06 / 1701
3	Pd[H]	- / -	- / -	333.69 / 88	333.73 / 40	333.69 / 30
4	Pd	335.29 / 8009	335.30 / 6526	335.24 / 4687	335.30 / 5937	335.30 / 3773
5	Pd[O, H]	- / -	- / -	335.63 / 2421	335.65 / 2111	335.64 / 1897
6	Pd[C]	335.89 / 653	335.88 / 571	335.89 / 431	335.91 / 1402	335.91 / 716
7	Pd[O]	336.14 / 3191	336.15 / 2044	336.15 / 2402	336.16 / 2852	336.16 / 1926
8	PdO	337.03 / 2179	337.02 / 533	337.02 / 949	337.03 / 875	337.03 / 823
9	PdO_2	337.90 / 591	337.91 / 538	337.90 / 427	337.91 / 513	337.92 / 346
10	$PdCl_2$	338.58 / 263	338.58 / 208	338.58 / 157	- / -	- / -

В таблице 4 приведены сводные данные по химическим состояниям Ba в образцах А и В, а также в катодных материалах, изготовленных из порошка палладия партии 1 и фаз А и В прессованием и спеканием в вакууме при 1050 ^{0}C в течение 2ч.

Сдвиги электронных уровней элементов зависят от химического окружения элемента, в частности, от величины электронного сродства окружающих атомов. Поэтому расшифровку химических состояний Pd и Ba в различных образцах материалов проводили с учетом известных значений электронного сродства χ элементов: χ=0,56 эВ для Pd, χ=0,75 эВ для H, χ=1,27 эВ для C, χ=1,46 эВ для O, χ=3,62 эВ для Cl, χ=0 эВ для Ba. Востпроизводимость положения Гауссовых пиков различных химических состояний Ba в различных образцах составляет 0.02 eV, ширина всех пиков на половине высоты лежит в интервале 0.95-1.01 эВ. Отметим, что ширина пиков Ba в оксидных системах (металлопористые, скандатные, оксидные катоды) составляет ≈ 2 эВ из-за поляризации и зарядки поверхности диэлектриков [3].

Фаза $BaO_{(1-x)}$ – кристаллиты BaO, содержащие кислородные вакансии, фаза $Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$ – кристаллиты BaO, содержащие кислородные вакансии и растворенные атомы Pd.Отметим, что ввиду малого содержания фазыPd_5Ba в катодных материалах, чувствительности метода ЭСХА недостаточно для регистрации в них кристаллитов$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$ на фоне шумов (два правых столбца таблицы 4).У пиков 1, 3 и 4 таблицы 4 в квадратных скобках указаны элементы, растворенные в кристаллитах фазы Pd_5Ba.

Таблица 4. Сводные данные по химическим состояниям Ba в различных образцах.

№	Фаза	Фаза B, E, эВ/I, отн. ед.	ФазаA, E, эВ/I, отн. ед.	Катодный материал Pd+5% фазы B, E, эВ/I, отн. ед.	Катодный материал Pd+5% фазы A, E, эВ/I, отн. ед.
1	$Pd_5Ba[H]$	778.03 / 627	778.02 / 398	778.03 / 327	778.05 / 245
2	$Ba(OH)_2 \cdot H_2O$	779.12 / 1930	779.12 / 1825	779.12 / 1817	779.13 / 1796
3	$Pd_5Ba[C]$	779.88 / 5384	779.89 / 3476	779.77 / 4752	779.78 / 5187
4	$Pd_5Ba[O, H]$	780.27 / 10467	780.28 / 11468	780.26 / 8884	780.29 / 8547
5	Pd_5Ba	780.84 / 24314	780.86 / 20738	780.84 / 4462	780.83 / 4387
6	$Pd_5Ba[O]$	781.35 / 22111	781.37 / 18937	781.35 / 786	781.35 / 1128
7	$BaO_{(1-x)}$	781.93 / 10748	781.96 / 12297	781.93 / 379	781.96 / 380
8	$Ba_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$	782.87 / 1566	782.86 / 1789	-	-

В результате проведенных исследований установлено, что компоненты палладий-бариевых катодов имеют нанокристаллитную структуру, при этом размеры кристаллитов по различных кристаллографическим направлениям могут сильно различаться и зависят от технологической предыстории материалов. При этом технологическая предыстория определяет и значения параметров кристаллической структуры нанокристаллитов, которые, в свою очередь, связаны с типом и концентрацией растворенных в них микропримесей. В свою очередь и концентрация, и диффузионная подвижность микропримесей (углерод, кислород, водород), а также компонентов катодного материала (барий, палладий) определяют эффективность формирования на этапе активирования катода его эмиссионных свойств и, в конечном итоге, долговечность катода.

Литература

8. Ли И.П. Формирование структуры и физических свойств катодов для разработки малогабаритных магнетронов с безнакальным запуском. Дисс. канд. техн. наук: 01.04.07. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2012. – 123 с.
9. Савицкий Е.М., Буров И.В., Литвак Л.Н., Пирогова С.В. Электрические и эмиссионные свойства сплавов. М.: Наука, 1978. 269 с.
10. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Лебединский Ю.Ю., Заблоцкий А.В. Физический механизм работы скандатных катодов СВЧ приборов // ЖТФ. 2017. Том 87. Вып. 1. С. 105-115.

СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Памятные даты в истории развития вакуумной техники

С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники за 2018 год.

Memorable dates in the history of Vacuum technology in 2018. ***S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva***.
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.

1608	Родился Эванджелиста Торичелли (1608-1647), итальянский физик и математик, ученик Г.Галилея. В 1644 г. развил теорию атмосферного давления, доказал возможность получения так называемой торричеллиевой пустоты, изобрел ртутный барометр
1623	родился Блез Паскаль – гений, математик, физик, философ, классик французской литературы. Имя Паскаля увековечено в названии единицы давления в системе СИ: паскаль
1648	Ф.Перье, зять Блеза Паскаля, по его просьбе при помощи двух барометров показал, что по мере подъема на гору давление понижается
1678	ушел из жизни Роберт Бойль, ирландский аристократ, физик, химик и богослов. Открыл закон изменения объема воздуха с изменением давления
1743	Михаил Васильевич Ломоносов показал, что физические тела разделяются на мельчайшие частицы
1778	родился Дэви Гемфри, английский химик и физик (1778-1829), один из основателей электрохимии, изобрел безопасную рудничную лампу, придумал способ получения высокого вакуума – химическое вакуумирование
1778	родился Жозеф Луи Гей-Люссак, французский физик и химик. Открыл закон: газы при постоянном давлении расширяются пропорционально повышению температуры
1793	Джон Дальтон, английский химик и физик, сформулировал закон парциального давления газов
1818	Родился Джеймс Джоуль, английский физик (1818-1889), установил закон Джоуля-Ленца, эффект Джоуля-Томсона
1823	ушел из жизни Жак Александр Сезар Шарль, французский физик. Установил зависимость давления идеального газа от температуры (закон Шарля)
1878	родился Вольфганг Геде, немецкий физик, родоначальник современной вакуумной техники
1888	ушел из жизни Рудольф Юлиус Эммануэль Клаузиус – немецкий физик и математик. Дал формулирову второго начала термодинамики, ввел понятие длины свободного пути молекул, понятие идеального газа, понятие энтропии, создал кинетическую теорию перехода вещества из одного агрегатного состояния в другое
1908	было предложено назвать число молекул в одном моле вещества постоянной Авогадро (число Авогадро) в память итальянского физика Амедео Авогадро (1776-1856)
1908	родился российский физик Лев Давидович Ландау (1908-1968), лауреат Нобелевской премии

1913	Ирвинг Ленгмюр (1881-1957), американский химик и физик, лауреат Нобелевской премии, сконструировал молекулярный манометр
1918	родился американский физик-теоретик Ричард Фейнман (1918-1988), автор Фейнмановских лекций по физике, лауреат Нобелевской премии
1923	ушел из жизни Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс – голландский физик, лауреат Нобелевской премии (1910)
1923	ушел из жизни Герберт Мак-Леод, английский физик, изобретатель ртутного манометра
1923	ушел из жизни Джеймс Дьюар, шотландский физик и химик. В 1898 г. получил жидкий водород. В 1892 г. изобрел сосуд Дьюара
1968	ушел из жизни Марчелло Пирани, профессор физики берлинского технического университета, изобретатель теплового манометра – манометра Пирани
1993	ушел из жизни Михаил Иванович Меньшиков, ученик С.А.Векшинского, главный инженер НИИ вакуумной техники в 1947-1977 гг.

Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2017-2018)

Нестеров С.Б., Беляева Е.В.
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

В работе приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2017-первую половину 2018 года. Создана на основе информации, имеющейся в РНТВО им.академика С.А.Векшинского.

Issues on vacuum science, equipment and technology publised in Russia in 2017-2018. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva. *The data on the issues published in the field of vacuum science and technology in Russia in 2017-2018 available in the Russian Vekshinski Vacuum Society are presented here.*

Монографии

1. Е.К.Казенас, Ю.В Цветков. Испарение карбидов. М.: КРАСАНД, 2017 – 800 с.

В книге впервые систематизированы экспериментальные результаты по термодинамике испарения и диссоциации практически всех карбидов и представлен ряд систем химических элементов периодической таблицы Д.И.Менделеева с углеродом, опубликованных в мировой литературе до 2015 года. Представлен широкий спектр данных по давлению, составу пара, а также термодинамическим свойствам газообразных карбидов, полученных в результате исследования процессов испарения.

Для научных работников и инженеров, работающих в области черной и цветной металлургии, аспирантов и студентов старших курсов.

2. V.Elinson, S.Andreevskaya, A.Lyamin, N,Shevlyagina, V.Zhukhovitsky, P.A.Shur Book "Antimicrobial research: Novel bioknowledge and educational programs", chapter "Barrier layers based on nanostructured fluorocarbon films: structure, interaction with microorganisms, mechanical properties"/ 2017, 490 pages, ISBN (13): 978-84-947512-0-2, Formatex Research Center, Madrid, Spain.

Материалы конференций

3. «Вакуумная наука и техника» Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2017 – 352 с.

Сборник рассчитан на специалистов в области вакуумной техники, криогенной техники и нанотехнологии. Опубликованные материалы особенно полезны молодым ученым, аспирантам и студентам старших курсов, специализирующимся в указанных областях.

4. .«Вакуумная техника, материалы и технология**».** Коллективная монография. Материалы XIII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2018 – 272 с.

В настоящем томе публикуются материалы докладов XIII Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» по направлениям: вакуумные технологии и технологическое оборудование; новые технологии формирования тонких пленок и методики их исследования; нанотехнология и биотехнология; вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс; вакуумно-левитационные транспортные системы; криогенная и криовакуумная техника. В материалах конференции приводятся новые результаты исследований.

Сборник рассчитан на специалистов в области вакуумной техники, криогенной техники и нанотехнологии. Опубликованные материалы особенно полезны молодым ученым, аспирантам и студентам старших курсов, специализирующимся в указанных направлениях.

5. Электровакуумная техника технология. Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя Семинара А.В.Горина. М.: НОВЕЛЛА. 2018.

В пятом томе сборника трудов напечатаны некоторая часть докладов и сообщений, с которыми участники Семинара выступили на заседаниях в период с 2012 по 2018 год. Тематика докладов традиционна для нашего Семинара. Это электровакуумные технологии нанесения покрытий различного функционального назначения, установки и устройства дя их получения, используемые материалы и т.д.

6. Вакуумная техника и технологии – 2018: труды 25-1 Всероссийской научно-технической конференции с международным участием 5-7 июня 2018 г.// под ред. д-ра техн. наук А.А.Лисенкова – СПб: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2018. – 384 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 25-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 решении. 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.

Обзорные статьи

7. Sergey Nesterov. The Russian Scientific and Technical Vekshinski Vacuum Society (RSTVVS). Pp.140-141. IUVSTA International Union for Vacuum Science, Technic and Applications. Science and Tecnology for society across the world. History of the International Union for Vacuum Science, Technic and Applications and Short Histories of the National Vacuum Societies. Updated by M-G Barthes – LABROUSSE for the 2001 -2016 period from the second edition by J.L. Robins and J.M. Lafferty (2001). 3d Edition.2018. 166 p.

8. С.Б. Нестеров. С.А.Векшинский. Дневники. Часть 2. Гимназия и гимназисты / Петербургский журнал электроники. № 1(86). с.171-178.

9. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Часть 1..Холодильная техника, № 8, 2017. с.46-49.

10.Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. – 190 с.

11.Р.О.Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н.Белоконев, А.И.Холопкин. Перспективы и научные решения создания вакуумно-левитационных транспортных систем. В кн.: Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. С.93-123.

12.С.Б. Нестеров. К вопросу о терминологии и единицах измерения в области вакуумной техники. В кн.: Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. С.124- 139.

13.С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Наукоемкие технологии, № 8, 2017, т.18. с.4 -19.

14.С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. (часть 2). Холодильная техника, № 10/2017. с.48-52.

15.С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. (часть 3). Холодильная техника, № 11/2017. с.55-58.

16.С.Б. Нестеров. Основатели отечественной вакуумной науки и техники М.В. Ломоносов и Д.И.Менделеев. Gasworld, март-апрель 2018, с.30-32.

17.С.Б.Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки "ВакуумТехЭкспо 2018". Наноиндустрия, № 5, 2018.

Литература

1. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий во вакуумной науке, технике и технологии за 2007-2011 гг. «Электровакуумная техника и технология». Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя семинара А.В.Горина. М.: НОВЕЛЛА, 2011. с.193-200.
2. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Библиография изданий по вакуумной технике и технологии за 2007-2011 гг. Вакуумная техника и технология, Т.21, № 3, 2011. с. 203-205.
3. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2014-2015 гг. Материалы XXII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. академика Бугаева А.С. М.: 2015. 366 с.
4. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии в 1014 г. Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М: НОВЕЛЛА, 2015. с.396-400.
5. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2015-2016 гг. Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2016.с. 319 – 324.
6. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2016-2017 гг. Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2017, с.

Сортавальская ода

С.Б. Нестеров
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

Описываются отдельные эпизоды, связанные с поездками академика С.А.Векшинского для отдыха в Доме творчества композиторов на берегу Ладожского озера.

The Sortavala ode. S.B.Nesterov. *Some facts about academician S.A.Vekshinski's rest in summer on the bank of the Ladoga Lake are given here.*

Летом 2017 года во время путешествия по Карелии на пути из Петрозаводска в нескольких километрах от Сортавалы экскурсовод сказал, что сейчас мы будем проезжать мимо Дома творчества композиторов. Мне было известно, что на протяжении многих лет в летний период здесь любил отдыхать академик С.А.Векшинский. Я попросил остановить автобус и провел несколько часов в бывшей старинной даче, в которой перед Великой отечественной войной был устроен Дом творчества. Один из отдыхающих рассказал, что в 20-летнем возрасте он впервые приехал в это замечательное место на берегу Ладожского озера и хорошо помнит академика С.А.Векшинского, которому на тот момент было около 65 лет.





С.А.Векшинский всю жизнь поддерживал отношения со своим гимназическим другом, поэтом-переводчиком и литературоведом Георгием Шенгели, который и ввел его в

композиторскую среду. Сергей Аркадьевич познакомился с К.И.Элиасбергом (1907-1978), советским дирижером, заслуженным деятелем искусств РСФСР, и В.Н.Салмановым (1912-1978), советским композитором, народным артистом РСФСР. Сергей Аркадьевич многие годы дружил с этими людьми. Сохранилась их переписка, из которой видно, что они задолго до поездки начинали собираться, готовить рыболовные снасти. Сергей Аркадьевич приезжал вместе с женой. Их привозил шофер на машине из Москвы. «Сергей Аркадьевич удивительно объединял нашу дружескую компанию, муж всегда с нетерпением ожидал его приезда, - вспоминала С.В.Салманова. – Интеллигентный и деликатный, умеющий кстати и по-доброму шутить, академик как будто притягивал к себе людей, даже не очень общительных. При всем этом мы чувствовали, что и во время отдыха его не оставляют мысли о чем-то, для нас неведомом. Незаметно он скрывался с удочками где-то на берегу озера, и эти часы одиночества ему были так же необходимы, как и время общения с друзьями.» [1].

Дружеские отношения связывали академика с Л.К.Книппером, который был родным племянником Ольги Леонардовны Книппер-Чеховой. Это был легендарный человек – композитор, альпинист, разведчик. Сохранилась его переписка с Сергеем Аркадьевичем, в которой обсуждаются планы будущего отдыха. В Доме творчества любили отдыхать Г.Свиридов, Л.Ошанин, Р.Щедрин, М.Плисецкая. Все они испытывали радость общения, гуляли по лесу, собирали грибы, ловили рыбу, организовывали концерты. Сохранились десятки акварелей с карельскими видами, нарисованные Сергеем Аркадьевичем.

Однажды Сергей Аркадьевич обратился письменно к крупнейшему гельминтологу академику К.И.Скрябину с просьбой объяснить, что за существо он поймал. Через неделю пришел ответ. Главный инженер вакуумного института М.И.Меньшиков часто присылал письма, связанные с делами предприятия.

В гостиной Дома творчества до сих пор стоит старинный рояль.

В архиве Сергея Аркадьевича мы обнаружили следующие строки:

Приветствуем Появление Потомственных Представителей Плеяды Паразитов!
Примите Пылкие Поздравления Пожелания Приятно-Полезного Погашения Полученных Путевок.
Покрашенное После Переучета Палаццо Приютит Полупочтенных Пилигримов, Позабыв Препротивные Подробности Путешествия,
Предавайтесь Привычным Порокам.
Побольше Плотвы, Подлещиков, Поменьше Пустых Поклевок.
Посылают Приветы, Пернатые, Парнокопытные, Пресмыкающиеся, Плавающие.
Плеяда Преданных Псортавальцев.
Партия Правительство Присоединяются.

Академик С.А.Векшинский был признанным авторитетом в области рыбной ловли. Поэт В.Рождественский в 1962 г. написал стихотворение «Сортавальская ода»

Почетному рыболовному старшине,
грозе окуней и щук Ладожского залива,
С.А.Векшинскому

Здесь озер и скал немало,
А в заливе окуня,
Сортавала, Сортавала –
Незабвенные края!
Здесь, как только наставала
Рыболовная пора,
Из залива, из причала
(всем – ни пуха, ни пера!)
Академики, бывало,
Приносили с полведра,
Здесь – лиха беда начало –

Рыболовствовал и я,
Сортавала, Сортавала –
Незабвенные края!

Здесь в бревенчатой столовой
Дружно, три раза на дню,
изучали мы основы
сортавальского меню.
У горящего камина
Каждый день по вечерам
Собирали воедино
Старцев, юношей и дам.
На эстраде выступала,
Не какой-нибудь паяц,
А вся зала грохотала
От острот Натальи Сац.
Здесь таланты собирала
Сортавальская семья –
Сортавала, Сортавала –
Незабвенные края!

Изучив проблему рака,
В Антарктиде побывав,
Нарушали мы, однако,
Установленный устав.
Кто для лодок, кто для танца,
Кто для шустрых окуней,
Кто для нежного альянса
С красотой озерных фей.

И куда б ни раскидало
Нас по тропам бытия,
Все готовы мы сначала
Повторить здесь курс житья,
Сортавала, Сортавала,
Незабвенные края!

Литература

1. В.П.Борисов. Сергей Аркадьевич Векшинский. М.: НПК «Интелвак», 2002. - 2-е изд. – 176с. илл.
2. Фонд С.А.Векшинского. Архив РАН.

Гимн российских вакуумщиков

Мы рождены в военном лихолетье,
Когда лишь танки были нам нужны!
Теперь мы лучший вакуум на свете
Умеем делать для родной страны.

А без него не выплавить нам стали,
И не направить в космос мощь ракет.
Разве иного счастья мы желали?
Быть для страны творцом больших побед!

Чтобы успехов новых добиваться,
Ты в качество высокое поверь!
С твореньем нашим вместе подниматься-
Судьбы иной не ведаем теперь.

Гордимся мы-другого нам не надо,
С суьбойтакою всем нам повезло:
Ведь мы-одна сплочённая команда,
И лучшие мы всем врагам назло!

ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ

АО «Интек Аналитика»

INTECH

АО «Интек Аналитика» является ведущей компанией на российском рынке по поставкам вакуумного и криогенного оборудования, оказывающая своим заказчикам полный комплекс сопутствующих услуг.

Все грани вакуума

Вакуумное и криогенное оборудование

Отдел вакуумного и криогенного оборудования работает с заказчиками, занимающимися научной работой, и отвечает за большой спектр вопросов: от помощи в оснащении разнопрофильных лабораторий, до решения совершенно новых, впервые возникающих в проектных институтах задач при разработке разнообразных установок.

Мы гордимся нашим сотрудничеством с более чем десятком разноплановых ведущих западных партнеров, таких как: Edwards, VAT, HSR, Sumitomo, Gamma Vacuum, Instrutech, VACOM. При этом ассортимент производимого ими оборудования не пересекается, а удачно дополняет друг друга.

Промышленное вакуумное оборудование

Отдел промышленного вакуумного оборудования предлагает современные решения в области проектирования вакуумных систем для любых отраслей промышленности. Заказчиками данного направления являются металлургические и химические заводы, предприятия нефтяной и нефтехимической отрасли и другие.

Развивая собственную сервисную базу, мы научились лучше понимать требования наших заказчиков, получили большой опыт в расчете и проектировании технологических вакуумных систем. Мы первыми в России реализовали технологию «сухого вакуумирования», которая сейчас является основным трендом во многих отраслях промышленности России.

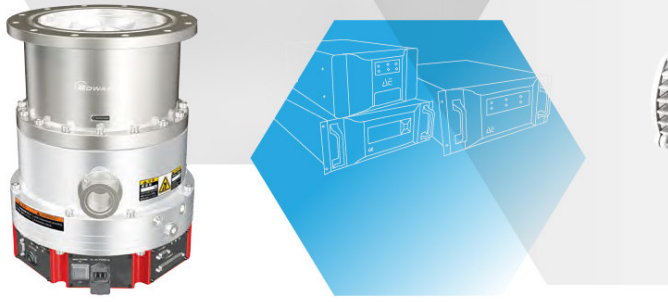
Оборудование полупроводниковой промышленности

Отдел полупроводниковой промышленности специализируется в технологической поддержке и поставках оборудования, предназначенного для исследований и производства высокотехнологичных приборов, микро и наноэлектроники, микромеханики, солнечных батарей и светодиодов.

Заказчиками являются исследовательские лаборатории и производственные организации, работающие в области гибридной микроэлектроники, солнечной энергетики, производства светодиодов, нанесения покрытий и обработки изделий в вакууме, полупроводниковой промышленности.

Другим важным направлением отдела является производство, поставка и комплектация оборудования для имитации космического пространства.

EDWARDS HSR VAT



Сервисное обслуживание и ремонт

Компания «Интек Аналитика» оказывает поддержку своим клиентам, обеспечивает гарантию на все поставляемое оборудование, проводит послегарантийное обслуживание и ремонт вакуумных насосов, датчиков, компрессоров, установок, течеискателей и пр.
Команда профессионалов осуществляет обслуживание и ремонт следующего оборудования:

- Вакуумных насосов и датчиков компании Edwards,
- Вакуумных насосов Leybold, Pfeifer, Alcatel, Adixen,
- Поршневых компрессоров Josef Mehrer,
- Воздуходувок Lutos и Hibon,
- Течеискателей Vic,
- Вакуумных печей Ipsen, Nabertherm, BMI и других марок

и другого вакуумного оборудования.
Интек является авторизованным сервисным центром Edwards (Authorized service partner).
При покупке у нас любого оборудования вы можете заказать его шеф-монтаж и пусконаладку.

Инжиниринговые возможности

Компания Интек Аналитика была основана почти 10 лет назад и начинала свою деятельность как импортер зарубежного вакуумного оборудования на российский рынок. Теперь инжиниринговые возможности нашей компании позволяют нам браться за сложные проекты по созданию новых и модернизации существующих вакуумных систем.

Задачи, которые могут быть решены нашими специалистами можно классифицировать следующим образом:

- Разработка новых вакуумных систем. Одно из распространенных решений – готовые двух- и трехступенчатые откачные системы.
- Модернизация существующих вакуумных систем.
- Создание систем автоматического управления компонентами вакуумных установок.
- Сертифицированное сервисное обслуживание, гарантийный и постгарантийный ремонт вакуумных систем.
- Поставка расходных и сопутствующих материалов.
- Контроль герметичности (услуга течеискания).



8 (800) 200-24-80
info@intech-group.ru
intech-group.ru

INTECH

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (головной офис)
197374, Санкт-Петербург, ул. Оптиков, д.4, корп. 2, лит.А, оф. 209
+7 (812) 493-24-80, +7 (812) 493-24-81
Факс: +7 (812) 493-24-82 (автомат)

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (склад)
196084, Санкт-Петербург,
Лиговский проспект, д.260, корп.4
+7 (812) 242-12-01

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (сервисный участок)
197376, Санкт-Петербург,
ул. Профессора Попова, д. 38,
территория завода «Ригель»
+ 7 (812) 493-24-80 доб. 4
Факс: +7 (812) 493-24-82 (автомат)

МОСКВА
107045, Москва, Ащеулов пер., д. 9, оф. 1
+7 (495) 725-24-80
Телефон/факс: +7 (495) 236-01-63,
+7 (495) 607-41-20

НОВОСИБИРСК
630007, Новосибирск,
ул. Коммунистическая,
д.35, корп. 3, офис 13а
Телефон/факс: +7 (383) 328-13-67

ЗЕЛЕНОГРАД
124498, Москва, Зеленоград,
проезд № 4922, дом 4, строение 5
+7 (495) 725-24-80
Телефон/факс: +7 (495) 236-01-63

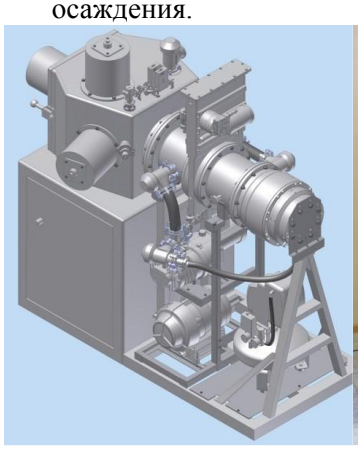
КИЕВ
02660, г. Киев, ул. М.Расковой, 11, оф. 905
+38 (044) 569-84-85
Факс: +38 (044) 569-85-86

ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ»

ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ» выполняет проектирование, изготовление, сборку и запуск вакуумного технологического оборудования.

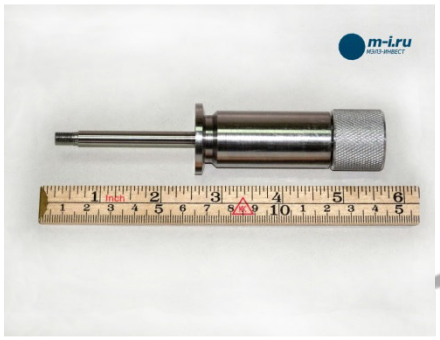
Успешно выполненные проекты:

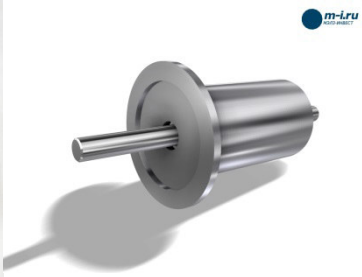
1. Модернизация установки ННВ-6И с заменой системой откачки и расширением технологических методов. Заказчик: МГУ им. Н.П. Огарева, г. Саранск.
2. Разработка семейства установок откачки и заполнения газами изделий специального назначения ГОРН. Заказчик: РФЯЦ – ВНИИЭФ, г. Саров.
3. Разработка установки электронной лучевой сварки, плавки и резки стекла и керамики. Заказчик: МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.
4. Разработка установки металлизации керамических подложек методом пароструйного осаждения.





Мы разрабатываем и производим вакуумные вводы вращения с манжетным и магнитожидкостным уплотнением. Наши вводы вращения являются оригинальной разработкой и изготавливаются в России с использованием импортных комплектующих (подшипники, уплотнительные элементы). Это позволяет обеспечить минимальную цену и короткие сроки поставки. Разработаны стандартные решения для основных типоразмеров вакуумных фланцев.







Возможно изготовление вакуумных вводов с нестандартными фланцами по вашим чертежам. Для стандартных позиций изменение исполнений хвостовиков валов выполняется без изменения стоимости готового ввода вращения.

Более подробная информация на сайте https://www.m-i.ru

Новые технологии в зарубежной вакуумной технике

Д.М. Степашков, В.С. Феофанов
Москва, ООО «МИЛЛАБ»
Дмитровское ш., д. 100, стр. 2
vf@millab.ru

Статья посвящена обзору новых и усовершенствованных вакуумных технологий. касающихся создания вакуума и герметичности вакуумных систем. Особое внимание уделяется оборудованию для создания высокого и сверхвысокого вакуума.

Представлены последние разработки европейских заводов-изготовителей: Agilent Technologies (бывши й Varian), Vacuubrand, EVAC.

New technologies in foreign vacuum equipment. D.M. Stepashkov, V.S. Feofanov. *This article provides an overview of new vacuum technology related to a creation of vacuum and tightness of vacuum systems. Equipment for the creation of high and ultra-high vacuum are more specifically considered.*

This article presents a new developments of European brands Agilent Technologies, Vacuubrand, EVAC.





Существует ряд технологических процессов, где требуется точное поддержание заданного уровня вакуума. В этой связи является актуальным разработка приборов способных контролировать вакуум. На сегодняшний день, существуют несколько зарубежных компаний-производителей вакуум-контроллеров способных работать в различных диапазонах вакуума. В этой связи самым современным вакуум-контроллером является прибор, выпущенный немецкой компанией Vacuubrand в апреле 2018 г. Данный прибор способен контролировать вакуум в диапазоне от грубого до среднего (нижний предел 10^{-3}мбар). Контроль осуществляется либо: 1) за счет открытия/закрытия соленоидного клапана, располагающегося на участке между вакуумным насосом и объектом вакуумирования; 2) за счет управления частотой инверторного двигателя. Большим преимуществом данного контроллера являются уже заранее предустановленные настройки под типовые процессы вакуумирования.

На сегодняшний день турбомолекулярные вакуумные насосы (ТМН) стали незаменимым источником для создания безмасляного высокого вакуума, как для научных, так и для индустриальных применений. Поскольку серийное производство ТМН относятся к достаточно сложному прецизионному приборостроению, количество мировых производителей данного оборудования ограничено. Одним из таких производителей со своей научно-исследовательской базой является интернациональная компания *Agilent Technologies Vacuum Product Division(до 2010г.,Varian)*с главным офисом в г. Турин (Италия). Номенклатура ТМН выпускаемых Agilent включает в себя как небольшие насосы с малой и средней производительностью (от 50 л/с), так и ТМН с большой производительностью (до 2200 л/с).В последние годы Компания *Agilent Technologies* много инвестировала в программу создания новых ТМН по техническим характеристикам превосходящих ранее выпускаемые аналоги. Новый модельный ряд ТМН

Agilent Technologies получил название*Twis Torr* и *Технология FS. Данные насосы* стали одними из самым устойчивых ТМН с механическим подвесом среди аналогов, наиболее стойкие к жестким технико-эксплуатационным условиям.

Примераминовых серийно выпускаемых ТМН в которых реализованы новые технологии являются TwisTorr 84, FS Twis Torr 304 FS,TwisTorr 404 FS, TwisTorr 704 FS, Twis Torr 804 FS (с соответствующими производительностями от 70 до 720л/с) выпущенные компанией в 2012 - 2018 годах. В настоящий момент ведется работа по созданию ТМН серии Twis Torr FS с большей производительностью. Запатентованная технология TwisTorr заключается, главным образом, в особой конструкции молекулярная ступень спиральной формы с переменным углом загиба спиралей, обеспечивающих беспрецедентное сжатие лёгких газов и возможность работать при высоком форвакуумном давлении.



Рис. 1.Twis Torr 704 FS 10^{-10} мбар,660 л/с (N_2)

Керамические подшипники с консистентной смазкой расположены в форвакуумной области и исключают даже потенциальное попадание углеводородов в откачиваемый объём. Такая конструкция обеспечивает длительный период работы до планового обслуживания, а также позволяет размещать насос в любом положении.

Вершиной технологических разработок, применённых в насосе, является система плавающей подвески FS (*Технология FS*). Ротор и статор соединяются через специальную полимерную демпфирующую вставку. Эта вставка позволяет компенсировать как осевые, так и боковые колебания вращающегося ротора при старте, торможении и прорывах атмосферы, что значительно продлевает ресурс подшипников турбомолекулярного насоса.

В работах по совершенствованию форвакуумного оборудования, в частности спиральных насосов нового поколения, важной тенденцией в конструкторских разработках стал переход к системам с повышенной надёжностью, увеличенным ресурсом работы и простым сервисом. Производители стремятся снизить такие показатели как потребление энергии, уровень шума и вибрации, габаритные размеры, свести к нулю или уменьшить генерацию частиц из насоса. Примером такой всесторонней оптимизации насос 4-го поколения, который совмещает в себе все последние достижения в области разработки насосов спирального типа.



Рис. 2. Спиральный насос IDP-10, 0,02 мбар 10,2 $м^3$/ч.

Новая технология производства торцевых уплотнений позволяет увеличить интервал межсервисного обслуживания до 22000 часов. Одноступенчатая конструкция позволяет проводить замену расходных материалов за минимальное время (20 мин). Инновационный запатентованный изолирующий клапан соленоидно-механической конструкции позволяет полностью защитить откачиваемую систему от прорыва атмосферы при отключении электропитания, особенно это важно в системах с ТМН. В конструкции насоса использованы технологии снижения вибрации. На сегодняшний день это самый тихий в Мире (50дБ) насос в серии спиральных насосов с производительностью 12-15 $м^3$/ч.

Безмасляные мембранные насосы немецкой компании Vacuubrand дополняют линейку форвакуумных насосов Agilent. Мембранные насосы Vacuubrand представлены в двух версиях: стандартной и химически стойкой. Последняя позволяет производить откачку агрессивных газов и паров без использования криоловушек. Отличным решением в качестве форвакуумного насоса будет мембранный насос Vacuubrand с технологией Vario. Насосы Vario – это насосы с инверторным двигателем. Скорость электродвигателя может меняться в зависимости от газовой нагрузки и требуемого вакуума, что делает их особенно удобными в качестве насоса предварительного разрежения. Запатентованная система TURBO-MODE, разработанная специально для этой задачи, позволяет оптимизировать процесс откачки, делая откачку практически бесшумной.



Рис. 3. Мембранный насос MV 2 NT VARIO; 0,3 мбар 3,3 $м^3$/ч.

Для сверхвысоковакуумных применений компания Agilent Technologies представила новый ионный насос VIP 200 производительностью 200 л/с. Благодаря оптимизированному распределению магнитного поля и новому дизайну, VIP-200 является наиболее компактным насосом в своем классе. VIP 200 достигает пика производительности в диапазоне давлений 10^{-8} мбар, в то время как обычные ионные насосы находятся на пике при более высоких давлениях (10^{-6} мбар). Среди аналогов насос обладает лучшей скоростью откачки азота и аргона. Благодаря новой технологии отжига диодов значительно уменьшилась скорость утечки водорода и увеличилась скорость откачки. Отжиг проводится при температуре 450 ˚С. Новый дизайн обогревателя обеспечивает высокую температурную эффективность и равномерное распределение тепла. Новый дизайн элементов: анодов, керамических изоляторов. Все диоды, включая StarCell, полностью заменяемы.

Не обошли стороной внимание специалистов Agilent Technologies и контроллеры к ионным насосам. Компания Agilent Technologies выпустила новый революционный контроллер при помощи которого можно не только создавать сверхвысокий вакуум (контроллер управляет ионным насосом который предназначен для создания СВВ) но и измерять вакуум вплоть до 10^{-12} мбар благодаря высокое разрешению по току (1nA).



Рис. 4. Ионный насос VIP 200 10^{-11} мбар 200 л/с.

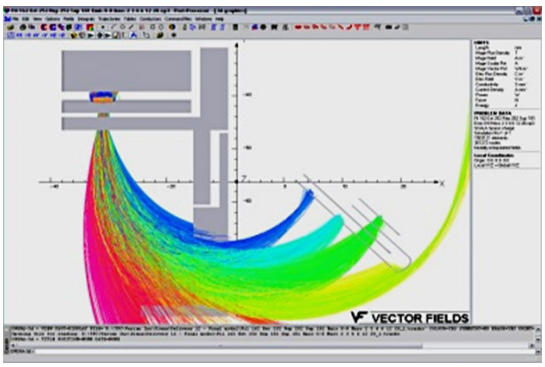
Не обошла и серия новинок Agilent Technologiesобласть течеискания. В 2018 году Agilent Technologies выпустила новую линейку течеискателей - — **серию HLD**
Традиционно течеискатели Agilent Technologies славятся как простотой применения, так и надёжностью своих решений проверки на герметичность различных систем. Они прекрасно справляются и с лабораторными сверхвысоковакуумными установками, и большими по объёму промышленными объектами.



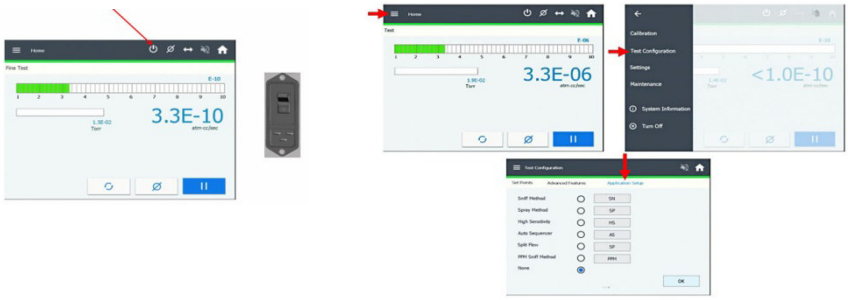
Компания MILLAB представляет новое поколение гелиевых течеискателей Agilent — **серию HLD**.

Компания Agilent является единственным производителем гелиевых течеискателей, которая самостоятельно разрабатывает и производит все комплектующие для них, начиная от откачной системы заканчивая масс-спектрометром. В последних моделях используется запатентованная двойная система форвакуумных насосов, обеспечивающая превосходную скорость откачки, и независимость от фона гелия.

Одним из преимуществ новых течеискателей HLD является большой дисплей (21 см), который имеет полностью обновленный пользовательский интерфейс с 8 доступными языками. Управление интуитивно понятно и многофункционально. Есть возможность поворота экрана в пределах 180° для идеального просмотра.



Настройки приложения — это шесть различных руководств, которые помогают пользователю быстро и правильно настроить течеискатель для лучшей производительности.



В течеискателях появились расширенные возможность работы с графиками: можно увеличить график для более тщательного изучения, отличить контрольные точки по цветовому кодированию и получить запись графиков изменения скорости утечки и давления во времени.

Усовершенствованный процесс выключения поддерживает вакуум в спектрометре и защищает турбомолекулярный насос от повреждений.

Для максимальной точности масс-спектрометрическая щель расположена под углом 135° в месте схождения пучка ионов.

Преимуществом новых гелиевых течеискателей HLD является ускоренное восстановление после нахождения большой течи. Как видно из графика намного быстрее происходит регенерация атмосферы системы при использовании течеискателя, в котором применяется система из двух насосов.

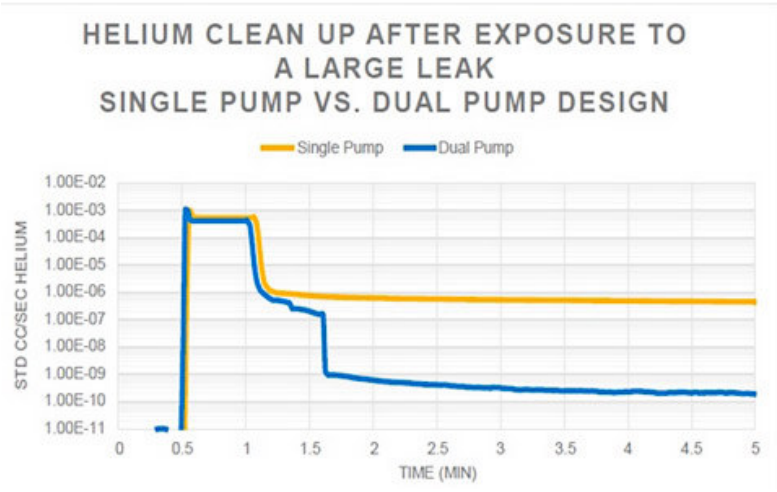


Рис. 5.Скорость очистки после обнаружения большой течи. Один насос (жёлтая линия), система насосов (синяя линия).

Очень часто течеискатели применяются там, где дополнительный шум нежелателен. Тихая работа оборудования означает, что не нужно будет обеспечивать дополнительную шумозащиту в помещении или просить работников носить защитные наушники.



Задачу создания низкого вакуума (до 0,6 мбар) в условиях агрессивной химии выполняют химстойкие мембранные насосы. Однако в химической лабораторной практике часто требуется откачка коррозионных газов и паров до уровня среднего вакуума (порядка 10^{-3}мбар). Специально для этой задачи, компанией Vacuubrand был разработан химический гибридный вакуумный насос RC 6 HYBRID (Vacuubrand). Насос представляет собой комбинацию пластинчато-роторного (маслоуплотненного) и хим. стойкого мембранного насоса. Мембранная ступень поддерживает под постоянным разрежением масляную ванну насоса, удаляя пары растворителей из масла и значительно снижая концентрацию кислорода и коррозионных газов в насосе. Благодаря этому повышается химическая стойкость, а необходимость смены масла снижается в 10 раз.

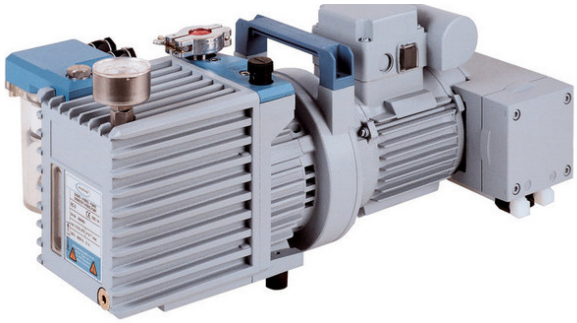


Рис. 6. Насос RC 6 HYBRID 0,002 мбар 5,9 м^3/ч.

Рассматривая новинки вакуумной техники, стоит обратить внимание на инновации в вопросе герметизации вакуумных соединений. Швейцарская компания EVAC предлагает хомуты и фланцы новой конструкции. Звеньевая конструкция хомута позволяет наиболее равномерное аксиальное сжатие 2 соединяемых фланца и добиться этим максимальной герметизации. Звеньевые хомуты такой конструкции рассчитаны для фланцев от DN 10 до DN 2000.



Рис. 7.Металлический хомут KF.

Для установок, работающих под сверхвысоким вакуумом (порядка 10^{-11}мбар) или применяемых в крио-приложениях (температура порятка 1К) разработаны новые сверхвысоковакуумные фланцы CeFix, изготовленные из стали SUS 316L. Специальные уплотнения для этих фланцев (в зависимости от задач: Cu, Ni, Al, Al/Ag) являются многоразовыми (в отличие от CFF) и могут быть использованы несколько раз.

Компания EVAC один из немногих мировых производителей стеклянной и кварцевой вакуумной арматуры (включая оптически чистые материалы). Данная арматура может использоваться в плазменной и ускорительной технике в качестве изоляторов и т.д.

Синергия брендов компании МИЛЛАБ позволяет предлагать не только стандартные решения, но и создавать индивидуальные откачные системы в зависимости от задачи заказчика, включая разные уровни автоматизации.

Компания МИЛЛАБ является официальным дистрибьютером европейских производителей вакуумной техники: Agilent Technologies, Vacuubrand, EVAC. Более десяти лет МИЛЛАБ работает с клиентами, пользующимися вакуумным оборудованием, и знает о проблемах и потребностях в вакуумных решениях для лабораторий и предприятий. Благодаря европейским партнерам и накопленному опыту, МИЛЛАБ предлагает оптимальные решения для задач различной сложности.

Компания Agilent Technologies Inc (бывш. VarianInc) является мировым лидером в области производства вакуумного оборудования. Номенклатура Agilent включает в себя оборудование для создания вакуума во всех диапазонах: от грубого до сверхвысокого, а также средства измерения и контроля создаваемого разрежения.

ПОЗДРАВЛЯЕМ ЮБИЛЯРОВ

Курбатов Олег Константинович

Доктор технических наук, Лауреат Государственной премии СССР.



Родился 07 августа 1938 г. в г. Москве. В 1956 г. окончил среднюю школу с серебряной медалью и в том же году поступил учиться в Московский Инженерно-Физический Институт (МИФИ), который окончил в 1962 г. по специальности «Вакуумная техника электрофизических установок», а точнее – вакуумная техника ускорителей заряженных частиц и термоядерных установок.

В институте преподавателями были:

- академик Обреимов И.В. (курс общей химии), соратник академика Ландау Л.Д.
- академик Черенков П.А. (курс ускорителей заряженных частиц), Лауреат Нобелевской премии в области физики, соратник академика Вавилова С.А.
- д.т.н. Тягунов Г.А., крупный учёный в области вакуумной техники, заведующий кафедрой.
- д.т.н. Вальднер О.А., Лауреат Госпремии СССР, научный руководитель разработок отечественных линейных ускорителей, заведующий кафедрой.
- к.ф.-м.н., в будущем академик Сагдеев Р.З. (курс – теория плазмы и термоядерных реакций), ученик академика Курчатова И.В., в будущем директор Института космических исследований АН СССР.
- к.ф.-м.н., в будущем академик Беляев С.Т. (курс – теоретическая физика), ученик академика Курчатова И.В. и многие другие выдающиеся учёные - физики.

Вакуумную технику преподавал Меньшиков Михаил Иванович, к.т.н., Главный инженер Научно-исследовательского вакуумного института (НИВИ). Позже Меньшиков М.И. станет д.т.н., Лауреатом Ленинской и Государственной премий СССР.

Именно Михаил Иванович пригласил Курбатова О.К. в НИВИ сначала на дипломную, а затем на постоянную работу в лабораторию к.т.н. Виноградова М.И.

Дипломная работа была посвящена исследованиям зависимости эффективности откачки магниторазрядного насоса от физических и геометрических параметров элементарной ячейки. Защищена на «отлично». Результаты работы легли в основу разработки насосов серии НЭМ, предназначенных для откачки вакуумных камер крупнейшего в Европе строящегося в то время в Протвине (под Москвой) протонного ускорителя.

С 1962 г. – по 2012 г. Курбатов - на постоянной работе в НИВИ, НИИВТ, НПО «Вакууммашприбор», ФГУП НИИВТ им. С.А. Векшинского. В разные годы институт назывался по-разному.

За время работы в институте Курбатов занимал должность инженера, ст. инженера, начальника лаборатории и начальника отдела. В 90-е годы был учёным секретарём Научно-технического Совета института.

За долгие годы работы в институте Курбатов выполнил большой объем НИР и ОКР по тематике магниторазрядных насосов и вакуумной арматуры. Среди них – глубокие исследования физических процессов и закономерностей в ячейках магниторазрядных насосов: зависимостей разрядного тока от величин анодного напряжения, напряженности магнитного поля, геометрических размеров, определение коэффициентов распыления титана ионами откачиваемых газов с целью разработки методики расчёта и конструирования оптимизированных сверхвысоковакуумных насосов. Неоднократно выступал с докладами на научно-технических семинарах НИВИ, руководимых академиком С.А. Векшинским.

Курбатов являлся главным конструктором по созданию и внедрению в промышленность отечественных насосов серии НМД (от 6,3 до 1000 л/с), а также ряда специальных насосов для откачки приборов и оборудования военной техники, разработанных и выпускаемых по Постановлениям ЦК КПСС и Совета министров СССР.

В 1984 году Курбатову в составе авторского коллектива учёных и инженеров НИИВТ им. С.А Векшинского, МГУ и МИЭМ была присуждена Государственная премия СССР за участие в выполнении комплексной работы по элементной базе вакуумного машиностроения.

С 1973 г. Курбатов работал начальником лаборатории вакуумной арматуры. Под его руководством и при непосредственном участии был разработан и внедрён в серийное производство на заводе «Темп» (г. Фурманов) большой комплекс вакуумных автоматических клапанов и затворов, фланцевых соединений.

С 1993 г. по совместительству Курбатов работал Генеральным директором НПФ «Аргонавт-Темп» - малого предприятия при ФГУП НИИВТ им. С.А. Векшинского по созданию и поставкам новой импортозамещающей автоматизированной арматуры для теплоэнергетических объектов городского хозяйства.

Курбатов О.К. – доктор технических наук, автор более 100 научных работ, 19 изобретений и 3-х патентов, соавтор 2-х учебников и 2-х справочников.

Награждён медалями «За доблестный труд. В ознаименование 100-летия со дня ождения В.И. Ленина», «Ветеран труда», «Почётный радист СССР», «В память 850-летия Москвы», Золотой медалью SPI (Франция. Ассоциация развития промышленности).

Совет РНТВО им. академика С.А.Векшинского сердечно поздравляет Курбатова Олега Константиновича с юбилеем и желает ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

Профессору Деулину Евгению Алексеевичу 80 лет



Евгений Алексеевич Деулин родился в Москве 9.07.1938. Окончил МВТУ (нынешнее МГТУ) со званием «инженер-механик» в 1962. В 1971г. защитил кандидатскую диссертацию по теме «Вопросы оптимального конструирования сверхвысоковакуумных вводов движения» Докторскую диссертацию по проблемам конструирования сверхвысоковакуумных механизмов защитил в 1987. С 1988 работает в должности профессора кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ. Является бессменным руководителем студенческой группы по исследованию вакуумных механизмов. Среди его учеников трое «Лауреатов Премии Ленинского Комсомола», 24 кандидата технических наук, два доктора технических наук, восемь Президентских Стипендиатов. В период 1964-1989 Е.А.Деулин исследовал все основные типы сверхвысоковакуумных (СВВ) механизмов и разработал 54 типоразмера вакуумных вводов, заложенных в 5 разработанных им стандартах СССР, включающих оригинальные для своего времени механизмы: СВВ волновые вводы вращения, СВВ несоосные вводы поступательного движения, многокоординатные магнито-реологические приводы для рентгено-литографии и др. Автор 76 Патентов и авторских свидетельств СССР и РФ. Им запатентованы система вакуумной диагностики, базирующаяся на анализе процесса изменения остаточного давления, система компьютерной диагностики турбомолекулярных вакуумных насосов, новый способ и устройство для измерения вакуума в сверх широком диапазоне давлений. Е.А. Деулин создал теоретические основы процесса газообмена в вакууме и был первым, кто предсказал и описал процесс механо-стимулированной диффузии газов в материалах пары трения, что впервые было доложено на 3й Российской Вакуумной Конференции в 1996г. и на 10й Европейской Конференции по Анализу Поверхности в 1997г (ECASIA`97, Sweden.) Первые экспериментальные результаты, подтверждающие предположение были получены в Москве (МГТУ) и в Мадриде (CETEF) в сотрудничестве с его учеником Р.А. Невшупой и с проф. Х. Сеговия (J.L. de Segovia) в 1998-1999г.г. В 1997 Е.А. Деулин впервые, вместе со своим учеником А.А. Гаценко теоретически предсказал и экспериментально описал физическую природу изменения коэффициента трения как функцию давления в сверхвысоком вакууме. Результаты были доложены на 4й Российской Вакуумной Конференции в 1997, на конгрессе IVC-14, в Англии (Birmingham) в 1998. Сейчас эта работа трансформировалась в «Теорию сухого трения»

Деулин Е.А. в течение 45 лет занимается проблемами образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии. Его творческий вклад в науку о вакууме выражается в написании ряда учебных пособий МГТУ (МВТУ) в объёме 67 п.л., он является организатором студенческого конструкторского бюро на кафедре АМ-12 МВТУ (известного как СКБ кафедры) которое продуктивно работало в течении 30 лет до начала так называемой «Перестройки». Студенты и аспиранты занимающиеся под его руководством научно-исследовательской работой в СКБ, становились лауреатами премии «Ленинского комсомола», Президентскими стипендиатами, стипендиатами Правительства России, лауреатами различных конкурсов Государственного уровня.

Профессор Деулин в 2003г. как автор более чем 250 научных публикаций и как руководитель 4 аспирантов, и 10 студентов был признан “Лучшим научным руководителем» МГТУ им. Баумана. Сформированные Е.А. Деулиным новые научные направления отражены в двухтомной монографии «Механика и Физика Точных Вакуумных Механизмов» 2000-2003г.г, переведенной Деулиным на английский язык и переизданной в 2012г. издательством Springer под названием “Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms ”. Продолжение этой монографии создано Е.А.Деулиным под названием «Физика Вакуумной Механики» и дважды переиздано в 2017-2018г.г.Московским издательством «Горячая Линия -Телеком».

Совет РНТВО им. академика С.А.Векшинского сердечно поздравляет профессора Евгения Алексеевича Деулина с юбилеем и желает ему здоровья и новых свершений.

Ребров Алексей Кузьмич



Родился 30.07.1933 в с. Верхнебогдановка Верхне-Тепловского района Ворошиловоградской области.

В 1955 г. с отличием окончил Харьковский авиационный институт, специальность "Инженер-механик по авиамоторостроению".

В 1957 – 1960 гг. учился в аспирантуре Казанского авиационного института. В 1961г. по рекомендации С. С. Кутателадзе он был принят на работу в Институт теплофизики СО АН СССР в лабораторию А. И. Леонтьева, в 1962 г. защитил кандидатскую диссертацию по теме «Исследование теплообмена в разреженном пространстве». С 1965 по 1966 г. А. К. Ребров работал ученым секретарём института, а с 1966 г. в должности заведующего лабораторией (позднее отделом) разреженных газов. В 1972 г. защитил докторскую диссертацию по теме «Исследование расширения газа в среду низкой плотности». В 1974 г. Алексею Кузьмичу присвоено звание профессора. В течение длительного времени А.К. Ребров был профессором Новосибирского государственного университета, членом Учёного совета физического факультета, возглавлял кафедру физики неравновесных процессов НГУ. Профессор кафедры теоретической и промышленной теплотехники ЭНИН ТПУ г.Томск. С 2004 г. А. К. Ребров – советник Российской академии наук. С 09.01.2017 - по настоящее время ГНС ИТ СО РАН.

В 1990 г. он избран членом-корреспондентом АН СССР по Отделению проблем машиностроения, механики процессов управления (механика), а в 2000 г. – академиком РАН (Отделение энергетики, машиностроения, механики и процессов управления РАН).

Научную деятельность начал участием в исследованиях огневого бурения скальных пород. Затем А.К.Ребровым получены фундаментальные результаты при исследовании процессов переноса в разреженных газах, газодинамики струй низкой плотности, процессов релаксации, конденсации и излучения в неравновесных газовых потоках. Созданные им методы электронно-пучковой диагностики потоков газов низкой плотности позволили провести экспериментальные исследования различных физических процессов, происходящих в сверхзвуковых струйных течениях. Полученные результаты нашли применение при создании космических аппаратов и орбитальных станций, а также серии высоковакуумных диффузионных насосов. А.К.Ребров был ведущим учёным при теплофизическом обосновании высотной астрофизической обсерватории “Сатурн”.

А.К.Ребровым создан крупнейший в СССР вакуумный газодинамический комплекс, оснащенный современными диагностическими средствами. Это позволило выполнить ряд приоритетных исследований в области неравновесных сверхзвуковых струйных течений с эффектами поступательной, вращательной и колебательной релаксации, спонтанной конденсации и излучения, а также исследований оборонного значения.

В настоящее время в Институте теплофизики им. С.С.Кутателадзе успешно развивается ряд направлений, идеи которых были заложены в лаборатории, возглавляемой А. К. Ребровым: образование кластеров в расширяющихся потоках газов; взаимодействие газовых и плазменных потоков с преградой; газодинамические аспекты лазерной абляции; кинетические процессы в разреженном газе и плазме; вакуумные технологии. В последнее время под руководством А. К. Реброва активно развивается направление, связанное с научным обоснованием газоструйного синтеза наноразмерных структур. В частности, ведется разработка новых методик

газоструйного осаждения алмазных структур с использованием термической и плазменной активации газов-предшественников.

Научная школа А. К. Реброва широко известна в стране и за рубежом. Под его руководством подготовлены 33 кандидата наук, 13 из них стали докторами наук, один – академиком РАН.

Публикаций **б**олее 300.

Член редколлегий журналов «Прикладная механика и техническая физика» и «Вакуумная техника и технология», ”Энергия, экономика, техника, экология”.

А. К. Реброву принадлежит ключевая роль в организации и проведении всероссийских и международных конференций по динамике разреженных газов. Он является членом Международного совещательного комитета симпозиумов по динамике разреженных газов (44 года), членом Научного совета по вакуумной науке и технике РФ, Российского национального комитета по теоретической и прикладной механике, Европейской гиперзвуковой ассоциации, Объединенного ученого совета по энергетике, машиностроению, механике и процессам управления СО РАН.

Среди наград - Орден Дружбы и ряд медалей.

Совет РНТВО им. академика С.А.Векшинского сердечно поздравляет профессора Алексея Кузьмича Реброва с юбилеем и желает ему здоровья и новых свершений.

Авторский указатель

А
Акишин М.Ю. 228
Андреева Н.А. 59
Астахова Г.К. 59
Аунг З.Н. 308
Аунг Зау Пхо 138
Аунг Чжо Чжо 160
Б
Багдасарян А.С. 165
Багдасарян С.А. 170
Базиненков А.М. 122
Беликов А.И. 156
Беляева Е.В. 346,347
Белянин А.Ф. 165,170
Богданова Ю.Г. 265
Бондарев Ю.С. 202
Борисов В.В. 165,170
Бурмистров А.В. 97
Буш А.А. 335,340
Бушин С.А. 76
Бычков С.П. 151,239
В
Васильев Д.Д. 132,221,228,234
Вашин С.А. 87
Веденеев В.В. 251
Вин Л.Н. 308
Волченкова В.А. 59
Г
Галаганова Е.Н. 218
Галкин С.С. 76
Глущенков А.В. 303
Горобей В.Н. 103
Гришина И.П. 260,262
Д
Давыдов С.Г. 42,46
Демидов Е.В. 285
Деулин Е.А. 81,92
Долгов А.Н. 42,46
До Тхи Ньян
Дубинин С.А. 176
Дубровин К.А. 52
Дударева О.А. 260,262
Дюбанов В.А. 207
Е
Езенкова Д.А. 207
Елинсон В.М. 265,272,276
Емельяненко Р.О. 81,92
Есаулов М.Н. 59
Ефимов В.Б. 70
Ж
Жировов Е.В. 248,251
Жуков Р.М. 212
З
Зайончковский В.С. 160
Завольский Н.А. 61
Зарвин А.Е. 52
Зикий Е.В. 239
Золотов Ф.И. 228
И
Ибрагимов А.Р. 212
Иванова Д.А. 122
Израилов Е.К. 103
Иляков Е.В. 61,65
Ильин В.Н. 285
Исаева А.А. 181
К
Казенас Е.К. 59
Калынов Ю.К. 61
Каляда В.В. 52
Капустин В.И. 313,319,324,329,335,340
Капустин Е.Н. 12
Каторов А.С. 42
Климова Н.Н. 87
Кобзев В.А. 248,251
Колесник Л.Л. 126,138
Коннов А.В. 298
Константинова Т.Г. 228
Корепин Г.Ф. 87
Королев С.В. 287
Коротченко Д.А. 129
Корнеев А.В. 46
Корнюхин А.А. 285
Кочетков А.Ю. 244
Кочнев В.И. 298
Кругленя П.А. 285
Крылов А.В. 285
Кузькин В.И. 276
Кулагин И.С. 61,65
Куликов И.Н. 126
Купцов А.Д. 187
Куцый Л.К. 251
Л
Латт Мьо Мин 138
Лвин З.Я. 308
Лебединский Ю.Ю. 335,340
Ли И.П. 303,313,319,324,329,335,340
Локтев Д.Н. 303
Лосенко Д.С. 75
Лямин А.Н. 265,272
Лясников В.Н. 262
Лясникова А.В. 260,262

М
Макеев И.В. 122
Малеванная Е.И. 221,234
Маркелова О.А. 260,262
Масленников О.Ю. 285
Мачикин В.С. 144
Миляев И.М. 160
Михайлов В.П. 81
Мозер К.В. 207
Моисеев К.М. 132,221,228,234
Москаленко С.О. 313,324,329,335,340
Н
Налимов С.А. 170
Нестеров С.Б. 26,33,346,347,350
Нечаев В.Е. 65
Ньян До Тхи 156
О
Овчинникова О.А. 59
Огнев О.В. 151
Одиноков В.В. 109
П
Павленко А.Д. 132
Панфилова Е.В. 207,212,218
Панфилов Ю.В. 26
Пенкина Т.Н. 59
Перов Н.С. 160
Петрашева Д.Н. 87
Петров В.С. 303
Полунина А.А. 303
Предтеченский П.О. 129,282
Пронин М.А. 181
Пшеничный А.А. 46
Пьо Чжо Зин 156
Р
Райков А.А. 97
Ревазов В.О. 42
Роменская В.В. 218
Ротарь А.П. 122
Рыбальченко Я.Г. 132
С
Саликеев С.И. 97
Самойлова В.С. 202
Сапронова Т.М. 293
Свитов В.И. 329
Севрюгина Е.А. 197
Сидорова С.В. 26,176,181,187,197
Сметанин К.В. 251
Смирнов В.А. 298
Смирнов К.В. 228
Смирнова В.Б. 59
Смоланов Н.А. 192
Соколов А.Б. 75
Степашков Д.М 357
Т
Телегин С.В. 260
Тюрин А.В. 97
Тютюкин Е.Р. 92
У
Ульянов К.Н. 293
Ф
Феофанов В.С. 357
Фомина А.А. 59
Фомин Д.М. 100
Х
Ханбеков И.Ф. 303
Хлаинг Мьо Чжо 138
Хлопов Б.В. 165,202
Художитков В.Э. 52
Ц
Цветков Ю.В. 59
Ципун А.В. 248
Ч
Чжо Н.Ч. 308
Чиненов С.Т. 52
Чернышенко А.А. 100
Чубаров О.Е. 248
Чучева Г.В. 165
Ш
Шашин Д.Е. 170
Шведов А.В. 265
Шевченко А.С. 61,65
Шеметова Е.В. 244
Шешин Е.П. 298,308
Шуманов А.В. 313,319,324,329,335,340
Щ
Щур П.А. 272
Ю
Юрин А.И. 170
Я
Ядровский А.И. 76
Якубов Р.Х. 42,46
Яскин А.С. 52

ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА
(СУДАК, 2018, 16 – 22 СЕНТЯБРЯ)

Ответственный за выпуск
Г.Н. Иванова

Технический редактор
Е.В. Беляева

Российское научно-техническое вакуумное общество
им. академика С.А. Векшинского
РФ. Москва
www.vacuum.org.ru
e-mail: ivanova@vacuum.org.ru
Г.Н. Иванова

Подписано в печать 30.08.2018

Отпечатано в типографии ООО «Копиринг»
г.Москва. ул. Нагатинская, д.3А
e-mail: copyring@mail.ru, www.copyring.ru

усл.печ. листов: 22 Формат: А4
Тираж: 100 экз.