

## ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРИИ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНЫХ РЕАКЦИЙ ДЛЯ ОПИСАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ОТКАЧКИ ИМПУЛЬСНЫХ МАГНЕТРОНОВ МАЛОЙ МОЩНОСТИ

## THE SERIAL REACTIONS THEORY APPLICATIONS FOR DESCRIPTION VACUUM PUMPING TECHNOLOGY OF THE LOW-POWER PULSED MAGNETRON

И.Ф.Ханбеков<sup>1,2</sup> / ivan.khan@ya.ru, В.С.Петров<sup>1</sup>, И.П.Ли<sup>1</sup>, А.А.Полунина<sup>1</sup> / alisapolunina@mail.ru

I.F.Khanbekov, V.S.Petrov, I.P.Li, A.A.Polunina

<sup>1</sup>АО «Плутон», г. Москва

<sup>2</sup> МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва

*Проведенное измерение температурной зависимости парциального давления термодесорбционного молекулярного водорода при откачке нагреваемого со скоростью 10 град/мин образца монокристаллического кварца выявило две группы зависимостей. Первая группа – давление поверхностного термодесорбционного молекулярного водорода, вторая группа - давление объемного диффузионного термодесорбционного молекулярного водорода. Первая и вторая группы характеризуют ряд последовательных реакций, совокупность которых является экспериментальным сопровождением технологии откачки корпуса магнетрона.*

*The article describes the measurement of the temperature dependence of the partial pressure of thermodesorption molecular hydrogen during vacuum pumping of a single-crystal quartz sample heated at a speed of 10 deg/min. It revealed two groups of dependencies. The first group is the pressure of surface thermodesorption molecular hydrogen, the second group is the pressure of bulk diffusive thermodesorption molecular hydrogen. The first and second groups characterize a series of sequential reactions, the totality of which is an experimental accompaniment to the technology of vacuum pumping the magnetron housing.*

Ключевые слова: магнетрон, вакуумная откачка, масс-спектрометр, поверхностная термодесорбция, объемная диффузионная термодесорбция, последовательные реакции, металло-кислородные тетраэдры, кварц.

Keywords: magnetron, vacuum pumping, mass spectrometer, surface thermal desorption, bulk diffusion thermal desorption, sequential reactions, metal-oxygen tetrahedra, quartz.

Две детали внутренней арматуры магнетрона – окно вывода энергии и радиопоглощающая пластина синтезированы на основе структурных единиц, представляющих собой металло-кислородные тетраэдры. По условиям синтеза промежутки между металло-кислородными тетраэдрами заполняются атомами и молекулами атмосферных газов, как на поверхности, так и в объеме (рис. 1, 2). Окна вывода энергии и радиопоглощающие элементы изготавливаются по керамической технологии из шихты состава: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Сквозная пористость не препятствует применению этих материалов в качестве вакуум-плотных в связи с относительно высоким гидравлическим сопротивлением газовому потоку. Тем не менее, эти материалы характеризуются наибольшей газонасыщенностью по сравнению с любыми металлическими сплавами.

Все детали внутренней арматуры при откачке с термическим возбуждением корпуса вносят свой вклад в общую газовую нагрузку для средств откачки. Оценить вклад каждой детали в формирование газовой нагрузки можно контролируя температурную зависимость давления остаточных газов при ее индивидуальной откачке в модельном объеме.

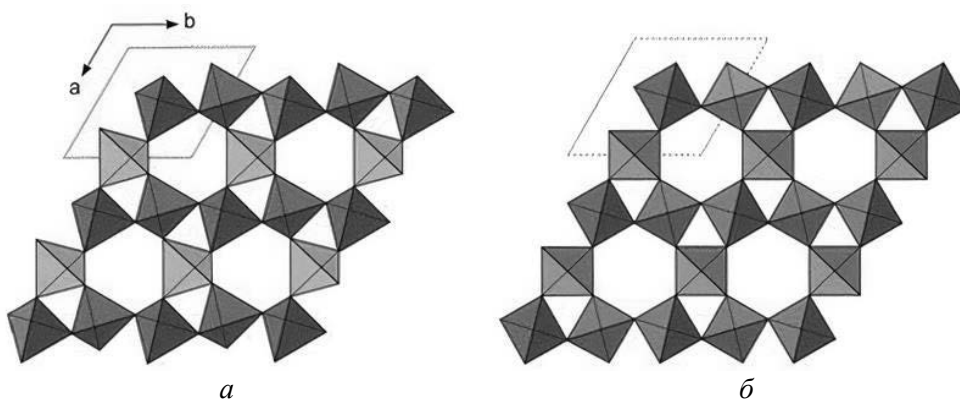


Рис. 1. Структура кварца в проекции на (0001): а – структура тригонального  $\alpha$ -кварца, б – структура гексагонального  $\beta$ -кварца.

Обеспечение необходимого уровня электрофизических характеристик и достаточной долговечности работы отпаянного импульсного магнетрона зависит от реализации условия практически бесстолкновительного пролета электронов в пространстве взаимодействия. Это условие определяется минимально достижимым давлением остаточных газов на весь срок работы прибора. По экономическим и технологическим факторам для выпуска серийной продукции пригодны существующие современные средства откачки, которые обеспечивают минимальное давление остаточных газов в момент отпайки  $P = 10^{-6}$  Па.

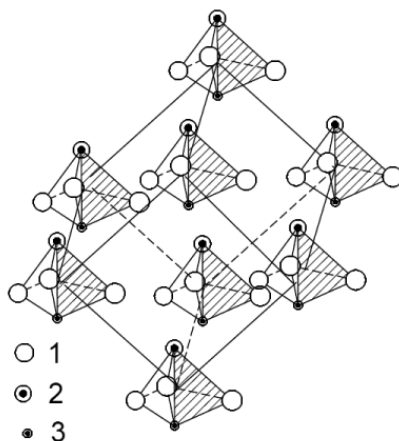


Рис. 2. Структурная схема радиопрозрачного и радиопоглощающего элементов, элементарной ячейки корунда: 1 – атом кислорода; 2 – атом Al в корунде  $Al_2O_3$  или Fe в ильмените  $(Ti,Fe)_2O_3$ ; 3 – атом Al(Cr,Fe) в корунде или Ti в ильмените [1].

Откачка воздуха из корпуса импульсного магнетрона состоит из ряда последовательных реакций, состоящих из нескольких стадий, следующих друг за другом:

- откачка свободного воздуха из объема корпуса магнетрона,
- перевод адсорбированных слоев газовых молекул в десорбционный газ,
- откачка десорбционного газа,

- перевод газовых атомов из твердого раствора в объеме деталей внутренней арматуры на поверхность по диффузионному механизму,
- адсорбция диффузионных газовых атомов на поверхности,
- агрегатирование адсорбированных атомов в молекулы,
- перевод адсорбированных слоев газовых молекул в десорбционно-диффузионный газ,
- откачка десорбционно-диффузионного газа.

Последовательные реакции характеризуются промежуточными стадиями, если продукт предыдущей стадии служит исходным веществом последующей. Теория последовательных реакций содержит описание механизма окончания предыдущей реакции и начало последующей реакции, которая заключается в наличии промежуточного этапа – индукционного периода. Период индукции – время резкого снижения количества производимого продукта предыдущей реакции и, одновременно, время «подготовки» следующей реакции.

Десорбционные и диффузионные процессы при комнатной температуре протекают относительно медленно и для активного удаления из деталей адсорбированных и растворённых газов, его корпус нагревают. Учитывая номенклатуру применяемых материалов и способы создания неразъемных соединений при сборке, максимально безопасной температурой в настоящее время принято считать 550°C.

Последовательность десорбционных реакций при откачке следует из рассмотрения гипотетической схемы Ю.Г.Птушинского [2] (рис. 3), которая принята за основу при экспериментальном определении температурной зависимости парциального давления молекулярного водорода на образце монокристаллического кварца.

Монокристаллический образец синтетического кварца выращен гидротермальным методом. Природный кварц использован в качестве питательной среды, затравки изготовлены из синтетического кварца, вырезанного с определённой кристаллографической ориентацией.

В вакуумной электронике кварц применяется только до 573°C ( $\alpha$ -кварц), это температура  $\alpha - \beta$  фазового превращения. В  $\alpha$ -фазе каждый атом кремния окружён тетраэдрически расположенными вокруг него атомами кислорода. Таким образом, в основе всех силикатов находятся кислородные тетраэдры, которые различно сочетаются друг с другом в разных температурных интервалах, образуя промежуточные фазы.

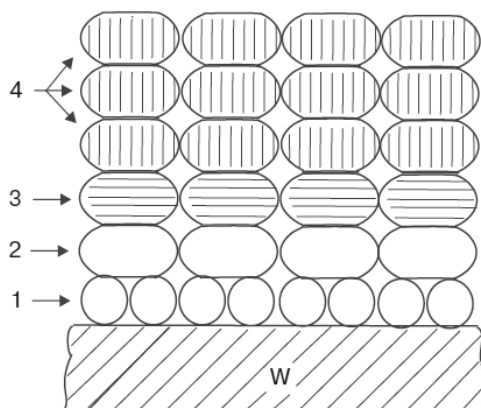


Рис. 3. Модель адсорбционного слоя кислорода при  $T_s \sim 5K$  на поверхности вольфрама: 1 – атомарная хемосорбция; 2 – молекулярная хемосорбция; 3 – физическая адсорбция; 4 – конденсационные слои.

В интервале температур существования  $\alpha$ -фазы по десорбционным измерениям нами обнаружены фазовые превращения второго рода – образование  $s$  и  $t$  несоразмерных фаз, теоретически предсказанных Д.Г.Санниковым [3]. На способ обнаружения

промежуточных фаз в кварце по измерению парциального давления десорбционного водорода при откачке нами получен Патент РФ [4].

Различные сочетания кремний – кислородных тетраэдров при температурах фазовых превращений модулируют диффузионные потоки атомов водорода на поверхность образца, фиксируя различные участки прямолинейной зависимости  $\ln P = f(T^{-1})$ . Это является основой для идентификации промежуточных фаз при нагревании.

Можно предположить, что схема адсорбционных слоев газовых атомов и молекул на поверхности вольфрама (рис. 3) условно принята такой же для поверхности монокристаллического кварца. Если учесть, что адсорбционные слои состоят из разных атомов и молекул воздушной атмосферы, схема значительно усложнится. Однако в этой усложненной схеме останется разделение слоев на атомно-адсорбционные, химически и физически адсорбированные молекулярные слои, конденсированные молекулярные слои.

На первом этапе поверхностные адсорбционные слои будут переходить в свободный газ по мере повышения температуры. При нагревании в неизотермическом режиме исследуемых материалов в режиме вакуумной откачки очередность перехода определяется энергией связи между молекулярными слоями и энергией связи атомарного слоя с поверхностью вплоть до момента полной очистки поверхности.

На втором этапе будет происходить диффузия газовых атомов в направлении к поверхности, выход атомов на поверхность, которая в динамическом режиме по диффузионному закону будет заполняться адсорбирующимися атомами. Переход адсорбирующихся атомов в свободный газ наиболее вероятен в молекулярном состоянии. Молекулярная форма адсорбирующихся на поверхности атомов образуется в результате латеральных взаимодействий между ними.

При диффузионно стимулированной адсорбции повышается концентрация газовых частиц на поверхности, образуются газовые слои в соответствии со схемой Рис 3. Характер образования слоев газовых частиц и переход их в свободный газ несет информацию об изменении структурных особенностей объема образца при нагревании. Это термическое расширение и фазовые превращения.

Для экспериментальной проверки правильности теоретической схемы адсорбционных слоев рис. 3 проведено определение температурной зависимости давления газа термодесорбционного молекулярного водорода на образце монокристаллического кварца. Измерение проводили на времяпролетном масс-спектрометре ИТА-200 в неизотермическом режиме при нагревании со скоростью 10 град/мин.

На рис. 4 представлена последовательность реакций термодесорбции с поверхности (1, 2, 3) и термодиффузионной десорбции из объема (3, 4, 5, 6, 7, 8).

При откачке, в условиях нагрева монокристаллического кварца, первыми удаляются молекулярные слои 4, 3, 2, а затем атомарный слой 1, указанные на рис.3. Поверхность образца полностью очищается в точке 3 (рис. 4), затем только происходит диффузионная термодесорбция водорода из объема.

Все участки рис. 4 с положительным наклоном характеризуют атомарную десорбцию, участки с отрицательным наклоном характеризуют молекулярную десорбцию. Точки 3-4-5, 5-6-7 определяют объемные фазовые превращения второго рода  $s$  и  $t$  несоразмерных фаз [4] в  $\alpha$ -фазе кварца. Точка 7 определяет температуру размытого  $\alpha$ - $\beta$  фазового перехода [5].

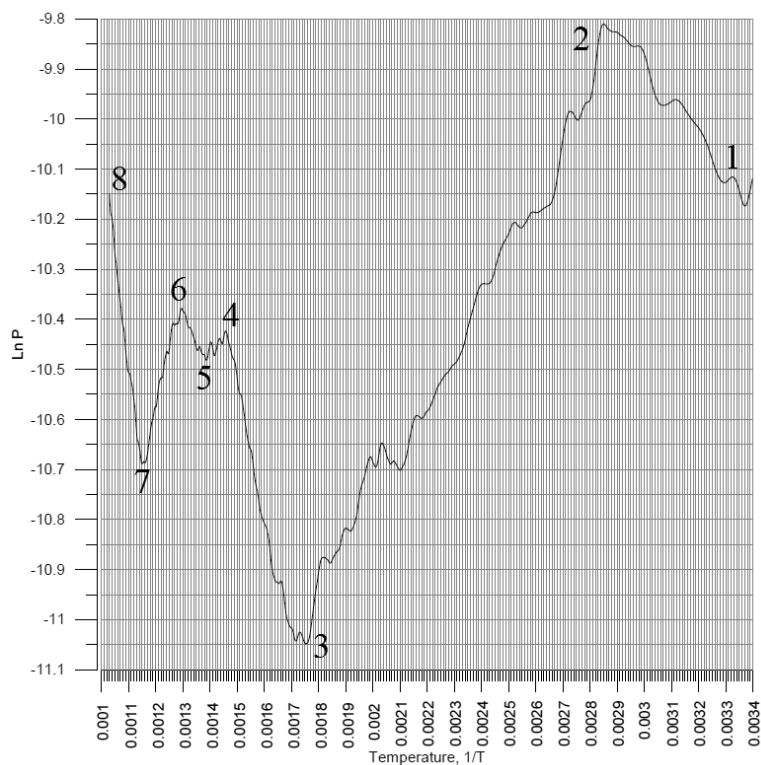


Рис. 4. Температурная зависимость изменения парциального давления молекулярного водорода над поверхностью образца монокристаллического кварца, определенная на времяпролетном масс-спектрометре для участка нагрева от 20°C до 700°C, где 1 – (20°C,  $3,7 \cdot 10^{-5}$ Па), 2 – (85°C,  $5,5 \cdot 10^{-5}$ Па), 3 – (289°C,  $1,6 \cdot 10^{-5}$ Па), 4 – (407°C,  $3,4 \cdot 10^{-5}$ Па), 5 – (442°C,  $3,38 \cdot 10^{-5}$ Па), 6 – (495°C,  $3,5 \cdot 10^{-5}$ Па), 7 – (573°C,  $3 \cdot 10^{-5}$ Па, (объемный  $\alpha$ - $\beta$  фазовый переход), 8 – окончание измерений.

## ВЫВОДЫ

При непрерывной регистрации давления остаточных газов при откачке магнетронов, применение теории последовательных реакций позволит определить интервал временной зависимости поверхностной десорбции газовых атомов и молекул и, отдельно, интервал временной зависимости объемной десорбции. Эта информация дает возможность обосновано выбрать оптимальную скорость нагрева корпуса магнетрона на неизотермической стадии нагрева и длительность изотермического участка.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Голдин Б.А., Рябков Ю.И., Секушин Н.А., Назарова Л.Ю. Проблемы радиопрозрачности и радиопоглощения керамических и композиционных материалов со структурой корунда (сравнительный анализ). Известия Коми научного центра УРО РАН. Вып.3. Сыктывкар, 2010. с.66 – 68.
2. Птушинский Ю.Г. Низкотемпературная адсорбция газов на поверхности металлов. Физика низких температур, 2004, т. 30, № 1, с. 3 – 37.
3. Санников Д.Г. Теоретическая последовательность  $s$  и  $t$  – несоизмерных фаз в кварце. Физика твердого тела, 2008, том 50, вып 3.– с. 490 – 492.
4. Петров В.С., Смирнов И.С., Яковлев О.И. и др. Способ идентификации промежуточных фаз в монокристаллах силикатов. Патент РФ на изобретение № 2470288.

5. Веттегрень В.И., Мамалимов Р.И., Соболев Г.А. Размытый фазовый переход в поверхностном слое кварца при изменении температуры // Физика твердого тела. 2013. Т. 55, вып. 10.– с.1987–1992.

## **ВОЗРОЖДЕНИЕ КАТОДНО-ВАКУУМНОГО НАПРАВЛЕНИЯ АО «ПЛУТОН»**

### **REVIVAL OF THE CATHODE-VACUUM DIRECTION OF JSC «PLUTON»**

**И.П.Ли / i.li@pluton.msk.ru, Н.Е.Леденцова**

**I.P.Li, N.E.Ledentsova**

АО «Плутон», г. Москва

*В статье рассмотрены основные достижения и перспективы развития Технического центра «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон».*

*The article discusses the main achievements and prospects for the development of the technical center «Basic technologies of EVP» of JSC «Pluton».*

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Статья посвящена 90 – летнему юбилею АО «Плутон»**

Экономический коллапс, охвативший страну в 90-х годах XX столетия, привёл к разорению или перепрофилированию ряда предприятий, занятых в сфере производства электровакуумных приборов, а недофинансирование научно-технологических работ и эпизодичность госзаказов привели к катастрофическому снижению научно-технического потенциала предприятий, в той или иной степени сохранивших своё профильное направление. Безусловно, эти последствия незамедлительно отразились и на функционировании специализированных технологических служб АО «Плутон», в частности, подразделений, связанных с катодно-вакуумной техникой и технологиями (потеря ведущих специалистов, отсутствие финансирования для закупки приборов, оборудования, сырья и полуфабрикатов, всеобщая депрессия и пр.).

Однако, в нулевых годах XXI века приборы СВЧ ЭВП вновь стали востребованными, а задачи по созданию современных приборов с более высокими тактико-техническими характеристиками, - актуальными и жизненно необходимыми. Для решения этих задач необходимо было в кратчайшие сроки возродить катодно-вакуумное направление и, более того, воссоздать его на более высоком научно-техническом уровне. К этому времени в АО «Плутон» сохранилось лишь небольшое число сотрудников в той или иной степени связанных с производством стандартных типов эффективных катодов. Для разработки и выпуска более современных типов приборов, отличавшихся совершенно новыми эксплуатационными параметрами, достигнутого уровня в области катодной техники было явно не достаточно. В связи с этим в 2008 году руководством предприятия было принято решение о создании специального катодного подразделения. В 2009 году это решение было реализовано созданием отдела разработки катодов (ОРК), на тот момент состоявшим из 3 человек. Естественно, отдел с подобным составом, в принципе, не мог решить назревшие за два десятилетия проблемы. Поэтому для реализации задач по созданию высокоэффективных катодов, необходимо было в кратчайшее сроки усилить отдел выпускниками ВУЗов, вернуть на работу хоть часть специалистов-катодников,