

**Группа компаний ITE**

**Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика  
С.А. Векшинского**

**Московская торгово-промышленная палата**

**Московский государственный технический университет  
им. Н.Э.Баумана**

**АО «Вакууммаш»**

**Российский союз научных и инженерных общественных объединений**

**ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА,  
МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ**

**МАТЕРИАЛЫ  
XII МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ  
КОНФЕРЕНЦИИ  
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2017, 11 – 13 АПРЕЛЯ)**

**VACUUM EQUIPMENT,  
MATERIALS AND TECHNOLOGY**

**PROCEEDINGS OF THE XII INTERNATIONAL  
CONFERENCE  
(MOSCOW, SOKOLNIKI CONGRESS & EXHIBITION CENTRE,  
2017, APRIL 11 - 13)**

**«Вакуумная техника, материалы и технология».** Коллективная монография. Материалы XII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2017 – 403 с.

В настоящем томе публикуются материалы докладов XII 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.

На обложке приведена фотография музея вакуумной техники

Издание осуществлено с авторских оригиналов.

Ответственность за предоставление недостоверной информации, сохранение корпоративной и государственной тайны несут авторы публикаций.



## **ОРГКОМИТЕТ КОНФЕРЕНЦИИ**

### **ПРЕДСЕДАТЕЛЬ**

*С.Б. Нестеров* Президент Российского научно-технического вакуумного общества имени академика С.А. Векшинского

### **ЧЛЕНЫ ОРГКОМИТЕТА**

<i>А.Н. Алексеев</i>	Директор компании ЗАО «НТО»
<i>В.А. Аляев</i>	Проректор КНИТУ
<i>А.М. Архаров</i>	Профессор МГТУ им. Н.Э. Баумана
<i>А.Ф. Белянин</i>	Руководитель научных программ ОАО ЦНИТИ «Техномаш»
<i>А.С. Бугаев</i>	Академик
<i>А.В. Бурмистров</i>	Декан КНИТУ
<i>А.В. Буторина</i>	Профессор РНИМУ им. Н.И. Пирогова
<i>А.В. Горин</i>	Руководитель научно-технического семинара
<i>Ю.В. Гуляев</i>	Академик, Президент Российского союза научных и инженерных общественных объединений
<i>К.Е. Демихов</i>	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
<i>В.М. Елинсон</i>	Профессор НИУ «МАИ»
<i>Г.Н. Иванова</i>	Ученый секретарь
<i>Е.Н. Капустин</i>	Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
<i>Б.М. Латидус</i>	Председатель объединенного ученого совета ОАО «РЖД»
<i>Л.Л. Колесник</i>	Ученый секретарь РНТВО имени академика С.А. Векшинского
<i>А.А. Лисенков</i>	Профессор СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
<i>Н.Ю. Ломунова</i>	Директор выставки «ВакуумТехЭкспо»
<i>П.П. Мальцев</i>	Научный руководитель ИСВЧПЭ РАН
<i>В.В. Одинокоев</i>	Директор ОАО «НИИ точного машиностроения»
<i>Ю.В. Панфилов</i>	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
<i>М.Л. Попович</i>	Летчик-испытатель I класса
<i>А.К. Ребров</i>	Академик
<i>Л.Н. Розанов</i>	Профессор СПбГПУ
<i>Г.Л. Саксаганский</i>	Главный ученый секретарь ОАО «НИИЭФА им. Д.В. Ефремова»
<i>М.И. Самойлович</i>	Начальник отдела ОАО ЦНИТИ «Техномаш»
<i>В.В. Слепцов</i>	Заведующий кафедрой НИУ «МАИ»
<i>В.М. Шулаев</i>	Руководитель научных программ ООО «НПП «НИТТИН»

## **ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ**

АО «Вакууммаш», г.Казань, республика Татарстан, Россия  
АО «ГЗ «Пульсар», г. Москва, Россия  
АО Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш», г.Москва, Россия  
Белорусский государственный университет, г.Минск, Беларусь  
Волгоградский государственный медицинский университет, г.Волгоград, Россия  
Дагестанский государственный университет, г.Махачкала, республика Дагестан, Россия  
Дагестанский научный центр РАН, аналитический центр коллективного пользования, г.Махачкала, республика Дагестан, Россия  
Детская городская клиническая больница № 13 им. Н.Ф. Филатова, г.Москва, Россия  
ИМАШ РАН, г. Москва, Россия  
Институт биоорганической химии им. М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН, г.Москва, Россия  
Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, г.Москва, Россия  
Институт истории естествознания и техники им.С.И. Вавилова, г.Москва, Россия  
Институт проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург, Россия  
Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, г.Новосибирск, Россия  
Институт тепло- и массообмена им. А.А. Лыкова НАН Беларуси, г.Минск, Беларусь  
Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского научного центра РАН, г.Махачкала, республика Дагестан, Россия  
ИПТМ РАН, г.Черноголовка, Московская обл., Россия  
ИРЭ РАН, Фрязино, Московская обл., Россия.  
ИСЭ СО РАН, г.Томск, Россия  
ЗАО «Криогенмонтаж», г.Москва, Россия  
ЗАО «НТО», г.Санкт-Петербург, Россия  
МАИ (НИУ), г. Москва, Россия  
МГТУ имени Н.Э. Баумана, г.Москва, Россия  
Московская государственная академия ветеринарной медицины и биотехнологии им. К.И.Скрябина, г.Москва, Россия  
Московский государственный областной университет, г.Москва, Россия  
Московский радиотехнический институт РАН, г.Москва, Россия  
Московский технологический университет «МИРЭА», г. Москва, Россия  
Московский физико-технический институт, г.Долгопрудный, Московская обл., Россия  
Московский энергетический институт (НИУ МЭИ), г.Москва, Россия  
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, г.Москва, Россия  
Научно-производственное предприятие «Технологии радиочастотной идентификации и связи», г.Москва, Россия  
Научно-производственное предприятие «УВН», г.Москва, Россия  
НИЦ «Курчатовский институт», г.Москва, Россия  
НГУУ «Киевский политехнический институт», г.Киев, Украина  
ОАО «Национальный институт авиационных технологий», г.Москва, Россия  
ОАО «НИИТМ», г.Зеленоград, Россия  
ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского», г. Москва, Россия  
ОАО «Плутон», г.Москва, Россия  
ОАО «РЖД», г.Москва, Россия  
ОАО «РКК «Энергия» им. С.П.Королева», г.Королев, Московская область, Россия  
Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова, г.Дубна, Московская область, Россия  
ООО «Изовак», г.Минск, Беларусь  
ООО «ИЗОВАК Технологии», г.Минск, Беларусь  
ООО «Криомаш-БЗКМ», г.Балашиха, Московская обл., Россия

ООО НПП «НИТТИН», г.Белгород, Россия  
ООО «НПП «Фортрон – Авто», г.Москва, Россия  
ООО «Прикладная Электроника», г.Томск, Россия  
ООО «ТЕРЛА», г.Москва, Россия  
Российский национальный исследовательский медицинский университет им. Н.И. Пирогова, г.Москва, Россия  
Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова, г.Москва, Россия  
Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А. Векшинского, г.Москва, Россия  
Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, г.Санкт-Петербург, Россия  
СПбГЭТУ «ЛЭТИ», г.Санкт-Петербург, Россия  
ФГБОУ ВО «КНИТУ», г.Казань, республика Татарстан, Россия  
ФГБОУ ВО МГТУ «СТАНКИН», г. Москва, Россия  
ФГБОУ ВПО «Поволжский государственный технологический университет», г.Йошкар-Ола, республика Марий Эл, Россия  
ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова» РАН (ИМЕТ РАН), г.Москва, Россия  
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л.Духова», г.Москва, Россия  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г.Санкт-Петербург, Россия  
ФГУП РФЯЦ-ВНИИТФ, г.Снежинск, Челябинская обл.  
ФГУП «СПО «Аналитприбор», г.Смоленск, Россия  
ФГУП «ЦАГИ им.Н.Е.Жуковского», г.Жуковский, Московская обл., Россия  
Физико-технологический институт РАН, г.Москва, Россия  
ФНИЦЭМ им Н.Ф. Гамалеи, г.Москва, Россия  
Химфак МГУ им.М.В.Ломоносова, г.Москва, Россия

NILPRP, Бухарест, Румыния.  
Национальный университет Монголии, г.Улан-Батор, Монголия  
Regher Solar LLC, Темпе, Аризона, США

## СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	11
<i>С.Б. Нестеров.</i> Российская вакуумная техника и технология.....	12
СЕКЦИЯ 1. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ.....	31
<i>Е.Н. Капустин, А.С.Данилин, Ф.Д. Путиловский.</i> Диффузионные вакуумные насосы. Вчера. Сегодня. Завтра.....	31
<i>А. В. Бурмистров, С. И. Саликеев, В. А. Аляев, Е. Н. Капустин.</i> Опыт создания и перспективы развития отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов..	40
<i>А.В. Бурмистров, Р.Р. Якупов, А.А. Райков, С.И. Саликеев.</i> Особенности расчета обратных перетеканий в щелевых каналах безмасляных спиральных вакуумных насосов.....	45
<i>Т.М. Васильева, Йе Хлайнг Тун, М.Н. Васильев.</i> Управление реакционным объемом в установках, предназначенных для плазменной обработки порошков в условиях низкого вакуума.....	50
<i>К.С. Косарева, Р.А. Каракулов, Ю.В. Панфилов.</i> Технология металлизации CVD алмаза перед пайкой с металлической арматурой гиротрона.....	55
<i>С.А. Бушин.</i> Классификация характеристик методов и средств испытаний на герметичность.....	59
<i>Д.М. Фомин, А.А. Чернышенко.</i> Вакуумметрическая редуцирующая установка для государственного первичного специального эталона единицы абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^3$ Па.....	67
<i>И.Ф.Ханбеков, И.П.Ли, В.С.Петров, В.П.Михайлов.</i> Применение акустически стимулированной термодесорбции в производстве электровакуумных СВЧ приборов.....	71
<i>Е.В. Свичкарь, Н.К. Никулин.</i> Откачные параметры молекулярно-вязкостного вакуумного насоса .....	75
<i>А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков.</i> Энергетические аспекты повышения надёжности герметизации сверхвысоковакуумных коммутационных устройств.....	79
<i>В.М. Шулаев, И.М. Пастух, Г.Н. Соколова, И.Ф. Михайлов, С.В. Суровицкий.</i> Влияние напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока на микротвердость модифицированного слоя стали 40х.....	84
<i>М.Л. Виноградов, Д.К. Кострин.</i> Порядок калибровки, поверки течеискателей и аттестации специалистов неразрушающего контроля.....	90
<i>Д.К. Кострин, А.А. Лисенков, В.Д. Гончаров, М.Л. Виноградов.</i> Вакуумно-дуговое технологическое оборудование.....	95
<i>А.Н. Алексеев.</i> Конкурентоспособное отечественное оборудование для молекулярно-лучевой эпитаксии материалов АЗВ5.....	99
<i>В.М. Долгополов, П.А. Иракин, В.В. Одинокоев, В.В. Панин, А.В. Шубников.</i> Установка вакуумного реактивного ионного травления алюминиевой металлизации Плазма ТМ 8.....	104
<i>Л.Л.Колесник, П.О.Предтеченский, Т.С. Жулева.</i> Нанесение металлических покрытий магнетроном с горячим катодом.....	107
<i>Л.Л.Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг.</i> Отработка технологии металлизации керамических подложек двумя методами.....	109

<i>Е.Н. Галаганова.</i> Разработка технологии изготовления тонкопленочных покрытий для абсорберов солнечной энергии.....	113
<i>В.В.Мишинаевский, С.Б.Нестеров.</i> Трехроторный вакуумный насос.....	117
<i>Аунг Мьят Хейн, В.А. Мясников.</i> Пучково-плазменная обработка стоматологических пластмасс в низком вакууме.....	120
<b>СЕКЦИЯ 2. НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ И ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....</b>	<b>124</b>
<i>М.В. Макарова, К.М. Моисеев.</i> Исследование свойств медных пленок, полученных методом ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени.....	124
<i>Н.И. Сушенцов, С.А Степанов, Д.Е. Шашин.</i> Разработка оборудования для получения многослойных функциональных покрытий методом магнетронного распыления.....	129
<i>А.И. Кузьмичёв, О.Д. Вольян, Ю.А. Обод.</i> Оценка потока нейтральных атомов в каналовых лучах тлеющего разряда методом физической кинетики.....	132
<i>В.П. Кудря, Ю.П. Маишев.</i> Технология пучков быстрых нейтральных частиц: методы диагностики атомарных пучков.....	136
<i>В.О. Оскирко, В.А. Семенов, А.П. Павлов, С.В. Работкин.</i> Формирование ультратонких медных пленок с помощью сильноточного импульсного магнетронного распыления.....	142
<i>А.П. Бурмаков, В.Н. Кулешов.</i> Магнетронно-лазерное осаждение диэлектрических покрытий с наноразмерными металлическими частицами.....	146
<i>В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев.</i> Особенности элементного анализа материалов и пленочных покрытий ионно-пучковыми диагностическими методами...	149
<i>Л.М. Петров, К.В. Григорович, В.В. Зеленков, Г.С. Спрыгин, В.Д. Семенов, Я.Я. Химюк.</i> Влияние конструктивных особенностей катодного узла на изменение количественного элементного состава формируемого покрытия.....	154
<i>Л.М. Петров, К.В. Григорович, В.В. Зеленков, Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова, В.Д. Семенов, Я.Я. Химюк, Д.М. Дормидонтов.</i> Влияние рабочей газовой среды на изменение элементного состава формируемого покрытия.....	159
<i>Д.В. Духопельников, Д.В. Кириллов, Е.В. Воробьев, С.Г. Ивахненко, В.С. Бульчев, В.А. Рязанов, О.И. Афонин.</i> Решения МГТУ им. Н.Э. Баумана и компании «НПП» «УВН» для тонкопленочной технологии оптической и электронной промышленности.....	162
<i>Л.М. Петров, К.В. Григорович, В.В. Зеленков, Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова, В.Д. Семенов, Я.Я. Химюк.</i> Изменение количественного элементного состава формируемого покрытия в зависимости от размещения обрабатываемой поверхности относительно рабочей плоскости катода.....	166
<i>А. Х. Абдуев, А. Ш. Асваров, А. К. Ахмедов, К. Ш. Рабаданов, Р. М. Эмиров, С.П. Ващенко, И.П. Гуляев, В.И. Кузьмин, Д.В. Сергачёв.</i> Синтез трубчатых мишеней $TiO_x$ для магнетронного осаждения функциональных слоев низкоэмиссионных покрытий.....	169
<i>А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, В.В. Беляев, Ф.И. Высикайло.</i> Условия структурного упорядочения слоев Zn и ZnO при магнетронном осаждении.....	173
<i>С.В. Федоров, Мин Хтет Со.</i> Электронно-пучковое модифицирование поверхности материалов.....	178

<i>Л.М.Петров, К.В.Григорovich, В.В. Зеленков, Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова, Я.А.Химюк, Д.М. Дормидонтов. Формирование структурной стабильности осаждаемых покрытий системы Ti-N в процессах вакуумно-ионноплазменной обработки.....</i>	183
<i>Н.Ю. Перетягин, С.В. Федоров. Композиционный материал ГА/ОГ, полученный методом искрового плазменного спекания, для применения в качестве мишени для магнетронного распыления.....</i>	187
<i>Ю. П. Маишев, С. Л. Шевчук, В.П. Кудря. Экспериментальное исследование плотности потока пучков быстрых нейтральных частиц методом пьезокварцевых резонаторов.....</i>	192
<i>Е.А. Митрофанов, С.Б. Симакин, А.Н.Большаков, И.А.Буяновский, В.Н.Матвеевко, В.А. Левченко. Влияние легирования углеродного покрытия-ориентанта кремнием, молибденом и вольфрамом на антифрикционные свойства полиальфаолефинового масла ПАО-4.....</i>	197
<i>Э.М. Шпилевский, С.А. Филатов, П. Тувшинтур, Г. Шилагард. Физические и физико-химические свойства металл-фуллереновых пленок, полученных вакуумными технологиями.....</i>	202
<b>СЕКЦИЯ 3. НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ.....</b>	<b>207</b>
<i>Л.И. Кравец, В.Ф. Загоненко, Н.Е. Лизунов, V. Satulu, B. Mitu, G. Dinescu. Осаждение пленок полимера на поверхности полипропиленовой трековой мембраны, полученных полимеризацией гексаметилдисилазана в плазме.....</i>	207
<i>Л.И. Кравец, В.М. Елинсон, А. Lazea-Stoyanova, G. Dinescu. Получение “smart” полимерных мембран прививочной полимеризацией, инициируемой плазмой.....</i>	212
<i>В.В. Пицагин, М.В. Паиков, Б.А. Лысаковский, Д.А. Костромин. Формирование переходного слоя в Si-металл омическом контакте при вакуумной ионно-плазменной обработке.....</i>	217
<i>А.А. Ясюнас, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец, С.М. Насточкин, В.Я. Ширшов, С.Ю. Герасименко, М.А. Региневич. PECVD установки поштучной обработки кремниевых пластин серии labhitiz для формирования гетеропереходов в структурах солнечных элементов НТТ.....</i>	220
<i>А.А. Турбан, А.М. Артамонов, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец. Системы автоматического оптического контроля для стабильного производства оптических структур с числом слоев до 150 в согласованном стекле.....</i>	224
<i>Г.К. Жавнерко, В.Я. Ширшов. Комбинированные технологии формирования массивов упорядоченных наноструктур.....</i>	227
<i>П.А. Розель, Е.А. Хохлов, В.Я. Ширшов. Технология формирования вертикально ориентированных углеродных нанотрубок и графеновых наностенок на металлических фольгах для производства суперконденсаторов.....</i>	231
<i>М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.С. Кечекьян, А.А. Кузнецов. Адгезионные свойства клеевых соединений полимерных пленок, модифицированных в разряде постоянного тока.....</i>	235
<i>М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.А. Кузнецов, А.Н. Озерин. Модифицирование пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена в низкотемпературной плазме.....</i>	238
<i>Е.А. Медведева, А.М. Баранов. Оптимизация конфигурации мишени установки магнетронного напыления для синтеза тонкопленочного Pt/C композита для электродов электрохимических сенсоров.....</i>	243

<i>Т.С. Демина, М.Г. Дроздова, Д.С. Зайцева-Зотова, М.Ю. Яблоков, А.Б. Гильман, Е.А. Марквичева, Т.А. Аконова, А.Н. Зеленецкий. Обработка хитозансодержащих пленок в разряде постоянного тока: свойства поверхности и биосовместимость.....</i>	247
<i>С.В.Петрунин, В.М. Елинсон, В.И.Кузькин, О.А.Сильницкая. Оптические свойства наноструктурированных фторуглеродных пленок и многослойных пленочных структур.....</i>	251
<i>В.В. Борисов, С.А. Багдасарян, С.А. Налимов. Алмазоподобные углеродные пленки в автоэмиссионных катодах.....</i>	255
<i>В.М. Елинсон, С.Г. Андреевская, П.А. Щур, Д.В. Кириллов, А.Н. Лямин. Влияние условий предварительной ионной обработки полимерных материалов на адгезионные и механические свойства фторуглеродных наноструктур, сформированных на их поверхности.....</i>	260
<i>А.Н. Лямин, А.В. Шведов, В.М. Елинсон. Исследование состава и механических характеристик углеродных и фторуглеродных покрытий, сформированных ионно-плазменными методами при атмосферном давлении.....</i>	266
<i>М.Ю. Яблоков, А.Б. Гильман, А.А. Кузнецов. Полимерные электреты в пленках политетрафторэтилена, модифицированных в разряде постоянного тока.....</i>	271
<i>А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, В.И. Кузькин, О.А. Сильницкая. Исследование геометрических характеристик многослойных антиадгезионных фторуглеродных наноструктур, сформированных на поверхности политетрафторэтилена и полиэтилентерефталата.....</i>	276
<i>В.В. Слепцов, С.Н. Куликов, Д.Ю. Кукушкин, Ву Дык Хан, Р.А. Цырков. Тонкопленочные технологии формирования покрытий на поверхности высокопористых рулонных материалов для конденсаторных структур.....</i>	282
<i>А. В. Демиденко, Н. А. Пхайко, А.И. Арефьев, А.Г. Казаков, Ю.Л. Лыжина. Формирование фотокатода на основе соединения <math>SbCs_3</math> методом послойного нанесения.....</i>	294
<i>А.В. Буторина, Ю.И. Вельская. Применение СВЧ-технологий в лечении врожденных локальных пороков развития сосудов у детей.....</i>	298
<i>В.Н.Митрохин, А.В. Буторина, А.М. Архаров, В.А. Матвеев. Возможность применения СВЧ аппаратуры для медицинских целей.....</i>	301
<b>СЕКЦИЯ 4. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС</b>	307
<i>Е.Н. Капустин, Н.В. Кукова, О.Р. Чернышев, С.Б. Нестеров, Е.В. Жировов. К вопросу проектирования оборудования для наземной тепловакуумной отработки космической техники.....</i>	307
<i>В.Г. Самоделов, А.К. Дедков, О.Е. Чубаров. Влияние методов обезжиривания поверхностей конструкционных материалов на скорость газовой выделенной в вакууме.....</i>	309
<i>В.Г.Самоделов, А.К.Дедков, Г.Н. Левдик, Г.Ю. Цфасман, Е.В. Чубаров. Опыт создания криотермовакuumных установок и имитационных комплексов для тепловакуумной отработки и испытаний аэрокосмической техники.....</i>	313
<i>Е.В. Жировов, В.А. Кобзев, О.Е. Чубаров, А.В. Ципун. Повышение чувствительности масс-спектрометрического метода течеисследования способом «щупа».....</i>	317
<i>А.А.Филатов, С.Б. Нестеров. Применение метода трассировки лучей при моделировании тепловакуумных испытаний космического аппарата с использованием имитатора солнечного излучения.....</i>	321

<i>А.И.Ерофеев, А.П.Никифоров, В.В.Плугин. Экспериментальные исследования воздухозаборника в высокоскоростном потоке газа.....</i>	<i>326</i>
<i>Ю. К. Васильев. Новая продукция компании ТЕРЛА.....</i>	<i>331</i>
<b>СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ.....</b>	<b>333</b>
<i>Б.М. Липидус, Р.О. Кондратенко. Определение сферы применения вакуумно-левитационной транспортной системы на рынке транспортных услуг.....</i>	<i>333</i>
<i>Р.О. Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н. Белоконев, А.И. Холопкин. О научном обосновании технико-технологических требований к вакуумно-левитационной транспортной системе (ВЛТС) .....</i>	<i>341</i>
<b>СЕКЦИЯ 6. КРИОГЕННАЯ И КРИОВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА.....</b>	<b>353</b>
<i>В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников, В.А. Рыжков. Применение монодисперсных гранул в регенеративном теплообменнике криогенной газовой машины Гиффорда-Мак-Магона.....</i>	<i>353</i>
<i>С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Р.О. Кондратенко. Оценка максимальной разности температур создаваемой вакуумным туннельным диодом (ВТД) в режиме охлаждения.....</i>	<i>356</i>
<i>С.С. Маскин, Л.А. Иголкина, А.В. Павлов, А.В. Буторина, С.Б. Нестеров, Р.О. Кондратенко. Криовоздействие при буллезно-некротическом рожистом воспалении нижних конечностей.....</i>	<i>361</i>
<b>ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ.....</b>	<b>363</b>
<i>В. П. Борисов. С.А. Векшинский как экспериментатор.....</i>	<i>363</i>
<i>С.Б.Нестеров. Об относительности понятия «вакуум».....</i>	<i>368</i>
<i>С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева. Памятные даты в истории развития вакуумной техники..</i>	<i>369</i>
<i>А.В. Буторина, А.М. Архаров, В.А. Матвеев, С.Б. Нестеров, О.А. Данько. Роль М.В. Ломоносова в развитии медицины.....</i>	<i>371</i>
<i>А.В. Буторина, А.М. Архаров, В.А. Матвеев, С.Б. Нестеров, Е.И. Борзенко, Л.Н. Антипин, О.А. Данько. М.В. Ломоносов о создании цветов, природе света и мозаике.....</i>	<i>383</i>
<i>С.Б. Нестеров. Капустин Николай Федорович. К 80-летию со дня рождения.....</i>	<i>393</i>
<i>С.Б. Нестеров. Борисов Василий Петрович.....</i>	<i>396</i>
<i>С.Б.Нестеров. Жировов Евгений Васильевич.....</i>	<i>398</i>
<b>АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ.....</b>	<b>400</b>



## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

В 2005 г., после принятия решения об организации международной выставки «ВакуумТехЭкспо» и конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» был сформулирован девиз «Вакуумная техника, криогенная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий». Тематика докладов, приведенных в книге, полностью соответствует этому девизу. Основные направления работы конференции: вакуумные технологии и оборудование; новые технологии формирования тонких пленок. Методики исследования. Технологическое оборудование; нанотехнологии и биотехнологии; вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс; криогенная и криовакуумная техника; вакуумно-левитационные транспортные системы.

В материалы конференции включены 82 доклада 203 участников, представляющих 68 организаций из 24 городов из 6 стран мира.

70 лет назад, в июне 1947 г., был организован Научно-исследовательский вакуумный институт под руководством Героя Социалистического Труда, лауреата Ленинской и трех Государственных премий, одного из основателей отечественной электроники академика Академии наук СССР Сергея Аркадьевича Векшинского.

1 ноября 2016 г. Мэр Москвы С.С.Собянин подписал Постановление Правительства Москвы о присвоении одной из улиц города наименования «улица Академика Векшинского».

25 лет назад, 6 апреля 1992 г., прошла учредительная конференция Российского научно-технического вакуумного общества, которое сегодня носит имя академика С.А. Векшинского.

В октябре 2016 г. Научная общественность отметила 150-летие Русского технического общества.

Этим событиям мы посвящаем нашу конференцию.

Президент РНТВО им. академика С.А.Векшинского,  
руководитель деловой программы выставки,  
председатель оргкомитета конференции  
С.Б.Нестеров

## Российская вакуумная техника и технология

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

**Научное наследие российских ученых-энциклопедистов  
М.В. Ломоносова и Д.И. Менделеева**

*В работе описывается научное наследие М.В.Ломоносова и Д.И.Менделеева в области вакуумной техники. Приведены мысли академика С.А.Векшинского о путях развития вакуумной техники в СССР. Описывается деятельность вакуумного сообщества в СССР и России. Сформулированы направления развития отечественной вакуумной техники и технологии.*

*Russian vacuum equipment and technology. S.B. Nesterov. Scientific heritage of M.Lomonosov and D.Mendeleev in vacuum technology is discussed. Academician Vekshinski's ideas on vacuum technology development in the USSR are given. Activities of the vacuum society in the USSR and Russia are described. Prospects of the vacuum equipment and technology development in Russia are formulated.*

Уже давно исследователи творчества двух русских ученых-энциклопедистов обратили внимание на то, что их научные биографии во многом похожи [1]. Действительно, оба они были, прежде всего, химиками, обоим интересовали характерные точки P-T диаграммы веществ (температура абсолютного нуля и критической точки), оба исследовали упругость газов, оба создавали различные приборы, оба интересовались строением атмосферы Земли и планет (Венеры и Луны). М.В.Ломоносов создал макет аэродромической машины для исследования параметров атмосферы, а Д.И.Менделеев совершил одиночный полет на водородном аэромете. Оба пытались понять, что такое мировой эфир.

В ноябре 2016 г. Исполнилось 305 лет со дня рождения великого русского ученого М.В.Ломоносова.

М.В.Ломоносов уделял большое внимание исследованиям в безвоздушном пространстве [2 - 4]. Ему принадлежат следующие слова: «После того как сделалось известным применение воздушного насоса, естественные науки получили огромное развитие, особенно в части, трактующей о природе воздуха».

Во время пребывания в Марбургском университете Ломоносов обучался у немецкого физика Христиана Вольфа, ученика Г.В.Лейбница. М.В.Ломоносов изучил курсы физики, философии, механики, гидравлики и так называемой «аэрометрии», т.е. опытов над воздухом. Уже в первой студенческой диссертации, отправленной в Петербург 4 октября 1738 г., Ломоносов ссылается на опыт Вольфа о том, что вода, из которой удален воздух с помощью воздушного насоса, замерзает быстрее, чем обычная вода.

В 1745 г. Ломоносов перевел с латинского на русский язык шестой раздел книги ученика Х.Вольфа Л.Ф.Тюммига, назвав его «Вольфианская экспериментальная физика». Значительная часть этой книги посвящена описанию воздушного насоса, придуманного Отто фон Герике, и усовершенствованного Робертом Бойлем с помощью Роберта Гука, опытам в разреженном пространстве, а также описанию барометров и опытов над живыми существами в условиях разрежения.

Эта книга является первым отечественным учебником по вакуумной технике. Изданная в 1746 г. в 600 экземплярах, книга быстро разошлась. В 1747 г. Академия наук выпустила еще 600 экземпляров. В 1760 г. книга вышла вторым изданием. Тиражи книги сопоставимы с сегодняшними.

Ломоносов М.В. является основателем русской научной и технической терминологии. В предисловии к переводу «Вольфианской экспериментальной физики» Ломоносов пишет: «...принужден я был искать слов для наименования некоторых физических инструментов, действий и натуральных вещей, которые хотя сперва покажутся несколько странны, однако

надеюсь, что они со временем чрез употребление знакомее будут». Именно Ломоносову мы обязаны такими понятиями, как «воздушный насос», «барометр», «атмосфера», «экспериментальная физика», «упругость», «удельный вес», влажность» и многие другие.

Сохранились записи М.В.Ломоносова, свидетельствующие о планах проведения в условиях разрежения опытов над растворами солей, опытов по изучению плавления, кальцинации, реверберации, осаждения, сатурации, дигестии солей, а также опытов по изучению упругости воздуха.

В работах Ломоносова можно найти описание экспериментов по растворению медных монет в растворах кислот, подвергнутых откачке.

6 июня 1761 г. Ломоносов открыл наличие воздушной атмосферы Венеры. Его интересовала природа молнии, северного сияния, хвостов комет.

Ломоносов активно занимался созданием различных приборов – универсального барометра, морского барометра, аэродромической машины, устройства для определения центра тяготения, устройства для фильтрации под вакуумом.

Ломоносов описывает принцип работы поршневых насосов для подъема воды из шахт, устройства для закачивания воздуха в штольни.

В музее Ломоносова в здании Кунсткамеры хранятся четыре поршневых насоса, которые дают представление об уровне вакуумной техники того времени. Сохранилось описание предложений Ломоносова по усовершенствованию воздушного насоса.

В работе «Опыт теории упругости воздуха» Ломоносов развил основные понятия молекулярно-кинетической теории. Работа «Размышления о причине теплоты и холода» посвящена его атомно-кинетической теории теплоты. Эти две работы стоят во главе «Обзора важнейших открытий, которыми постарался обогатить естественные науки Михайло Ломоносов».

**Все это позволяет сделать вывод о том, что Михаил Васильевич Ломоносов несомненно является основателем отечественной вакуумной науки и техники.**

Д.И.Менделеев был признан во всем мире, но в своем отечестве не был избран академиком. В этой работе мы ставим перед собой цель обозначить – что же сделал Д.И.Менделеев для современной вакуумной науки и техники, не обсуждая его выдающееся научное достижение – открытие периодического закона химических элементов – одного из основных законов физики и химии. Д.И.Менделеев заложил основы теории растворов и теории перегонки и разделения нефти, предложил вариант бездымного пороха.

Стремление найти температурную границу газообразного и жидкого состояния веществ привело к тому, что наступление на нее велось сразу с двух сторон.

Решающий вклад в нахождение такой граничной температуры и определение свойств вещества в ней внесли два исследователя – Д.И.Менделеев и Т.Эндрюс. Первый подошел к ней от жидкости, изучая ее испарение, второй – от пара, изучая его ожижение. Лучше всего об этом написал сам Менделеев в главном своем труде «Основы химии» [5]. Характерно, как скромно он пишет о себе и как тщательно отмечает заслуги других: «Каньяр де ла Тур, нагревая эфир в запаянной трубке около 190°, заметил, что при этой температуре жидкость сразу превращается в пар, занимающий прежний объем, т.е. имеющий плотность жидкости. Дальнейшие исследования Дриона, а также и мои, показали, что для всякой жидкости существует такая температура абсолютного кипения, ныне часто называемая критической температурой, выше которой жидкость не существует и превращается в газ». И далее: «... если в жидкости исчезает сцепление молекул, она становится газом, ибо между этими двумя состояниями нет, кроме сцепления, иного коренного различия. Преодолевая его, жидкость при испарении поглощает теплоту. Поэтому температура абсолютного кипения определена мной (1861 г.) как таковая, при которой: а) жидкость не существует и дает газ, не переходящий в жидкость, несмотря на увеличение давления, б) сцепление равно нулю и в) скрытая теплота испарения равна нулю.

Понятия эти мало распространялись, пока Эндрюс (1869 г.) не выяснил дело с другой стороны, именно, исходя из газов. Он нашел, что углекислый газ, при температурах, высших чем 31°C, не сгущается (т.е. не ожижается) ни при каких давлениях, при низких же температурах может сжижаться. Температуру эту он назвал критической. Очевидно, что она тождественна с температурой абсолютного кипения».

Если газ имеет температуру выше критической, никаким сжатием его оживить в принципе нельзя. Остается только один путь – понижение температуры. В работе «Список моих сочинений» Д.И.Менделеев пишет: «...ценно преимущественно понятие – ныне общепринятое – об температуре абсолютного кипения, ныне называемой «критической» температурой» [6].

Т. Эндрус (1813-1885 г.г.) провел далее обширное исследование, заслуженно считающееся классическим, связанное со взаимными переходами газа и жидкости. Он показал, что чем ниже температура и давление (т.е. чем дальше вещество от критической температуры), тем больше теплота конденсации (и соответственно парообразования).

В книге «Основы химии» Д.И.Менделеев пишет: «Критическая температура (абсолютного кипения) для водорода и подобных ему (постоянных) газов лежит много ниже обыкновенной, т.е. что сжижение этого газа возможно лишь при низких температурах и больших давлениях, как выведено было мною в 1870 г.» [7]. «Этой статьей твердо установлено мною указание на необходимость сильного охлаждения для сжижения газов и некоторые мои права на современное понимание явления температурры «абсолютного кипения» или «критической» [6]. Это заключение оправдалось (1877) в опытах Р.Пикте и Л.Кайете. Они прямо сдавливали сильно охлажденные газы, а затем давали им расширяться, или прямо уменьшая давление, или выпускали на воздух, чрез что температура понижается еще более, и тогда подобно тому, как водяной пар при быстром разрежении осаждает жидкую воду в виде тумана, водород, расширяясь, дает туман, показывая тем переход в жидкое состояние.

Но первым исследователям (Р. Пикте и Л. Кайете) не удалось собрать эту жидкость даже на короткое время для определения свойств, несмотря на холод в  $-200^{\circ}$  и давление около 200 атм., хотя этим приемом газы воздуха легко сжижаются. Это зависит от того, конечно, что температура абсолютного кипения водорода лежит ниже, чем для всех других известных газов, что находится в связи с наибольшею легкостью водорода. Дьюар, который в 1898 г. получил и изучил жидкий водород, действительно показал, что критическая температура этого газа лежит около  $-240^{\circ}$ , т.е. при температуре, с трудом достигаемой даже при помощи других сжиженных газов, испаряя их под уменьшенным давлением. Дьюар достиг сжижения водорода, охладив его до  $-220^{\circ}$  (в жидком кислороде при уменьшенном давлении такая низкая температура может получиться) и, сдавливая до 200 атм., а потом давал охлажденному и сжатому водороду быстро (при вытекании из отверстия) расширяться, чрез что достигается температура  $-252^{\circ}$ , при которой жидкий водород кипит под обыкновенным атмосферным давлением (около 760 мм)» [5].

Работа Д.И.Менделеева «Об упругости газов» [8] имеет объем 23 печатных листа. К ней приложено 12 листов рисунков приборов и устройств, использованных для изучения упругости газов. В этой работе приведено «описание практических приемов, примененных для скрепления частей приборов, для герметического запора газов, для сушения приборов, для получения безвоздушного пространства и пр.»

Если считать «вольфианскую экспериментальную физику» в качестве первого, переведенного М.В.Ломоносовым на русский язык учебника по вакуумной технике, то работа Д.И.Менделеева «Об упругости газов» является первым в истории отечественным учебником вакуумной техники.

12 сентября 1874 г. на заседании Химического общества Д.И.Менделеев сообщил общую формулу для газов, основанную на совокупности законов Мариотта, Гей-Люссака и Авогадро (Ампера – Герара) [9].

$$Y = \frac{M(C+T)}{PV A_i},$$

где М есть масса (вес в миллиграммах), Т – температура, Р – давление (в метрах ртутного столба), V – объем (в литрах),  $A_i$  – частичный вес ( $H = 1$ , для смесей находится средний частичный вес, например, для воздуха  $A_i=28,836$ ),  $C = \frac{1}{a}$  - величина почти постоянная, близкая

к 273, наконец, Y есть величина также постоянная и близкая к 16000. Формула эта полнее и общее известной формулы  $PV = K \cdot (C+T)$  Клапейрона и может иметь много применений при исследовании паров и газов. В некоторых случаях предшествующую формулу удобнее выразить:

$$M = \frac{PV}{62(273 + T)} \cdot A_i,$$

где буквы имеют то же значение, только M выражено в килограммах.

В работе [6] Д.И.Менделеев отмечает: «Считаю эту формулу (мною данную) существенно важною в физико-химическом смысле...».

Д.И. Менделеев писал:

«Занимаясь вопросом о разреженных газах, я невольно вступил в область, близкую к метеорологии верхних слоев атмосферы, т.е. тех, где воздух разрежен сверх того, к тому же предмету привели меня исследования над применением барометров к определению высот. <...в слоях атмосферы, удаленных от земли, должно искать то место, где образуется большинство метеорологических явлений земной поверхности. Особенный и преимущественный интерес при этом имеют сведения о температуре разных слоев атмосферы» [10]. Ученого глубоко интересовал вопрос о наличии атмосферы Луны.

7 (19) августа 1887 г. Д.И.Менделеев осуществил полет на военном водородном аэростате из города Клина во время полного солнечного затмения.

Д.И.Менделеев наблюдал «темный диск луны, окруженный короной в виде светлого серебристого кольца, ширина которого была в разных местах неодинакова, но нигде не достигала величины радиуса диска». Максимальная высота подъема составила около 3,5 км. Общее расстояние – более 100 км. Выполнены наблюдения давления и температуры на разных стадиях полета [11].

Д.И.Менделеев писал: «Это одно из примечательных приключений моей жизни»[5].

Д.И.Менделеев предположил, что «мировой эфир» - это специфическое состояние газов или конкретный газ, отвечающий за передачу света, тепла, гравитации в мировом пространстве. Этот газ Менделеев предполагал назвать Ньютонием в честь И.Ньютона [12]. Ньютоний должен быть: «во-первых,наилегчайшим из всех элементов как по плотности, так и по атомному весу, во-вторых, наиболее движущимся газом, в-третьих, наименее способным к образованию с какими-либо другими атомами или частицами определенных сколько-либо прочных соединений и, в-четвертых, - элементом, всюду распространенным и все проникающим, как мировой эфир».

Д.И. Менделеев при разработке приборов и создании технологий руководствовался следующим принципом: «Если без науки не может быть современной промышленности, то без нее [промышленности] не может быть и современной науки» [13].

Он пишет: «...мастика, ртутный насос без кранов, новый способ изготовления барометров, дифференциальный барометр, а особенно его применение для нивелирования, способов калибрования трубок, опыты над сопротивлением трубок разрыву, новое устройство катетометров и способ наблюдения ими могут быть полезны в техническом отношении, потому что техника все более и более сближается с практикой опытных наук и лабораторные приемы ныне очень часто целиком переходят в заводские и вообще технические» [8].

Д.И.Менделеев внес неоценимый вклад в развитие метрологической науки в нашей стране. Он был продолжателем М.В.Ломоносова, который писал, что необходимо «испытывать все, что только можно измерять, взвешивать и определять вычислением». Уже в начале своей научной деятельности в 1859-1861 г.г. Дмитрий Иванович изготавливает самостоятельно научные приборы с целью производства наиболее точных измерений. В период работы в Главной палате мер и весов Менделеев постарался поставить метрологическое дело на научную основу.

В контексте данной работы необходимо отметить статью «О весе литра воздуха» [14], работу по наблюдению колебаний весов в разреженном воздухе и водороде [15], письмо об утверждении временных правил для измерения давления [16], письмо по вопросу единицы давления [17].

**Еще при жизни Д.И.Менделеева считали гением. В ответ он говорил: «Какой там гений! Трудился всю жизнь, вот и стал гением». Есть известное выражение о том, что талант может попасть в цель, а гений знает, где эта цель. Сегодня, по прошествии более ста лет с того времени, когда жил и творил Д.И.Менделеев, ясно, что этот Человек знал, где цель.**

### **Заветы академика С.А. Векшинского**

Сергей Аркадьевич Векшинский – Герой Социалистического Труда, академик АН СССР, лауреат Ленинской и трех Государственных премий, один из основателей отечественной электровакуумной промышленности, основатель и первый директор научно-исследовательского института вакуумной техники. Награжден тремя орденами Ленина, двумя орденами Трудового Красного Знамени, золотой медалью А.С.Попова, медалями в честь запуска первого искусственного спутника Земли, первого полета человека в космос, первого выхода человека в открытый космос, памятной медалью «В память 50-летия Советской власти в СССР», памятной медалью «В ознаменование 50-летия СССР», памятной медалью «100 лет со дня рождения А.С.Попова», памятной медалью М.В.Ломоносова в память 250-летия, памятной медалью АН СССР в честь 250-летия Л.Эйлера, медалью «За доблестный труд в Великой Отечественной войне 1941 - 45 гг.», юбилейной медалью «За доблестный труд в ознаменование 100-летия со дня рождения Владимира Ильича Ленина».

Академик С.А.Векшинский был не только выдающимся ученым и организатором науки и промышленности, но и патриотом нашей родины. Далее приведены размышления академика по вопросам развития вакуумной техники и технологии, организации научных исследований и промышленного производства, внедрения научных результатов в практику, сформулированные в 1932-65 гг. [18-24]. Заветы С.А.Векшинского актуальны и сегодня, через многие десятки лет.

#### *О рождении электровакуумной отрасли промышленности*

Самый факт зарождения у нас новой отрасли промышленности (электровакуумной, как ее теперь называют) привел к созданию и изучению новой техники – техники высокого вакуума, постепенное поднятие уровня которой вывело ее уже из круга чисто радиотехнических интересов, расширив его горизонты в сторону рентгено-техники, техники выпрямления сильных токов, проводной связи, телевидения и телемеханики, электромедицины и технической химии.

Временем зарождения у нас электронных вакуумных приборов следует считать 1920 г., когда почти одновременно возникли четыре научно-технические группы, занявшиеся получением и применением высокого вакуума. Проф. М.А.Бонч-Бруевич с сотрудниками существовавшей тогда Радио-лаборатории НКПиТ работал в Нижнем Новгороде, проф. Н.Д. Папалекси – в Одессе, проф. А.А.Чернышев и проф. М.М.Богословский – в Ленинграде).

#### *О вакуумной технологии*

Технологиями называются специальные технологические дисциплины, излагающие совокупность теоретических основ и практически выработанных приемов решения производственных задач промышленности.

В более узком, частном смысле - технологиями нередко называют установленные, проверенные практикой совокупности приемов обработки тех или иных изделий, продуктов или материалов, заменяя этим одним словом выражения «производственный процесс», «установленный режим» и «последовательность обработки», «рецептура и процесс изготовления» и т.п.

Нужно отметить, что оба содержания, придаваемые технологии, не противоречат буквальному смыслу этого слова: *τεχνη* – по-гречески значит «хорошо сделанный» и *λογος* – «учение», «наука».

Говоря о вакуумной технологии, как и об всякой иной технической дисциплине, мы прежде всего должны помнить, что ее прикладной, производственный характер не позволяет провести ясную границу между ее предметом и содержанием других дисциплин. Более того, - вакуумная технология, как наука о приемах и способах решения практических задач производства пустотных приборов, сплошь основывается и пользуется материалами, собранными и разработанными в других этажах и разделах здания науки. Физик, химик, металлург, стекольщик, нефтяник, электротехник, механик – все они, в большей или меньшей мере, способствовали собиранию и систематизации того комплекса сведений, из коих и складывается наука о том, как добротно делать пустотные приборы.

Вакуум сам по себе – никому не нужен. Ценность имеет только прибор с тем или иным вакуумом, и вот как сделать вакуум в приборе, как делать сам прибор, чтобы в нем удержался вакуум, - об этом и нужно писать.

*О научной работе*

<...> Опять я веду опыты на крошечных настольных приборах. Что поделаешь: для эксперимента с большими установками нужно работать с целыми бригадами помощников и исполнителей. Но тогда теряется чувство уверенности в результатах, появляется либо обидное для людей недоверие к их работе, наблюдательности и объективности, либо работа вся оказывается построенной на доверии, а не строго объективных наблюдениях самого экспериментатора. Думается мне, что кризис некоторых физиков часто и является результатом двойственного их положения: один сам не сделаешь, а их коллективной работы не усмотришь, где истина, а где чушь, теряется острота мысли, заглаживаются противоречия, и все сереет.

*«О большой» и «малой» науке*

< ...> На мой взгляд, нет науки «большой» и «малой», как нет науки «чистой» и «грязной». Наука подобна растущему и развивающемуся дереву. На ее стволе возникают главные ветви и побочные ростки. Каждый из них может развиваться на главной ветви. Это требует труда и времени. Тот, кто может ухаживать и возвращать большую ветвь, пусть возвращает, но он имеет не больше прав на научность, чем тот, кто холит одну-единственную почку.

*Об исследователях*

Для ведения исследовательской работы годятся не все даже очень хорошо образованные люди. Есть люди, которые «все знают», всякое явление готовы объяснить и обработать математически. Это не исследователи. Это в лучшем случае философы — столь же безвредные, как и бесполезные. Есть люди другого склада: всякий вопрос имеет в их головах сотни взаимно исключающих ответов. Это люди вечного равновесия и, как правило, безрукие и бездельные. Есть люди с отличными руками, способные увлекаться любыми измерениями и тончайшими установками, но не имеющие никаких вопросов к Природе. Это лабораторные работники. У настоящего исследователя никогда не бывает равновесия между уверенностью и сомнением, и поэтому он всегда в движении, всегда ищет, утверждает и отрицает. Как только наступает равновесие — исследование умерло. И исследователь, если он на все свои вопросы получил однозначные ответы от Природы, бросает тему своего исследования и устремляется к новой, где он ожидает найти новый клубок противоречий, загадок и неведомых иероглифов.

*О научно-технической литературе и научных исследованиях*

Ожидать, что для нас где-то за границей изучат и исследуют важные для нашего технического прогресса вопросы, без задержки открыто опубликуют их, и мы будем поставлены перед необходимостью только освоить и воплотить в жизнь результаты труда зарубежных лабораторий – было бы по меньшей мере наивно. Как уже упоминалось, с началом промышленного использования высокого вакуума, систематическое изучение основных проблем вакуумной техники за границей было подменено исследованием мелких вопросов, наиболее нужных тому или иному промышленному предприятию. Благодаря этому книжная литература по технике вакуума, крайне немногочисленная к тому же, представляет собой яркий образчик научной беспринципности, низводящей научно-техническую монографию до уровня сборника рецептов, приемов и описаний приборов, снабженного вводной главой, списанной с учебника кинетической теории газов. Между тем, для каждого работающего в этой области техники ясны те узловые общие аспекты, от правильного освещения и своевременного изучения которых зависит весь дальнейший путь развития.

*О внедрении научных результатов в практику*

<...> Я хотел бы остановиться на одной общей задаче развития науки, которая, как мне представляется, сильно ограничивала и ограничивает до сих пор эффективность использования

достижений науки и подъеме народного хозяйства. Эта задача может быть названа задачей внедрения научных результатов в практику.

Для того чтобы наука могла быть эффективной и быстро возвращала бы государству тот кредит, который ей щедро оказывается, она должна быть непрерывным процессом от момента открытия новых фактов, их обобщения и формулирования законов природы до последней фазы, т.е. до внедрения в производство, создания новых процессов, материалов, изделий, продуктов и т.д.

Задача хорошего планирования науки должна заключаться именно в том, чтобы обеспечить этот непрерывный процесс – от зарождения новой научной истины до ее повседневного использования в практике.

Всякий разрыв, сознательно или несознательно вносимый в этот естественный процесс развития науки, означает потерю времени, а, следовательно, и торможение как развития самой науки, так и получения новых экономических и социальных результатов.

Как показывает практика, наиболее слабым звеном в последовательных этапах научного развития оказывается этап, связанный с внедрением научных результатов в практику. Нередко случается, что именно в этот момент развития научной работы, когда она готова к практическому использованию в промышленности, у нас вдруг не хватает доверия и предвидения, и естественный процесс развития оказывается прерванным.

#### *О творческом и бюрократическом подходе к работе по созданию новой техники*

Только чиновники могут думать, что основное движение техники определяется лишь новыми конструктивными комбинациями, приспособлением изделий к условиям эксплуатации, удовлетворением «тактико-технических» требований, как теперь говорят. Эта инженерная ограниченность, часто переходящая в простое техническое невежество, объясняется тем, что на большие руководящие посты нередко попадают люди, не только не прошедшие серьезной школы, вооружившей их знанием истории развития материальной культуры, но и не прошедшие практической школы творческой инженерной работы. По их глубокому убеждению, науку должна «делать» Академия, а заводы — топоры, лопаты, штаны, автомобили. Немалую роль в этой беспринципной точке зрения играет, по-моему, то делячество, которое разрешает руководителям-чиновникам быть на высоте своего положения, если они вовремя и в полном объеме выполняют требования, поставленные другими руководителями той же масти. Над этим нужно крепко подумать. Ведь в этом кроется огромная опасность.

#### *О критике*

<...> особенно радует то, что наконец пробудилась критика, острая и принципиальная. Это очень хорошо и важно для дальнейшего. Ведь до чего важно во всяком живом деле вызывать столкновение различных точек зрения, оценок, прогнозов – всего того, что заставляет кипеть, гореть, доказывать, искать и находить. Без этого живого взаимодействия научная работа загнивает, заболачивается, превращается в самодовольную, нудную рутину. Нет ничего хуже для научных работ, когда их встречают только похвалами и дифирамбами: это значит, что либо работа – дрянь, либо настоящих, знающих критиков нет, и им нечего сказать, а молчать положение не позволяет.

#### *“Pestiaadministrativa”- “чума административная”*

Страшно, если административная функция у инженера переросла в самоцель, поглотила его целиком и без остатка, заняла все его рабочее время, выжгла и вытеснила из него все его инженерно-техническое содержание, отучила его технически мыслить, решать путем проектировки и расчета инженерные задачи, развивать и совершенствовать как технику завода, так и самого себя.

#### *О принципах морали*

В нашем обществе, как мне представляется, мирно уживаются совершенно различные и, казалось бы, исключают друг друга системы морали. Само собой, они нигде не установлены, в писанные правила не внесены. Но они несомненно существуют, ими



руководствуются живущие. Кратко их можно сформулировать такими принципами: 1) живешь сам — давай жить другим; 2) живешь сам — не давай жить другим; 3) живешь сам — помогай жить другим; 4) живешь сам — давай (иногда помогай) жить своим только. Первый принцип — терпимости, слабоволия, пацифизма от лени или слабости. Второй принцип — индивидуализма, алчности, дикого себялюбия. Третий принцип — высокой духовной культуры, любви к человечеству, сознания общности и ценности человеческой культуры. Четвертый принцип — кастовый, узконационалистический, принятый в преступном мире. В конечном счете первый принцип — это только ширма для людей низ- койсоциальной культуры. Словом «давай» или «не мешай» прикрывается полное безразличие к жизни общества, пассивность, отсутствие глубокой любви к человечеству. Это принцип мещанства, обломовщины, худшей части интеллигенции. О втором говорить нечего, людей, придерживающихся этой заповеди, давно знают как мироедов, деспотов, стяжателей. Третий возник первоначально в нравственных принципах христианства как протест против языческих нравов, рабства, жестокости. Он не развился в христианском учении далее рамок, поставленных интересами имущего класса. Сама помощь носила характер скорее сочувствия, нежели реальной силы, помогающей развитию слабых. Во всей силе, во всем богатстве своего внутреннего содержания этот принцип развивается в коммунистическом обществе, основой закон которого провозглашает благо каждому ради блага всех. Из четвертого принципа исходят, кроме каст и обществ, также националисты всех стран, международный сионизм, некоторые профессиональные группы и деклассированные люди. Это худшее, что сложилось в современном человечестве.

#### *О перспективах развития электроники*

Подавляющее большинство наших технических и хозяйственных руководителей даже не подозревают о рождении и реальном уж существовании электроники как отрасли техники, которая призвана перевернуть все производственные отношения, сделать невозможное сегодня возможным завтра <...>

Танк, мотор, снаряд, самолет, пушка – это все понятно, они агитируют сами за себя. Но то, что будущий танк, самолет или снаряд будут иметь, так сказать, свою нервную систему, мозг, рефлексы – сейчас увидеть простым глазом нельзя, ощупать нечего. Это можно только понимать и предвидеть...по масштабам и объему изменений, в корне переворачивающих технику, электронные приборы могут быть сравнимы только с такими открытиями и изобретениями прошлого как паровая машина, динамомашинa<...> Я уверен, что будущее поколение, изучая историю техники нашего времени, назовет этот этап развития началом века электроники, пришедшей на смену века пара и века электричества.

#### *О развитии вакуумной техники*

Чем дальше мы продвигаемся вперед, тем быстрее движение, тем сложнее научно-технические, производственные проблемы, с которыми сталкиваются ученый, инженер, лаборант, рядовой рабочий на производстве. Нам предстоит решить сложные задачи внедрения в промышленность новых вакуум-технологических процессов, создания прогрессивных образцов вакуумного оборудования и оснащения ими заводов, фабрик, лабораторий. Для этого необходимо серьезно укрепить исследовательскую, проектно-конструкторскую и производственную базу вакуумной техники в стране.

Огромный парк специального производственного оборудования используется в различных отраслях современной техники для периодического или непрерывного получения пустоты в камерах и объемах, приспособленных к различным технологическим процессам. Они требуют не только знания абсолютных значений давления, но и количественной характеристики состава оставшихся газов, то есть их анализа. Эти чисто метрологические задачи ставят на повестку дня расширенное промышленное производство вакуумметров и газоанализаторов. Для его нужд в первую очередь необходимо создать эталоны низких давлений, начиная от десятков тор (760 Торр = 1 атм) и вниз вплоть до стомиллиардных долей тора. Комитет стандартов и подведомственные ему метрологические институты должны безотлагательно этим заняться.

Значительно страдает развитие вакуумной техники и от недостатков в планировании ее производства. Сейчас выпуск отдельных видов вакуумного оборудования распылен по многим неспециализированным заводам. Эта продукция обычно составляет 5-15 процентов общего объема производства на предприятиях. Для обеспечения высокого технического уровня вакуумного оборудования необходимо сосредоточить его производство на нескольких специализированных заводах.

Серьезно назрел вопрос и об организации управления вакуумной техникой в стране. По характеру применения вакуумная техника является междотраслевой и до сего времени не имеет одного хозяина, отвечающего за ее развитие. Нам кажется, что было бы целесообразно создать межотраслевое управление по вакуумной технике при Государственном комитете по электронной технике СССР, подчинив ему организации, занимающиеся разработкой и производством вакуумного оборудования для нужд народного хозяйства.

Решение этих вопросов не терпит отлагательства. Огромные возможности вакуумной технологии следует быстрее поставить на службу народному хозяйству страны.

С 1976 г. научно-исследовательский институт вакуумной техники носит имя С.А.Векшинского. На Новодевичьем кладбище установлен памятник С.А.Векшинскому. В ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского» установлена мемориальная доска, устроены музей вакуумной техники и мемориальная библиотека личных книг С.А.Векшинского. Выпущен конверт «Академик С.А.Векшинский». Более 50 деятелей науки и техники награждены медалью С.А.Векшинского, многие сотрудники института удостоены премии С.А.Векшинского. В октябре 2014 г. в г. Пскове на доме, где родился С.А.Векшинского, по инициативе руководства НИИВТ, установлена мемориальная доска. В г. Керчи, где он учился в гимназии в 1910-1914 гг., есть улица Векшинского.

Необходимо подчеркнуть большой вклад в дело увековечения памяти С.А.Векшинского д.т.н. В.П.Борисова. Огромный пласт информации о жизни и деятельности академика ждет своего исследователя в Архиве РАН.

Сегодня, в год 120-летия со дня рождения одного из основателей отечественной электроники, активного участника атомного проекта и космической программы Сергея Аркадьевича Векшинского, актуален вопрос о том, чтобы в Москве появилась улица академика Векшинского. Постановление бюро отделения общей физики и астрономии Президиума АН СССР с ходатайством перед Моссоветом о присвоении имени академика С.А.Векшинского одной из новых улиц г.Москвы было принято 26 февраля 1975 г.

### **Вакуумная техника в СССР**

Бурное развитие вакуумной техники в СССР в послевоенные годы определялось работами в следующих направлениях: атомный проект, освоение космоса, электроника, электрофизическое аппаратостроение.

*Общественные профессиональные объединения в СССР и Российской Федерации – организаторы научно-информационной деятельности в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии (1960-2016 гг.)*

- Комитет по вакуумному аппарато-и приборостроению Ленинградского областного правления НТО приборостроительной промышленности им. академика С.И. Вавилова. 1960-1971 гг. Руководители: М.И. Дрига, И.В. Мейзеров, Г.Л. Саксаганский.
- Всесоюзная секция вакуумного аппарато- и приборостроения Центрального правления НТО приборостроительной промышленности им. академика С.И. Вавилова. 1971 – 1991 гг. Руководитель Г.Л. Саксаганский.
- Вакуумная ассоциация. 1993 – 2001 гг. Руководитель Саксаганский Г.Л.
- Университетское вакуумное общество. 1993 – н.в. Руководитель Розанов Л.Н.
- Российское вакуумное общество. 1992 – 2015 гг. Руководитель Быков Д.В., 2015 – н.в. Президент Нестеров С.Б.

Из газетных публикаций советского периода можно получить представление о направлениях развития вакуумной техники [20, 25,26].

*С. Векишинский, А. Цейтлин. Драгоценная пустота.  
«Экономическая газета», 10 февраля 1965 г.*

- Укрепление исследовательской, проектно-конструкторской и производственной базы вакуумной техники в стране.
- Решение метрологических задач вакуумной техники Комитетом стандартов и метрологическими институтами.
- Устранение недостатков в планировании производства вакуумной техники.
- Концентрация производства вакуумной техники на нескольких специализированных заводах с целью обеспечения высокого технического уровня оборудования.
- Создание многоотраслевого управления по вакуумной технике при Госкомитете по электронной технике СССР с подчинением ему организаций, занимающихся разработкой и производством вакуумного оборудования.

*Г. Сакаганский. Космос в земных ладонях.  
«Правда», 12 декабря 1976 г.*

- Создание научно-производственного объединения, ответственного за обеспечение вакуумной техникой всех потребителей, независимо от ведомственной подчиненности.
- Расширение производственных возможностей специализированных подразделений ряда крупных предприятий электронной техники и машиностроения, традиционно выпускающих отдельные виды вакуумного оборудования с целью его поставки не только своей отрасли, но и другим.
- Необходимость межведомственной координации НИР и ОКР по вакуумной технике и технологии ВТТ, проводимых академическими, отраслевыми институтами и предприятиями различных министерств и ведомств.
- Прогнозирование тенденций развития ВТТ, опираясь на научные советы АН СССР, отраслевые научно-технические общества.
- Централизация публикаций по физике и технике вакуума для лучшего информационного обеспечения исследователей и разработчиков.

*В. Реут. Вокруг вакуума. «Правда», 20 апреля 1977 г.*

- Создание специализированного научно-производственного объединения, отвечающего за разработку и выпуск высоковакуумной аппаратуры, соответствующих приборов, арматуры и материалов.
- Организация научного совета в академии наук СССР для координации теоретических исследований в области вакуумной физики и практического приложения их результатов.
- Совершенствование и подготовка кадров высшей квалификации в области вакуумной техники.

### **Российская вакуумная техника**

В 1992 году было создано Российское научно-техническое вакуумное общество (РНТВО), в состав которого сегодня входят около 2500 членов [27].

#### *Основные цели РНТВО*

- Объединение передовой части ученых и инженеров для наращивания интеллектуального потенциала в сфере научной и инженерной деятельности, содействие ускорению научно-технического прогресса.
- Содействие развитию фундаментальных и прикладных исследований в областях науки, использующих вакуумную технику и технологию.

- Профессиональная консолидация, укрепление и развитие профессиональных связей и гуманитарных контактов между специалистами, занимающимися вопросами вакуумной техники и технологии.
- Содействие развитию научного и технического творчества, созданию наиболее благоприятных условий для творческой работы членов Организации.
- Представление законных интересов, содействие защите профессиональных, гражданских, социальных, авторских и иных прав членов.
- Содействие разработке и реализации международных, национальных, региональных проектов и программ в области науки и образования.
- Развитие и углубление международного сотрудничества в области науки и образования, развитие всесторонних связей с инженерно-технической общественностью, представителями предпринимательских структур, содействие интеграции российских ученых и специалистов в мировое сообщество.

*Регулярные отечественные вакуумные мероприятия [28]*

- Научно-техническая конференция «Вакуумная наука и техника», РВО, Гурзуф, Сочи, Судак, Феодосия.  
Прошло 23 конференции.

В период с 1994 по 2015 гг. опубликовано более двух тысяч докладов. Количество авторов более двух тысяч [28].

Представителями Москвы опубликовано 1100 докладов – 53,1% от общего количества докладов, городов Московской области – 158 докладов (7,6%), Санкт-Петербурга – 134 докладов (6,5%). В сумме представители Москвы, Московской области и Санкт-Петербурга опубликовали 1392 доклада (67,2%), т.е. больше двух третей от общего количества докладов. Далее из городов России идут представители Саратова – 116 докладов (5,6%), Казани – 76 докладов (3,7%), Новосибирска – 54 (2,6%), Уфы – 55 (2,7%), Омска – 45 (2,2%) и Нижнего Новгорода – 29 (1,4%).

Представители Украины (Харьков, Киев, Днепрпетровск, Запорожье, Краматорск) опубликовали 58 докладов (3,8%), Узбекистана (Ташкент) – 62 (3,0%), Беларуси (Минск, Гомель) – 37 (1,8%) и Латвии (Рига) – 3 (0,14%). Всего представители ближнего зарубежья опубликовали 160 докладов (7,7%).

Свои доклады опубликовали представители 61 города – Москва, Московская область (15), другие города России (36), города ближнего зарубежья (9).

- Научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», СПбГПУ, Санкт-Петербург. Прошло 23 конференции.
- Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России», МГТУ им. Н.Э. Баумана, ОАО ЦНИТИ «Техномаш». Прошло 22 конференции.
- Постоянно действующий научно-технический семинар «Электровакуумная техника и технология». Прошло 35 заседаний. Опубликовано четыре тома докладов. Количество авторов более двухсот.
- Студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», КНИТУ, Казань. Прошло семь конференций, на которых работали следующие секции:
  - Физические явления в вакууме, расчет вакуумных систем,
  - Средства получения и измерения вакуума, вакуумная арматура,
  - Вакуумные технологии,
  - Вакуумные установки.Опубликовано 400 докладов студентов и молодых ученых, представивших 30 учебных заведений из 20 городов России.
- Всероссийская молодежная научно-практическая конференция «Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва. Прошло пять конференций.

*Журнал «Вакуумная техника и технология»*

Издается с 1991 г. Входит в список ВАК. Основные разделы журнала: физика вакуума, расчет вакуумных систем, измерения вакуума, течеискание, получение вакуума, проектирование вакуумных систем, производство электронных приборов, вакуумное напыление, имплантация, образование, конференции и семинары. Опубликовано более 800 статей. Более одной тысячи авторов [28].

*Национальная система непрерывной подготовки специалистов в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии*

- Сочетание преимуществ высшего образования, отраслевой и академической науки, производства.
- Непрерывность профессиональной подготовки.
- Широкий охват регионов.
- Инновационный характер непрерывного образования.
- Преемственность поколений.
- Развитая инфраструктура (музей, библиотека, журнал).
- Опора на государственные образовательные стандарты подготовки специалистов в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии.
- Ориентация системы на высокие технологии (ядерная энергетика, наноматериалы, наноэлектроника, космонавтика).
- Обеспеченность учебной и научной литературой на всех этапах системы непрерывной подготовки.

*Международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий  
«ВакуумТехЭкспо» [29-36]*

Организатором выставки стала Международная выставочная компания MVK в составе группы компаний ПТЕ. Директорами выставки в разные годы были Мартышов С.А., Воробьев М.В., Жуков Д.Н., Ломунова Н.Ю. Соорганизатором выставки – организатором деловой программы все одиннадцать лет было ОАО «Научно-исследовательский институт вакуумной техники им.С.А. Векшинского».

Выставка работала при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества, Московской торгово-промышленной палаты, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Московского комитета по науке и технологиям, Российского союза промышленников и предпринимателей.

Генеральным спонсором выставки на начальном этапе было ОАО «Полема», а затем ЗАО «Интек Аналитика».

Большой вклад в становление выставки внес лауреат Государственной премии СССР, России, премий Правительства РФ профессор Архаров А.М., летчик-испытатель I класса, Герой Социалистического труда, обладатель 101 мирового рекорда М.Л. Попович, лауреат Ленинской и Государственной премий, Герой Социалистического труда В.Н.Финогеев, заместитель председателя комитета Госдумы РФ А.Ю.Русских, академики РАН А.С.Бугаев, А.К.Ребров, А.С.Сигов и многие другие.

М.Попович, высоко оценив труд российских разработчиков вакуумной техники, во время своего выступления на открытии выставки сказала: «Написать бы в небе размашистым почерком, каленым пером самолетных ракет: «Примите, вакуумщики, от испытателей самый горячий привет!»

Прошло одиннадцать выставок, в которых приняли участие 182 мировые и отечественные фирмы – производители вакуумного оборудования, в том числе из Австрии, Беларуси, Великобритании, Германии, Израиля, Китая, Кореи, Латвии, Лихтенштейна, Словакии, Словении, США, Украины, Франции, Швейцарии, Японии.

Основные цели выставки – демонстрация уникальных достижений в области вакуумной техники, материалов и технологий и их продвижение на рынок; установление деловых контактов, привлечение инвестиций; оказание содействия в формировании и реализации национальных и региональных программ в данной области.

Параллельно работала международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология» [37-46]. В работе конференции приняли участие представители Беларуси, Германии, Китая, Кореи, Лихтенштейна, Монголии, Нидерландов, России, Румынии, Украины. За 11 лет опубликовано более 500 докладов, количество авторов – около 700. Все эти годы выставка работала под девизом «Вакуумная техника, криогенная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий». Этот девиз нашел непосредственное отражение в названиях секций научно-технической конференции: вакуумная техника и аэрокосмический комплекс; вакуумные технологии и оборудование; новые технологии формирования тонких пленок. Методики и исследования. Технологическое оборудование; нанотехнология и биотехнология; криогенная и криовакуумная техника. Секциями руководили А.М.Архаров, А.В.Бурмистров, А.В.Горин, А.И.Лунин, Л.Н.Розанов, В.В.Слепцов.

В трудах конференции опубликованы материалы, посвященные памяти следующих ученых: М.В.Ломоносова, Д.И.Менделеева, С.А.Векшинского, В.С.Когана, В.М.Бродянского, Н.Ф.Капустина, Г.Ф. Ивановского.

Профессиональные ассоциации других стран, принимавшие участие в деловой программе выставки: Японская вакуумная промышленная ассоциация, Китайская ассоциация производителей вакуумной техники, Европейское общество тонких пленок, Американское вакуумное общество.

Специализированные семинары, которые были организованы в рамках деловой программы: вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс, функциональные покрытия для оптики, сенсорики и электроники (FraunhoferInstitut), стендовые презентации отдельных организаций.

Наиболее активно участвовали в научно-технических конференциях молодые ученые из следующих организаций: ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского», МГТУ им.Н.Э.Баумана, СПбГПУ, НИУ МЭИ, «МАТИ» - РГТУ им. К.Э.Циолковского.

С самого начала мы озвучили известное китайское выражение «пусть распускается сто цветов, пусть сто школ спорят». Сегодня можно констатировать, что распустились более 300 цветов – именно столько организаций из России, ближнего и дальнего зарубежья приняли участие в работе выставки и конференции.

В работе выставки и конференции за 10 лет участвовали представители Москвы, Московской области (Балашиха, Дубна, Жуковский, Зеленоград, Истра, Оболensk, Протвино, Реутов, Томилино, Фрязино, Химки, Черноголовка, Электрогорск), Санкт-Петербурга, Сибири (Железногорск, Искитим, Новосибирск, Омск, Томск), Урала (Екатеринбург, Пермь, Челябинск), Поволжья (Йошкар-Ола, Казань, Самара, Рыбинск, Ульяновск), Белгорода, Воронежа, Калининграда, Махачкалы, Пскова, Саранска, Тамбова, Тулы.

Очень важен анализ качественного и количественного состава посетителей [43]. Наша выставка является специализированной, поэтому 2709 посетителей в 2016 г. – это хороший показатель, имея в виду, что год за годом количество их возрастает.

Посетители выставки – это представители заказчиков вакуумного оборудования для производства или научно-исследовательских работ. Они представляют 47 регионов России и 15 стран мира. Наибольшее количество посетителей представляют Москву и Московскую область, Санкт-Петербург, Ленинградскую, Калужскую, Нижегородскую, Ярославскую области, республику Татарстан.

Один из наиболее важных показателей выставки – качественный состав посетителей: 90% - это руководители подразделений / менеджеры и высшие руководители фирм, т.е. лица, непосредственно принимающие решения о закупке того или иного оборудования.

Интересующие посетителей разделы выставки: 91% - вакуумная техника и технология, 45% - оборудование и технология для нанесения функциональных покрытий, 37% - криогенное оборудование, 36% - течеискатели, 36% - аналитическое оборудование, работающее в вакуумной среде, 15% - сублимационное оборудование.

Распределение посетителей по сфере деятельности компаний: 40% - вакуумная техника и технология, 25% - электроника и приборостроение, 23% - машиностроение, 22% - авиакосмическая и оборонная промышленность, 17% - промышленное оборудование, 15% - нанотехнологии и наноматериалы, 11% - атомная промышленность и энергетика, 8% - оптика,

8% - химия и нефтехимия, 7% - металлургия, 5% - медицина и фармацевтика, 4% - экспертиза, контроль качества и сертификация.

Информационную поддержку выставки осуществляли многие журналы, в том числе «Вакуумная техника и технология», «Наноиндустрия», «Наноинженерия», «Аэрокосмический курьер», «Химическое и нефтегазовое машиностроение».

Для повышения эффективности выставки оказалась полезна следующая работа: проведение различных конкурсов, например «За лучший инновационный продукт в сфере высоких технологий», награждение молодых ученых за лучшие доклады, награждение медалью академика С.А.Векшинского выдающихся представителей науки, образования и промышленности, приглашение с докладами ученых и специалистов из смежных областей знания, проведение специализированных семинаров, работа по созданию единой терминологии, по стандартизации, публикации итогов выставки в различных специализированных журналах, создание и постоянное обновление аннотированной библиографии изданий по вакуумной технике и технологии, привлечение на выставку и конференцию студентов московских вузов, написание ими рефератов по итогам посещения, общение с зарубежными участниками выставки и посещение предприятий, которые они представляют, увековечивание памяти ушедших ученых.

Представители науки, образования, промышленности, награжденные медалью академика С.А.Векшинского: Аляев В.А., Архаров А.М., Бурмистров А.В., Быков Д.В., Варлов Л.Я., Виноградов М.И., Горин А.В., Громов А.В., Демихов К.Е., Добрецов К.Г., Елинсон В.М., Жировов Е.В., Коган В.С., Колесников Н.В., Крюков А.П., Кузьмин В.В., Куприянов В.И., Курбатов О.К., Ларин М.П., Ляпин В.И., Нестеров С.Б., Никитин А.Н., Одинокое В.В., Панфилов Ю.В., Панфилович К.Б., Попович М.Л., Ребров А.К., Розанов Л.Н., Романько В.А., Саксаганский Г.Л., Самойлович М.И., Симакин С.Б., Слепцов В.В., Татаринова Н.В., Титов А.В., Финогеев В.П., Холопкин А.И., Христич В.В., Чапкевич А.Л., Черток Б.Е., Чухлов В.Д.

Медалью также награждены: ИСВЧПЭ РАН, Кафедра электрофизических установок МИФИ, Московский комитет по науке и технологиям.

В период 2010 – 2016 гг. проводился конкурс «За высокие инновационные достижения в сфере высоких технологий».

Выставка «ВакуумТехЭкспо» за 11 лет существования стала главным событием года в области отечественной вакуумной техники и технологии.

Не вызывает сомнения, что выставка «ВакуумТехЭкспо» будет содействовать развитию производственных и экономических связей, установлению новых деловых и личных контактов, обмену научно-технической информацией.

#### *Просветительская и издательская деятельность*

Создан и активно развивается музей вакуумной техники в ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского». В музее сегодня размещается около 500 экспонатов. Экспонаты музея были представлены на 1-й и 5-й выставках «ВакуумТехЭкспо». Ежегодно музей посещают 100-150 студентов московских высших учебных заведений [44].

Установлен камень в селе Спас-Угол в память полета Д.И.Менделеева в 1887 г. на воздушном шаре из Клина. Установлена мемориальная доска в Пскове на доме, где в 1896 г. родился С.А.Векшинский.

Создана и постоянно обновляется аннотированная библиография изданий по вакуумной технике за период с 2007 по 2015 гг., включающая 163 наименования, в том числе: 47 монографий, 33 учебных пособия, 30 материалов конференций, 17 информационно-справочных материалов, 34 обзорные статьи [47].

Создана аннотированная библиография книг из личной библиотеки академика С.А.Векшинского [47].

Составлен перечень 100 книг по вакуумной технике, изданных на русском языке в период с 1746 г. по настоящее время [47].

Издан англо-русский и русско-английский словарь по вакуумной технике, включающий 4500 терминов [48].

Издана терминология по вакуумной технике и технологии [44].

Систематизированы и опубликованы сведения о конференциях, семинарах и общественных организациях в области вакуумной науки, техники и технологии в СССР и России в период с 1960 по настоящее время [28].

*Организация и проведение вакуумтуров на предприятия Европы*

ЗАО «Интек Аналитика» организовало семь вакуумтуров для ведущих специалистов России в области вакуумной техники и технологии на ведущие предприятия Европы, специализирующиеся на производстве вакуумного оборудования HSR (Бальцерс, Лихтенштейн), VAT (Хааг, Швейцария), Edwards (Лутин, Чехия), сервисный центр Edwards (Брно, Чехия). Участники поездок прошли обучение и получили сертификаты.

**Направления развития отечественной вакуумной техники и технологии**

Вакуумное сообщество России обладает значительным потенциалом. Наибольший потенциал сосредоточен в Московском регионе, Санкт-Петербурге, Казани, Саратове, Новосибирске, Омске, Томске.

Дальнейшее развитие России во многом определяется инноватикой. Наша страна должна сохранить позиции индустриально развитой державы, в связи с этим в социально-экономических приоритетах нашего государства особое место занимают вопросы развития наукоемких отраслей производства с высоким уровнем добавленной стоимости. Именно к таким наукоемким отраслям относится вакуумная техника.

Современная ситуация еще более повышает актуальность решения главной стратегической задачи – создания высокотехнологичной конкурентоспособной отечественной экономики, ориентированной на развитие сектора реального производства. Это особенно важно в период становления шестого технологического уклада, ведущую роль в котором будут определять био- и нанотехнологии, искусственный интеллект, глобальные информационные системы, новая медицина, другие высокие технологии. Новый импульс получают оборонный комплекс, космические технологии, гибкие автоматизированные производства, создание конструкционных материалов с заданными свойствами, альтернативные источники энергии, причем во всех этих направлениях в той или иной степени используются достижения вакуумной науки, техники и технологии.

Для этого необходимо существенно улучшить инвестиционный и деловой климат, укрепить инновационную составляющую в деятельности предприятий, решить кадровую проблему, расширить международные связи.

- Необходима четко сформулированная стратегия развития отечественной вакуумной техники.
- Необходимо включить вакуумную технику в перечень критических технологий.
- Необходимо преодолеть разрыв между носителями технологической информации и молодыми учеными.
- Особое внимание необходимо уделить вопросу импортозамещения вакуумного оборудования.

**4 октября 2016 г. состоялось заседание Городской межведомственной комиссии по наименованию территориальных единиц, улиц, станций метрополитена, организаций и других объектов г. Москвы.**

**1 ноября 2016 г. Мэр Москвы С. Собянин подписал постановление Правительства Москвы о присвоении Проектируемому проезду 738 наименования «улица Академика Векшинского».**

Этому предшествовала большая организационная работа, проведенная Президентом Российского научно-технического вакуумного общества имени академика С.А. Векшинского, д.т.н., профессором Нестеровым Сергеем Борисовичем.





**ПРАВИТЕЛЬСТВО МОСКВЫ**  
**ПОСТАНОВЛЕНИЕ**

1 ноября 2016 г. N 708-ПП

**О присвоении наименований линейным транспортным объектам города Москвы**

В соответствии с Законом города Москвы от 8 октября 1997 г. N 40-70 "О наименовании территориальных единиц, улиц и станций метрополитена города Москвы", постановлением Правительства Москвы от 13 сентября 2011 г. N 423-ПП "О Городской межведомственной комиссии по наименованию территориальных единиц, улиц, станций метрополитена, организаций и других объектов города Москвы", решением Городской межведомственной комиссии по наименованию территориальных единиц, улиц, станций метрополитена, организаций и других объектов города Москвы **Правительство Москвы постановляет:**

1. Присвоить проектируемому проезду N 738, расположенному в районе Котловка Юго-Западного административного округа города Москвы, наименование – **улица Академика Векшинского.**

2. Присвоить безымянному проезду, расположенному в районе Косино-Ухтомский Восточного административного округа города Москвы между Святоозерской улицей и улицей Дмитриевского, наименование – **улица Лётчика Павлова.**

3. Присвоить проектируемому проезду N 6354, расположенному в районе Лианозово Северо-Восточного административного округа города Москвы, наименование – **улица Доронина.**

4. Присвоить скверу, расположенному в районе Якиманка Центрального административного округа города Москвы между улицей Большая Полянка и 1-м Казачьим переулком, наименование – **сквер Ислама Каримова.**

- 2 -

5. Контроль за выполнением настоящего постановления возложить на заместителя Мэра Москвы в Правительстве Москвы по вопросам социального развития **Печатникова Л. М.**

Мэр Москвы



**С. С. Собянин**

Литература

1. П.И.Вальден. Памяти Д.И.Менделеева. Журнал «Природа», 1917, май-июнь, с.570.
2. М.В.Ломоносов. Полное собрание сочинений. Изд-во АН СССР. М.; Л., 1950-1983. т.1 – 11.
3. Ломоносов. Краткий энциклопедический словарь. Редактор-составитель Э.П.Карпеев. Санкт-Петербург, Наука, 2000, 257 с.
4. Павлова Г.Е., Федоров А.С. Михаил Васильевич Ломоносов (1711-1765).- М.: Наука, 1986. – 465 с., ил. – (научно-биографическая литература).
5. Д.И. Менделеев. Основы химии. ГОНТИ химической литературы. М.-Л., 1947, тт.1,2.
6. Д.И.Менделеев. Список моих сочинений. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.25, с. 687 – 776.
7. D. Mendeleef. Bemerkungen zu den Untersuchungen von Andrews über die Compressibilität der Kohlensäure. Poggendorf Annalen, 1870, Bd.141, pag.618.
8. Д.И. Менделеев. Об упругости газов. Сочинения. ГОНТИ НКТП СССР. Ред. химической литературы. Л.-М., 1939, т. 6, с. 221 – 589.
9. Выписка из протокола заседания Русского Химического общества от 12 сентября 1874 г. (общие формулы для газов) Сочинения Д.И.Менделеева, 1939, т. 6. Редакция химической литературы, Л.-М., ГОНТИ НКТП СССР, с.221-589.
10. Д.И.Менделеев. О температуре верхних слоев атмосферы. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.7, с.35-53.
11. Д.И.Менделеев. Воздушный полет из Клина во время затмения. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.7, с.471-548.
12. Д.И.Менделеев. Опыт химической концепции мирового эфира. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.- М., 1950, т. 2, с.463-496.
13. Д.И. Менделеев. Толковый тариф. Сочинения. М.-Л. Изд-во Академии наук СССР, 1950 г., т. 19, с. 189.
14. Д.И.Менделеев. О весе литра воздуха. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.57-100.
15. Д.И. Менделеев. Возобновление прототипов, или основного образца русских мер веса и длины в 1894-1898 г.г. Часть вторая. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.394-722.
16. Д.И.Менделеев. Письмо в отдел торговли Министерства финансов об утверждении временных правил для измерения давления. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с. 820-822.
17. Д.И.Менделеев. Письмо В.И.Ковалевскому о совещании по вопросу единицы давления. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.823-824.
- 18.С.А. Векшинский. Лаборатория завода «Светлана». Социалистическая реконструкция и наука. 1932. Вып.4.с.118-131.
- 19.С.А.Векшинский. Решительно улучшить координацию исследовательских работ. Экономическая газета. 1961, 14 июня.
- 20.С.А.Векшинский, А.Б. Цейтлин. Драгоценная пустота. Экономическая газета. 1965, 10 февраля.
- 21.Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. 1896 – 1974 / Отв.ред.В.М.Родионов, авт. предисл. Г.Н. Флеров. – М.: Наука. 1988. – 140 с., ил.(Научно-биографическая литература).
- 22.Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. М.: НПК «Интелвак», 2002 / Науч. ред. В.Н.Кеменов. – 2-е изд. – 176 с., илл.
- 23.Архив С.А.Векшинского. Архив РАН. Ф.2022, оп.1.
- 24.Архив ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского».
- 25.Г. Саксаганский. Космос в земных ладонях. Правда, 12 декабря 1976г.
- 26.В. Реут. Вокруг вакуума. Правда. 20 апреля 1977 г.
27. Д.Быков, С.Нестеров. Российскому научно-техническому вакуумному обществу 20 лет. Наноиндустрия. № 4(34) / 2012. с. 8 – 9.
28. Вакуумная техника. История. Статистика. Образование. Тенденции развития. Под ред. С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 128 с.

29. Нестеров С.Б. Итоги работы выставки «ВакуумТехЭкспо 2006». Вакуумная техника и технология. 2007, Т.17, № 1, с.41- 46.
30. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н. Международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2008». Материалы XV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.~ МИЭМ, 2008, с. 52 – 56.
31. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Воробьев М.В. 4-я международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий ВакуумТехЭкспо-2009. Материалы XVI научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.~: МИЭМ, 2009, с.60 – 63.
32. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Воробьев М.В. 5-я международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий ВакуумТехЭкспо 2010. Материалы XVII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. Быкова Д.В., Кеменова В.Н., Соколова А.Б. М.~: МИЭМ, 2010, с.394-395.
33. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н. 6-я международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2011». Материалы XVIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.~: МИЭМ, 2011. с.400-402.
34. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Жуков Д.Н. 7-я международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2012»). «Вакуумная наука и техника». Материалы XIX научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.~ МИЭМ. 2012. с. 304 – 307.
35. С.Б. Нестеров, И.А. Воробьев, Г.Н. Иванова, Д.Н. Жуков. 8-я Международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо-2013». Материалы XX юбилейной научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.~ МИЭМ НИУ ВШЭ. 2013. с. 341-345.
36. С.Б. Нестеров, Г.Н. Иванова, Е.В.Беляева. ВакуумТехЭкспо – 2014. Вакуумная наука и техника. Материалы XXI научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.~: МИЭМ НИУ ВШЭ.2014. с. 368 – 371.
37. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы III Международной научно-технической конференции. Под ред. д.т.н., профессора С.Б. Нестерова. М.: ОМР. ПРИНТ, 2008, 176 с.
38. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы IV Международной научно-технической конференции. Под ред. д.т.н., проф. Нестерова С.Б. М.: ОМР.ПРИНТ 2009, 213 с.
39. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы V Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2010, 284 с.
40. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы VI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2011. – 214 с.
41. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы VII международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б.Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2012 – 278 с.
42. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы VIII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2013 – 358 с.
43. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы IX Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2014 – 387 с.
44. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2015. – 416 с.

45. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2016. – 374 с.
46. vacuumtechexpo@ite-expo.ru, www.vacuumtechexpo.com.
47. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Вакуумная техника. Библиография. Терминология. Транслитерация. Даты. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 146 с.
48. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Вакуумная техника. Англо-русский и русско-английский словарь по вакуумной технике. М.: НОВЕЛЛА. 2015. – 266 с.

## СЕКЦИЯ 1 ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ

### Диффузионные вакуумные насосы. Вчера. Сегодня. Завтра

*Е.Н. Капустин, А.С. Данилин, Ф.Д. Путиловский*  
Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58  
E-mail: [kazan@vacma.ru](mailto:kazan@vacma.ru)

В статье рассказано о истории создания диффузионных вакуумных насосов на АО «Вакууммаш». Сформулированы новые требования к диффузионным вакуумным насосам.

Представлены результаты экспериментов и исследований в области теплообмена. Рассказано о новых разработках диффузионных вакуумных насосов, отвечающих самым современным требованиям вакуумной техники и тенденциям развития мировой экономики.

*Diffusion vacuum pumps. Yesterday. Today. Tomorrow. E.N. Kapustin, A.S. Danilin, F.D. Putilovskiy. The history of the diffusion vacuum pumps creation at Vacuummash JSC is given here. New requirements to the diffusion pumps are presented as well as the results of the experiments and researches in the heat exchange. Recent developments of the diffusion vacuum pumps meeting the state-of-the-art requirements of vacuum technics are described as well as tendencies of the world economics development.*

Диффузионные насосы ведут свою историю с начала 20-го века, когда Вольфганг Геде в 1913 году запатентовал первый насос. Однако первые диффузионные насосы были крайне неэффективными и мало походили на современные насосы. В качестве рабочей жидкости использовалась ртуть. И только в 20-е – 30-е годы прошлого столетия были найдены решения, позволившие создать эффективный работоспособный диффузионный насос. Это касается, в первую очередь перехода на новое рабочее тело (на масло) и совершенствование системы нагрева. На рис. 1 пример Патента Германии на диффузионный насос с новой системой нагрева, который зарегистрировал В. Геде в 1929 году.

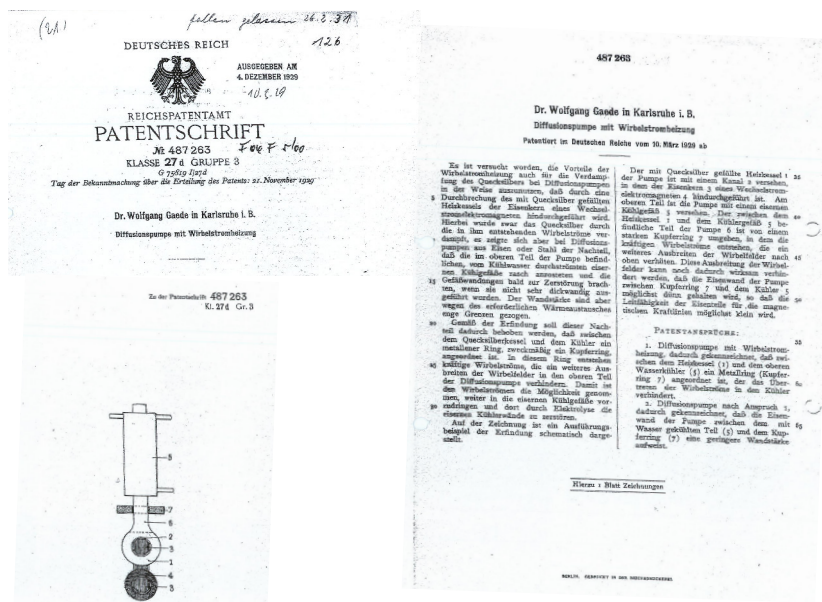


Рис. 1. Патент В. Геде на диффузионный насос.

Кроме В. Геде разработкой теории работы диффузионных насосов занимались Г. Тот, М. Вутс, наши соотечественники А. Ребров, В. Скобелькин и многие другие. Однако до сих пор полной, стройной теории, описывающей процессы, происходящие в диффузионном насосе, не

существует. Более того, до конца непонятен и механизм откачки газов диффузионным насосом. Тем не менее, диффузионные насосы нашли широкое применение во многих областях науки и техники как надежное и относительно дешевое средство получения высокого вакуума.

В России появление диффузионных насосов, пригодных и применявшихся для промышленных целей, связывают с именем профессора Петербургского университета С.А. Боровика. А вторая половина XX века и сегодняшний этап развития диффузионных насосов в России и СССР связаны с Казанью, где в настоящее время исследования, разработку и серийное производство насосов осуществляет АО «Вакууммаш».

Родоначальниками серийных общепромышленных диффузионных насосов в Казани являются насосы, вошедшие в историю вакуумной техники под названием насосы единой серии. Однако эти насосы по величинам предельного остаточного и наибольшего выпускного давления не удовлетворяли потребителя. На смену этим насосам был разработан ряд насосов модели Н.



*Рис. 2. Типоразмерный ряд насосов Н.*

По техническим характеристикам насосы удовлетворяли потребителя, но система охлаждения в виде «рубашки» часто приводила к отказам из-за её засорения. В последующих моделях для охлаждения корпуса применяется медная трубка в виде спирали припаянной к корпусу.

Разработанные к этому времени методики расчета и рекомендации по конструированию были использованы при разработке ряда насосов моделей «Н-диаметр/быстрота». В конструкцию насосов был введен более мощный эжектор новой схемы. Это позволило улучшить сразу два параметра насоса: расширить диапазон рабочих давлений в сторону высоких давлений и повысить наибольшее выпускное давление.

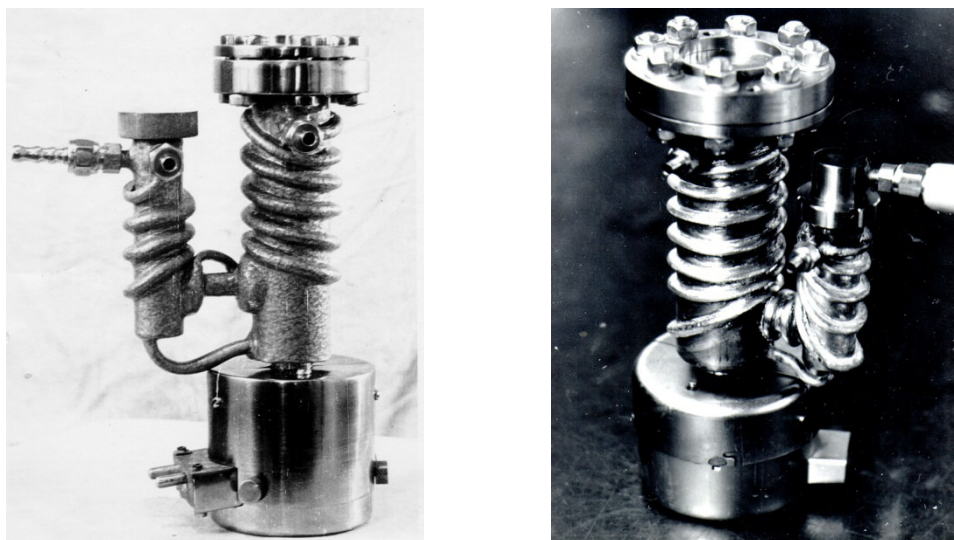
Характеристики насосов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики насосов модели «Н- диаметр / быстрота»

Наименование	Насосы				
	Н-100/350	Н-160/700	Н-250/2500	Н-400/7000	Н-630/18000
Рабочий диапазон давлений, мм рт.ст.	$10^{-5} \div 1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-5} \div 1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-5} \div 1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-4}$	$10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-4}$
Средняя быстрота действия, л/с	310	640	2150	5600	15500
Предельное остаточное давление, мм рт.ст.	$\leq 5 \cdot 10^{-7}$	$\leq 5 \cdot 10^{-7}$	$\leq 5 \cdot 10^{-7}$	$\leq 5 \cdot 10^{-7}$	$\leq 5 \cdot 10^{-7}$
Наибольшее выпускное давление, мм рт.ст.	0,2	0,25	0,2	0,2	0,2
Высота насоса, мм	310	370	588	762	1300



Кроме паромасляных диффузионных насосов получили своё развитие и парортутные насосы, в которых в качестве рабочего тела использовалась ртуть. Они были разработаны для получения высокого вакуума до давлений  $10^{-8}$  -  $10^{-9}$  мм рт.ст., что было возможно благодаря высокой упругости паров ртути. Однако в силу крайней токсичности ртути и её паров дальнейшего развития эти насосы не получили.



*Рис. 3. Диффузионные парортутные насосы Н-10Р и Н-50Р.*

Комплекс проведенных исследований в 1981 – 1990 годах позволил на смену ранее выпускавшимся насосам разработать новые насосы типа НВДМ. В новых конструкциях были применены закрытые нагреватели, повысившие надёжность работы насоса.

Насосы НВДМ являлись высоковакуумными и предназначались для высоковакуумных установок. Характеристики насосов модели НВДМ представлены в таблице 2.

Таблица 2 Характеристики насосов НВДМ

Наименование	Насосы				
	НВДМ-100	НВДМ-160	НВДМ-250	НВДМ-400	НВДМ-630
Быстрота действия в диапазоне рабочих давлений, л/с: от $6,6 \cdot 10^{-4}$ до $1,3 \cdot 10^{-1}$ Па (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1,3 \cdot 10^{-1}$ мм рт.ст.)	340	700	2350	-	-
от $6,6 \cdot 10^{-4}$ до $6,6 \cdot 10^{-2}$ Па (от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст.)	-	-	-	5900	16250
Предельное остаточное давление, Па (мм рт.ст.)	$\leq 8,7 \cdot 10^{-3}$ ( $\leq 6,6 \cdot 10^{-5}$ )	$\leq 8,7 \cdot 10^{-3}$ ( $\leq 6,6 \cdot 10^{-5}$ )	$\leq 8,7 \cdot 10^{-3}$ ( $\leq 6,6 \cdot 10^{-5}$ )	$\leq 8,7 \cdot 10^{-3}$ ( $\leq 6,6 \cdot 10^{-5}$ )	$\leq 8,7 \cdot 10^{-3}$ ( $\leq 6,6 \cdot 10^{-5}$ )
Наибольшее выпускное давление, Па (мм рт.ст.)	35 Па 0,263	35 Па 0,25	35 Па 0,25	35 Па 0,25	35 Па 0,25
Высота, мм	300	340	530	731	1195



*Рис. 4. Диффузионный вакуумный насос НВДМ..*



*Рис. 5. Специальный высоковакуумный диффузионный насос модели Н-20Т-У.*

Развитие науки и техники, использующей химические реакции в парогазовой среде, потребовало разработать насосы с расширенным диапазоном рабочих давлений в сторону среднего вакуума. Поэтому в 80-90-е на Вакууммаше было разработано большое количество различных экспериментальных диффузионных насосов и насосов специального назначения. Большая часть из них сохранилось лишь в музее завода. Однако некоторые виды специальных насосов особенно большой производительности, например, Н-20Т-У, Н-40Т-У до сих пор работают на имитаторах космического пространства и в составе различных технологических установок.





*Рис. 6. Различные диффузионные вакуумные насосы из музея Вакууммаша.*

Следующим важным этапом развития диффузионных вакуумных насосов стало создание в 1993 году совместно со специалистами НИИВТ им. С.А. Векшинского и фирмой Leybold, Германия нового ряда насосов типа НД (DIP для экспортного исполнения). В насосах этого ряда многие результаты научных исследований воплотились в конструктивные решения. При подготовке технической документации для промышленного выпуска насосов была произведена серия расчетов с учетом термодинамических и газо-кинематических свойств жидкости Diffelen, предназначавшейся для этих насосов. Насосы способны работать и на отечественных рабочих жидкостях, сохраняя свои характеристики. Насосы не только внешним видом, но и конструкцией внутренних элементов отличаются от своих предшественников.

Насосы имеют зигованный корпус (с винтовой канавкой), что не только изменило в лучшую сторону дизайн насоса, но и упростило технологию навивки и припайки трубки водяного охлаждения, позволило уменьшить толщину стенки корпуса насоса. Эти насосы не имеют себе равных в мире по массо-габаритным и удельным рабочим характеристикам. Фото насосов модели НД представлено на рис. 6. Характеристики насосов приведены в таблице 3



*Рис. 7. Диффузионные насосы НД.*

Таблица 3. Характеристики насосов НД

Наименование	Насосы					
	НД-250	НД-400	НД-500	НД-630	НД-800	НД-1000
Быстрота действия, л/с при давлении: $5 \cdot 10^{-2}$ Па ( $3,75 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст.)	700	7200	10800	18000	27000	45000
$1 \cdot 10^{-1}$ Па ( $7,5 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст.)	500	4000	6000	10000	15000	23000
1 Па ( $7,5 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.)	25	600	900	1500	2250	3500
Предельное остаточное давление, Па (мм рт.ст.)	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )	$3 \cdot 10^{-5}$ ( $\leq 2,25 \cdot 10^{-7}$ )
Наибольшее выпускное давление, Па (мм рт.ст.)	60 (0,45)	60 (0,45)	60 (0,45)	60 (0,45)	60 (0,45)	60 (0,45)
Высота, мм	560	785	940	1130	1450	1880

Непрерывное совершенствование известных и появление новых вакуумных технологических процессов требовало повышения основных вакуумных характеристик насосов и, в первую очередь, расширения диапазона входных давлений в сторону среднего и низкого вакуума вплоть до  $1,33 \cdot 10^{-2}$  Па ( $1 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.) и повышение потоков откачиваемого газа при этом давлении без изменения характеристик по величинам предельного остаточного давления, обратного потока рабочей жидкости, выброса рабочей жидкости в форвакуум.

Диффузионные насосы модели НД не всегда удовлетворяли потребителя по скорости действия при высоких входных давлениях, хотя и обладают расширенным диапазоном действия.

Поэтому АО «Вакууммаш» приступило к разработке очередной модели насосов. Накопленный опыт разработки насосов, обширный экспериментальный материал по процессам, происходящим в насосах, наличие методик расчёта и доводки насосов позволили создать

диффузионный насос модели НД-630Э, который имеет существенно расширенный диапазон входных давлений. Фото насоса приведено на рис. 7.



*Рис. 8. Диффузионный вакуумный насос НД-630Э.*

Этот насос способен работать в диапазоне входных давлений от  $6,66 \cdot 10^{-4}$  до 1,33 Па (от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $1 \cdot 10^{-2}$  мм рт.ст.).

За последние десятилетия ситуация в вакуумной технике существенно изменилась. Появились новые средства откачки, работающие в различных диапазонах давлений. Однако диффузионные насосы сохраняют своё право на существование. При этом существенно поменялись области применения этих насосов и, соответственно, требования к ним.



*Рис. 9. Диффузионный вакуумный насос DiJ 20.*

Сегодня диффузионный вакуумный насос – это насос чаще всего промышленного применения. Это насос, чаще всего, среднего вакуума. Уже почти никого (или только справочно) не интересует его остаточное давление, потому что подавляющее количество технологических процессов проходят именно при среднем вакууме. Более того, современный



диффузионный насос должен начинать работу от 1,33 Па ( $1 \cdot 10^{-2}$  мм.рт.ст.), т.е. обладать возможностями бустерных насосов.

Кроме того, наряду с улучшенными характеристиками, к насосам предъявляются новые экономические и эксплуатационные требования такие как: снижение потребляемой мощности, снижение расхода охлаждающей воды, снижение количества заливаемой жидкости, удобство обслуживания и ремонта.

Поэтому в последние годы на Вакууммаше идёт целенаправленная исследовательская и научная работа по улучшению характеристик диффузионных насосов, оптимизации их конструкции, снижения эксплуатационных расходов, в первую очередь электроэнергии.



*Рис. 10. Монтаж и испытания первого диффузионного вакуумного насоса DiJ 35.*

Основное внимание проводимых исследований направлено на изучение процессов теплообмена в насосах. Исследовались процессы конденсации и кипения в диффузионном насосе. Экспериментами выявлены наиболее теплонапряженные зоны корпуса насоса. Было доказано, что в кипятильнике насоса парообразование рабочей жидкости происходит при эруптивном её кипении и, что повышение тепловой нагрузки на днище кипятильника может привести к усиленному крекингу масла. Исследовались зависимости характеристик от количества масла в насосе

Проведённые исследования позволили разработать нагреватель с уменьшенной поверхностью нагрева. При этом характеристики насоса с таким нагревателем не изменились. А определение допустимой температуры охлаждения масла с учётом давления насыщенного пара повлияло на выбор размеров системы водяного охлаждения.

С учётом этих экспериментов, проведённых расчётов и новых требований, предъявляемых рынком, совместно с компанией Leybold GmbH в настоящее время разрабатывается новое поколение диффузионных насосов, способных устойчиво работать и обеспечивать максимальный поток откачиваемого газа при входном давлении  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст. Этот насос будет оснащаться электронной системой управления, которая позволит получать экономию электроэнергии до 30%.

Будет разработана линейка диффузионных вакуумных насосов, состоящая из 4-х типоразмеров 10, 16, 20, 35 дюймов или 320, 500, 630, 1000 мм.

К настоящему моменту разработаны и поставляются заказчику насосы DiJ 20 и DiJ 630, разработан и проходит испытания насос DiJ 35.

Насосы отличаются геометрией котла, позволяющей применять минимальное количество рабочей жидкости, новой конструкцией устройства для залива и слива рабочей жидкости. Нагревательные элементы новой конструкции позволяют производить их замену непосредственно на месте установки насоса. Насос обеспечен устройством визуального контроля уровня рабочей жидкости в котле насоса.

Опытные образцы всего ряда насосов модели DiJ планируется изготовить в 2017 году с освоением серийного производства.

### **Заключение**

АО «Вакууммаш» является единственным в мире разработчиком новых типов диффузионных вакуумных насосов, которые отвечают самым современным требованиям вакуумной техники и соответствуют тенденциям развития мировой экономики. Стремясь удовлетворить самые разнообразные запросы клиентов АО «Вакууммаш» в настоящее время выпускает как старые линейки диффузионных насосов, так и самые новые разработки, а именно:

- НВДМ (100, 160, 250, 400);
- НД (250, 400, 500, 630, 800, 1000);
- НД-630Э;
- Di J 20 (Di J 630);

С 2017 года планируется выпуск полной новой линейки насосов Di J (10, 16, 20, 35) и Di J (250, 400, 630, 1000).

На выставке Вакуумтехэкспо-2017 на стенде АО «Вакууммаш» будет организован специальный стенд, на котором будут продемонстрированы как исторические насосы, которые производил завод в 60-е годы прошлого столетия, экспонаты из музея истории АО «Вакууммаш», так и новейшие насосы, разработанные в 2016 году.

## Опыт создания и перспективы развития отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов

*А. В. Бурмистров, С. И. Саликеев, В. А. Аляев, \*Е. Н. Капустин*  
*Казанский национальный исследовательский технологический университет,*  
*Россия, Республика Татарстан, 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68*  
*\* АО Вакууммаш, 420054, г. Казань, ул. Тульская, 58*  
*E-mail: [burm@kstu.ru](mailto:burm@kstu.ru)*

*Рассматриваются основные вопросы, возникшие в ходе выполнения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ, направленных на разработку безмасляных спиральных вакуумных насосов, которые выполнялись совместно КНИТУ и АО «Вакууммаш» в рамках постановления Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 года N 218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства». Выделены основные направления, требующие дальнейшей проработки с целью повышения конкурентоспособности отечественных машин.*

*Stages of development of dimension-type line of oil free scroll vacuum pumps in Russia. A.V. Burmistrov, S. I. Salikeev, V. A. Alyaev, E. N. Kapustin. Main questions in the research and development work by designing of oil free scroll vacuum pumps carried out by joint stock company VACUUMMASH and KNRTU are considered. Main directions requiring further development for the purpose of domestic pumps competitiveness are given.*

Высокая конкуренция на мировом рынке средств безмасляной откачки ведет к постоянному поиску новых решений, материалов и комплектующих, применяемых в «сухих» вакуумных насосах. Это в полной мере относится к насосам вакуумным спиральным (НВСП), получившим в последние годы широкое распространение благодаря объективным достоинствам, таким, как безмасляность, бесшумность, низкое энергопотребление, малый подогрев газа на всасывании.

Применительно к безмасляным средствам откачки на данный момент для российского рынка характерна высокая доля импорта, которая в зависимости от вида продукции, колеблется от 70 до 100%. Фактически первые отечественные НВСП появились на рынке только в 2016 году и в настоящее время представлены тремя машинами производства АО «Вакууммаш» с быстротой действия 4, 15 и 35 м<sup>3</sup>/ч [1]. Внешний вид насосов типоразмерного ряда НВСП представлен на рис. 1.

Отметим, что для насосов НВСП-4 и НВСП-12 реализована схема с односторонней подвижной спиралью и консольным закреплением вала. В насосе НВСП-35 в связи с необходимостью обеспечения геометрической быстроты действия более 40 м<sup>3</sup>/ч применен двухсторонний подвижный спиральный элемент с двухопорным закреплением.

Как известно, НВСП относятся к бесконтактным машинам, и важнейшим направлением улучшения их откачных параметров является снижение обратных перетеканий через щелевые каналы.



Рис. 1. Спиральные насосы типоразмерного ряда НВСП.



При орбитальном движении подвижного спирального элемента относительно неподвижного между ними возникает два вида щелевых каналов: радиальный – между профильными поверхностями перьев спиралей и торцевой – между торцом пера одной спирали и торцевым диском ответного спирального элемента. Причем торцевой зазор с точки зрения влияния на характеристики насосов и компрессоров гораздо критичнее, по сравнению с радиальным. По данным теоретических и экспериментальных исследований [2], коэффициент подачи спирального компрессора до 10 раз более чувствителен к изменению торцевых зазоров, чем радиальных. Поэтому очень важно, в первую очередь, снизить перетекания через торцевые каналы. Это достигается путем размещения в канавке, выполненной на торцах перьев спиралей (рис. 2), уплотнителей в виде ленты (рис. 3).

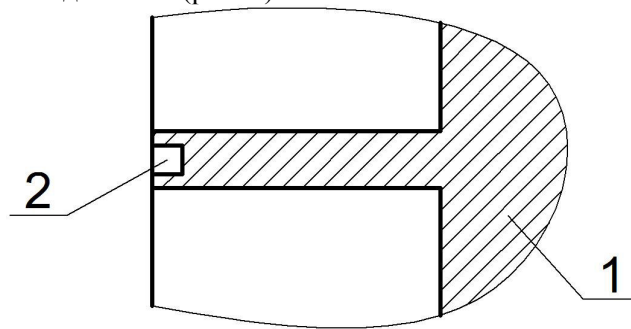


Рис. 2. Спиральный элемент:  
1 – спираль; 2 – канавка под торцевой уплотнитель.

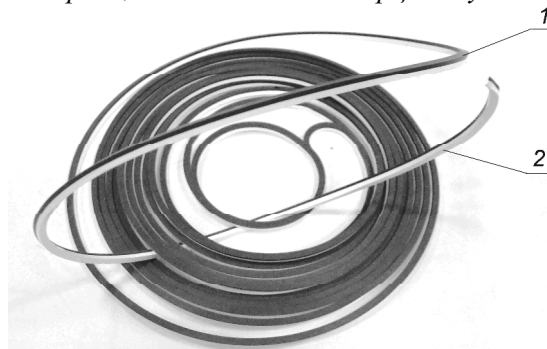


Рис. 3. Двухслойный торцевой уплотнитель насосов ISP «Anest Iwata»:  
1 – графитонаполненный фторопласт; 2 – пружинящий подслоя.

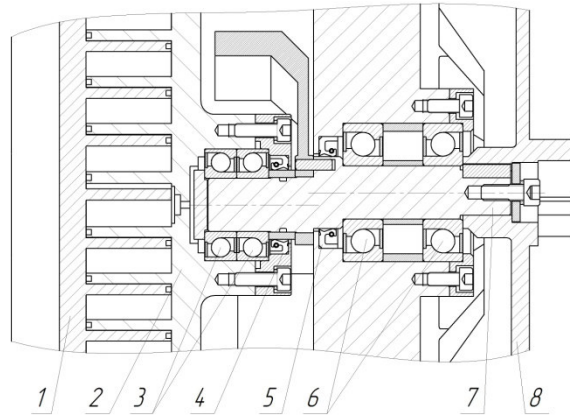
Уплотнитель при орбитальном движении подвижного спирального элемента опирается о поверхность торцевого диска ответного спирального элемента и скользит по нему, осуществляя контактное уплотнение. Таким образом, здесь применяется то же решение, что и для поршневых компрессоров без смазки, где устанавливаются неметаллические уплотнительные кольца, хорошо зарекомендовавшие себя в работе.

Прижатие уплотнителя к торцевому диску достигается или за счет предварительного поджатия торцевого уплотнителя и его расширения при нагреве насоса или за счет упругого подслоя (рис. 3). В НВСП чаще применяется второй способ, то есть торцевой уплотнитель выполняется из двух слоев. Верхний слой 1 (рис. 3), контактирующий с торцевым диском и подверженный износу, делается из неметаллических антифрикционных материалов на основе фторопласта, нижний слой 2 выполняет функцию поджатия уплотнителя и выборки торцевого зазора. Он также неметаллический и обладает высокой упругостью. При износе верхнего слоя уплотнитель подлежит замене. Поэтому время наработки насоса между техническими обслуживаниями определяется ресурсом слоя 1. Данный способ герметизации торцевых зазоров используется во всех НВСП и именно «устранение» перетеканий по торцам спиралей позволяет получить с помощью НВСП степень сжатия около  $10^5$ .

К сожалению, устраняя один недостаток – перетекания, возникает другой. За счет трения торцевого уплотнителя о торцевые диски спиральных элементов в НВСП графитизированный фторопласт превращается в пыль, которая накапливается внутри насоса. Поэтому многие эксплуатационщики называют спиральные насосы «пыльными», а







*Рис. 5. Роторный механизм насоса НВСп-12:*

*1, 2 – неподвижная и подвижная спирали; 3, 6 – подшипники радиально-упорные;  
4, 5 – манжеты армированные; 7 – вал приводной; 8 – вентилятор.*

Радиально-упорные подшипники для парной установки существуют разных групп зазоров либо натягов, шаг зазоров-натягов составляет всего 4 мкм. Подбор этих групп очень сильно зависит от рабочих температур спиральных элементов и приводного вала, которые на момент проектирования насосов могли быть определены только из математической модели.

Отметим, что в зарубежных аналогах НВСп с консольным расположением подвижного спирального элемента также используются подшипники высокого класса точности, а именно 5-го и выше, что подтверждает обоснованность решения по применению дорогостоящих подшипников высокого класса точности в насосах НВСп-4 и НВСп-12.

В перспективе для снижения цены насосов планируется переход от подшипников для парной установки к универсальным радиально-упорным шарикоподшипникам, которые значительно ниже по цене. Данные подшипники требуют использования регулируемых дистанционных колец между внутренними и внешними втулками подшипников. Опытные работы по такой замене уже ведутся и есть предварительный положительный результат.

Для насосов с двухсторонним подвижным спиральным элементом с симметричной двухопорной схемой расположения опорных подшипников приводного вала (насос НВСп-35) нет особых требований по точности подшипников, поэтому были использованы подшипники 6-го класса точности.

Еще один важнейший элемент НВСп – манжетные уплотнители, которые предотвращают попадание паров смазки из подшипниковых узлов в рабочий объем насоса и осуществляют герметизацию ввода вращения. Эти уплотнители должны выдерживать перепад в 1 атм и иметь минимальный габарит как в радиальном, так и осевом направлении, а также минимальное тепловыделение при работе на номинальной частоте. Отечественной промышленностью выпускаются армированные манжеты на перепад только в 0,5 атм, а при больших перепадах рекомендуется использовать дополнительное упорное металлическое профильное кольцо. Такая конструкция увеличивает габарит в осевом направлении. Поэтому пришлось обратиться к иностранным производителям, в частности к фирмам Simrit и Trelleborg. В результате подобраны удовлетворяющие требованиям армированные манжеты из фторкаучуковой резины, которые использованы при проектировании НВСп.

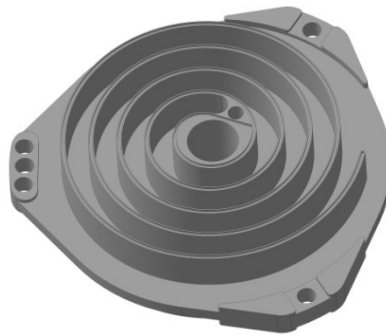
В завершение обсуждения основных вопросов следует остановиться на электродвигателях НВСп. Быстрота действия любого насоса прямо пропорциональна частоте вращения вала электродвигателя. Частота вращения зарубежных аналогов НВСп находится в диапазоне от 1440 до 1870 об/мин. В них используются серийные электродвигатели, как трехфазные, так и однофазные, есть варианты машин с частотным преобразователем. В некоторых насосах использованы специально разработанные для конкретного насоса электродвигатели.

Для обеспечения хороших удельных характеристик разрабатываемых насосов необходимо использовать электродвигатели с высокой синхронной частотой вращения. Отечественные электродвигатели, как правило, имеют достаточно низкую синхронную частоту

вращения, например АИР71В4 при асинхронной частоте вращения 1500 об/мин имеет синхронную (действительную) 1350 об/мин. Это соответствует потерям быстроты действия почти на 10 %. Поэтому при проектировании были заложены электродвигатели фирмы SEW Eurodrive с четвертым классом энергоэффективности и соответственно с меньшими пусковыми токами и меньшими потерями частоты вращения (синхронная частота составляет ~ 1500 об/мин). Единственным недостатком этих электродвигателей является их цена, которая в три раза выше, чем у отечественных электродвигателей.

Отметим, что в настоящее время по требованиям заказчиков были разработаны насосы с однофазными электродвигателями. Также ведутся работы по улучшению эргономики НВСП, а именно улучшению внешнего вида, доработке строповочных элементов, установке счетчиков моточасов и т.д.

Анализ номенклатуры выпускаемых зарубежных насосов показывает, что в типоразмерах насосов ведущих производителей присутствуют «большие» машины с быстротой действия 60 м<sup>3</sup>/ч. В частности, такие насосы предлагают фирмы «Anest Iwata» [4] – ISP1000, «Oerlikon Leybold» [5] – Scrollvac SC60D, Shenyang Geowell Applied Technology [6] – GWSP1000. Очевидно, что линейка отечественных насосов также должна содержать машину с быстротой действия около 60 м<sup>3</sup>/ч. Поэтому в настоящее время ведутся работы по проектированию насоса НВСП-60. В данном насосе будет реализована схема с двухсторонним подвижным спиральным элементом (рис. 6).



*Рис. 6. Подвижный спиральный элемент разрабатываемого НВСП-60.*

Таким образом, уже в текущем году линейка НВСП АО «Вакууммаш» может быть расширена.

#### Литература

1. Капустин, Е.Н. Этапы разработки типоразмерного ряда отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов / Е.Н. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вакуумная техника и технология. –2015. – Т. 25, № 2. - С. 176-180.
2. Ибрагимов Е.Р. Повышение эффективности спирального компрессора сухого сжатия / Е. Р. Ибрагимов - Дисс. канд. тех. наук, Казань, – 2009.
3. Физико-механические свойства фторопласта-4 [Электронный ресурс] / ЗАО "Фторопластовые технологии", 2016. – Режим доступа: <http://www.ftoroplast.com.ru/reference/svoistva>, свободный.
4. ISP Dry Scroll Vacuum Pump [Электронный ресурс] / Anest Iwata, 2016. – Режим доступа: <http://anestiwata.com/product-category/isp-dry-scroll-vacuum-pump/>, свободный.
5. SCROLLVAC Scroll Vacuum Pumps [Электронный ресурс] / Oerlikon Leybold Vacuum, 2016. – Режим доступа: [https://leyboldproducts.oerlikon.com/us/us/produktkatalog\\_03.aspx?cid=20\\_30\\_0](https://leyboldproducts.oerlikon.com/us/us/produktkatalog_03.aspx?cid=20_30_0), свободный.
6. GWSP Oilfree Scroll Vacuum Pump [Электронный ресурс] / Shenyang Geowell Applied Technology Co.,Ltd. China, 2014. – Режим доступа: <http://www.geowell.com.cn/en/product.asp?id=9>, свободный.

## Особенности расчета обратных перетеканий в щелевых каналах безмасляных спиральных вакуумных насосов

*А.В. Бурмистров, Р.Р. Якупов, А.А. Райков, С.И. Саликеев*  
*Казанский национальный исследовательский технологический университет,*  
*Россия, Республика Татарстан, 420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68*  
*E-mail: [burm@kstu.ru](mailto:burm@kstu.ru)*

*Представлены методики расчета обратных перетеканий через торцевые и радиальные каналы спиральных вакуумных насосов в молекулярном, вязкостном и переходном режимах. Показано, что проводимость торцевых каналов можно рассчитывать по известным формулам для длинной плоской прямоугольной щели. Для радиальных каналов в условиях вакуума необходимо учитывать подвижность стенки спирального элемента, поскольку за счет этого проводимость может изменяться в десятки раз. Рассмотрено влияние рода газа и геометрических размеров канала на перетекания.*

*Backward leakage in slot channels of oil free scroll vacuum pumps. A.V. Burmistrov, R.R. Yakupov, A.A. Raykov, S.I. Salikeev. Backward leakage calculation procedure through face and radial channels of scroll vacuum pumps in molecular, viscous and transient regimes is presented. It is shown that conductance of face channels may be calculated according to well known formulae for a long plane rectangular slot. The mobility of scroll element wall must be considered for radial channels in vacuum conditions because the conductance may vary in a wide range due to this fact. The influence of gas type and channel geometrical dimensions on backward leakage is considered.*

Важнейшим направлением развития вакуумной техники является создание новых и совершенствование существующих безмасляных машин. Это касается как повышения производительности и расширения диапазона рабочих давлений, так и снижения стоимости насосов и повышения ресурса работы. При этом одной из наиболее популярных разновидностей безмасляных машин являются насосы вакуумные спиральные, которые находят все более широкое применение в секторе насосов малой и средней производительности.

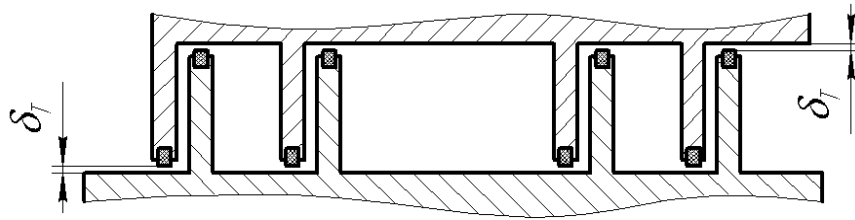
Насос вакуумный спиральный (НВСп) относится к бесконтактным машинам и важнейшим направлением повышения его откачных параметров является снижение обратных перетеканий через щелевые каналы. Как известно, при орбитальном движении подвижного спирального элемента относительно неподвижного, между ними возникает два вида щелевых каналов: радиальный – между боковыми поверхностями перьев спиралей и торцевой – между торцом пера одной спирали и торцевым диском ответного спирального элемента.

Рассмотреть влияние величин зазоров на характеристики НВСп фактически можно только на математической модели спиральной машины, поскольку в ходе проведения натурных экспериментов почти невозможно точно определить величины зазоров, как из-за погрешностей изготовления и сборки, так и переменных тепловых и силовых деформаций спиральных элементов.

Разработка математической модели НВСп предполагает наличие уравнений для расчета проводимости торцевого и радиального каналов. Причем, поскольку рабочий диапазон давлений НВСп лежит в пределах  $1-10^5$  Па, то режим течения газа в каналах изменяется от молекулярного через переходный до вязкостного, и соответственно уравнения для расчета проводимости должны охватывать все эти режимы.

По данным теоретических и экспериментальных исследований [1, 2], торцевой канал влияет на коэффициент подачи спирального компрессора во много раз сильнее, чем радиальный. Поэтому первоочередная задача в НВСп - снижение перетеканий через торцевой канал, что достигается за счет размещения на торце пера спирали уплотнителя, изготовленного из графитонаполненного фторопласта, который упирается в торцевой диск ответного спирального элемента и скользит по нему. Однако даже в этом случае торцевой зазор все-таки существует, хотя его величина очень мала.

Таким образом, торцевой канал НВСп (рис.1) образуется между торцевым уплотнителем и торцевым диском.



*Рис.1. Торцевые каналы НВСп.*

Длина торцевого канала в направлении перетекания равна ширине торцевого уплотнителя, а его проводимость в молекулярном режиме определяется по формуле для длинной плоской прямоугольной щели [3]

$$U = \frac{c}{4} \delta_T^2 \frac{L_T}{l_T} \ln \frac{l_T}{l}, \quad (1)$$

где  $\delta_T$  – величина торцевого зазора;  $l_T$  – длина торцевого канала в направлении перетекания,  $L_T$  – ширина канала – длина сегмента спирали по фронту перетекания между полостями.

Данная формула может быть использована, если ширина и длина канала (ширина торцевого уплотнителя) намного больше, чем зазор между торцевым диском одной спирали и торцом пера спирали. В спиральных машинах данные условия выполняются.

Для расчета проводимости торцевой щели в вязкостном режиме можно рекомендовать формулу [4, 5]

$$U = \frac{\delta_T^3 L_T P_1 (1 + \tau)}{12l\eta \left( 1 + \sqrt{1 + \frac{\alpha(1 - \tau^2) P_1^2 \delta_T^4}{6l_T^2 R_T T_1 \eta^2}} \right)}, \quad (2)$$

где  $\alpha = c_0 + c_1 \ln(\tau + 0,03) + c_2 \ln^2(\tau + 0,03)$ ,  $c_0 = 0,0687 - 0,00581 \ln(1/\xi) - 0,001 \ln^2(1/\xi)$ ,

$c_1 = -0,264 - 0,0677 \ln(1/\xi) - 0,00452 \ln^2(1/\xi)$ ,

$c_2 = -0,0711 - 0,0163 \ln(1/\xi) - 0,000142 \ln^2(1/\xi)$ ,

$\xi = \frac{\delta_T^2 P_1}{l_T \eta \sqrt{R_T T_1}}$ ,  $\tau$  – отношение давлений в полостях между выходом из канала и входом в канал,

$P_1$ ,  $T_1$  – давление и температура газа на входе в канал соответственно,  $\eta$  – вязкость газа,  $R_T$  – газовая постоянная.

Радиальный канал НВСп – канал переменного сечения, имеющий в некотором сечении (в точке *A*) минимальный зазор (рис.2). Для такого канала проводимость определяется участком в окрестности этого минимального зазора, а расширяющаяся часть канала практически не влияет на его проводимость. Таким образом, для расчета проводимости такого канала в случае неподвижных стенок достаточно определить кривизну стенок в месте минимального зазора, и использовать формулы для расчета проводимости канала, образованного двумя окружностями, которые получены в работах, [4, 5] для всех трех режимов течения.

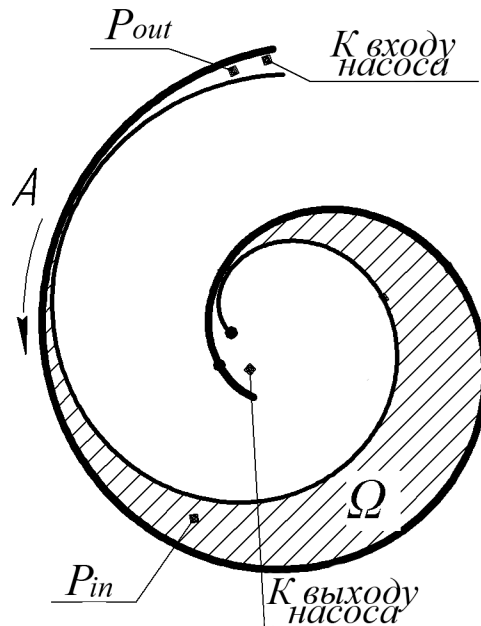


Рис.2. Схема для расчета перетеканий через радиальный канал.

Спецификой радиальных каналов НВСП является то, что одна стенка канала, образованная пером подвижного спирального элемента, движется. Причем исследования бесконтактных машин [6-8] показали, что движение роторов оказывает решающее значение на величины перетеканий газа.

В НВСП при орбитальном движении подвижного спирального элемента образуется отсеченная полость  $\Omega$ , которая перемещается от периферии спирали к центру (от входа насоса к выходу). Такое же движение совершает точка «контакта»  $A$  со скоростью  $2\pi Rn$ , где  $R$  – радиус кривизны спирали в точке контакта,  $n$  – частота вращения приводного вала.

Поэтому при расчетах течения газа в канале спирального насоса необходимо все параметры рассматривать в привязке к системе координат, которая будет перемещаться с точкой  $A$ . В этой системе координат скорость стенок будет равна скорости движения точки  $A$ . Причем она направлена с выхода к входу в насос, что увеличивает обратные перетекания. Отметим также, что для больших насосов скорость перемещения может достигать 30 м/с.

Для того, чтобы проиллюстрировать степень влияния подвижности стенки на величину перетеканий были проведены расчеты течения газа в канале с подвижными стенками в пакете Ansys Fluent [9] при различных входных и выходных давлениях, величинах зазора, скорости движения стенок, температурах. Расчеты проводились для различных газов. Полученные данные были проанализированы и разработана методика расчета проводимости каналов с учетом перемещения стенки спирали [8].

Рассмотрим влияние основных факторов на массовые расходы газа через радиальный канал с подвижной стенкой.

На рис. 3 показано влияние перемещения стенки при различных давлениях на входе в канал при условии, что давление на выходе из канала постоянно и равно 100Па. Здесь  $G(V) / G(V=0)$  - отношение массового расхода через канал с движущейся стенкой к массовому расходу через канал с неподвижной стенкой. Расчеты проведены для канала, имеющего следующие размеры: радиусы кривизны стенок канала 64 и 60 мм, зазор 0,1 мм, газ – воздух при температуре 300 К.

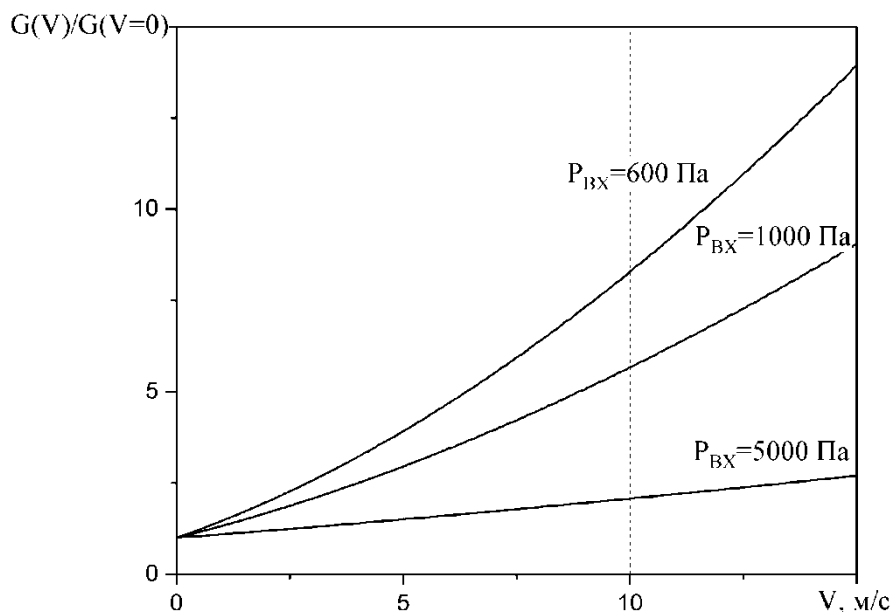


Рис. 3. Влияние подвижности стенок на массовый расход газа через канал при различных входных давлениях.

Откуда следует, что влияние подвижности стенок усиливается при понижении давления, а при давлениях на входе, меньших 1000 Па, расход газа через канал за счет подвижности стенки может вырасти в десятки раз. Это связано с тем, что при понижении давления составляющая массового расхода, обусловленная течением газа под действием перепада давления, сокращается по отношению к составляющей, обусловленной движением стенок.

Влияние величины зазора на безразмерный расход газа можно видеть на рис.4. В данном случае давления на входе в канал и выходе составляли 5000 и 4900 Па соответственно. С уменьшением зазора подвижность стенки сказывается на увеличении расхода сильнее, поскольку увеличивается приведенная длина канала и, как следствие, растет продолжительность взаимодействия газа с подвижной стенкой. Аналогичное влияние оказывает увеличение радиусов кривизны стенок канала.

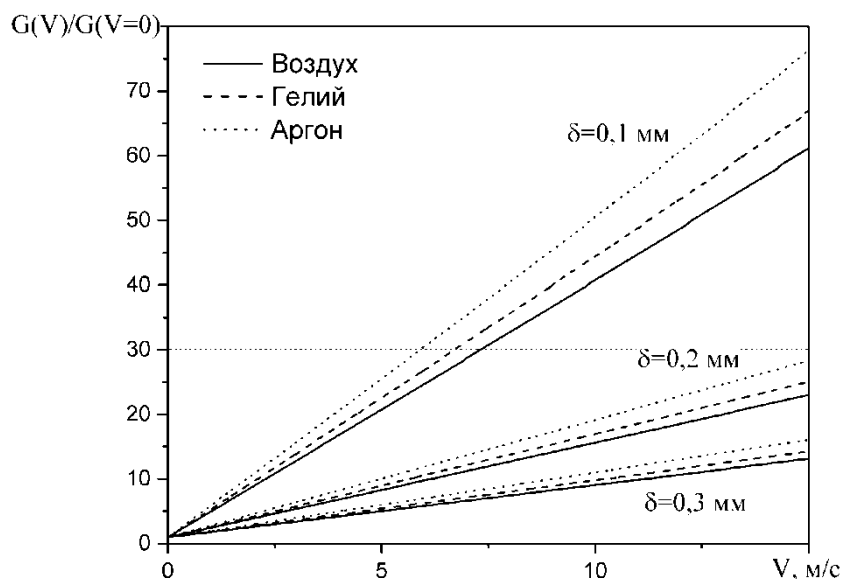


Рис. 4. Влияние подвижности стенок на массовый расход газа через канал при различных зазорах.

Кривые на рис. 4 также построены для различных газов, откуда следует, что для газов с большей динамической вязкостью тяжелых газов влияние подвижности стенки на массовый расход сказывается сильнее.

Проведенное исследование наглядно показывает, что в математической модели спиральной машины, работающей в условиях вакуума, обязательно следует учитывать влияние подвижности стенки спирального элемента на перетекания через радиальный канал. Проводимость торцевой щели может быть найдена по формулам для длинной плоской прямоугольной щели.

#### Литература

1. Ибрагимов Е.Р. Повышение эффективности спирального компрессора сухого сжатия / Е. Р. Ибрагимов - Дисс. канд. тех. наук, Казань, – 2009.
2. Паранин Ю.А. Совершенствование метода расчета рабочего процесса спирального компрессора сухого сжатия / Ю. А. Паранин - Дисс. канд. тех. наук, Казань, – 2011.
3. Вакуумная техника: Справочник / К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
4. Саликеев, С. И. Исследование протечек газа через щелевые каналы в вязкостном режиме / С. И. Саликеев, А. В. Бурмистров, М. Д. Бронштейн // Компрессорная техника и пневматика. – 2005. - № 7. - С. 19-23.
5. Прямые и обратные потоки в бесконтактных вакуумных насосах: монография / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, М.Д. Бронштейн. – Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009. -232 с.
6. Райков А.А., Бронштейн М.Д., Бурмистров А.В., Саликеев С.И. Влияние скорости орбитального движения спирали на перетекания в спиральном вакуумном насосе//Вестник МГТУ. 2014. № 4 (97). С. 73-82.
7. Бурмистров А.В, Караблинов Д.Г., Бронштейн М.Д. Моделирование течения газа в межроторном канале ДВН с учетом вращения роторов//Материалы XI научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ. 2004. С. 69-72.
8. Бурмистров А.В., Бронштейн М.Д., Гимальтынов А.Т., Райков А.А., Саликеев С.И. Численное моделирование потоков газа в щелевых каналах с движущимися стенками при давлениях ниже атмосферного //Вестник Казанского технологического университета. 2016. Т.19. № 5. С. 116-120.
9. Ansys, Inc. license file for Kazan National Research Technology University c/n 657938.

## Управление реакционным объемом в установках, предназначенных для плазменной обработки порошков в условиях низкого вакуума

*Т.М. Васильева, Йе Хлайнг Тун, М.Н. Васильев*  
г. Долгопрудный, Московская обл., Московский физико-технический институт,  
Институтский пер., д. 9  
E-mail: [tmvasilieva@gmail.com](mailto:tmvasilieva@gmail.com)

*Исследована возможность управления поведением частиц плазменно-пылевых структур, левитирующих в газовом ВЧ-разряде (13,6 МГц), посредством воздействия на них непрерывных и импульсно-периодических электронных пучков. Выявлены закономерности воздействия таких пучков на расположение плазменно-пылевой структуры в объеме разряда, пространственное распределение пылевых частиц в различных зонах структуры и характер движения пылевых частиц внутри структуры. Разработана теоретическая модель управляющего воздействия электронных пучков на свойства плазменно-пылевых структур.*

*The control of the reaction volume in reactors for plasma treatment of powders under low vacuum conditions. T.M. Vasilieva, Ye Hlaing Tun, M.N. Vasiliev. The control of particles behavior in plasma-dust structures levitating in the RF-discharge (13.6 MHz) by means of continuous and pulsed electron beams was studied. The beams impact at the location of the plasma-dust structures in the discharge volume, the spatial distribution and the movement of dust particles over the structure was revealed. A theoretical model of the control was developed.*

Возможность осуществлять плазменную модификацию порошков различных материалов, которые находятся в реакционном объеме в виде устойчивых плазменно-пылевых структур, в частности – в виде плазменно-пылевых кристаллов, уже достаточно давно привлекает внимание исследователей. Интерес в частности обусловлен тем, что такой способ оказался перспективным для получения наноматериалов, синтеза гибридных материалов с уникальной функциональностью, агрегирования новых биоактивных комплексов и т.п. [1].

Узким местом с точки зрения практического применения плазмохимических реакторов рассматриваемого типа являются трудности, связанные с управлением реакционным объемом: основные характеристики (размеры плазменно-пылевых структур, их локализация в пространстве, взаимное расположение пылевых частиц в структуре и их распределение по слоям в пространственных структурах) полностью определяются параметрами плазменной ловушки, в которой левитируют частицы порошка, и, в определенной мере – размерами и материалом частиц.

Настоящая работа была выполнена для того, чтобы экспериментально доказать возможность управления поведением частиц плазменно-пылевых структур посредством воздействия на них электронного пучка (ЭП). На основе накопленных экспериментальных данных была построена теоретическая модель управляющего воздействия электронных пучков различной геометрии на свойства плазменно-пылевых структур, левитирующих в газоразрядной плазме (плазменной ловушке). В ходе выполнения работы изучались также релаксационные процессы в плазменно-пылевой среде при динамическом воздействии на нее сканирующего непрерывного или импульсно-периодического электронного пучка.

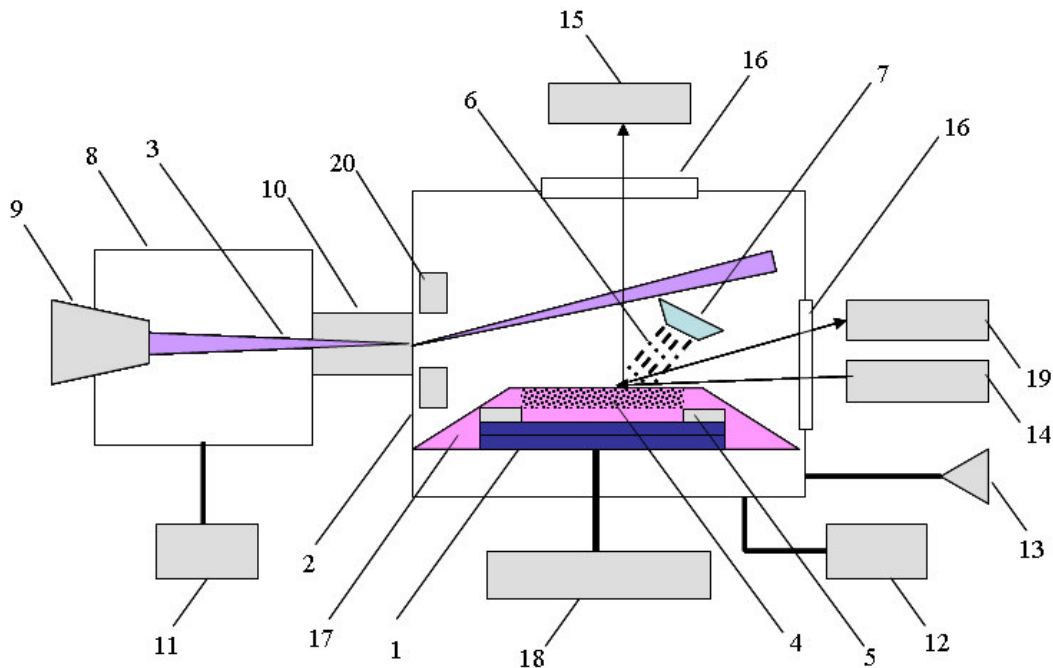
### **Экспериментальная установка и методика экспериментов**

Эффект воздействия ЭП на пылевую структуру в первую очередь зависит от энергии электронов: действие низкоэнергетичного пучка (менее 1 кэВ) носит локальный характер и сопровождается плавлением отдельных областей плазменно-пылевого кристалла, в то время как действие пучка электронов с более высокой (десятки кэВ) энергией приводит к динамическому сдвигу и разрушению плазменно-пылевой структуры [2]. Таким образом, с помощью ЭП можно управлять пылевой структурой, сдвигать ее или разрушать. Подбором режимов генерации пучка и способов формирования плазменной ловушки можно создать управляемый реакционный объем. Исследования выполнялись с плазменно-пылевыми



структурами частиц оксидов ( $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ), металлов (Al), углерода и ацетилсалициловой кислоты, формирующимися в высокочастотном газовом разряде в воздухе при давлении  $P_m = 0,1 - 1$  Торр. Размер частиц варьировался в диапазоне 5-20 мкм.

Формирование реакционного объема в виде левитирующей в ВЧ-разряде плазменно-пылевой структуры с возможностью инжекции в реакционный объем высокоэнергетичного ЭП показано на рис. 1. Разряд зажигался между горизонтально расположенным плоским сетчатым электродом 1 и стенкой разрядной камеры 2. Пылевые частицы 6 отдельными порциями вводились в зону газового разряда с помощью вибратора 7, а плазменно-пылевая структура 4 формировалась над электродом 1. Для создания радиального профиля электрического поля, удерживающего частицы в плазме, по периметру электрода 1 накладывалось металлическое кольцо 5. Моноэнергетический ( $E_b = 25$  кэВ) электронный пучок 3 с углом расхождения 0,6 - 1,5 градусов инжектировался над поверхностью плазменно-пылевой структуры таким образом, чтобы он не пересекал видимую область свечения ВЧ-разряда.



*Рис. 1. Схема экспериментальной установки:*

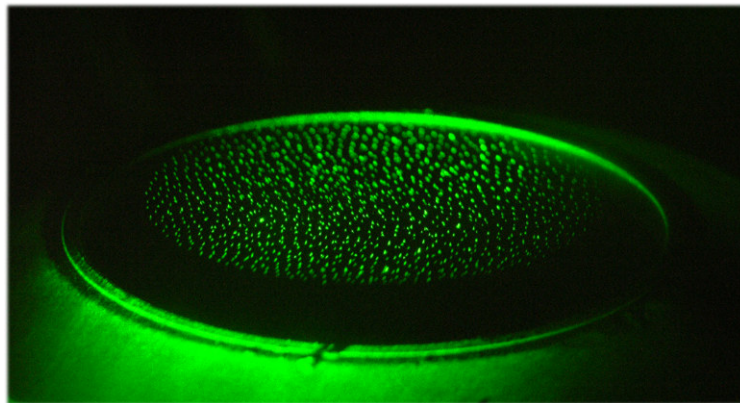
*1 – электрод; 2 – разрядная камера; 3 – электронный пучок; 4 – плазменно-пылевая структура; 5 – металлическое кольцо; 6 – пылевые частицы; 7 – вибратор; 8 – высоковакуумная камера; 9 – электронно-лучевая пушка; 10 – выводное устройство; 11, 12 – независимые системы вакуумирования; 13 – натекатель; 14 – полупроводниковый лазер; 15, 19 – видеокамеры; 16 – оптическое окно; 17 – зона ВЧ-разряда; 18 – ВЧ-генератор; 20 – отклоняющая система.*

Системы формирования тонкого цилиндрического ЭП и конструкции выводных окон, использовавшихся для его проводки из высоковакуумного объема в реакционную камеру, описаны нами в [3]. После ввода в реакционную камеру ЭП может отклоняться по двум направлениям (параллельно и перпендикулярно плоскости плазменно-пылевой структуры) с помощью электромагнитной отклоняющей системы 20. Эта же система обеспечивает развертку ЭП по заданному закону.

Плазменно-пылевая структура визуализировалась подсветкой лазерными «ножами» 14 с каустикой 150 мкм в продольном и поперечном сечении структуры. Видеозапись процессов, происходящих в плазменно-пылевой структуре, осуществлялась черно-белыми и цветной ПЗС-камерами 15 через радиационно-защитные окна в стенках рабочей камеры установки. Производились также регистрация спектра оптического излучения ЭПП в видимой области, измерения распределения электрического потенциала плазмы вблизи ЭП и радиальное распределение тока инжектированного пучка, прошедшего через пылевое облако.

***Динамика плазменно-пылевой структуры под воздействием непрерывного ЭП: экспериментально наблюдаемые факты***

Плазменно-пылевая структура, состоящая из нескольких слоев заряженных частиц, формируется над электродом в слое объемного заряда (Рис. 2). Концентрация электронов в слое  $n_e \sim 10^8 \text{ см}^{-3}$ , характерная плотность электронов в пучке  $n_b = 10^8\text{-}10^9 \text{ см}^{-3}$ . Реакция пылевого образования на электронный пучок, зависела от тока пучка и расстояния  $d$  от электронного пучка до плазменно-пылевой структуры. При  $d > 50$  мм структура слабо реагирует на включение пучка при токе пучка менее 5 мА. По мере приближения пучка при токе пучка  $I_b \approx 1$  мА плазменно-пылевая структура приходит в движение, при этом в поперечном сечении наблюдается притяжение структуры к пучку. В горизонтальной плоскости наблюдается, что частицы группируются под пучком, а при движении пучка они сдвигаются за пучком. После выключения тока пучка частицы возвращаются в исходное состояние. Пылевые частицы в горизонтальной плоскости достаточно легко приходят в движение, так как радиальные силы, удерживающие их в слое, существенно меньше, чем сила, удерживающая их в равновесии в вертикальном направлении. При быстром смещении пучка проявляется инерционность в движении облака заряженных микрочастиц. Таким образом, наблюдается дальнедействующее управление электронным пучком плазменно-пылевого кристалла, несмотря на то, что пространственный заряд пучка при этих давлениях полностью скомпенсирован плазмой, нарабатываемой самим пучком. Притяжение частиц к пучку сменяется отталкиванием, при дальнейшем уменьшении расстояния от пучка до пылевой структуры. Когда пучок находится над структурой, то пылевое облако деформируется и смещается вниз, прижимаясь к ВЧ-электроду. При этом пылевые частицы выталкиваются в радиальном направлении от пучка. Зона воздействия существенно больше, чем видимый диаметр пучка.



*Рис. 2. Фотография плазменно-пылевой структуры, сформированная над ВЧ-электродом в слое объемного заряда.*

При прохождении пучка сквозь пылевое образование наблюдается увлечение отдельных частиц структуры вдоль пучка с последующим их ускорением, что хорошо видно по трекам светящихся частиц оксидных порошков. Фотографирование треков производилось в режиме ручной экспозиции ПЗС-камеры, что позволяло точно измерять скорость и ускорение отдельной частицы. Обработка изображений дала оценочное значение ускорения частицы по длине трека  $2\text{-}4 \text{ м/с}^2$ .

В рассматриваемом случае продольная сила, действующая на частицу со стороны ЭП, превосходит радиальную силу, удерживающую частицу в слое объемного заряда, поэтому частица увлекается вдоль пучка. После того, как частица приобретает дополнительный заряд и уходит из зоны ВЧ-разряда, происходит ее отталкивание от пучка. Была сделана оценка силы действия электронов пучка на частицу в предположении, что попавшие на поверхность частицы электроны полностью ею поглощаются. Это означает, что бомбардирующие частицу электроны непосредственно передают ей свой импульс и вызывают ускорение частицы. Величина силы, оцененной из закона сохранения импульса, достаточно близка к оценке, полученной на основании видеосъемки.

***Модель дальнего воздействия электронного пучка на плазменно-пылевую структуру***

Рассмотрим однородный слаботочный цилиндрический ЭП, распространяющийся в воздухе умеренного давления (0,1-1 Торр), и найдем радиальное распределение вторичных электронов плазмы, вблизи пучка. Поскольку в рассматриваемых условиях неустойчивости, связанные с раскачкой ленгмюровских колебаний, не развиваются. ЭП теряет свою энергию, в основном, в неупругих парных столкновениях и создает вокруг себя область ионизации, степень которой существенно выше, чем степень ионизации в ВЧ-разряде. Энергии основной части вторичных электронов распределены в области энергий, меньших потенциала резонансного возбуждения молекул  $N_2$ , равного  $\varepsilon^* = 6,6$  эВ. Более быстрые электроны каскада за счет процессов ионизации и возбуждения за короткое ( $\tau_{ны} \sim 10^{-7}$  с) время уменьшают свою энергию до значений  $\varepsilon^*$ . За это время они продиффундируют на расстояние  $(D_e \tau_{ны})^{1/2}$ , сравнимое с диаметром самого пучка, где  $D_e$  - коэффициент диффузии электронов. Таким образом, характерная энергия электронов плазмы, нарабатываемых пучком,  $\varepsilon \leq \varepsilon^*$ . Энергетический спектр этих электронов не зависит от энергии электронов пучка, и можно считать, что они равномерно распределены по энергиям в интервале  $[0-\varepsilon^*]$ . Уход этих электронов из области пучка в радиальном направлении приводит к поляризации плазмы и возникновению амбиполярного электрического поля  $E(r)$ . Поле  $E$  определяется условием равенства радиального электронного потока из области пучка ионному потоку, то есть электрическая сила, действующая на электроны, должна почти полностью скомпенсировать градиент электронного давления ( $T_e n_e$ ), где  $T_e$  температура или средняя энергия плазменных электронов. Отсюда следует, что амбиполярное поле  $eE(r) = -\nabla(T_e n_e)/n_e$ .

Амбиполярное электрическое поле притягивает пылевые частицы на значительном расстоянии. Существование радиального электрического поля на расстояниях, значительно превышающих диаметр электронного пучка, подтверждается измеренными значениями электрического потенциала, который отрицателен во всей области. При приближении пучка к плазменно-пылевому облаку на расстояние  $d \sim 1$  см амбиполярный поток ионов за счет силы ионного трения выталкивает заряженные пылевые частицы в радиальном направлении из зоны действия пучка.

Вне пучка, ионизацией можно пренебречь, при этом потоки электронов и положительных ионов, созданных пучком, будут убывать с расстоянием в радиальном направлении за счет рекомбинации. Ионизация газа, производимая электронами пучка и быстрыми вторичными электронами, сосредоточена в узкой области порядка диаметра пучка  $2r_b$ , а область рекомбинации при давлениях  $P_m \sim 0,1-1$  Торр, как показывают оценки, может достигать нескольких сантиметров. В связи с этим рассматриваемая задача является сильно неоднородной. Радиальная структура плазмы вокруг ЭП определяется в основном процессами переноса заряженных частиц плазмы в амбиполярном поле и их зарядовой кинетикой.

Решение системы уравнений, которая описывает баланс сил, действующих на частицы плазменно-пылевой структуры, при некоторых упрощающих предположениях позволяет получить количественные оценки величины этих сил и сделать ряд важных выводов относительно физики наблюдаемых явлений. В частности, показано, что дальнее воздействие ЭП на динамику плазменно-пылевой структуры обусловлено действием сил ионного увлечения, возникающих в рассматриваемых пучково-плазменных системах.

Эта модель качественно правильно описывает экспериментальные данные. На малых расстояниях от пучка  $r \leq R_0$ , где  $R_0$  - длина прилипания электронов в пучковой плазме воздуха, сила ионного увлечения отталкивает частицы пыли. На больших расстояниях сила притяжения электрического амбиполярного поля становится больше, чем сила воздействия потока ионов, что вызывает притяжение пылевых частиц к пучку.

***Воздействие импульсно-периодического пучка.***

Согласно предложенной модели воздействие модулированного ЭП на пылевую структуру определяется модуляцией амбиполярного электрического поля, возникающего в плазме около пучка. Модуляция пучка может осуществляться либо за счет пространственного перемещения пучка, либо за счет модуляции тока. В экспериментах использовался импульсно-периодический пучок с частотой следования импульсов 2-200 Гц. Время нарастания тока пучка

от нуля до максимального значения  $\approx 50$  мкс, спада  $\approx 300$  мкс. Обнаружено, что воздействие такого пучка может приводить к раскачке низкочастотных резонансных колебаний в структуре.

Модуляция ЭП, находящегося над структурой на расстоянии 15-20 мм, приводит к колебаниям частиц. Колебания наиболее интенсивны при низкочастотной модуляции пучка 5-20 Гц. При токе пучка ( $I_b = 1$  мА) амплитуда колебаний достигает 1,5-2 мм, но частицы не покидают слой объемного заряда. Повышение частоты модуляции пучка приводит к тому, что колебательное движение частиц ускоряется, амплитуда колебаний падает, а сами колебания перестают быть различимыми. При этом движение пылевых частиц в структуре стабилизируется и упорядочивается в горизонтальном сечении. Без модуляции пучка частицы плазменно-пылевой структуры хаотически двигаются около положения равновесия, при наличии модуляции частицы жестко привязаны к своему местоположению.

При изменении условий импульсно-периодического воздействия ЭП поведение структуры может стать хаотичным: увеличение тока пучка выше 1 мА или приближение пучка к структуре вызывает разрушение структуры на резонансной частоте. Количество частиц, оставшееся после воздействия пучка, много меньше количества частиц в исходном состоянии.

### **Выводы**

1. Проведены эксперименты по дальнедействующему воздействию непрерывных и импульсно-периодических электронных пучков на плазменно-пылевые структуры, левитирующие в газовом ВЧ-разряде (13,6 МГц). Выявлены общие закономерности воздействия таких пучков на:

- расположение плазменно-пылевой структуры в объеме разряда,
- пространственное распределение пылевых частиц в различных зонах структуры,
- характер движения пылевых частиц внутри структуры.

2. Разработана теоретическая модель, связывающая величины сил, действующих на пылевую частицу (в первую очередь – силы ионного увлечения), со свойствами плазмы, образующейся вблизи пучка.

3. Количественные оценки, проведенные с использованием предложенной модели, показывают, что в условиях проводившихся экспериментов модель адекватно описывает динамику плазменно-пылевых структур и отдельных частиц, образующих эти структуры.

Работа поддержана грантом РФФИ 15-08-05724\_a.

### Литература

1. О.Ф. Петров, М.Н. Васильев Плазменно-пылевые наноструктуры: генерация, диагностика, биомедицинские приложения // RUSNANOTECH, Международный форум по нанотехнологиям, 3-5 декабря 2008 г., Москва, Сб. тезисов докладов научно-технологических секций, 2, 477-478.
2. V.E. Fortov, O.S. Vaulina, O.F. Petrov, M.N. Vasiliev, A.V. Gavrikov, I.A. Shahova, N.A. Vorona, Yu. V. Khrustalev, A.A. Manohin, A.V. Chernyshev Experimental study of the heat transport processes in dusty plasma fluid // Phys. Rev., 2007, E 75(1), 026403.
3. T. Vasilieva Self-organization of regular dusty structures in plasma traps // Int. J. Nanotechnology, 2014, 11(5/6/7/8), 669-675.

## Технология металлизации CVD алмаза перед пайкой с металлической арматурой гиротрона

*К.С. Косарева, Р.А. Каракулов, Ю.В. Панфилов*  
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская д.5  
E-mail: [kira-kosareva@yandex.ru](mailto:kira-kosareva@yandex.ru)

*В статье описана разработка тонкопленочной структуры для металлизации CVD-алмаза перед пайкой с медными манжетами, обеспечивающей требуемую термоциклическую надежность спая. Рассмотрены возможные методы металлизации и предложена оптимальная технология нанесения. Представлен план оптимизации толщин слоев покрытия и выполнены эксперименты по металлизации образцов.*

*The technology of metallization of CVD diamond before soldering with metal reinforcement of gyrotron. K.S. Kosareva, R.A. Karakulov, Y.V. Panfilov. The article describes the development of thin film structure for metallization of CVD diamond before soldering with copper cuffs that ensures the desired thermal cycling reliability of the junction. The possible methods of plating and the optimum application technique are presented. The plan for optimization of the thickness of coating layers has been considered in this article, and experiments on the metallization of samples are performed.*

### Введение

Современные мощные гиротроны – генераторы СВЧ энергии – входят в состав установок управляемого термоядерного синтеза для возбуждения и накачки плазмы. Они способны генерировать СВЧ излучение мощностью 1-2 МВт с КПД на уровне 50% в диапазоне частот 110-170 ГГц с длительностью импульсов до тысячи секунд [1]. Производство этих приборов возможно при использовании в качестве выводных СВЧ окон дисков из искусственного поликристаллического CVD алмаза (рис. 1).

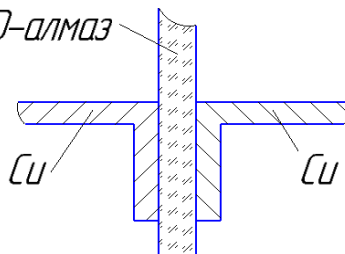


Рис. 1. Схематическое изображение сая алмазного CVD диска, медных манжет.

Однако существует проблема получения термоциклически надежного паяного соединения. Адгезионная и когезионная прочности покрытий должны обеспечивать получение вакуумно-плотных паяных соединений алмаза с металлическими манжетами с высокой термоциклической надёжностью в режиме 20 – 600 - 20 °С при давлении 10<sup>-5</sup> Па (количество выдерживаемых термоциклов не менее 20).

Цель данной работы - разработка и оптимизация тонкопленочной структуры для металлизации CVD алмаза перед пайкой с медными манжетами, обеспечивающей требуемую термоциклическую надёжность спая.

### Разработка металлизационной структуры

В данной работе начато решение частной задачи соединения алмазного диска узла вывода энергии гиротрона с металлической арматурой путём предварительной двухсторонней металлизации алмазного диска трёхслойной тонкопленочной структурой Ti-Cu-Ni кольцевой конфигурации ( $\Phi_{\text{вн}} = 86$  мм,  $\Phi_{\text{нар}} = 96$  мм) (рис. 2).

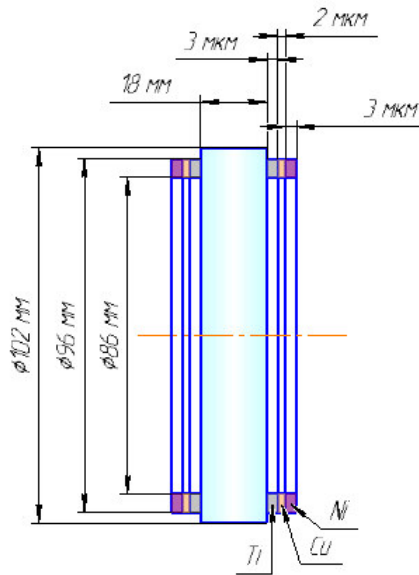


Рис. 2. Область металлизации алмазного диска.

Известно, что наилучшими адгезионными показателями обладает титан (Ti) – это первый слой металлизации. Так как манжеты под пайку медные, то целесообразно использовать припой с близким к меди коэффициентом термического расширения ПСР – 72. Температура пайки данным припоем составляет 860 °С. Наиболее прочные и герметичные соединения при данных температурах образуются между никелем и медно-серебряной эвтектикой (ПСР - 72), т. е. никель (Ni) – заключительный слой металлизации. Для образования монолитной структуры без резких границ целесообразно применить в качестве второго слоя медь (Cu), так как при температуре порядка 860 °С образуется эвтектическое соединение Ti-Cu, а на границе медь-никель твёрдый раствор CuNi. Таким образом, трёхслойная структура металлизации имеет вид Ti-Cu-Ni, считая от поверхности диэлектрика.

Температура эвтектического взаимодействия титана с углеродом приблизительно равна 920 град (при процентном количестве углерода от 2% до 35%). В то же время температура образования эвтектики Ti-Cu (при содержании титана от 8% до 98%) изменяется от 800 град. до 1000 град. Поэтому при выборе режима термообработки важно учитывать, чтобы титан взаимодействовал и с углеродом, и с медью. Таким образом, назначенная температура отжига должна быть 850 град. при выдержке 30 мин. В качестве среды используется аргон с целью избегания окисления титана. При термообработке на границе между медью и никелем протекают активные диффузионные процессы. Таким образом, была спроектирована трехслойная металлизационная структура Ti-Cu-Ni с указанными выше режимами термообработки.

### Технология нанесения покрытия

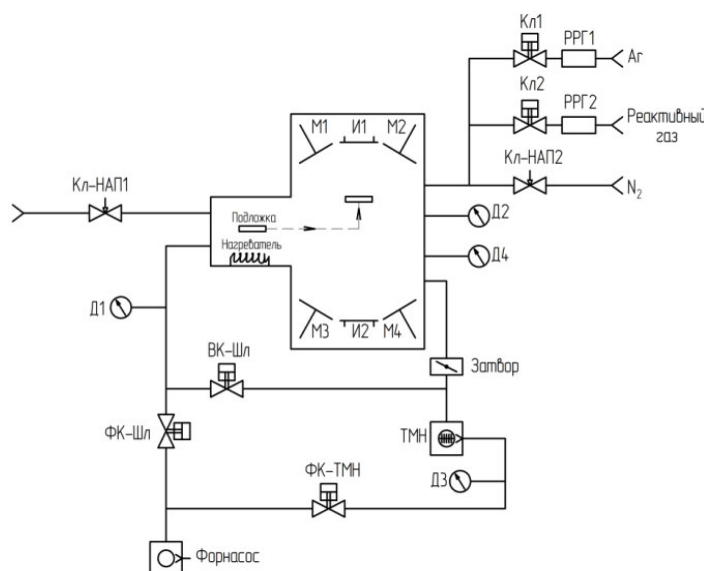
Для решения задачи металлизации алмаза тонкоплёночной структурой Ti-Cu-Ni требуется проанализировать наиболее распространённые методы нанесения таких покрытий, провести их сравнение. После этого необходимо определиться с типом оборудования, на котором возможно реализовать требуемый техпроцесс. В качестве возможных методов нанесения были рассмотрены метод магнетронного осаждения, вакуумно-дугового осаждения и термического испарения. Последний метод подходит для нанесения слоев Cu и Ni, однако невозможен для нанесения Ti. Преимуществом дугового метода является высокая скорость осаждения, однако плёнка при этом получается менее чистая и однородная, что исключается при магнетронном методе. Несмотря на его более низкую скорость, именно этот метод был выбран для проведения операции металлизации, так как качество плёнки является решающим фактором.



Для исключения образования оксида титана на границе слоёв Ti-Cu решено использовать установку с двумя магнетронами и источником ионов. Такое оборудование имеется в НИИТМ г. Зеленоград, а именно, установка «МВУ ТМ Магна Ш-01», фото и вакуумная схема которой представлены на рис. 3, 4.



*Рис. 3. Фото установки «МВУ ТМ Магна Ш-01».*



*Рис. 4. Вакуумная схема установки «МВУ ТМ Магна Ш-01».*

Для нанесения покрытия используются только технологические источники М1, И1, М2. В первую очередь проводится ионная очистка диска (таблица 1), далее последовательно осаждаются слои титана и меди (таблица 1). После разгерметизации камеры мишень одного из магнетронов заменяется на никелевую, и реализуется техпроцесс нанесения заключительного слоя металлизации (таблица 2) с предварительной ионной очисткой медного слоя.

Таблица 1 – Параметры ионной очистки

Показания РРГ (Ar), л/час	0,6
Рабочее давление, Па	$2,7 \cdot 10^{-1}$
Сила тока, мА	60
Напряжение, кВ	1,5

Таблица 2 – Параметры нанесения титана, меди, никеля

Параметр	Материал		
	Титан	Медь	Никель
Показания РРГ (Аг), л/час	1,0	1,0	1,0
Рабочее давление, Па	0,59	0,57	0,58
Мощность, кВт	1,5	1,0	1,0
Напряжение, В	308	370	435

### Оптимизация тонкопленочной структуры

На данном этапе работы эксперименты проводятся для выбранных толщин 3, 2, 3 мкм для материалов Ti, Cu, Ni соответственно. Однако предложена модель оптимизации толщин каждого из покрытий методом ПФЭ по критерию максимальной адгезии, так как данный параметр является одним из наиболее значимых. Предполагается, что модель имеет вид полинома первого порядка, поэтому необходимое количество экспериментов  $N = u^k = 2^3 = 8$ , где  $u = 2$  - число уровней каждого фактора (должно быть на 1 больше порядка полинома),  $k = 3$  - число исследуемых факторов.

Была разработана и сконструирована оснастка для проведения данного ряда экспериментов по металлизации и последующих измерений адгезионной прочности.

В качестве диапазона варьирования толщин были выбраны значения 200 нм - 1000 нм каждого слоя на основании существующих разработок по данной тематике [2], при этом, если тенденция увеличения адгезии будет приближаться к границе одного из диапазонов, то эта граница будет сдвинута в соответствующую сторону, а ПФЭ проведён заново.

Измерение адгезионной прочности планируется проводить методом «отрыва» с помощью прибора «Elcometer 106». Данный метод основан на измерении минимального разрывного напряжения, необходимого для отделения или разрыва покрытия в направлении, перпендикулярном поверхности с нанесенным материалом. Испытания проводят на трех образцах для каждого покрытия во избежание погрешностей измерения и случайных погрешностей [3].

### Выводы и заключение

В рамках данной работы была поставлена проблема получения термоциклически надежного спая алмазного CVD диска с металлической арматурой, предложена многослойная тонкопленочная структура Ti-Cu-Ni для операции предварительной металлизации диска. Рассмотрены возможные методы металлизации, выбран оптимальный – метод магнетронного осаждения – и предложено оборудование и режимы металлизации и дальнейшего отжига для достижения заявленной цели. Предложен план оптимизации толщин каждого из покрытий по критерию максимальной адгезии.

На данный момент проведены все эксперименты по металлизации керамического (22ХС) диска (по причине высокой стоимости алмазного CVD диска предварительные эксперименты по отработке технологии и оптимизации толщин решено проводить на керамическом диске, так как свойства данного материала довольно близки к свойствам алмаза), а также операция по отжигу (рис. 3).



Рис. 3. Диск после отжига.



В дальнейшем планируется проводить измерения адгезии и выявление функциональной зависимости адгезионной прочности от толщин каждого слоя для дальнейшей оптимизации металлизационной структуры.

#### Литература

1. Мясников В. Е. Развитие сверхмощных длинноимпульсных и непрерывных гиротронов в диапазоне 110...170 ГГц / В. Е. Мясников и др. // Радиотехника. – 2000. - №2 – с. 67.
2. Патент РФ 2005135030/09. *Способ изготовления окна вывода энергии СВЧ* / Ляпин Л.В., Сытилин С.Н., Павлова М.А.; Заявл. 11.11.2005. Оpubл. 11.11.205. Бюл. № 15.
3. «Снипов.нет» [Электронный ресурс]: ВРД 39-1.10-030-2001. Методика определения качества полимерных адгезионных внутренних покрытий после воздействия коррозионно-агрессивных сред методом автоклавного испытания – Режим доступа: [http://snipov.net/database/c\\_4294956053\\_doc\\_4293799494.html](http://snipov.net/database/c_4294956053_doc_4293799494.html) , свободный (дата обращения: 02.12.2016).

## **Классификация характеристик методов и средств испытаний на герметичность**

**С.А. Бушин**

**Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», ул. Суцневская, д. 22. E-mail: vnii4@vniia.ru**

*В данной работе на основе ГОСТ Р 51780-2001 предпринята попытка провести теоретические исследования в выявлении эффективных путей по классификации основных характеристик методов и средств испытаний на герметичность при их выборе с использованием элементов математической статистики, прибегнув к таким понятиям как кластерный и дискриминантный анализ, на основе непараметрических критериев проверки статистически значимых различий.*

***Classification of methods features and leakage testing devices. S.A.Booshin. A theoretical attempt is made to classify the main methods features and leakage testing devices by mathematic statistics elements.***

Вопросы выбора методов и средств контроля герметичности с использованием определенных критериев и способов для формирования оптимального алгоритма для решения прикладной задачи: обеспечения проведения контроля герметичности в конкретных условиях, например, для промышленного применения и/или лабораторно-исследовательских целей являлись всегда актуальными при принятии сбалансированного решения испытателем, что нередко сопряжено со значительными не только временными, но и материальными затратами. Для координации предпринимаемых шагов в этом направлении целесообразно обращаться к стандартам и руководящим материалам, содержащим соответствующие перечни характеристик методов и средств, анализируемых при формировании некоторой упорядоченности действий при решении подобных задач. Одним из таких руководящих документов является ГОСТ Р 51780-2001 (далее - ГОСТ) [1].

Прежде чем проводить какой-либо анализ необходимо четко сформулировать задачи точно также, как и с планированием эксперимента, поскольку достаточно хорошо подготовленный эксперимент содержит значительно меньше непродуманных действий.

Лаконично следуя по пунктам содержания вышеобозначенного ГОСТа, первым номером в процедуре выбора значится составление перечня обязательных и дополнительных требований, сформированного с учетом приоритетов. Номером два в данной процедуре

является наличие характеристик методов и средств измерения с учетом наличия последних. Сама процедура основывается на последовательном удовлетворении заданным требованиям в соответствии с установленными приоритетами.

Схема выбора критериев, согласно ГОСТ, построена на следующем установлении – методы и средства должны выбираться, исходя из их возможности выполнять обязательные и дополнительные требования. Тогда, когда нет жесткой пороговой привязки нормы на выполнение требований к показателям испытаний на герметичность, критерием выбора становится соотношение цена–качество (стоимость – эффективность). В случае же их равенства, разработчики данной нормали предлагают использовать такой критерий, как повышение культуры производства. И наконец, когда по какой-либо причине провести однозначный объективный выбор не удастся, необходимо совместно с заказчиком испытаний принять согласованное решение.

В ГОСТ содержатся восемь характеристик методов (см. табл. 1) и двадцать четыре характеристики, относящиеся к средствам испытаний на герметичность (см. табл. 2), являющихся, по существу, классификационными признаками.

В данной работе в качестве предлагаемого усовершенствования ГОСТ для рассмотрения предложен непараметрический алгоритм, который включает проведение классификации данных характеристик – морфологических вариативных признаков (используя статистическую терминологию), основанной на парной кластеризации. Для непараметрического анализа в работе использован метод экспертных оценок; в этих целях был проведен соответствующий опрос мнений у пяти независимых экспертов (исследователей). В отсутствие беспристрастности, интуиции и независимости суждений получить компетентное мнение практически невозможно, также как и невозможно подобрать абсолютно одинаковых экспертов. В этой связи, при анализе результатов экспертизы для оценки их общности оценивалась величина рангового коэффициента корреляции [2], по величине которого делали суждения о правомерности гипотезы о том, согласованы ли мнения экспертов в большей степени из-за случайных совпадений или это статистически значимое совпадение.

В таблицах 1 и 2 приведены данные, которые характеризуют ранги (рейтинги), выставленные независимыми экспертами.

Средняя сумма рангов в табл.1, 2 имеют следующие показатели –  $S_1=22,5$ ,  $S_2=1499,5$ , соответственно; их же отклонения от средней суммы определяются значениями  $SS_1=456,5$  и  $SS_2=20561,74$ .

Подставив значения  $SS_1$  и  $SS_2$  в формулу оценки степени согласованности  $W_i$ , получим:

$$W_1 = \frac{12 \cdot SS_1}{m^2(n_1^3 - n_1)} = \frac{12 \cdot 456,5}{25 \cdot (512 - 8)} = 0,4348 ;$$

$$W_2 = \frac{12 \cdot SS_2}{m^2(n_2^3 - n_2)} = \frac{12 \cdot 20561,74}{25 \cdot (13824 - 24)} = 0,7152 .$$

Видно, что эксперты, выставившие оценки согласованы друг с другом, при этом в первом случае степень согласованности средняя ( $W>0,3...0,7$ ), а во втором случае – согласованность мнения экспертов сильная ( $W>0,7$ ) [3].

Небезынтересно было выяснить в данных исследованиях, какой из уровней качественных признаков обозначенных в ГОСТе, имеющих отношение к характеристикам методов и средств, при их выборе наиболее значим для эксперта (испытателя). В этих целях произведена сравнительная оценка, насколько среднегрупповой профиль коррелирует с эталонным профилем.

В таблицах 1, 2 представлены средние значения, полученные для каждого из качеств среднегруппового профиля (по 8-и и 24-м характеристикам методов и средств испытаний, соответственно), из значений рангов экспертных оценок и выборке аналогичных рангов “идеального ряда”, построенного на основе предложенного разработчиками ГОСТ: качества перечислены в последовательности, отражающей эталонный профиль. Также в таблицах 1, 2 приведены расчетные значения разности рангов –  $d$  и их квадратов –  $d^2$  для определения

рангового коэффициента  $r_s$  корреляции Спирмена между среднегрупповым и эталонным профилями.

Таблица 1

Наименование характеристик методов испытаний на герметичность (N=8)	Усредненные групповые оценки рангов экспертов	“Эталонный ряд” (ГОСТ)	Разности рангов, d	Сумма квадратов разностей рангов, d <sup>2</sup>
1 Возможность испытания на суммарную и (или) локальную герметичность	5,8	8	- 2,2	4,84
2 Порог чувствительности	6,8	7	- 0,2	0,04
3 Диапазон регистрации потоков вещества	4,7	6	- 1,3	1,69
4 Применяемые вещества (пробное, балластное, индикаторное, вещество-носитель)	3,2	5	-1,8	3,24
5 Избирательность к применяемым веществам	4,9	4	0,9	0,81
6 Вредное воздействие на людей, объект испытаний, окружающую среду	5,2	3	2,2	4,84
7 Границы применимости метода в конкретных условиях испытаний	1,6	2	-0,4	0,16
8 Точность локализации течей	3,8	1	2,8	7,84
Сумма	36	36	0	23,46

Таблица 2

Наименование характеристик средств испытаний на герметичность (N=18)	Усредненные групповые оценки рангов экспертов	“Эталонный ряд” (ГОСТ)	Разности рангов, d	Сумма квадратов разностей рангов, d <sup>2</sup>
1 Соответствие выбранному методу	19,6	24	- 4,4	19,36
2 Порог чувствительности	22,3	23	-0,7	0,49
3 Диапазон регистрации потоков вещества	18,5	22	-3,5	12,25
4 Значение испытательного давления	13,2	21	-7,8	60,84
5 Производительность	21,2	20	1,2	1,44
6 Стоимость средства испытаний	20	19	1	1
7 Квалификация и численность обслуживающего персонала	14	18	- 4	16
8 Затраты на эксплуатацию	14,8	17	- 2,2	4,84
9 Вероятность необнаружения течи	16,3	16	0,3	0,09
10 Время подготовки к работе	15,9	15	0,9	0,81
11 Уровень вредных и опасных воздействий на людей, объект испытаний, окружающую среду	18,1	14	4,1	16,81
	14,9	13	1,9	3,61
	10,5	12	- 1,5	2,25
	12,9	11	1,9	3,61

12 Вероятность безотказной работы	10	10	0	0
13 Вид выдаваемой информации				
14 Возможность фиксации результатов испытаний	12,2	9	3,2	10,24
15 Качество обработки полученной информации (простое измерение, прогноз и т.п.)	4,4	8	- 3,6	12,96
16 Возможность объединения средств испытаний в информационную систему	9,9	7	2,9	8,41
17 Границы применимости средства испытаний в конкретных условиях испытаний	7,9	6	1,9	3,61
18 Место и условия применения средства испытаний (лаборатория, заводские условия, ремонтные работы и т.п.)	5,4 9	5 4	0,4 5	0,16 25
19 Вид средства испытаний (стационарное, мобильное, переносное и т.п.)	3,4	3	0,4	0,16
20 Возможность модернизации	2,8	2	0,8	0,64
21 Вид конструктивного исполнения, габаритные размеры, формы	2,8	1	1,8	3,24
22 Условия эксплуатации и хранения				
23 Устойчивость к внешним воздействиям				
24 Требования к источникам энергии для функционирования				
Сумма	300	300	0	207,82

Следует отметить, что ранжирование в данном случае проведено таким образом, при котором меньшему по значимости признаку присвоено низшее значение ранга.

Как это обычно принято в математической статистике, при проведении непараметрического анализа сформулированы две гипотезы:  $H_0$  – корреляция между среднегрупповым профилем, построенным по оценкам экспертов, и эталонным профилем не отличается от нуля;  $H_1$  – корреляция между среднегрупповым профилем, построенным по оценкам экспертов, и эталонным профилем статистически значимо отличается от нуля.

Для подсчета эмпирического коэффициента  $r_s$ , в отсутствии одинаковых рангов в группах использована следующая формула:

$$r_s = 1 - 6 \cdot \frac{\sum d^2}{N \cdot (N^2 - 1)}$$

В данном случае:

$$r_{s_{эм}} = 1 - \frac{6 \cdot 23,46}{8 \cdot (8^2 - 1)} = 1 - \frac{140,76}{504} = 0,7207 \quad \text{для показателей из таблицы 1 и}$$

$$r_{s_{эм}} = 1 - \frac{6 \cdot 207,82}{24 \cdot (24^2 - 1)} = 1 - \frac{1246,92}{13800} = 0,9096 \quad \text{для показателей из таблицы 2.}$$

По табл. XVI Приложения 1 [4] определены критические значения  $r_s$  выборочного коэффициента корреляции рангов при  $N=8$

$$r_{s_{кр}} = \begin{cases} 0,72 (p \leq 0,05) \\ 0,88 (p \leq 0,01) \end{cases}$$
$$r_{s_{эм}} > r_{s_{кр}} (p \leq 0,05)$$

и при  $N=24$ , соответственно:

$$r_{s_{кр}} = \begin{cases} 0,41 (p \leq 0,05) \\ 0,52 (p \leq 0,01) \end{cases}$$
$$r_{s_{эм}} > r_{s_{кр}} (p \leq 0,01).$$

В конечном итоге, в случае с характеристиками методов (табл. 1)  $H_0$  отвергается, а принимается гипотеза  $H_1$  – коэффициент корреляции практически совпал с границей зоны значимости на уровне  $p \leq 0.05$ . Для данных из таблицы 2 нулевая гипотеза также отвергается и принимается гипотеза  $H_1$  об отличии этого коэффициента от нуля со значимостью  $p \leq 0.01$ , которая является положительной. Интерпретация полученного результата такова: из таблицы 1 и 2 видно, что мнения экспертов имеют более низкий ранг по шкалам возможности испытания на суммарную и локальную герметичность и применяемых веществ из характеристик методов, а также соответствия выбранному методу и испытательного давления из числа качественных признаков относящихся к средствам испытаний. При этом более высокие ранги имеются по шкалам на точность локализации и уровня вредного и опасного воздействия на людей и объект испытаний для характеристик методов и уровню вредных и опасных воздействий на людей и возможность объединения средств испытаний в информационную систему для признаков, относимых к средствам испытаний. Этими расхождениями, в основном, и объясняется некоторое снижение полученных  $r_{s_{эм}}$  [4].

Однако возникает вопрос, можно ли переносить результаты тестовой выборки на генеральную совокупность, т.е. является ли она представительной (репрезентативной)? В своей работе любой исследователь сначала устанавливает подгруппу внутри генеральной совокупности, подробно изучает ее, а затем, если это позволяют результаты статистического анализа, распространяет свои выводы на всю генеральную совокупность. В этой связи наиболее важным является вопрос о приемлемом объеме выборки. Именно поэтому следует отметить, что для используемых выше непараметрических критериев определения различий могут использоваться при сравнении группы от 5 до 12 человек [5].

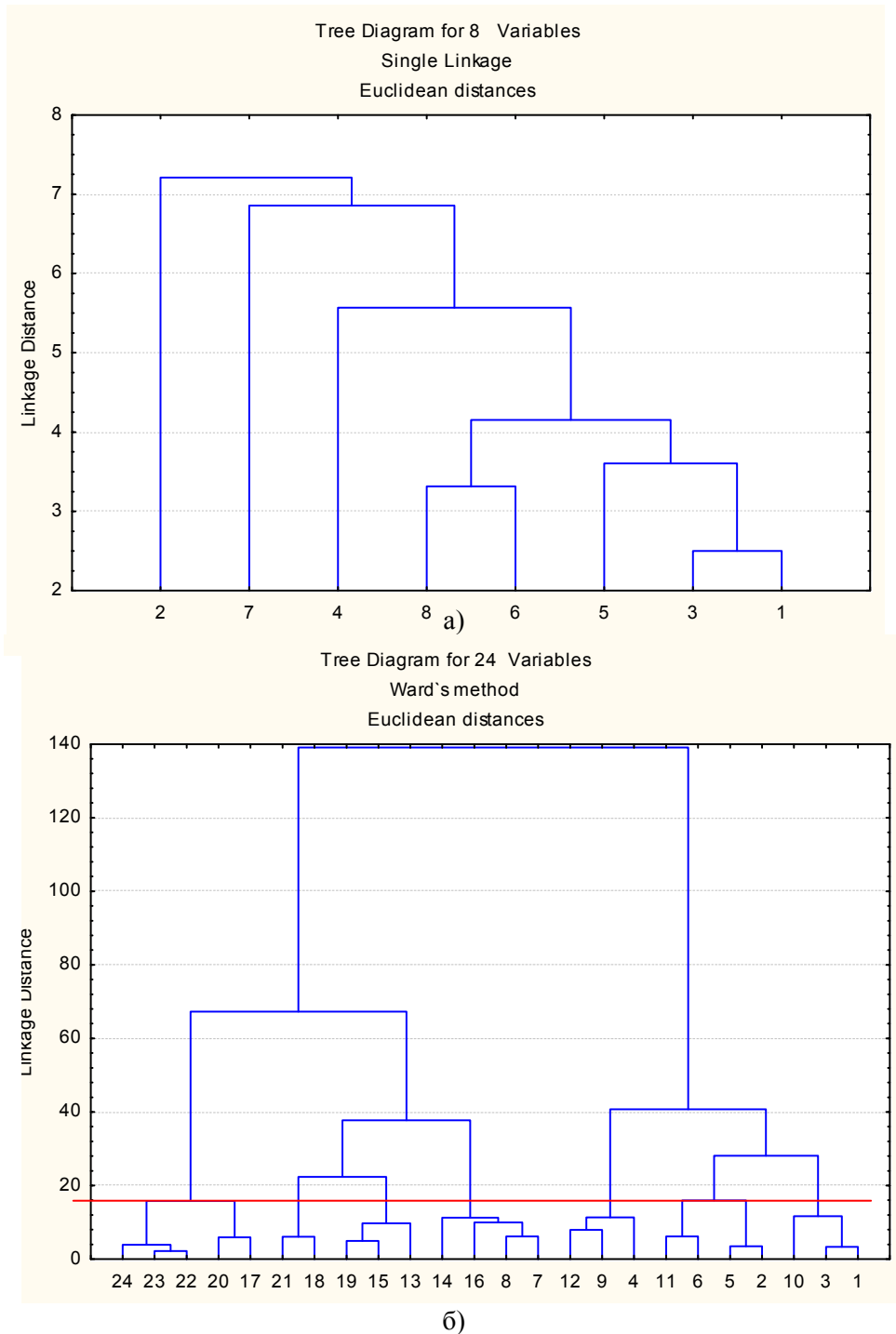
Таким образом, несмотря на сравнительно невысокий представительный объем выборки испытуемых, полученные результаты имеют достаточно высокую общность в их установленной последовательности при решении задачи по выбору методов и средств контроля герметичности для испытателя.

Совершенно очевидно, что по мере возрастания количества характеристик качественных признаков все более теряется восприятие результатов. При этом закономерность начинает искусственно маскироваться из-за большого числа недостаточно значимых связей. Поэтому более рациональным для испытателя было бы исключить признаки являющиеся малозначимыми. Такая задача обратного сведения множества характеристик присущее многомерному анализу. Наиболее выразительно отражают черты многомерного анализа в классификации объектов кластерный анализ [6].

Использование кластерного анализа для решения данной задачи наиболее эффективно. В общем случае кластерный анализ предназначен для объединения некоторых объектов в кластеры таким образом, чтобы в один кластер попадали максимально схожие, а объекты различных классов максимально отличались друг от друга. Количественный показатель сходства рассчитывается заданным способом на основании данных, характеризующих объекты. Все кластерные алгоритмы нуждаются в оценках расстояний между кластерами или объектами.

С помощью статистического программного комплекса «Statistica 10.0» [7] проведен кластерный анализ для характеристик методов и средств [см. рис.1 а) и б), соответственно].

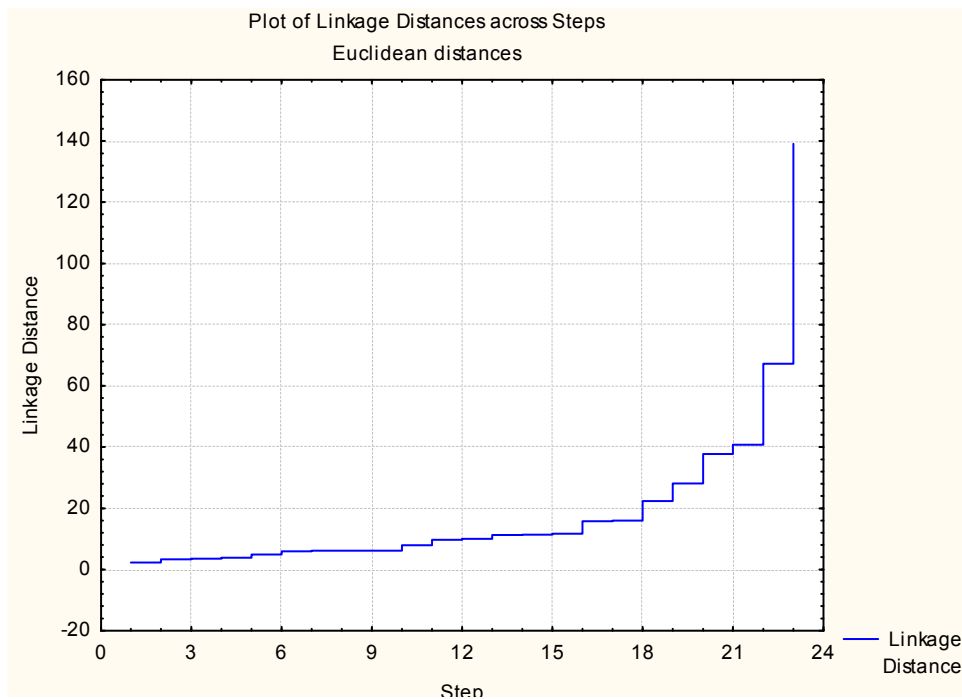
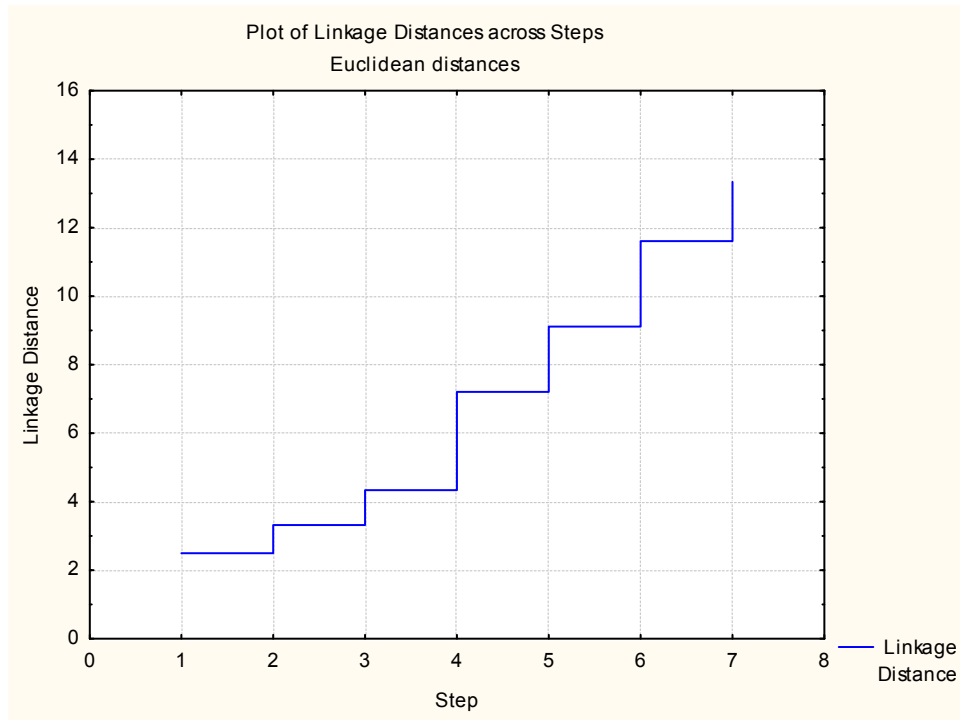
Испробовав несколько вариантов числа группировок, выбор был остановлен на евклидовой метрике с методом Варда (Уорда).



*Рис. 1. Дендрограмма (а - Евклидова метрика; б - стратегия Варда): по оси Y – расстояния объединения, по оси X – номера объектов.*

При построении кластеризации важной является проблема выбора числа кластеров. Предполагается, что кластеризация должна выявить естественные локальные сгущения объектов.

Для определения количества классов  $K$  использована точка «излома» на шкале Linkage Distance графика 1 (22 единицы) и на шаге (Step) с номером  $m=18$  на графике 2 б), объединение на котором произошло уже на существенно большем расстоянии, чем на шаге  $(m-1)$  [на графиках 1 и 2 а) таких аналогичных точек не обнаружено].



б)

*Рис. 2. График объединения признаков-объектов в классы с использованием Евклидовой метрики.*

Отсюда количество классов вычислялось по разнице значений  $n$  и  $m$ , где  $n$  – количество объектов в выборке ( $n=24$ ), откуда получено число классов равное 6. Такое же количество классов подтверждается и анализом графика 1 а) на шаге шкалы Linkage Distance, равным, как выше уже отмечено 22, произошел скачок расстояния более чем, приблизительно, на 12 единиц, в то время как на предыдущих шагах скачки не превышали 6 единиц. Однако четко

выраженной направленности на объединение нет и поэтому выделение в классы характеристик методов может быть оспорено.

Анализ совокупностей из характеристик методов в итоге, на усмотрение испытателя, может быть оставлен без внимания, с точки зрения необходимости формирования отдельных классов-кластеров. Но аналогичные допущения не могут быть распространены на группу из характеристик средств испытаний в виду их сравнительной многочисленности. Из графиков, представленных на рис. 1 и 2, можно заключить, что по схожести иерархий (признаков групп) классификационной структуры порядка характеристик средств испытаний последние целесообразно разделить на 6 классов (кластеров). В таблице 3 представлен состав полученных классов, выделенных методом максимизирования расстояния между кластерами.

Таблица 3

Номер класса	Количество объектов в классе	Состав класса (признаки)
1	4	1 - Соответствие выбранному методу; 2 - Порог чувствительности; 3 - Диапазон регистрации потоков вещества; 5 – Производительность.
2	4	13 - Вид выдаваемой информации; 15 - Качество обработки полученной информации (простое измерение, прогноз и т.п.); 19 - Вид средства испытаний (стационарное, мобильное, переносное и т.п.); 21 - Вид конструктивного исполнения, габаритные размеры, формы.
3	4	4 - Значение испытательного давления; 9 - Вероятность обнаружения течи; 10 - Время подготовки к работе; 12 - Вероятность безотказной работы.
4	5	17 - Границы применимости средства испытаний в конкретных условиях испытаний; 20 - Возможность модернизации; 22 - Условия эксплуатации и хранения; 23 - Устойчивость к внешним воздействиям; 24 - Требования к источникам энергии для функционирования.
5	5	7 - Квалификация и численность обслуживающего персонала; 8 - Затраты на эксплуатацию; 14 - Возможность фиксации результатов испытаний; 16 - Возможность объединения средств испытаний в информационную систему; 18 - Место и условия применения средства испытаний (лаборатория, заводские условия, ремонтные работы и т.п.).
6	2	6 - Стоимость средства испытаний; 11 - Уровень вредных и опасных воздействий на людей, объект испытаний, окружающую среду.

Следует отметить, что кластерный анализ не содержит вычислительного механизма проверки гипотезы об адекватности получаемых классификаций. Результаты в этом плане можно обосновать с использованием метода дискриминантного анализа [8]. Как показал дискриминантный анализ, предполагаемая классификация оказалась эффективной ( $K=6$ ), поскольку определенный уровень значимости ( $1,0E-05$ ) близок к нулю ( $P<0,05$ ) для гипотезы о нулевом межкластерном расстоянии  $D^2$ . Причем у всех объектов-признаков из характеристик средств определена сравнительно высокая вероятность отнесения к вышеуказанным классам: данный показатель близок к 1.

Таким образом, задача классификации и необходимость учета в ее решении ряда признаков и порядка выбора этих признаков – все это продиктовано качественным анализом и тесно связано с целью исследований [6]. На основе метода экспертных оценок предпринята попытка классифицировать представленные характеристики, главным образом, относящиеся к средствам испытаний на герметичность, что позволяет исследователю без серьезных временных (материальных) затрат в выборе данных средств, прибегнуть к выполнению поставленных перед ним задач. Предлагаемая новая усовершенствованная классификационная структура, построенная на объединении в группы основных характеристик методов и средств



испытаний на герметичность, с учетом критериев их выбора, даёт возможность формулирования основных методологических подходов и требований к герметичности, ведущих к повышению качества и эффективности контроля.

#### Литература

1. ГОСТ Р 51780-2001. Неразрушающий контроль. Методы и средства испытаний на герметичность. Порядок и критерии выбора. ГОССТАНДАРТ России. Москва.
2. П.К. Петров. Математико-статистическая обработка и графическое представление результатов педагогических исследований с использованием информационных технологий: учебное пособие. - Ижевск: Изд-во "Удмурский университет", 2013, - с.179.
3. О.В. Стукач. Программный комплекс STATISTICA в решении задач управления качеством: учебное пособие. - Томск: Изд-во Томского политехнического университета. 2011, - с.163.
4. Е.В. Сидоренко. Математические методы обработки в психологии. - Санкт-Петербург: ООО "Речь", 2002, - с.350.
5. Математическая статистика для психологов: Учебник /О.Ю. Ермолаев, - 2-ое изд. испр. - М.:Московский психолого-социальный институт: Флинта, 2003. - с. 336.
6. Дюран Б. и Оделл П. Кластерный анализ. Пер. с англ. Е.З. Демиденко. Под ред. Б.Я. Боярского. М.: Статистика, 1977. - с.128.
7. В. Боровиков. Искусство анализа данных на компьютере: для профессионалов, - 2-ое изд., - СПб.:Питер, 2003. – с.688.
8. А.П. Кулаичев. Методы и средства анализа данных в среде Windows STADIA. – 4-ое изд., - М.: Информатика и компьютеры, 2002. – с.341.

## **Вакуумметрическая редуцирующая установка для государственного первичного специального эталона единицы абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^3$ Па**

*Д.М. Фомин, А.А. Чернышенко*

*Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Московский пр., д.19*

*E-mail: [vacuum@vniim.ru](mailto:vacuuum@vniim.ru)*

*Представлены результаты работ по созданию и исследованию вакуумметрической редуцирующей эталонной установки (ВРЭУ), которая вошла в состав модернизированного эталона ГЭТ 49-20XX, тем самым существенно расширив диапазон передачи единицы давления от эталона*

*Vacuummetric reduction installation for state primary special unit of absolute pressure in the range of  $1 \cdot 10^{-6}$  -  $1 \cdot 10^3$  Pa. D.M.Fomin, A.A. Chernyshenko. The results of works on creation and investigations of vacuum reduction standard installation (VREU) are presented. This installation has become a part of the upgraded standard GET 49-20XX, thereby the range of the pressure transmission unit is significantly extended.*

В настоящее время в РФ происходит существенное увеличение объема научных исследований и высокотехнологичных производств. В большинстве случаев, в подобных проектах, необходимо получение, а также достоверное измерение высокого и сверхвысокого вакуума. В таблице 1 представлены основные сферы деятельности производственных и научных предприятий в которых необходимо получение и измерение высокого и сверхвысокого вакуума [1].

Таблица 1. Востребованность высокого и сверхвысокого вакуума производственными и научными предприятиями

Сфера деятельности предприятия	Диапазон необходимого давления, Па
Электротехника	$10^{-7} - 10^{-1}$
Полупроводниковые технологии	$10^{-5} - 10^2$
Медицина и медицинские технологии	$10^{-7} - 10^4$
Биотехнологии	$10^{-8} - 10^5$
Симуляция космического пространства	$10^{-5} - 10^{-3}$
Авиакосмические технологии	$10^{-6} - 10^{-3}$
Физика элементарных частиц	$10^{-9} - 10^{-6}$
Процессы термоядерной реакции	$10^{-6} - 10^{-1}$
Масс-спектрометрия	$10^{-8} - 10^{-3}$
Метрология	$10^{-8} - 10^{-1}$
Исследование низких температур	$10^{-6} - 10^{-1}$
Технологии выращивания тонких пленок	$10^{-6} - 1$
Технологии выращивания кристаллов	$10^{-4} - 10^{-1}$
Технологии молекулярно-пучковой и молекулярно-лучевой эпитаксии	$10^{-10} - 10^{-8}$

В РФ существовал государственный первичный специальный эталон ГЭТ 49-80 в диапазоне  $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^3$  Па. Для передачи размера единицы давления, в соответствии с поверочной схемой по ГОСТ 8.107 -81 в диапазоне  $1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^3$  Па эталонам и рабочим средствам измерений применялись вторичные эталоны – вакуумметрические установки 1-го разряда, которые имеют достаточно низкие точностные характеристики. Но в связи с тем, что в последнее десятилетие на рынке появилось большое количество эталонных вакуумметров с погрешностью до 10% возникли сложности с метрологическим обеспечением существующими эталонными средствами. Для расширения диапазона передачи и измерений Государственного первичного специального эталона, а также повышения точности возникла необходимость создания установки, которая будет входить в состав эталона.

По данным ВРМ на 2016 год 10 стран мира имеют национальные первичные эталоны для измерения высокого и сверхвысокого вакуума. В таблице 2 приведены измерительные возможности национальных первичных эталонов высокого и сверхвысокого вакуума различных стран [2].

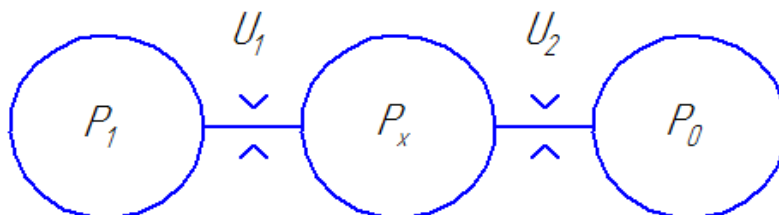
Таблица 2. Измерительные возможности национальных эталонов высокого и сверхвысокого вакуума различных стран

Страна (метрологический институт)	Диапазон, Па	Расширенная неопределенность ( $k=2$ ), %
Германия (PTB)	$1 \cdot 10^{-7} - 2 \cdot 10^{-2}$	3 – 0,66
США (NIST)	$1 \cdot 10^{-7} - 3 \cdot 10^{-6}$	1,7 – 1,22
	$3 \cdot 10^{-6} - 9 \cdot 10^{-5}$	1,15 – 0,5
	$9 \cdot 10^{-5} - 3 \cdot 10^{-3}$	0,5 – 0,42
	$1 \cdot 10^{-4} - 1$	0,3
Франция (LNE)	$1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-3}$	5 – 1,5
Япония (NMIJ)	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3}$	0,91
	$1 \cdot 10^{-3} - 10$	0,38 – 0,32
Корея (KRISS)	$5 \cdot 10^{-7} - 1 \cdot 10^{-3}$	1 – 0,6
Турция (UME)	$1 \cdot 10^{-4} - 1$	8,3 – 2,4
Италия (INRIM)	$1 \cdot 10^{-6} - 9 \cdot 10^{-4}$	5
	$9 \cdot 10^{-4} - 9 \cdot 10^{-2}$	3 – 1,5
Индия (NPLI)	$3 \cdot 10^{-6} - 0,1$	2
Чехия (CMI)	$1 \cdot 10^{-4} - 1$	1,5
Мексика (CENAM)	$1 \cdot 10^{-4} - 1$	0,9

В 80-х годах XX века во ВНИИМ была разработана и создана вакуумметрическая установка ВОУ-1, реализующая метод редукции давления. Однако данная установка морально и технически устарела, а также имела ряд существенных недостатков, не позволяющих получить необходимые точности измерений.

В результате анализа первичных эталонов других стран, а также на основе предшествующего опыта было принято решение о создании вакуумметрической редукционной эталонной установки (ВРЭУ) с диапазоном измерений  $1 \cdot 10^{-6}$  -  $1 \cdot 10^{-2}$  Па и включение её в состав модернизируемого эталона ГЭТ 49-2016.

В основе установки лежит метод редукции, основанный на понижении (редукции) давления, посредством которого осуществляется передача размера единицы давления из области низкого и среднего вакуума в область высокого и сверхвысокого вакуума [3]. На рис. 1 представлена общая схема такой установки.



*Рис. 1. Общая схема редукционной установки.*

Уравнение измерений в общем виде:

$$P_x = \frac{U_1}{U_2} \cdot P_1 = k \cdot P_1, \quad (1)$$

где  $P_x$  - воспроизводимое давление в камере измерительной;  $U_1$  и  $U_2$  – проводимости малой и большой диафрагмы соответственно;  $P_1$  – давление измеренное в камере помощью мембранно-емкостных преобразователей компенсационного типа (МЕРК) входящих в состав эталона ГЭТ 49-2016;  $k$  – коэффициент редукции.



*Рис. 2. Общий вид Вакуумметрической редукционной эталонной установки (ВРЭУ).*

Установка представляет собой три последовательно соединенные камеры (камера исходного давления, камера измерительная, камера сверхвысоковакуумная) через которые протекает процесс непрерывного течения разряженного газа. Камеры изготовлены из нержавеющей стали с применением электролитической полировки, оснащены современными откачными средствами. Также для установки разработана система прогрева и терморегуляции для уменьшения эффектов сорбции и десорбции. Между камерами установлены диафрагмы большой и малой проводимости, диафрагмы малой проводимости помещены в специальный узел крепления, позволяющий менять диафрагмы без разбора вакуумной системы, тем самым

варьировать проводимостями и коэффициентами редукции. На рис. 2 представлен общий вид установки.

При учете процессов газовой выделению, а также давления в сверхвысоковакуумной камере, уравнение измерений принимает вид:

$$P_x = P_0 + k\Delta P + \frac{q_{\text{пл}}}{2}, \quad (2)$$

где  $P_0$  – давление в камере сверхвысоковакуумной;  $\frac{q_{\text{пл}}}{2}$  – газовыделение с внутренней поверхности вакуумной системы.

Величина коэффициента редукции определялась экспериментально на основании выражения:

$$k = \frac{P_x - P_0 - \frac{q_{\text{пл}}}{2}}{\Delta P}, \quad (3)$$

причем величина давления  $P_x$ , устанавливаемая в камере измерительной и измеряемая высокоточным вязкостным вакуумметром с вращающимся шариком, выбиралась таким образом, чтобы  $\frac{q_{\text{пл}}}{2} \ll P_x$  и  $P_0 \leq 0,1P_x$ . На основании этого выражение (3) принимает упрощенный вид:

$$k = \frac{P_x}{\Delta P}, \quad (4)$$

В результате проведенных исследований были определены метрологические характеристики установки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3. Метрологические характеристики ВРЭУ

Наименование характеристики	Значение
Диапазон значений воспроизводимого давления, Па	$1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-2}$
Число независимых измерений	10
Среднее квадратическое отклонение результата измерений, $S_o$ , не более	$2,0 \cdot 10^{-2}$
Неисключенная систематическая погрешность, $\theta_o$ , не более	$2,5 \cdot 10^{-2}$
Относительная стандартная неопределенность по типу А	$2,0 \cdot 10^{-2}$
Относительная стандартная неопределенность по типу В	$1,4 \cdot 10^{-2}$
Относительная суммарная неопределенность	$2,4 \cdot 10^{-2}$
Относительная расширенная неопределенность $U_{po}$ ( $k=2$ )	$4,8 \cdot 10^{-2}$

Стоит отметить, что основной вклад в неопределенность измерений вносят эталонные средства измерений давления, используемые при определении коэффициента редукции.

В результате работ была создана вакуумметрическая редукционная эталонная установка (ВРЭУ), которая вошла в состав Государственного первичного специального эталона единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне  $1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^3$  Па ГЭТ 49-2016, тем самым расширив его диапазон измерений до уровня мировых первичных эталонов. Разработан проект поверочной схемы для передачи размера единицы давления эталонам и рабочим средствам измерений, в настоящее время поверочная схема проходит процесс утверждения в Росстандарте.

В заключении следует отметить, что в дальнейшем для совершенствования эталонной базы в области низкого абсолютного давления предполагается провести следующие мероприятия.

1. Реализация экспансионного метода измерений давлений, путем присоединений к камерам реципиентов известных объемов.
2. Реализация метода потоков на основе механического потокомера.
3. Внедрение квадрупольного масс-спектрометра для изучения состава остаточных газов и передачи размера единицы новейшим средствам измерений давлений, таким как масс-спектрометры различных типов.

Данные мероприятия позволят в будущем повысить точность эталона, а также исключить возможные ошибки за счет реализации нескольких методов измерений одновременно.

Литература

1. Jousten K. Handbook of Vacuum Technology, Second Edition. Weinheim: Wiley-VCH, 2016. 1026 pp.
2. The VIPM key comparison data base [Электронный ресурс] // bipm.org: [сайт]. [2002]. URL: <http://kcdb.bipm.org/> (дата обращения: 11.Декабрь.2016).
3. Кузьмин В.В., Аляев В.А. Техника измерения вакуума. Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009. 300 с.

## Применение акустически стимулированной термодесорбции в производстве электровакуумных СВЧ приборов

*И.Ф.Ханбеков, И.П.Ли, В.С.Петров, \*В.П.Михайлов*  
*Москва, ОАО Плутон, ул. Нижняя сыромятническая 11,*  
*E-mail: [i.khanbekov@pluton.msk.ru](mailto:i.khanbekov@pluton.msk.ru)*  
*\*МГТУ им. Н.Э.Баумана, ул. 2-я Бауманская 5.*

*В статье описываются недостатки действующей технологии обезгаживания электровакуумных приборов и перспективы использования альтернативных видов десорбции в производстве. Описывается метод ускоренного перевода газовых компонентов, адсорбированных на внутренних поверхностях электровакуумного СВЧ прибора и растворенных в толще металлических и неметаллических деталей изделия в свободный газ за счет одновременного термического и акустического воздействия на корпус прибора. Приведены сравнения скорости газоотделения при различных технологиях откачки электровакуумных приборов. Дано физическое объяснение механизма термоакустической десорбции газовых компонентов в вакууме.*

*Implication of acoustically stimulated thermal desorption in production of electro-vacuum microwave devices. I.Khanbbekov, I.Li, V.Petrov, V.Mikhaylov. Shortcomings of the operating technology of electro-vacuum devices degassing and the prospect of alternative types of desorption use for production are described. The degassing of these elements occurs due to thermal and acoustic factors. Comparisons of gas desorption speed at various technologies of pumping of electro-vacuum devices are given. The physical explanation of the thermo-acoustic desorption of gas components in vacuum is offered.*

Откачка электровакуумных приборов СВЧ диапазона (далее ЭВП СВЧ) наиболее длительный, энергозатратный и ответственный технологический процесс, в ходе которого формируется работоспособность всего изделия. В настоящее время откачке ЭВП СВЧ уделяется недостаточное внимание, зачастую, технология не менялась с момента создания, несмотря на то, что за последние 30-40 лет произошел ощутимый прогресс в области вакуумной техники.

Откачка ЭВП СВЧ происходит по классической схеме, с использованием ступенчатого нагрева корпуса изделия и изотермической выдержки при температуре около 550°C. Длительность такого процесса может достигать нескольких десятков часов. Очевидно, что ускорить откачку электровакуумных приборов, придерживаясь классической технологии невозможно ввиду того, что возможности термодесорбции в данном случае исчерпаны, и дальнейшее повышение температуры приведет к повреждению или разрушению элементов ЭВП СВЧ. Использование более мощных насосов увеличит габариты действующих установок,

потребуется больших финансовых вложений, при этом, позволит несущественно повысить скорость откачки, которая в данном случае лимитируется пропускной способностью штенгельной трубки.

Более эффективным способом ускорения откачки ЭВП СВЧ, может являться использование нетермических видов десорбции, что позволит интенсифицировать газоотделение. Из всех существующих видов десорбции наиболее целесообразно применение акустической, а точнее, акустически-стимулированной термодесорбции, так как подобный метод прост в реализации и не требует больших финансовых затрат, что позволит существенно повысить эффективность откачки приборов.

Механизм акустически стимулированной термодесорбции сложен и состоит из нескольких одновременно протекающих процессов, способствующих ускорению десорбции и откачки газовых компонентов из вакуумного объема ЭВП СВЧ.

Повышение интенсивности тепловой десорбции с использованием акустических колебаний может происходить вследствие стимуляции отделения от поверхностей, находящихся в вакуумном объеме, коллоидных частиц за счет сообщения им механического ускорения. Известно, что процесс удаления газов из стенок прибора в какой-то степени параллелен процессу стряхивания с внутренних стенок прибора микроскопических частиц крупнокolloидных размеров [1]. Действительно, на всех деталях внутренней арматуры изделия находится значительное количество инородных частиц, которые не только замедляют откачку, закрывая собой участки поверхностей, но и сами являются источниками газовых потоков.

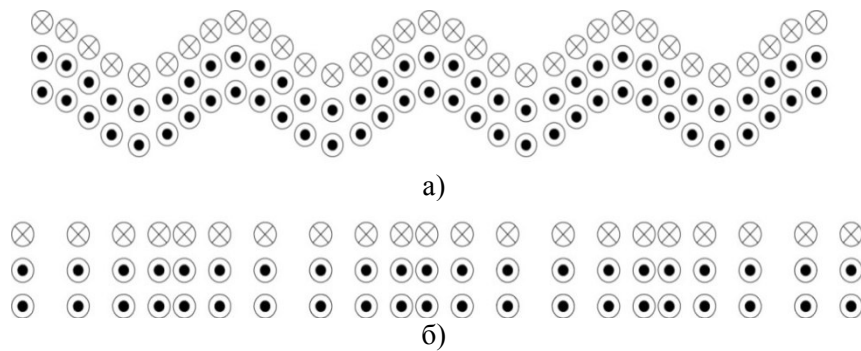
Еще одним фактором, ускоряющим откачку ЭВП СВЧ, является направленное ускорение десорбированных молекул свободного газа поверхностной акустической волной, распространяющейся от откачиваемого объема в сторону более низкого давления, этот эффект описан в источниках [2,3].

Предположительно, основным механизмом, интенсифицирующим десорбцию газовых компонентов, является дополнительная энергия, сообщаемая акустическими колебаниями кристаллической решетке металла. Основным механизмом термодесорбции- тепловые колебания молекул газа, покрывающих внутренние поверхности откачиваемого объема, амплитуда которых увеличивается с повышением температуры, что способствует ускорению разрыва адсорбционных связей. Рассматриваемые колебания можно разделить на виды, приведенные в таблице 1.

Таблица 1. Спектр упругих волн.

1Гц	1кГц	1МГц	1ГГц	1ТГц
инфразвук	звук	ультразвук	гиперзвук	тепло

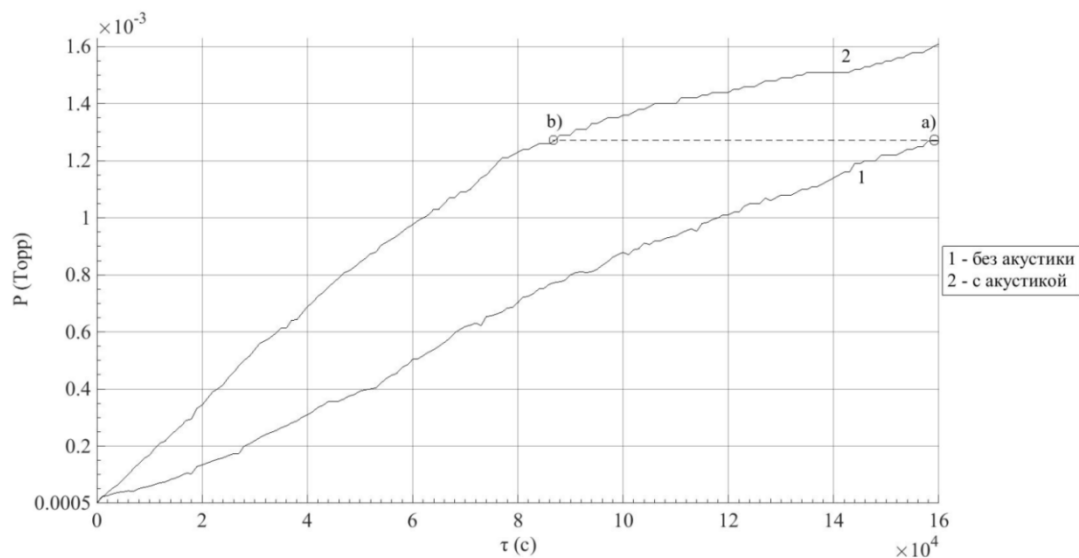
Таким образом схематически термодесорбцию стимулированную акустическим полем можно представить следующим образом: движение термически активированных атомных частиц кристаллической решетки металла при помещении в акустическое поле показано на рис.1. Каждая атомная частица изображена точкой внутри окружности, диаметр которой характеризует область пространства, в котором происходят колебания тепловой природы в ТГц диапазоне. Частицы, обозначенные косыми крестами, условно обозначают адсорбированный газовый монослой, способный переходить в свободный газ при десорбции с поверхности деталей внутренней арматуры ЭВП СВЧ. Десорбция газов растворенных в объеме металла происходит по диффузионному механизму с промежуточной адсорбцией на поверхности. Тепловые колебания атомов металла при нулевом акустическом поле происходят относительно стационарных центров равновесия, в акустическом поле тепловые колебания происходят относительно динамически подвижных центров равновесия.



*Рис.1. Упрощенная геометрическая модель гармонических колебаний атомных частиц в металле, покрытом слоем адсорбированных газовых молекул при распространении акустической волны: а) движение частиц среды при распространении поперечной волны, б) движение частиц среды при распространении продольной волны.*

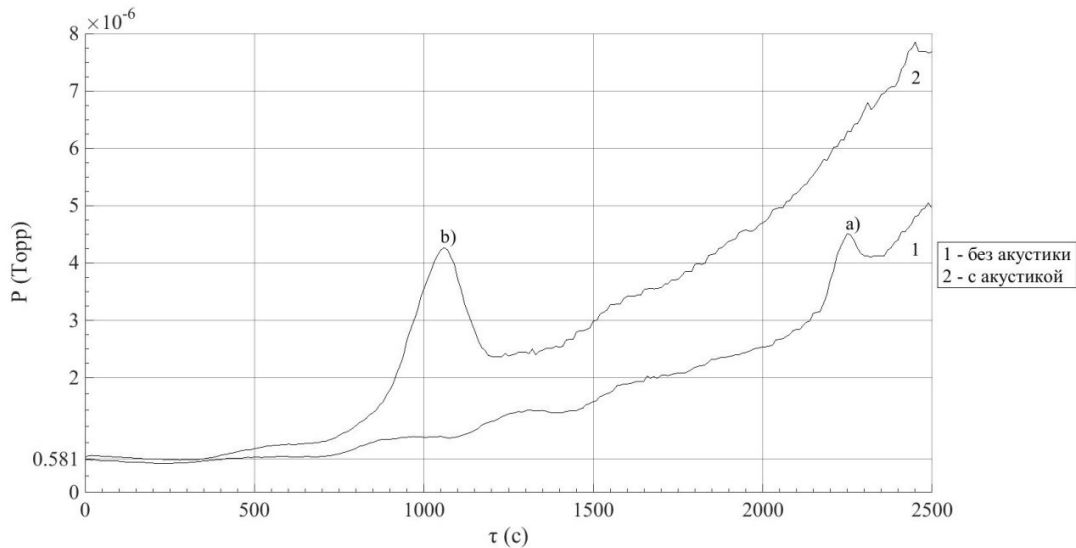
В результате механического возбуждения атомов материала возникают дополнительные десорбционные потоки свободного газа, которые откачиваются вакуумным насосом. Так же, как и при тепловом воздействии, увеличение амплитуды колебания приводит к двум последовательным этапам десорбции, первичной поверхностной и вторичной объемной [4].

Эффективность акустически стимулированной термодесорбции была подтверждена экспериментами, суть которых заключалась в регистрации повышения давления газовых компонентов в предварительно откачанном до  $1 \cdot 10^{-7}$  Торр вакуумном объеме ЭВП СВЧ. В первом случае испытания проводились без прогрева корпуса изделия. На графике (рис.2) показана временная зависимость повышения давления остаточных газов в объеме магнетрона после отключения высоковакуумного насоса. Кривая 1 – показывает повышение давления без акустического воздействия, кривая 2 – с акустическим воздействием, соответственно. Точки а и б условно обозначают одинаковое насыщение вакуумного объема десорбированными газами за разное время.



*Рис.2. График временной зависимости повышения давления остаточных газов в объеме магнетрона.*

Во втором случае к аналогичному испытанию был добавлен прогрев корпуса магнетрона. На графике (рис.3) показано повышение давления остаточных газов в объеме корпуса магнетрона при возрастании температуры по линейному закону со скоростью  $9^\circ\text{C}/\text{мин}$  в интервале  $20 \div 393^\circ\text{C}$ . Залповый выброс десорбированных молекул воды при термической десорбции, пик а), проявился через 37,5 мин. при температуре  $357^\circ\text{C}$ , а при акустически стимулированной термической десорбции пик б) проявился через 17,7 мин при температуре  $182^\circ\text{C}$ , следовательно, длительность откачки сокращена в 2,12 раза, температура эффективной десорбции молекул воды снижена на  $175^\circ\text{C}$ , т.е.  $\sim$  в 2 раза [4].



*Рис.3. График временной зависимости повышения давления остаточных газов в объеме магнетрона с прогревом.*

Таким образом, можно сделать вывод об эффективности акустически стимулированной термодесорбции, очевидно, что подобное решение позволяет повысить интенсивность десорбции газовых компонентов с внутренних поверхностей обрабатываемого изделия, сократить продолжительность времени откачки электровакуумных приборов, а следовательно, позволит увеличить объемы выпуска готовой продукции.

#### Литература

1. Остроумов Г.А., Федотов Г.А. Об использовании ультразвука при откачке электровакуумных приборов. Акустический журнал, том 19, вып. 1, 1973. с. 76 – 79.
2. Макаров Александр Алексеевич, Лускинович Петр Николаевич, Рыжиков Илья Анатольевич. Способ откачки газов и вакуумный насос для откачки газов. Патент РФ на изобретение № 2079000.
3. Айтхожин С.А. Способ высоковакуумной откачки и насос для его реализации. Заявка на изобретение №95105038.
4. Ли И.П., Лифанов Н.Д., Петров В.С., Ханбеков И.Ф., Катлицкий Я.Ю., Аленков В.В., Забелин А.Н., Сахаров С.А., Заявка о выдаче патента Российской Федерации на изобретение №2016137957.



## Откачные параметры молекулярно-вязкостного вакуумного насоса

*Е.В. Свичкарь, Н.К. Никулин*  
МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, Москва, 2-я Бауманская, д.5  
E-mail: svic@bk.ru

В данной статье представлено описание экспериментального стенда для определения откачных характеристик молекулярно-вязкостного вакуумного насоса в переходном и вязкостном режимах течения газа. Экспериментальные данные получены для проточной части молекулярно-вязкостного вакуумного насоса с трапециевидальным каналом с целью дальнейшего выявления влияния геометрических и скоростных параметров проточной части насоса на его быстроту действия и отношение давлений, создаваемое проточной частью насоса.

***Pumping parameters of the molecular-viscous vacuum pump. E.V. Svichkar , N.K. Nikulin.***  
*The experimental stand to determine the pumping characteristics of molecular-viscous vacuum pump in the transitional and viscous flow regimes of gas is described. Experimental data are obtained for the flow part of the molecular-viscous vacuum pump with trapezoidal channel to further determine the effect of the geometrical and velocity parameters of the flow part of the pump on its pumping speed and the pressure ratio generated by this part of the pump.*

### Описание экспериментального стенда

Для исследования откачных параметров молекулярно-вязкостных вакуумных насосов [1 – 3] с различными проточными частями в широком диапазоне давлений разработан экспериментальный стенд, схема которого представлена на рис. 1.

Вакуумная установка состоит из напускной камеры CV1 и измерительной камеры CV2, изготовленных из нержавеющей стали с полированными внутренними поверхностями. Между ними установлена диафрагма D известной проводимости для определения быстроты действия МВВН. В качестве локализованного источника напуска газа в камеру CV1 служит игольчатый натекатель VF, позволяющий регулировать газовые потоки. Равномерное распределение напускаемого потока по входному сечению обеспечивается кольцевой системой напуска, разработанной и исследованной на кафедре Э-5 "Вакуумная и компрессорная техника" МГТУ им. Н.Э. Баумана или сеточным сепаратором. Такая система осуществляет подачу газовых потоков одновременно в нескольких точках поперечного сечения вакуумной камеры, при этом потоки равномерно распределены по поперечному сечению и равны между собой. Напускаемые потоки измеряются регулятором расхода газа РРГ-12.

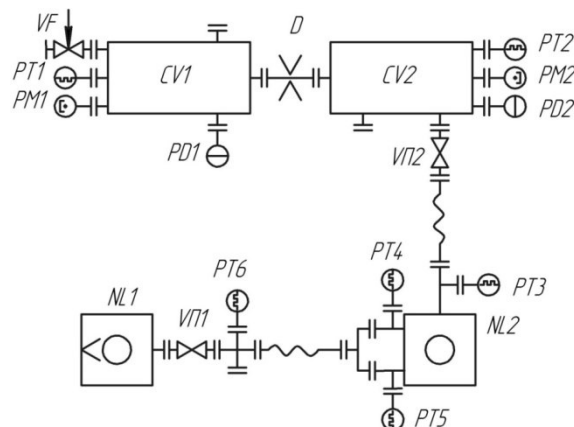


Рис. 1. Принципиальная схема экспериментального стенда.

Не допускается располагать в одной осевой плоскости (на одной образующей поверхности трубы камеры) несколько отверстий с одной стороны диафрагмы. Поэтому оси отверстий для измерения давления до и после диафрагмы расположены в разных плоскостях, проходящих через ось измерительной камеры.

Молекулярно–вязкостный насос NL2, выполняется в разных конструкционных исполнениях, в зависимости от требуемых откачных параметров.

МВВН может работать с форвакуумной системой откачки, либо без нее, т.е. с непосредственным выходом газа в атмосферу. При наличии форвакуумной системы откачки насос предварительно откачивается спиральным вакуумным насосом (NL1) до форвакуумного давления, которое регистрируется преобразователями давления РТ4 – РТ5 в форвакуумной линии. С помощью преобразователя давления РТ6 определяется давление во всасывающем патрубке МВВН.

### Экспериментальные данные

На рис. 2 – 3 построены зависимости максимального отношения давлений, создаваемого МВВН с трапецидальными каналами, от окружной скорости ротора, геометрические параметры которых представлены в таблице 2.

Полученные экспериментальные данные показывают значительное увеличение отношения давлений проточной части насоса, работающей в переходном режиме течения газа (кривая 1 рисунок 8) по сравнению с проточной частью с такими же геометрическими размерами, работающей при вязкостном режиме течения газа (кривые 2, 6 рисунок 8). Так как режим течения газа зависит от геометрических параметров проточной и средней длины свободного пробега молекулы газа, значит, он зависит и от давления газа на стороне нагнетания проточной части. Таким образом, за счет снижения давления нагнетания проточной части можно обеспечить в проточной части насоса переходный режим течения газа и тем самым повысить общее отношение давлений ступени или всего насоса.

Таблица 2. Геометрические данные проточной части насоса

№	№ рисунка	№ кривой на рисунке	$\psi$	$\alpha_{рот}$ , град	$\alpha_{ст}$ , град	$p_n$ , Па
1.	Рисунок 2	1	1	24	24	$10^3$
2.		2	1	24	24	$10^5$
3.		3	1	24	15	$10^5$
4.		4	1	24	8	$10^5$
5.		5	1	24	15	$8 \cdot 10^3$
6.		6	1	24	24	$8 \cdot 10^3$
7.		7	1	24	8	$10^4$
8.		8	1	23	23	$10^5$
9.	Рисунок 3	1	1	24	24	$10^3$
10.		2	1	24	24	$8 \cdot 10^3$
11.		3	1	24	13	$8 \cdot 10^3$
12.		4	1	24	24	$10^5$

При описании основных геометрических параметров проточной части насоса используется безразмерный коэффициент  $\psi$ , определяющий отношение высоты канала к его

ширине. На кривой 2 и 8 коэффициент  $\psi = 1$ , однако, геометрическое значение высоты канала на кривой 2 больше высоты канала на кривой 8.

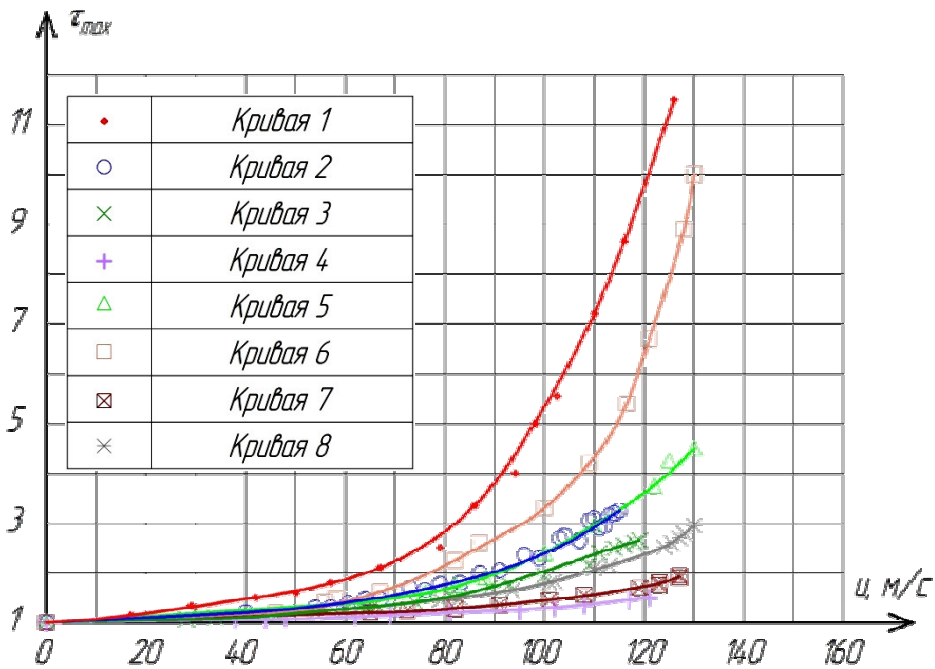


Рис. 2. Зависимость максимального отношения давлений проточной части насоса от окружной скорости.

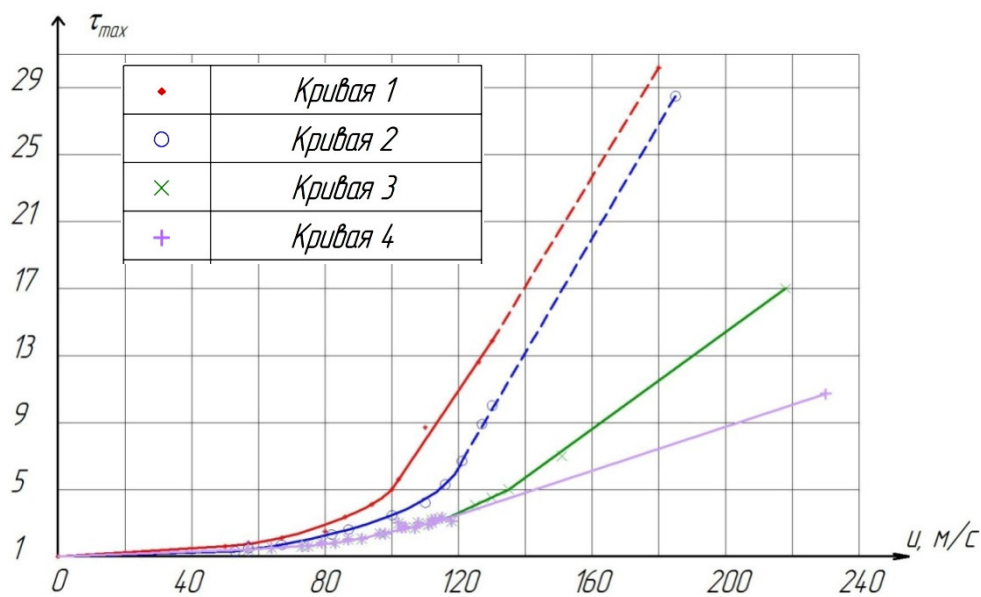


Рис. 3. Зависимость максимального отношения давлений проточной части насоса от окружной скорости.

На рис. 4 построены зависимости быстроты действия от отношения давлений в проточной части МВВН с трапецидальными каналами, геометрические параметры которых представлены в таблице 3. Экспериментальные данные  $S = f(\tau)$  получены при окружной скорости на роторе равной 119 м/с.

Таблица 3. Геометрические данные проточной части.

№	№ кривой на рис.	$\psi$	$\alpha_{рот}$ град	$\alpha_{ст}$ град	$p_n$ , Па	Условие определения $S$
1.	1	1	23.7	23.7	10100	Всасывание
2.	2	1	23.7	23.7	10100	Нагнетание
3.	3	1	23.7	23.7	26200	Всасывание
4.	4	1	23.7	23.7	26200	Нагнетание
5.	5	1	23.7	23.7	38380	Всасывание
6.	6	1	23.7	23.7	38380	Нагнетание
7.	7	1	23.7	23.7 </td <td>101000</td> <td>Всасывание</td>	101000	Всасывание
8.	8	1	23.7	23.7	101000	Нагнетание

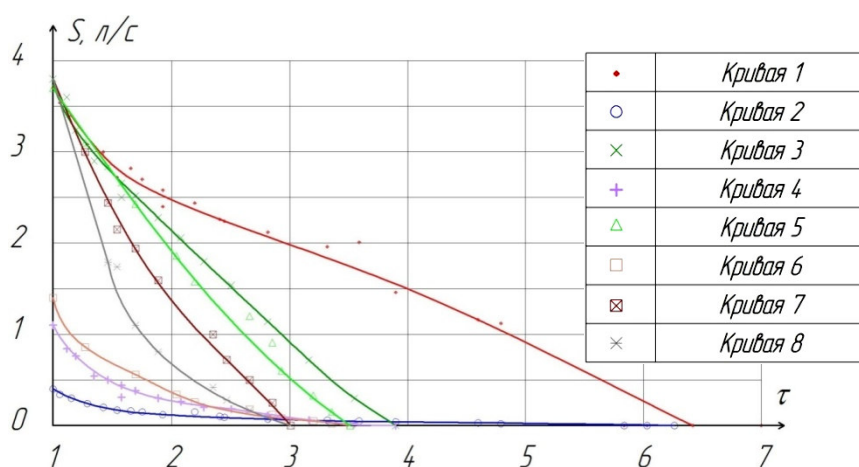


Рис. 4. Зависимость скорости действия проточной части насоса от отношения давлений.

МВВН может использоваться как отдельное средство откачки, обеспечивающее требуемые параметры. Проточная часть молекулярно-вязкостного насоса может применяться в виде форвакуумных ступеней комбинированных турбомолекулярных насосов в качестве альтернативной замены молекулярных и вихревых ступеней. Использование новых проточных частей в форвакуумной части комбинированных турбомолекулярных насосов позволяет увеличить давление нагнетания и скорость действия форвакуумных ступеней, значительно упростить технологию изготовления и сборки вакуумного насоса.

Улучшение откачных параметров МВВН в переходном режиме течения газа связано со снижением влияния вязкостного трения и межмолекулярного взаимодействия молекул газа, и преобладанием взаимодействия молекул газа с поверхностью.

#### Литература

- 1 Свичкарь Е.В., Никулин Н.К., Демихов К.Е. Перспективы развития комбинированных турбомолекулярных вакуумных насосов // Инженерный журнал: наука и инновации. Электронное научно-техническое издание. 2013. №5(17). С. 1 – 15.
- 2 Свичкарь Е.В., Никулин Н.К., Демихов К.Е. Исследование течения газа в канале МВН в вязкостном режиме течения // Известия высших учебных заведений. Серия: Машиностроение. 2012. №10. С. 18–22.
- 3 Свичкарь Е.В., Никулин Н.К., Демихов К.Е. Расчет параметров течения газа в тонких каналах с подвижной стенкой // Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Серия: Машиностроение. 2009. Выпуск 4. С. 19–27.

## Энергетические аспекты повышения надёжности герметизации сверхвысоковакуумных коммутационных устройств

*А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков*

*Москва, НИЦ «Курчатовский институт», пл. Курчатова, 1  
E-mail: Vyazovetskova\_AE@nrcki.ru , Vyazovetskov\_VV@nrcki.ru*

*Выявлены три основные типа деформационных схем прогреваемых сверхвысоковакуумных коммутационных устройств с устойчивым многократным воспроизведением условий герметизации. Приведено сравнение рекомендуемых деформационных схем с распространёнными схемами прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений. Настойчиво рекомендуется новый способ управления клапанами, повышающий надёжность их герметизации и ресурс уплотнителя.*

*Energy aspects of improving the sealing reliability of ultrahigh vacuum switching device. A.E.Vyazovetskova, V.V. Vyazovetskov. Three main types of deformation schemes of heated ultrahigh vacuum switching device with stable repeated reproduction of the sealing conditions were revealed. Comparison of the recommended deformation schemes with the widespread schemes of heated ultrahigh vacuum detachable connections is given. A new method of valve control is urgently recommended, which increases the reliability of its sealing and the life of the sealant.*

Сверхвысоковакуумные прогреваемые коммутационные устройства являются наиболее многочисленными и наименее надёжными элементами. Обзоры разработок в лучшем случае дают деформационные схемы соединений с приведением зависимости величины натекания от прикладываемого удельного усилия (смотри, например, [1- 4]). Многочисленные подходы к анализу процессов герметизации не предоставляют обоснование выбора конкретных конструктивных решений.

В качестве предмета изучения авторами выбран процесс деформации уплотнителя. Силовая герметизация осуществляется заполнением уплотнителем канавок микронеровностей шероховатости герметизирующей поверхности. Одновременно с этим происходит процесс деформации всего уплотнителя, ведущий к изменению его формы и условий дальнейшего взаимодействия [5]. Задача выбора деформационной схемы сводится к отысканию из множества конструкций соединений такого решения, при котором в наибольшей степени реализуется требуемая герметичность разъёмного соединения в процессе эксплуатации.

Процесс герметизации зависят от сложно контролируемых, но очень важных факторов (механических свойств уплотнителя, состояния поверхностей, качества приложения и величины усилия герметизации, совмещении элементов, запылённости помещения). Близкие значения величины натекания могут наблюдаться для разных деформационных схем и условий эксплуатации. Поэтому для анализа деформационных схем использовались существенные признаки выполнения деформационной схемы. Изучение зависимости натекания от величины прикладываемых усилий, гистерезиса натекания, влияния цикличности срабатывания и прогревов для отдельных деформационных схем, а также вопросы выбора материала уплотнителя рассмотрены в статьях [5 – 10] и других работах авторов.

Большую полноту анализа предоставляет предлагаемая нами концепция «рационального процесса многократной герметизации» сверхвысоковакуумных разъёмных устройств, основанная на требованиях к показателям назначения в заданных условиях эксплуатации (отсутствие единственности решения) на каждой стадии работы (до срабатывания, в закрытом состоянии и последующем срабатывании). Главным критерием качества разъёмного соединения выбрана величина циклического натекания –  $Q_n$ . Важна минимизация влияния воздействующих параметров (усилия, числа циклов срабатываний, свойств уплотнителя, точности изготовления герметизирующих элементов и их совмещения, температуры, внешнего механического воздействия, «схватывания» поверхностей) на величину натекания через соединение.

Для предлагаемого подхода системное условие [9, 10]:

$$\begin{cases} Q_n = Q_1(a_0) + \frac{\partial Q(a)}{\partial a} \times \Delta a + \sum \frac{\partial Q(b_i)}{\partial b_i} \times \Delta b_i + \frac{\partial Q(n)}{\partial n} \times (n - 1) < kQ^* \\ \frac{\partial Q(a)}{\partial a} \rightarrow 0; \quad \frac{\partial Q(b_i)}{\partial b_i} \rightarrow 0; \quad \frac{\partial Q(n)}{\partial n} \rightarrow 0 \\ \Delta b_i \rightarrow 0; \Delta a \rightarrow 0 \end{cases} \quad (1)$$

где  $Q_1(a_0)$ ,  $Q_n$ ,  $Q^*$  - величины натекания в рабочем положении соответственно при первом и  $n$  цикле срабатывания и значение величины допускаемого натекания;

Величина допустимого натекания для фланцевых соединений должна быть минимальной ( $Q^* = 10^{-12}$  м<sup>3</sup>Па/с и ниже). Для затворов, учитывая сложность воспроизведения многократного взаимодействия, эта величина больше ( $Q^* = 10^{-10}$  м<sup>3</sup> Па /с и более).

$\partial Q(a)/\partial a$ ,  $\partial Q(b_i)/\partial b_i$ ,  $\partial Q(n)/\partial n$  - средние значения частных производных потока натекания соответственно по управляющему параметру  $a$ , по воздействующим эксплуатационным параметрам  $b_i$  и задаваемому числу срабатываний  $n$ ;

$i$  – текущий параметр соединения;  $k < 1$  - коэффициент запаса ( $0,5 > k > 0,1$ ).

Целью доклада является обоснование выбранных узлов герметизации посредством анализа энергетических процессов при многократной деформации герметизирующих элементов, влияния геометрии герметизирующих поверхностей на необходимую величину прикладываемого усилия и выбора способов передачи энергии на герметизирующие элементы внешним приводом.

Состояние герметизирующего контакта с множеством параметров, влияющих на герметичность контакта, описывалось понятием «комплекс» -  $\hat{K}_i$ . Условия достаточности надёжной эксплуатации сверхвысоковакуумного соединения в процессе многократного срабатывания запишем в виде системы:

$$\begin{cases} \hat{K}_{i-1} \xrightarrow{\Delta \Phi_i [(\Delta \bar{\varepsilon}_i, \Delta \bar{\sigma}_i, \Delta t_i, \Delta T_i)] \Delta \bar{F}_i} \hat{K}_i \\ Q\{\hat{K}_j\} \leq Q_{don} \\ Q\{\hat{K}_i\} - Q\{\hat{K}_{i+1}\} \leq 0 \end{cases} \quad (2)$$

где  $\hat{K}_i$  – комплекс  $i$  состояния герметизирующего контакта рассматриваемой деформационной схемы;

$Q\{\hat{K}_i\}$ ,  $Q_{don}$  – значение натекания в комплексе  $\hat{K}_i$  и величина допустимой течи;

$\Delta \Phi_i$  – изменение формы герметизирующего контакта в комплексе  $\hat{K}_i$ ;

$\Delta \bar{\varepsilon}_i$ ,  $\Delta \bar{\sigma}_i$ ,  $\Delta \bar{F}_i$  – изменение векторных величин деформации уплотнителя, напряжения и прикладываемого усилия;

$\Delta t_i$ ,  $\Delta T_i$  – изменение времени и температуры при образовании комплекса  $\hat{K}_i$ ;

$i, j$  – индексы текущих состояний комплекса контакта.

Первое математическое выражение в системе (2) формально описывает переход состояния герметизирующего контакта в рамках его деформационного взаимодействия с изменением формы, деформации герметизирующих поверхностей и релаксацией внутренних напряжений в герметизирующих элементах с учётом времени и заданных температур, продолжающегося воздействия усилия внешнего привода.

Второе неравенство показывает необходимость выбора типов таких контактов, которые способны обеспечить требуемую степень герметичности соединения.

Третье неравенство указывает, что в заданных условиях эксплуатации в последующих циклах срабатывания величина натекания не должна повышаться. Это условие не является необходимым требованием, однако оно даёт уверенность в надёжности эксплуатации соединения.

Рассмотрим возможности выполнения системы (2), считая причиной отказа снижение контактного напряжения между герметизирующими поверхностями вследствие ползучести

материала уплотнителя из зоны герметизации, а также изменение условий взаимодействия, вызванных изменением площади герметизирующего контакта и поводками герметизирующей поверхности.

Тривиальный случай выполнения системы (2) является термостатированная система с отсутствием внешних нагрузок на соединение. В этом случае получаем

$$\Delta T_i = 0, \Delta \bar{\varepsilon}_i = 0, \Delta \bar{\sigma}_i = 0, \Delta \bar{F}_i = 0, \Delta \Phi_i = 0, \text{ а следовательно } \hat{K}_i = \hat{K}_{i+1} \text{ и } Q\{\hat{K}_i\} = Q\{\hat{K}_{i+1}\}$$

В условиях высокотемпературного термоциклирования ( $\Delta T_i = var, \Delta \bar{\sigma}_i = var$ ) для крупногабаритных соединений неизбежны деформации уплотнителя и твёрдой герметизирующей поверхности. Возможны варианты поведения комплекса  $\hat{K}_i$ :

1. Состояние комплекса  $\hat{K}_i$  с неустойчивой герметизацией

$$\Delta \bar{\varepsilon}_i > 0, \Delta \bar{F}_i \approx 0, \Delta \Phi_i > 0, \text{ следует } \hat{K}_i \neq \hat{K}_{i+1} \text{ и } Q\{\hat{K}_i\} \neq Q\{\hat{K}_{i+1}\}.$$

В этом случае возникает потребность в повышении прикладываемого усилия.

2. Состояние комплекса  $\hat{K}_i$  с устойчивой динамической герметизацией

$$\Delta \bar{\varepsilon}_i > 0, \Delta \bar{F}_i \approx 0, \Delta \Phi_i \approx 0, \text{ следует } \hat{K}_i \approx \hat{K}_{i+1} \text{ и } Q\{\hat{K}_i\} \approx Q\{\hat{K}_{i+1}\}.$$

Такое состояние комплекса  $\hat{K}_i$  соответствует рекомендуемая авторами деформационная схема с «волочением» уплотнителя для прогреваемых клапанов.

Схема со срезанием уплотнителя не принята для испытаний вследствие наличия острого выступа, провоцирующего дополнительную деформацию уплотнителя при прогревах. В работе [11, с.118] экспериментально установили наличие критического радиуса режущей кромки, ниже которого возможно образование схватывание поверхностей. Схема с «волочением» уплотнителя лишена этого недостатка, большой угол наклона герметизирующей поверхности позволяет получать высокую герметичность и широкую площадку гистерезиса натекания [5].

Канавочно-клиновые соединения с одинаковым углом наклона зуба и канавки, равным девяносто градусов, не позволили получить высокую степень герметичности [12]. Только со снижением угла наклона образующих поверхностей канавки до шестидесяти градусов появились локальные зоны с повышенным напряжением сжатия уплотнителя, обеспечивающие требуемую герметичность соединения.

3. Состояние комплекса  $\hat{K}_i$  с устойчивой статической герметизацией

$$\Delta \bar{\varepsilon}_i \approx 0, \Delta \bar{F}_i \approx 0, \Delta \Phi_i \approx 0, \text{ следует } \hat{K}_i \approx \hat{K}_{i+1} \text{ и } Q\{\hat{K}_i\} \approx Q\{\hat{K}_{i+1}\}.$$

Для упругого уплотнителя такое схемное решение очевидно. Деформационная схема имеет самое широкое использование во фланцевых соединениях и в затворах вследствие высокой надёжности герметизации. Авторы также рекомендуют данную схему для прогреваемых крупногабаритных сверхвысоковакуумных затворов, при этом надо снижать поток газовой выделений из уплотнителя в перекрываемую магистраль.

Применительно к пластичному уплотнителю сделаем уточняющее замечание. Условием отсутствия текучести пластичного материала для элементарного участка является неравенство:

$$(\sigma_{\max} + \Delta \sigma_{\max}) - (\sigma_{\min} + \Delta \sigma_{\min}) \leq \beta \sigma_s, \tag{3}$$

где  $\sigma_{\max}, \sigma_{\min}$  – первоначальное значение максимального и минимального значения напряжений в элементарной прямоугольной ячейке;

$\Delta \sigma_{\max}, \Delta \sigma_{\min}$  – величина изменения напряжений;

$\sigma_s$  – предел текучести материала уплотнителя;

$\beta$  – коэффициент, зависящий от величины среднего напряжения ( $1 \leq \beta \leq 2/\sqrt{3}$ )

В соответствии с неравенством (3) перемещение в зоне герметизации не произойдёт, если близлежащий участок находится под напряжением, сравнительно близким по значению с наибольшим напряжением. Зона застоя создаётся в рекомендуемых нами модернизированных канавочно-клиновых фланцевых соединениях.

Деформация тонкой плёнки уплотнителя требует повышенных напряжений, однако схема чувствительна к отклонению от правильной геометрической формы твёрдых поверхностей герметизирующих элементов. Возникающие при термоциклировании поводки (микроробления) твёрдых герметизирующих элементов приводят к резкому возрастанию натекания [8, 13].

При наличии внешнего силового воздействия сохранение герметичности контакта возможно при малости его усилия по сравнению с прикладываемым усилием герметизации и наличии широкого плато на графике зависимости натекания от прикладываемого усилия. В связи с этим повышенные усилия герметизации не являются большим недостатком. Д.Б.Зворыкин в фланцевых соединениях увеличивал прикладываемые усилия после достижения максимальной герметичности [12].

Выбранные схемы для фланцевых и клапанных соединений показали высокую степень герметизации в испытаниях при комнатной температуре. Канавочно-клиновые фланцевые соединения успешно эксплуатируются десятилетиями. Затворы типа ЗПТ с эластомерным уплотнителем также доказали свою надёжность. Воспроизводимость условий герметизации в деформационной схеме с «волочением» уплотнителя для клапанов позволяет надеяться на благоприятный исход термических испытаний.

Сравнение выбранных деформационных схем с некоторыми известными схемами по изучаемым показателям приведено в прилагаемой таблице.

Таблица. Сравнительные характеристики основных деформационных схем сверхвысоковакуумных коммутационных устройств.

Показатели качества деформационной схемы	Тип деформационной схемы							Эластичные плёночные элементы
	Сминание уплотнителя	Внедрение выступа		Канавочно-клиновая	Упругость герметизирующего элемента			
		CF	Волочение		Helicoflex	Vatring	Эластомер	
<u>Показатели назначения:</u> - локализация зоны герметизации - устойчивость зоны герметизации - гистерезис натекания - температурный интервал - влияние пыли на герметичность	-	-	+	++	+	+	+	-
<u>Технологические показатели:</u> - простота изготовления - восстанавливаемость герметизирующих поверхностей	+	+	+	+	-	-	+	-
<u>Удобства эксплуатации:</u> - удобство монтажа - необходимость подтяжки - стоимость	----	-	----	+	-	----	+	----
	-	-	+	++	+	----	+	----
	уд	уд	уд	уд	высокая	высокая	низкая	высокая

Примечание. + - хорошо, -- плохо, уд – удовлетворительно.



Самые широкие возможности в повышении надёжности герметизации и ресурса уплотнителя предоставляет новый способ управления клапанами [14].

Проведённая работа позволила сделать следующие выводы и рекомендации.

1. Несмотря на многолетнюю потребность, отмечается застой в разработках надёжного сверхвысоковакуумного прогреваемого коммутационного оборудования. Отсутствие научно обоснованных рекомендаций по выбору узлов герметизации свидетельствует о наличии проблемной задачи и необходимости привлечения новых представлений о природе проходящих в зоне герметизации процессов, определяющих вакуумную плотность и эксплуатационную надёжность данных соединений.

2. На основании ранее представленной концепции конструирования соединений и понятия «отказа» предложено понятие «рационального герметизирующего контакта». В соответствии с принятыми модельными представлениями определены три деформационные схемы с достижением устойчивого воспроизведения условий многократного взаимодействия герметизирующих элементов при термодублировании разъёмных соединений.

3. Рассмотрены особенности течения пластичного уплотнителя у резких изломов геометрии герметизирующей поверхности. Рекомендуются наклонное взаимодействие герметизирующих элементов и локализация одной зоны герметизации с препятствием перемещения пластичного материала уплотнителя из участка герметизации на его свободную поверхность.

4. Проведено сравнение рекомендуемых конструктивных решений с основными схемами герметизации применяемых соединений. Указаны преимущества и недостатки предлагаемых деформационных схем узлов герметизации.

5. Настоятельно рекомендуется новый способ управления клапанами, повышающий надёжность герметизации клапана и ресурс работы уплотнителя.

6. Согласно рекомендациям изготовлены рабочие образцы соединений, которые успешно прошли испытания на герметичность при комнатной температуре. Возможная величина натекания находилась за порогом чувствительности средств течеискания.

7. Необходимо объединить усилия заинтересованных лиц для проведения всесторонних термомеханических испытаний опытных образцов соединений.

#### Литература

1. J.P. Boulloud, J. Schweitzer. Etude expérimental de joits métalliques pour ultra-vide, Vide, 1959, № 82.-Juillet-Août, pp.241-249.
2. С.Н. Домрачёв, В.Я. Моисеев, Г.Л. Саксаганский. Конструирование разъёмных вакуумных соединений с металлическими уплотнителями. Электронная техника, серия 4. Электровысоковакуумные и газоразрядные приборы. 1975 г., с.67 – 74.
3. A.Rot. Sealing mechanisms in bakeable vacuum seals The Journal of Vacuum Science & Technol. A1 (2), Apr-June 1983, p.211-219.
4. А.С.Шувалов. Соединительные элементы сверхвысоковакуумных систем. Вакуумная техника и технология, 1994 г., т.4, № 4, с.2-25.
5. В.В.Вязовецков. Экспериментальные результаты исследования герметизации сферических пар. Межвузовский сборник Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП, М.1984 г., с.149-155.
6. В.В.Вязовецков. Вопросы конструирования сверхвысоковакуумных клапанов с деформируемым уплотнителем, межвузовский сборник Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП. М. МИЭМ, 1986г., с. 81-86
7. В.В.Вязовецков. Механика герметизации в металлических уплотнениях. Тезисы докладов Всесоюзной конференции Современные вопросы механики и технологии машиностроения, ч. II, М. 1986 г., с.101.
8. В.В.Вязовецков, В.Л.Орлов, Н.И.Столяров. Выбор материала и испытания уплотнительных пар типа сталь-сталь для плоских затворов. Тезисы докладов научно-технической конференции Вакуумная наука и техника. Гурзуф 1994 г., с.156.
9. В.В. Вязовецков. Коммутационные устройства с радиальной герметизацией, тезисы докладов научно-технической конференции Вакуумная наука и техника, Гурзуф, 1999 г., с.35-36.

10. А.Е. Вязовецкова, В.В.Вязовецков, Е.В.Вязовецков. Обоснование выбора деформационных схем разъемных цельнометаллических коммутационных устройств. /Материалы XX юбилейной научно-технической конференции Вакуумная наука и техника. Под ред. д.т.н., профессора Д.В. Быкова. М. МИЭМ, 2013, с.93 - 96.
11. У. Паркер, Дж.Марк. Большой прогреваемый вентиль для сверхвысоковакуумных систем. /Перевод докладов 7 симпозиума по вакуумной технологии, сборник статей Современная вакуумная техника, - М.: Издательство иностранной литературы, 1963г. с.116-120.
12. Д.Б.Зворыкин. Вопросы расчёта и конструирования цельнометаллических высоковакуумных систем и их элементов. Диссертация на соискание учёной степени к. т. н. М., 1955 г.
13. C.L. Foerster and D.McCafferty. Selection and evaluation of ultrahigh vacuum gate valve for ISABELLE beam line vacuum system. J.Vac.Sci.Technol. April 1981, p. 997-1000.
14. Патент на изобретение № 2348851 Российской Федерации «Способ дистанционного управлением клапаном варианты» / В.В. Вязовецков. – Опубликовано 10.03.2009 г., Бюл. №7, 2009г.

## **Влияние напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока на микротвердость модифицированного слоя стали 40X**

***В.М. Шулаев, И.М. Пастух, Г.Н. Соколова, И.Ф. Михайлов, С.В. Суровицкий  
НПП «НИТТИН», г.Белгород.***

*Исследованы элементный и фазовый состав, структура и микротвердость поверхности образцов стали 40X после азотирования в тлеющем разряде. Безводородное модифицирование производилось вариацией энергетических параметров. Обнаружено, что наибольшее значение микротвердости в модифицируемом поверхностном слое достигается при максимальном энергетическом воздействии (большой плотности разрядного тока и высоком напряжении между электродами разрядной камеры) на поверхность.*

***Influence of voltage between eletrodes of the discharge chamber and the discharge current density on microhardness of steel 40X modified layer. V.M.Shulayev, I.M.Pastukh, G.N.Socolova, I.F.Mikhailov, S.V.Surovitskiy. The elemental and phase composition, structure and microhardness of steel 40X samples surface after nitriding in glow discharge have been investigated. Hydrogen-free modification has been carried out via variation of energetic parameters. It was found that maximal microhardness within modified surface layer is achieved via maximal energetic influence (high density of the discharge current and high voltage between electrodes of the discharge chamber) on the surface.***

### **1. Введение**

Химико-термическая обработка в тлеющем разряде является эффективной технологией модификации поверхности металлов, которая позволяет улучшать свойства их поверхностных слоев (твердость, коррозионную стойкость, износостойкость) путем изменения толщины диффузионной зоны и её фазового состава [1]. Азотирование оценивается как наиболее перспективный и отвечающий большинству современных требований технологический процесс [2]. Однако для его адекватной практической реализации необходимо реализовать концепцию управляемости результатов термообработки в зависимости от требований предстоящей эксплуатации изделия, прошедшего насыщение азотом [3]. Параметры модификации поверхности в тлеющем разряде в настоящее время определяются путем технологических проб [4]. До последнего времени традиционными технологическими параметрами считались – температура насыщения поверхности азотом, давление газовой смеси в разрядной камере, состав газовой смеси и продолжительность процесса азотирования. Но как показывает практика

последних лет, имеются еще неисследованные технологические факторы, влияющие на процесс азотирования [5].

## **2. Цель и задачи исследования**

Целью работы являлось исследование протекания процессов модификации поверхности в условиях безводородного азотирования в тлеющем разряде в зависимости от плотности разрядного тока и напряжения между электродами разрядной камеры. Объектами исследования служили образцы стали 40Х.

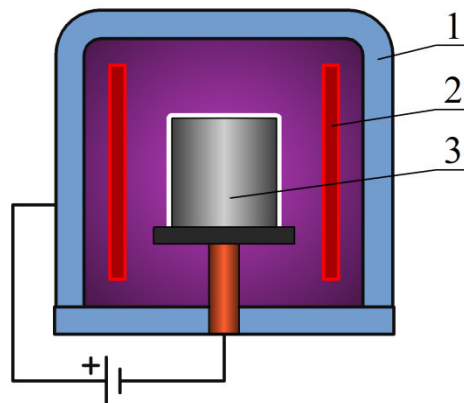
Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

- провести безводородное азотирование в тлеющем разряде образцов на промышленной установке модели БАТР-1 при различных давлениях газовой смеси постоянного состава (80 % азота, 20 % аргона) в зависимости от энергетических параметров;
- исследовать элементный состав образцов стали 40Х до и после азотирования;
- исследовать фазовый состав, структуру и микротвердость образцов после азотирования;
- установить влияние энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотностью разрядного тока) на увеличение твердости модифицированных слоев.

## **3. Методики исследований**

### **3.1. Оборудование для безводородного азотирования в тлеющем разряде**

Экспериментальные исследования проводились на промышленной установке БАТР-1 (производства ООО «НПП «НИТТИН», г. Белгород, Россия), которая предназначена для азотирования в тлеющем разряде диодного типа на постоянном разрядном токе в безводородной газовой среде. Образцы нагревались внешним автономным нагревательным элементом. Конфигурация оборудования для проведения процесса приведена на рис. 1.



*Рис. 1. Конфигурация оборудования для проведения процесса безводородного азотирования в тлеющем разряде: 1 – разрядная камера с холодными стенками (анод); 2 – автономный нагревательный элемент; 3 – стакан с азотируемыми образцами (катод), имитирующий садку.*

Контроль температуры проводился с помощью пирометра модели АПИР-С (ООО НПО "Спектр", Россия). Измерительная система пирометра тарировалась в условиях, аналогичных реальному тлеющему разряду.

Основные технические характеристики установки приведены в таблице 1.

Таблица 1. Технические характеристики установки БАТР-1.

Характеристика	Значение
Мощность разряда, кВт	5
Диаметр камеры, мм	450
Рабочая высота камеры, мм	700
Число камер	1
Максимальное напряжение, В	1200
Максимальный ток разряда, А	4
Минимальное давление, Па	1,33
Необходимая площадь, м <sup>2</sup>	9

### **3.2. Анализ элементного состава**

Исследования элементного состава выполнены на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре «Спрут» производства АО «Укррентген» с SDD детектором X-123 (Amptek, США). Идентификация марки стали произведена путём определения 8 химических элементов, включая углерод.

### **3.3. Исследования фазового состава, структуры и микротвердости**

Рентгенофазовый анализ производили на дифрактометре ДРОН-3 в фильтрованном излучении железного анода, в диапазоне углов  $2\theta=20\div 100^\circ$  с шагом сканирования  $0,1^\circ$  и временем экспозиции 10 секунд. Рентгеносъёмки выполнены от плоских торцов цилиндрических образцов, подвергнутых азотированию в глубину модифицированного слоя. Размеры областей когерентного рассеяния в азотосодержащих фазах определены методом аппроксимации. Микротвердость определялась на приборе ПМТ-3 с фиксацией значений микротвердости  $HV_{0,1}$  как на поверхности, так и на определенном расстоянии от поверхности вглубь образца.

### **3.4. Материал и форма образцов**

Объектами исследования служили образцы из стали 40X в состоянии поставки с металлургического завода, которая соответствует стандарту по постоянным примесям, которые вводятся в сталь специально по ГОСТ 4543-71. По случайным примесям контроль химического состава стали 40X данным ГОСТом не предусмотрен. Результаты входного анализа химического состава стали 40X, которая подвергалась исследованиям, соответствуют ГОСТ 4543-71. Все элементы, которые обнаружены в стали 40X по результатам анализа, по количеству рассматриваются как постоянные примеси. Легирующими добавками является только хром и углерод. Таким образом, входной контроль химического состава показал, что исследованию подвергались образцы стали 40X, которые полностью соответствуют стандарту на качественную конструкционную сталь.

Форма образцов цилиндрическая, диаметр 5 мм, длина 20 мм. Для создания азотированного слоя плоские торцы образцов подвергались обработке. Образцы были исследованы на предмет поглощения аргона в процессе азотирования в разреженной активизированной газовой смеси, содержащей аргон. Присутствие аргона в поверхностном слое стали 40X выявлено не было. Растворимость аргона в стали 40X отсутствует, а имплантации ионизированного аргона при использованных энергетических параметрах не наблюдалось. Поэтому все результаты, полученные в настоящей работе, связаны с взаимодействием на границе раздела разреженного активизированного азота из газовой смеси азота с аргоном с поверхностью стали 40X.

## **4. Результаты экспериментов и их обсуждение**

Сводка данных по давлению газовой смеси в разрядной камере, энергетическим параметрам (напряжение между электродами разрядной камеры и плотностью тока), интенсивности дифракционных линий от регистрируемых фаз модифицированного слоя, размеров областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей и микротвердости на поверхности приведены в таблице 2.

Таблица 2. Сводные данные по безводородному азотированию стали 40X в тлеющем разряде.

Технические характеристики	Серия режимов	Номер режима								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Давление $p$ , Па (мм рт.ст.)	53 (0,4)			107 (0,8)			160 (1,2)		
2	Напряжение $U$ , В	1100	820	515	840	515	300	700	515	300
3	Плотность разрядного тока $j$ , А/м <sup>2</sup>	11	7,2	3,2	13,2	7,2	2,8	15,8	12,8	7,2
4	Интенсивность (111)Fe <sub>4</sub> N, отн.ед	63	9	-	75	-	-	47	93	-
5	Интенсивность (211)Fe <sub>2</sub> N, отн.ед	22	5	-	45	-	-	113	12	-
6	Интенсивность (110)Fe, отн.ед	22	11	250	55	310	210	10	45	260
7	L(Fe <sub>4</sub> N), нм	25,8	25,8	-	31,7	-	-	35,3	45,8	-
8	HV <sub>0,1</sub> микротвердость на поверхности	796	676	412	647	444	230	842	625	238

Распределение микротвердости по глубине модифицированного поверхностного слоя стали 40X при безводородном азотировании в тлеющем разряде приведено в Таблице 3.

Безводородное азотирование образцов в тлеющем разряде происходило в газовой смеси азот–аргон (80 % азота, 20 % аргона), при температуре 560 °С в течение 4 часов при указанных режимах по давлению газовой смеси, плотности разрядного тока и напряжению между электродами разрядной камеры (таблица 2).

Таблица 3. Микротвердость стали 40X по глубине модифицированного слоя

Толщина слоя Номер режима	Расстояние от поверхности вглубь образца, мкм							
	0	25	50	100	200	300	500	1000
1	796	533	481	450	366	313	273	274
2	676	524	480	421	310	263	251	252
3	412	427	365	289	253	266	256	257
4	647	469	448	439	344	306	269	258
5	444	367	383	360	295	264	255	250
6	230	227	257	254	255	256	253	250
7	842	492	464	446	360	296	249	243
8	625	447	447	407	345	284	249	254
9	238	255	233	236	243	239	240	240

#### 4.1. Фазовый состав модифицированного слоя

Результаты рентгенофазового анализа плоских торцевых поверхностей, подвергнутых азотированию, представлены в табл. 2. При давлении газовой смеси 0,4 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз Fe<sub>4</sub>N и Fe<sub>2</sub>N.

При напряжении 1100 В и плотности разрядного тока 11 А/м<sup>2</sup> формируются диффузионный слой содержащий  $\xi$ -,  $\gamma'$ - и  $\alpha$ -фазы (табл. 2, Образец № 1). Причем из соотношения интенсивностей дифракционных максимумов следует, что количество  $\gamma'$ -фазы примерно в 3 раза превосходит содержание  $\xi$ -фазы. Со снижением величины напряжения (820 В) и плотности разрядного тока (7,2 А/м<sup>2</sup>) формируется нитридная зона, содержащая  $\xi$ -,  $\gamma'$ - и  $\alpha$ -фазы (табл. 2, Образец № 2). При малом значении напряжения (515 В) и низкой плотности разрядного тока (3,2 А/м<sup>2</sup>) нитридная зона не образуется. На дифрактограмме (табл. 2, Образец № 3) присутствуют интерференционные максимумы от  $\alpha$ -фазы (N-феррит).

При давлении газовой смеси 0,8 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз. При напряжении 840 В и плотности разрядного тока 13,2 А/м<sup>2</sup> формируются нитридный слой, содержащий  $\xi$ -,  $\gamma'$ - и  $\alpha$ -

фазы, но с относительно возросшим количеством  $\xi$ -фазы (табл. 2, Образец № 4). Снижение напряжения (515 В и 300 В) и уменьшение плотности разрядного тока (7,2 А и 2,8 А) приводит к исчезновению нитридных фаз (табл. 2, Образцы № 5 и № 6) присутствуют только интерференционные максимумы от  $\alpha$ -фазы (N-феррит).

При давлении газовой смеси 1,2 мм рт.ст. азотирование в зависимости от плотности разрядного тока и приложенного напряжения между электродами разрядной камеры привело к формированию в модифицированном слое следующих нитридных фаз. При напряжении 700 В и 515 В с плотностью разрядного тока 15,8 А/м<sup>2</sup> и 12,8 А/м<sup>2</sup> соответственно, формируются нитридные зоны, содержащие  $\xi$ -,  $\gamma'$ - и  $\alpha$ -фазы. Количество  $\xi$ -фазы уменьшается со снижением напряжения до 515 В и плотности разрядного тока до 12,8 А/м<sup>2</sup>. Со снижением напряжения до 300 В и уменьшением плотности разрядного тока до 7,2 А/м<sup>2</sup> нитридная зона не образуется. На дифрактограммах обнаруживается только одна  $\alpha$ -фаза (табл. 2, Образец № 9).

Таким образом, исследование фазового состава модифицированных слоев поверхности стали 40X после безводородного азотирования в тлеющем разряде при трех разных давлениях газовой смеси азот-аргон выявило наличие высшего нитрида железа  $\xi$ -фазы – Fe<sub>2</sub>N с ростом энергетических параметров процесса, а также полное отсутствие  $\epsilon$ -фазы – Fe<sub>2-3</sub>N. Основной фазой во всех экспериментах была  $\alpha$ -фаза (N-феррит). В этой связи полученные результаты по безводородному азотированию в тлеющем разряде стали 40X полезно сопоставить с данными по азотированию железа в среде аммиака при классическом печном газовом азотировании [6] и ионном (в тлеющем разряде) азотировании на установке ИОН–30 [7].

При насыщении азотом поверхности образцов стали 40X в среде аммиака ниже температуры эвтектоидного распада (590 °С) формирование диффузионной зоны должно подчиняться общему правилу, согласно которому диффузия между двумя компонентами вызывает образование однофазных слоев, соответствующих однофазным областям диаграммы состояния железо–азот, пересекаемый изотермой при температуре насыщения. Последовательность распределения нитридных фаз в азотированном слое от поверхности в глубину образца такая же, что и для однофазных областей на диаграмме состояния [6]. Такая последовательность образования нитридных фаз в диффузионной зоне при азотировании железа (сталей) в аммиаке была многократно подтверждена, в том числе и методом высокотемпературной рентгенографии [6]. В работе [8] данное правило для насыщения поверхности стали в среде аммиака при температурах ниже эвтектоидной практически приравнивается к универсальному, несмотря на то, что образующиеся фазы в азотируемом слое соответствуют метастабильной системе Fe–N. В соответствии с этим правилом в метастабильной системе образуются следующие фазы:

- $\alpha$ -фаза (N-феррит), которая представляет собой азотистый феррит с ОЦК решеткой;
- $\gamma'$ -фаза, которая соответствует твердому раствору на базе нитрида Fe<sub>4</sub>N с ГЦК решеткой;
- $\epsilon$ -фаза, твердый раствор на базе нитрида Fe<sub>2-3</sub>N, основой которой является плотная гексагональная упаковка атомов железа.

Особняком стоит  $\xi$ -фаза – Fe<sub>2</sub>N – высший нитрид железа. Она имеет ромбическую решетку с упорядоченными атомами азота. Кристаллическую структуру  $\xi$ -фазы рассматривают как искаженную модификацию  $\epsilon$ -фазы (псевдогексагональная). Высший нитрид железа устойчив при азотировании в равновесии с аммиаком при температуре ниже 450 °С. При более высоких температурах в атмосфере аммиака он распадается даже при небольшом содержании водорода. В наших экспериментах данная фаза возникала как продукт распада пересыщенного азотом поверхностного слоя при охлаждении образцов вместе с держателем.  $\xi$ -фаза кристаллографически ориентирована по отношению к  $\gamma'$ -фазе.

В случае азотирования в установке ИОН–30 в разреженном аммиаке фазовый состав нитридной зоны может состоять из  $\epsilon$ - или  $\gamma'$ -фазы [7].

Из сопоставления фазового состава модифицированного слоя, полученного по разным технологиям, следует, что при безводородном азотировании в тлеющем разряде, наряду с группой традиционных режимных технологических параметров, существенную роль в процессах фазообразования в модифицированном слое стали 40X играют энергетические параметры – плотность разрядного тока и напряжение между электродами разрядной камеры.

Причем ниже определенной величины по напряжению между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока нитридная зона не образуется.

#### **4.2. Структура модифицированного слоя**

Средний размер (L) областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения для  $\gamma'$ -фазы приведен в табл. 2, строка 7. При всех режимах безводородного азотирования в тлеющем разряде размер областей когерентного рассеяния  $\gamma'$ -фазы изменялся с ростом давления газовой смеси от 28,8 до 45,8 нм. Таким образом насыщение азотом модифицированной поверхности стали 40X не связано с заметным изменением зеренной структуры нитридной  $\gamma'$ -фазы. Для  $\epsilon$ -фазы средний размер областей когерентного рассеяния не определялся. Основная  $\alpha$ -фаза (N-феррит) в процессе насыщения азотом зеренную структуру не изменяла. Изменение размера областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (табл. 2, строка 7) вряд ли могло заметным образом повлиять на микротвердость модифицированной поверхности образцов (табл. 2, строка 8), хотя эти изменения микротвердости весьма изрядны.

#### **4.3. Микротвердость модифицированного слоя**

Данные по микротвердости поверхности образцов показаны в табл. 2, строка 8. Наиболее чувствительной характеристикой к насыщению азотом модифицируемой поверхности при вариации энергетических параметров оказалась микротвердость. Она существенно меняется не только на поверхности (табл. 2, строка 8), но и по глубине азотированного слоя (табл. 3). Со снижением давления имеет место увеличение подводимой мощности к модифицируемой поверхности. При давлении 1,2 мм рт.ст. с увеличением напряжения и плотности разрядного тока происходит упрочнение модифицированного поверхностного слоя и микротвердость возрастает от HV 238 до HV 842. При давлении 0,8 мм рт.ст. повышение мощности приводит к росту микротвердости от HV 230 до HV 647. При давлении 0,4 мм рт.ст. повышение мощности приводит к росту микротвердости от HV 412 до HV 796. Такая сильная зависимость изменений микротвердости в азотированном слое от приложенного напряжения к электродам разрядной камеры и увеличения плотности разрядного тока указывает на важную роль этих энергетических параметров.

### **5. Выводы**

1. Проведено безводородное азотирование в тлеющем разряде серии образцов стали 40X в промышленной установке модели БАТР-1 при различных давлениях газовой смеси постоянного состава (80 % азота, 20 % аргона) в зависимости от энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока).

2. Проведен анализ элементного состава образцов стали 40X до и после азотирования. Исходные образцы по элементному составу соответствовали стандарту. После азотирования наличие аргона в образцах не выявлено.

3. Исследован фазовый состав, структура и микротвердость модифицированного слоя. При модифицировании поверхности автономно подогреваемых образцов стали 40X безводородным азотированием в тлеющем разряде путем вариации энергетических параметров, кроме учета группы традиционных режимных технологических параметров (температура образцов, давление газовой смеси в разрядной камере, состав газовой смеси, продолжительность процесса азотирования) необходимо учитывать и энергетические параметры (плотность разрядного тока и напряжение между электродами разрядной камеры).

4. Установлено влияние энергетических параметров (напряжения между электродами разрядной камеры и плотностью разрядного тока) на увеличение твердости модифицированных слоев. Максимальная микротвердость поверхности достигается при наибольшем энергетическом воздействии на модифицируемую поверхность. Экспериментально обнаружено наличие граничного значения напряжения между электродами разрядной камеры и плотности разрядного тока (удельная мощность), ниже которой нитридная зона на поверхности азотируемого образца не образуется.

### **Литература**

1. Mittemeijer E.J. Thermochemical Surface Engineering of Steels. / E.J. Mittemeijer, A.J.-M. Somers. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 62, 2015. – 792 p.

2. Pye D. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing / D. Pye. ASM International, 2003. – 256 p.
3. Active screen plasma nitriding: H.–J. Spies, H. Biermann, I. Burlacov, K. Börner. // Adv. mat. & proc. – 2013. – Vol. 66. – P. 66–68.
4. Yagita K. Plasma nitriding treatment of high alloy steel for bearing components [Text]: K. Yagita, C. Ohki. NTN Technical review. 78. (2010), 33–40.
5. Li G. Effect of DC plasma nitriding temperature on microstructure and dry-sliding wear properties of 316L stainless steel / Li, G., Peng, Q., Li C., Wang Y., Gao, J., Chen, S., Wang, J., Shen, B. // Surface & Coatings Technology. – 2008. – 202. – P. 2749–2754.
6. Лахтин Ю.М. Азотирование стали / Ю.М. Лахтин, Я.Д. Коган. – М.: Машиностроение, 1976. – 256 с.
7. Герасимов С.А., Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов / С.А. Герасимов, Л.И. Куксенова, В.Г. Лаптева. – 2-е изд., испр. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. – 518 с.: ил.
8. Лахтин Ю.М. Диффузионные основы процесса азотирования / Ю.М. Лахтин // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1995. – № 7. – С. 14–17.

## **Порядок калибровки, поверки течеискателей и аттестации специалистов неразрушающего контроля**

*М.Л. Виноградов, Д.К. Кострин*  
*Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», ул. Профессора Попова, 5*  
*E-mail: [mlyinogradov@etu.ru](mailto:mlyinogradov@etu.ru)*

*Публикация направлена на разъяснение вопросов метрологии приборов для контроля герметичности, применяемых на территории Российской Федерации. Рассмотрены две группы процедур, выполняемых в целях установления возможности применения оборудования предназначенного для поиска течей для численной оценки степени негерметичности: поверка и калибровка. Отдельно представлен порядок калибровки стационарных установок контроля герметичности, установленных на конвейерном производстве, и вопросы аттестации персонала в области неразрушающего контроля.*

*Calibration and verification of leak detectors and staff certification in non-destructive testing. M.L. Vinogradov, D.K. Kostrin. The publication is aimed at clarifying the issues of metrology equipment for leakage control used in the Russian Federation. There are two groups of procedures that are performed in order to establish the possibility of using leak detectors for the quantitative measurement – government verification and calibration. Calibration of stationary leak detections systems mounted on the assembly line and staff certification in the field of non-destructive testing are also presented.*

**Поверка течеискателей.** Поверка прибора – это совокупность операций, выполняемых с целью подтверждения соответствия средства измерений метрологическим требованиям. Согласно Федеральному закону №102 «Об обеспечении единства измерений», средства измерений, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежат поверке. Таким образом, если предприятие работает в сферах деятельности, попадающих под государственное регулирование, течеискатель на производстве должен быть поверен. Из типичных сфер производства, где применяются приборы контроля герметичности, в область государственного регулирования попадают: атомная энергетика, здравоохранение и оборонные предприятия. Полный список приведен в п.3 ст.1 ФЗ №102 [1].



Для осуществления поверки течеискателя органом метрологического надзора, прибор должен быть внесен в государственный реестр средств измерений. Для предприятия данный способ обеспечения единства измерений, как правило, требует ежегодной остановки цикла производства для отправки течеискателя в метрологическую организацию с целью проведения поверки.

При внесении масс-спектрометрического течеискателя в реестр средств измерений устанавливается новый метрологический параметр – относительная погрешность измерений течеискателя, который определяет точность измерений истечения гелия. Как следует из анализа документации Росстандарт, для большинства течеискателей поставщиками заявлено очень малое значение допустимой погрешности измерений при поверке прибора – не более 15%.

Делается это, по-видимому, для получения преимуществ при участии в аукционах на поставку приборов. Представители метрологических организаций отмечают, что для заказчика оборудования это приводит к дополнительным трудностям при ежегодной поверке. Новый течеискатель, поставляемый производителем, данному требованию удовлетворяет. Однако, когда после года эксплуатации предприятие обратится для поверки прибора, указанное требование может оказаться невыполненным. В таком случае, орган метрологического контроля не имеет право выдавать документы о допустимости применения прибора для количественных измерений потока гелия.

Значение допустимой погрешности для течеискателя в 15% соответствует случаю, когда прибор, при подключении эталонной течи  $3 \cdot 10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с, индицирует показание  $3,45 \cdot 10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Очевидно, что для обеспечения повторяемых измерений с такой точностью вакуумная система прибора должна быть в идеальном техническом состоянии, что редко возможно в условиях реального производства.

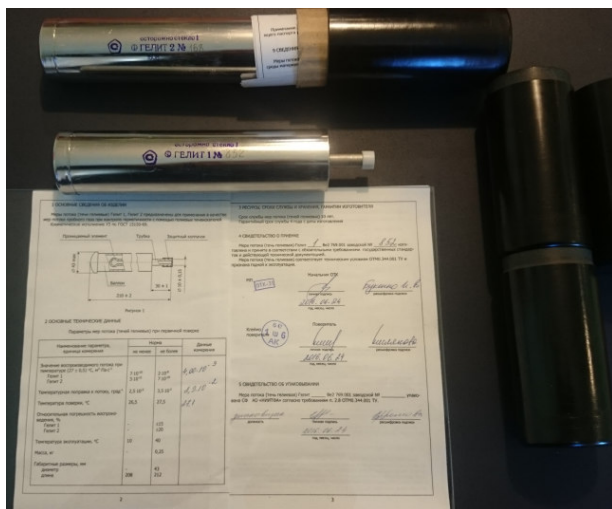
**Калибровка течеискателей.** Калибровка течеискателя – это совокупность операций, выполняемых в целях определения действительных значений метрологических характеристик и метрологической пригодности течеискателя, который применяется вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений. Выбирать в качестве метрологической операции калибровку приборов контроля герметичности следует, например, представителям иностранных производств, работающих на территории России. Калибровка соответствует международным стандартам предприятий автомобильной, холодильной, электронной, топливной, гражданской авиационной и судостроительной отраслей промышленности. Калибровка течеискателя выполняется с использованием эталонов единиц потока, давления или расхода, прослеживаемых к государственным первичным эталонам.

В данном случае течеискатель позиционируется в качестве СТО (специального технологического оборудования). При измерениях потоков из мест нарушения герметичности используется метод сравнения с мерой потока, такой, например, как контрольная течь типа Гелит. Погрешность измерения определяется погрешностью меры потока. В данном случае, именно мера потока подлежит контролю органами метрологического надзора.

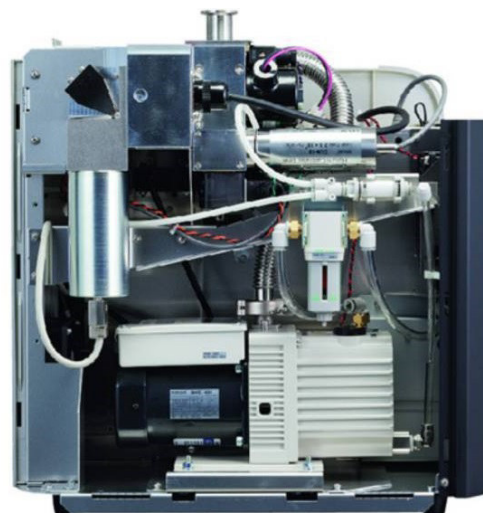
Межповерочный интервал для меры потока Гелит 1 составляет один год, для Гелит 2 – два года. Течи гелиевые поставляются с отметкой о государственной поверке. В случае своевременной поверки контрольной течи, установленной в течеискателе, прибор можно применять для количественных измерений потока течей. С применением гелиевых течей Гелит (рис. 1) производится калибровка приборов иностранного производства, таких, например, как японский гелиевый масс-спектрометрический течеискатель Ulvac Heliot (рис. 2). Этот прибор в 2016 г. признан лучшим инновационным продуктом в сфере высоких технологий в рамках выставки Вакуумтехэкспо [2]. Выполнение калибровки позволяет применять течеискатель на территории России для количественных измерений потоков течей. Для использования на предприятиях из сфер государственного регулирования единства измерений проводится процедура внесения течеискателя Ulvac Heliot в государственный реестр средств измерений.

**Калибровка установок контроля герметичности.** Автоматические системы поиска течей, встроенные в конвейеры на серийном производстве, требуют регулярной калибровки. Однако отправить их в метрологическую организацию или даже остановить на период проведения технических работ зачастую крайне сложно. Калибровка автоматических систем

производится специалистами с выездом на территорию производства и выполняется с применением калибраторов, входящих в реестр средств измерений РФ.



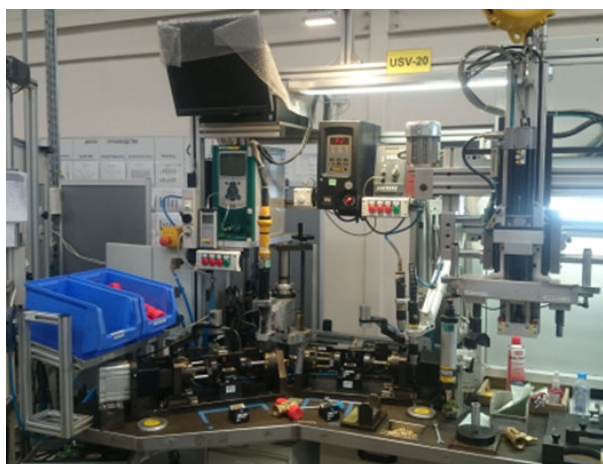
*Рис. 1. Гелиевые течи для калибровки течеискателей.*



*Рис. 2. Течеискатель Ulvac Heliot с встроенной гелиевой течью.*

Примерами установок конвейерной проверки герметичности является система поиска течей в радиаторах и интеркулерах на автомобильном заводе, а также система тестирования на герметичность запорной арматуры.

Обе эти системы (рис. 3, 4) встроены в цикл автоматического производства, и их остановка на значительное время сопровождается существенными убытками для производителя. Например, производительность системы при контроле герметичности вентилях достигает 1440 изделий за смену. Простой даже на несколько часов из-за калибровки и настройки оборудования нарушает график производства.



*Рис. 3. Установка высокопроизводительного контроля герметичности запорной арматуры.*



*Рис. 4. Установка контроля герметичности радиаторов на автомобильном производстве.*

Автоматизированный контроль герметичности высокой производительности реализован на базе манометрического течеискателя Nolek S9. Принцип расчета потока течи в нем основан на определении скорости изменения давления в объекте контроля, т.е. прибор S9 создает установленное давление в проверяемом изделии и контролирует, изменяется ли давление со временем [3].

Для ежегодной калибровки установок контроля герметичности на базе течеискателя Nolek S9, с целью определения метрологических характеристик и метрологической







Рис.7. Удостоверение о повышении квалификации по курсу «Основы течеискания и вакуумной техники».



Рис. 8. Квалификационное удостоверение в области неразрушающего контроля по ПБ 03-440-02.

Аттестация по течеисканию на II уровень, согласно ПБ 03-440-02, дает специалисту право на осуществление и руководство испытаниями в соответствии с утвержденными нормативными и техническими документами; выбора способа контроля; документирования результатов контроля; разработки технологических инструкций и карт контроля.

**Заключение.** Для получения истинных результатов контроля герметичности изделий требуется соблюдение процедур метрологического контроля работы оборудования и внедрение современной методологической основы применения приборов. На предприятиях из сфер государственного регулирования единства измерений, таких как оборонная, атомная промышленность и здравоохранение, оборудование, используемое для контроля герметичности изделий, должно быть поверено. На производствах из других отраслей – откалибровано.

Проведение процедур проверки или калибровки течеискателя по эталонному источнику течи позволяет применять прибор не только для локализации течей, но и для их количественного измерения. На основе результатов измерений с использованием откалиброванного прибора, аттестованный оператор может сделать вывод о соответствии контролируемого изделия установленному конструкторской документацией классу герметичности.

#### Литература

1. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».
2. Нестеров С.Б. Десять лучших инновационных продуктов выставки Vacuumtechexpo 2016 // Наноиндустрия.2016. №3 (65). С. 36-43.
3. Виноградов М.Л. и др. Анализ чувствительности методов течеискания и способ ее повышения//Контроль. Диагностика.2016. №5. С. 36-42.
4. ПБ 03-440-02. Правила аттестации персонала в области неразрушающего контроля.
5. Vinogradov M. Helium leak detection: Education, equipment, application //2015 IV Forum Strategic Partnership of Universities and Enterprises of Hi-Tech Branches (Science. Education. Innovations). IEEE, 2015. P. 1-4.

## Вакуумно-дуговое технологическое оборудование

Д.К. Кострин, \*А.А. Лисенков, В.Д. Гончаров, М.Л. Виноградов  
Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», ул. Профессора Попова, 5

\*Санкт-Петербург, Институт проблем машиноведения РАН, В.О., Большой пр. 61  
E-mail: [lisran@yandex.ru](mailto:lisran@yandex.ru)

В статье рассмотрены особенности работы и принципы применения вакуумно-дуговых источников плазмы. Данные источники широко используются для нанесения защитных, упрочняющих и износостойких материалов, а также антиэмиссионных покрытий в производстве мощных генераторных ламп.

*Vacuum arc technological equipment. D.K. Kostrin, A.A. Lisenkov, V.D. Goncharov, M.L. Vinogradov. The peculiarities of usage and principles of application of the vacuum arc plasma sources are described. These sources are widely used for applying protective, strengthening and wear-resistant materials and also antiemission coatings in the production of powerful generator tubes.*

Перспективным способом поверхностной обработки материалов остается метод, использующий потоки металлической плазмы, генерируемой вакуумно-дуговым разрядом с интегрально-холодным катодом. Данный тип технологического оборудования обеспечивает высокую эффективность при получении ионизированных и высокоскоростных потоков вещества, открывает возможности управления технологическим процессом нанесения покрытий из плазмы различных чистых металлов (Me), осуществления плазмохимического синтеза простых (MeO, MeC, MeN) и сложных (MeCN, Me<sub>1</sub>Me<sub>2</sub>N) соединений, воспроизведения сплавов (CoCrAlY) и получения сложных комбинированных покрытий, а также проведения как ионного распыления обрабатываемой поверхности, так и легирования приповерхностного объема. Протекание технологического процесса в вакууме обеспечивает чистоту получаемых покрытий и высокие адгезионные свойства на материалах с различными физико-химическими свойствами.

Создание нового класса технологического оборудования, позволяющего расширить области практического применения дуговых источников плазмы и технологических процессов на их основе, связано с теоретическим и экспериментальным изучением физических процессов в плазме вакуумно-дугового разряда. Однако до настоящего времени вопросы генерации потоков металлической плазмы не имеют своей законченной теории и многие детали физической картины как в самом катодном пятне, так и в зоне транспортировки плазменного потока остаются неясными, что связано со сложной взаимосвязью между отдельными параметрами и многообразием протекающих физических явлений.

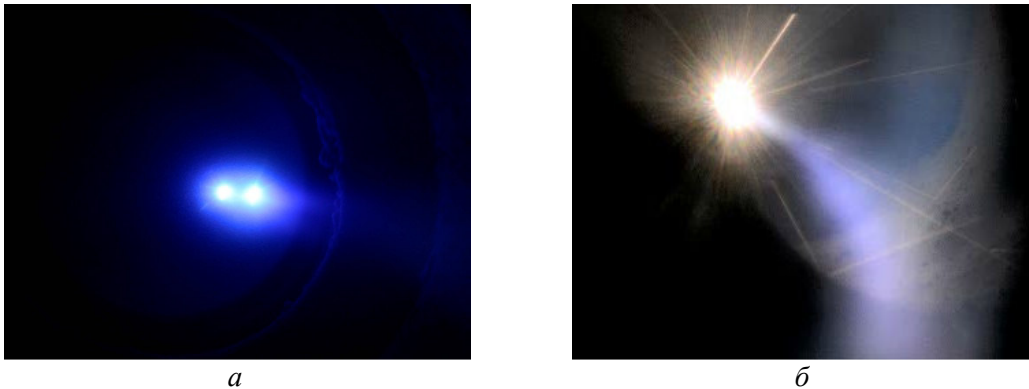
Таким образом, проблемы повышения как надежности и увеличения срока службы деталей, конструкций и их качества, так и обеспечение экономии таких металлов как W, Mo, Ni, Co относятся к числу первоочередных задач науки и техники.

Решение этих задач все теснее связывают с созданием на основе вакуумно-дугового разряда с интегрально-холодным катодом нового класса технологического оборудования, предназначенного для разработки ресурсосберегающих и экологически чистых технологических процессов объемного и поверхностного модифицирования материалов, формирования из потоков металлической плазмы покрытий из чистых металлов и плазмохимических соединений.

**Вакуумно-дуговой разряд** – это самостоятельный разряд, развивающийся в парах материала катода. Эмиссионным центром разряда является катодное пятно, характеризующееся малыми размерами  $10^{-6} \dots 10^{-3}$  м, в котором за очень короткое время возникает температура, значительно превышающая температуру кипения, что и обуславливает интенсивное распыление (разрушение) материала катода, обеспечивающее высокую эффективность генерационных процессов в разряде.

Затруднения, встречающиеся при изучении катодного пятна, объясняются его малыми размерами и высокой скоростью перемещения на достаточно ограниченной рабочей поверхности, при постоянно изменяющихся параметрах системы, в которой оно находится. Так

для области катодного пятна на материале катода характерны быстрые фазовые переходы из твердого состояния в жидкое, газообразное и плазменное, в котором также следует различать: плотную неидеальную, умеренно разреженную и бесстолкновительную плазму.



*Рис. 1. Вакуумно-дуговой разряд на титановом (а) и графитовом (б) катодах.*

Область высоких температур, создаваемая катодным пятном, значительно больше самих размеров катодного пятна, над которым наблюдается высокая концентрация паров металла электрода, создающая сплошной спектр, характерный для дуг высокого давления.

Катодное пятно включает в себя эмитирующий участок катода и прилегающий к нему бесстолкновительный слой пространственного заряда, в котором локализуется все катодное падение напряжения и обеспечивается передача энергии ионам. Величина этой энергии должна быть достаточна для воспроизводства необходимого количества испаряемого материала, требуемого для процессов ионизации в прикатодной области, и для разогрева катода до температуры, обеспечивающей необходимое распределение по энергиям свободных электронов в теле катода. Из условий существования вакуумно-дугового разряда с интегрально-холодным катодом, процессы эмиссии носят преимущественно авто- и термоавтоэлектронный характер, зависящие от температуры в катодном пятне и напряженности электрического поля. Горение разряда невозможно ниже некоторой температуры в катодном пятне, определяемой теплофизическими свойствами материала катода и электрическими параметрами. Уровень мощности, выделяющейся на катоде, определяется катодным падением напряжения, близким по значению к потенциалу ионизации металла, и величиной разрядного тока.

Технологическое вакуумно-дуговое устройство выполняет свое функциональное предназначение лишь в том случае, если зоной вероятного существования пятна является исключительно рабочая поверхность катода.

**Процесс нанесения покрытия** из металлической плазмы вакуумно-дугового разряда включает в себя: процессы, протекающие на катоде, связанные с генерацией из области катодного пятна электронов, испарения атомов материала катода; формирование плазменного потока и транспортировка его в рабочем объеме; осаждение заряженных и нейтральных частиц на обрабатываемом изделии.

В процессе осаждения из металлической плазмы вакуумно-дугового разряда определяющее значение имеет энергия конденсирующихся частиц, влияющая не только на адгезию формируемого покрытия с подложкой, но и на его структуру, состав и наличие дефектов.

При попадании частицы на поверхность между ними происходят взаимодействия различного типа, определяемые энергией химических связей между атомами обрабатываемой поверхности и падающими частицами; величиной поверхностных электрических полей, возникающих вследствие асимметрии кристаллической решетки на поверхности; поляризацией падающих частиц; постоянных решетки и температурой подложки.

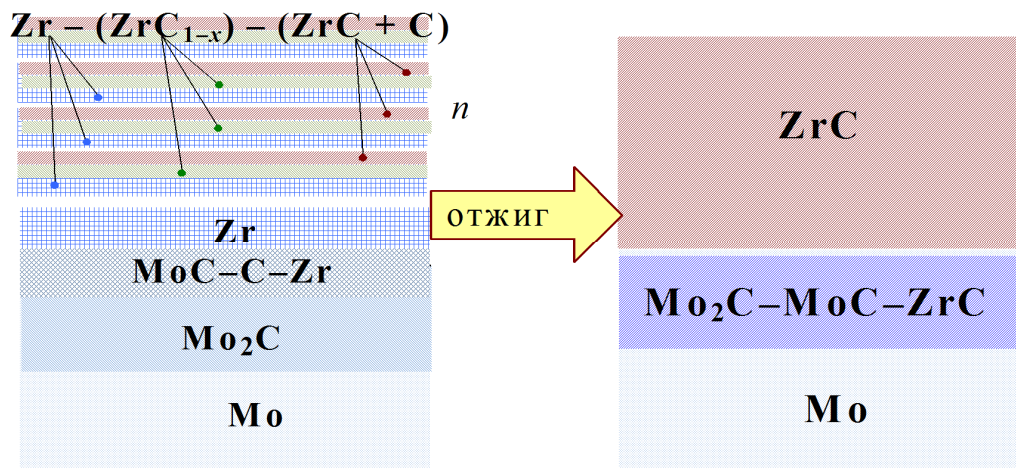


Рис. 2. Структура многослоевого покрытия, состоящего из последовательно напыленных слоев  $[(Zr)-(ZrC_{1-x})-(ZrC + C)]$ , сформированного на предварительно образованном карбиде материала сеточного полотна (слева) и состав покрытия, полученный в результате диффузионного отжига (справа).

Падающий ион при определенных условиях может быть отражен обратно атомом или группой атомов бомбардируемого образца, что обычно приводит к отклонению иона от первоначального направления своего движения и к обмену энергией между ионом и атомом мишени. При этом обмен энергией может быть как упругим, так и неупругим, что определяется типом взаимодействующих частиц и энергией иона.

Для протекания атомной дислокации энергия иона должна быть достаточна, для смещения поверхностного атома из положения, со слабой связью с кристаллической структурой образца, в положение, где эта связь значительно сильнее. Ионы с более высокими энергиями способны вызывать и внутренние дислокации в глубине образца.

При ионной имплантации ионы проникают в глубь кристаллической решетки и остаются там, полностью израсходовав свою энергию. Химическое распыление происходит в результате взаимодействия ионов с поверхностными атомами, сопровождающееся образованием на поверхности новых химических соединений. Вследствие этого самый верхний слой атомов может оказаться в газообразном состоянии и испариться.

Если взаимодействующие с поверхностью образца ионы обладают настолько большой энергией, что полностью освобождают от связей один или несколько атомов, то происходит физическое распыление поверхности. Коэффициент распыления  $S_{расп}$  в этом случае определяется числом атомов (в основном нейтральных), выбиваемых с поверхности одним падающим ионом. Считают, что коэффициент распыления является функцией атомного номера, причем для него характерна периодичность, согласующаяся с периодической таблицей элементов.

**Плазмохимический синтез соединений** в плазме вакуумно-дугового разряда осуществляется при вводе реакционно-способного газа в генерируемый плазменный поток. Скорость подачи газа основывается на согласовании потоков взаимодействующих частиц металлических ионов с молекулами газа. Основными параметрами, оказывающими влияние на структуру и свойства покрытий, являются: давление газа (отвечает за элементный и фазовый состав покрытия), ток разряда (определяет состав плазменного потока и скорость роста покрытия), потенциал смещения (обеспечивает скорость роста покрытия, микроструктуру, твердость и напряжения покрытия), температура подложки (микроструктура и остаточные напряжения).

Отличительной особенностью рассматриваемых фаз являются присущие им широкие области гомогенности, где при сохранении типа кристаллической структуры наблюдается образование значительного числа вакансий как по металлоидной, так и по металлической подрешеткам.



Кроме того, как и многие иные фазы внедрения, карбиды и нитриды способны образовывать многочисленные твердые растворы, ряд которых отличается повышенными (по отношению к исходным) эксплуатационными характеристиками.



*Рис. 3. Сеточный электрод перед обработкой (слева) и электрод на оправке после напыления покрытия на основе углерода (справа).*

Эффективность плазмохимических реакций синтеза соединений зависит как от степени и характера возбуждения молекул, так и от кинетической энергии ионов плазменного потока. Повышение энергии ионов и атомов, бомбардирующих поверхность конденсации, приводит к увеличению поверхностной диффузионной подвижности адатомов, обуславливая при этом преимущественный рост кристаллитов в плоскости конденсации.

Для технологии нанесения комбинированных покрытий применяются технологическая установка, позволяющая использовать одновременную работу двух испарителей или использование сплавного катода.

**Заключение.** Проведены теоретические и экспериментальные исследования физико-химических основ использования потоков металлической плазмы для формирования покрытий и условий направленного поверхностного модифицирования свойств обрабатываемой поверхности.

Выполнен комплекс теоретических и экспериментальных исследований физических процессов, протекающих в плазме вакуумно-дугового разряда, позволивший выявить основные закономерности характера перемещения катодных пятен и их эмиссионных характеристик с изменением температуры катода, оказывающих влияние на параметры генерируемого потока металлической плазмы и на свойства формируемого покрытия.

Изучено движение заряженных частиц в осесимметричном магнитном поле источника плазмы и систем транспортировки плазменных потоков, на основе чего разработаны теоретическая модель и математическая программа расчета траекторий движения плазменных потоков, позволившие создать новые электромагнитные системы для формирования равномерных покрытий на крупногабаритных изделиях и изделиях сложной геометрической формы.

#### Литература

1. Фролов В.Я., Лисенков А.А., Барченко В.Т. Физические основы применения низкотемпературной плазмы. Учебное пособие. СПб.: Изд-во СПГПУ, 2010. 221 с.
2. Lisenkov A.A., Valuev V.P. Vacuum Arc Discharge on Integrally Cold Cathode // *Vakuum in Forschung und Praxis*. 2011. Vol. 23, № 6. P. 32–36.
3. Фролов В.Я., Лисенков А.А. и др. Электротехнологические промышленные установки. Учебное пособие. СПб.: Изд-во СПГПУ, 2010. 572 с.
4. Bystrov Yu.A., Vetrov N.Z., Lisenkov A.A. Plasmachemical synthesis of carbide compounds in metal-containing plasma jet from vacuum arc discharge // *Technical Physics Letters*. 2008. Vol. 34, № 9. P. 734–736.



5. Bystrov Yu.A., Vetrov N.Z., Lisenkov A.A. Anti-Emission Intermetallic Coating Based on Platinum and Zirconium // Technical Physics Letters. 2009. Vol. 35, № 7. P. 618–621.
6. Bystrov Yu.A., Vetrov N.Z., Lisenkov A.A. Barrier Layer of an Anti-Emission Coating // Technical Physics Letters. 2010. Vol. 36, № 6. P. 570–573.
7. Bystrov Yu.A., Vetrov N.Z., Lisenkov A.A. Special Aspects of Structure Formation of a Multicomponent Layer from Arc-Vacuum Plasma // Technical Physics Letters. 2013. Vol. 39, № 10. P. 914–916.
8. Барченко В.Т., Ветров Н.З., Лисенков А.А. Технологические вакуумно-дуговые источники плазмы. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2013. 243 с.
9. Bystrov Yu.A., Vetrov N.Z., Lisenkov A.A. Kostrin D.K. Technological Capabilities of Vacuum Arc Plasma Sources // Vakuum in Forschung und Praxis. 2014. Vol. 26, № 5. P. 19–23.
10. Kostrin D.K., Lisenkov A.A. Surface Modification by Vacuum Arc Plasma Source // Materials Science Forum. 2016. Vol. 843. P. 278–283.
11. Лисенков А.А., Ветров Н.З., Кострин Д.К. Антиэмиссионное покрытие на основе карбида циркония // Письма в ЖТФ. 2017. Т. 43, № 8. С. 55–62.

## **Конкурентоспособное отечественное оборудование для молекулярно-лучевой эпитаксии материалов АЗВ5**

*А.Н. Алексеев*

*г. Санкт-Петербург, ЗАО «НТО», пр. Энгельса, 27, к.5, лит.А, sales@semiteq.ru*

*Обладание самостоятельными компетенциями для аппаратного и технологического обеспечения критически важных технологий микро- и оптоэлектроники является определяющим для успешной конкуренции государства на мировом рынке. Важнейшим направлением для радиоэлектронной отрасли является разработка и производство ЭКБ на основе сложных полупроводников АЗВ5. В докладе представлены результаты одной из последних разработок ЗАО «НТО» - система МЛЭ STE35 для выращивания высококачественных эпитаксиальных гетероструктур на подложках Ø100мм.*

### ***Competitive domestic molecular beam epitaxy systems for A3B5 materials epitaxial growth.***

*A. Alexeev. The availability of independent competencies for hardware and technology provision of critical technologies of micro- and optoelectronics is crucial for successful Russia competition worldwide. The most important direction in radio electronics industry is the development and production of electronic components based on A3B5 compound semiconductors. The report presents SemiTEq JSC development results of MBE STE35 system for growing high-quality epitaxial heterostructures on Ø100mm substrates.*

Полупроводниковые гетероструктуры на основе материалов АЗВ5 (арсениды, фосфиды, антимониды, нитриды) являются важнейшим базовым материалом для разработки и производства широкого класса приборов микро- и оптоэлектроники. Технологии материалов АЗВ5 обеспечивает производство таких важнейших приборов, как СВЧ-транзисторы и МИС, применяемые в современной радиолокации, инфракрасные фотодетекторы различных диапазонов, широкоформатные QWIP-матрицы для тепловизионных приборов, перспективные системы скоростной оптоволоконной связи, вертикально-излучающие лазеры на квантовых ямах и квантовых точках (VCSEL), мощные лазерные диоды для накачки твердотельных лазеров и многое другое. Именно поэтому, в России, как и за рубежом, базовые технологические процессы и специальное технологическое оборудование, которые лежат в основе технологических маршрутов создания данных приборов, относятся к категории критических.

Одним из таких критических процессов является получение гетероструктур на основе материалов АЗВ5 с заданными свойствами. Качество гетероструктур, наряду с ключевыми технологиями кристалльного производства, во многом определяет параметры конечного

полупроводникового прибора. В свою очередь, параметры и выход годных гетероструктур зависит от качества и надёжности специального технологического оборудования для их получения. В современной технологии производства приборов на сложных полупроводниках доминируют два технологических метода – МОС-гидридная эпитаксия (МОГФЭ) и МЛЭ, обладая теми или иными преимуществами по отношению друг к другу и применительно к конкретным типам приборных гетероструктур. ЗАО «НТО» (г. Санкт-Петербург) уже более 15 лет разрабатывает и производит системы молекулярно-лучевой эпитаксии различного назначения. При создании новых единиц оборудования и совершенствовании модельного ряда специалисты компании работают в тесной кооперации с конечными пользователями, а также активно используют возможности собственной Прикладной лаборатории. Только такой формат сотрудничества, глубокое понимание технологических задач пользователя (текущих и перспективных) помогают производить конкурентное оборудование МЛЭ, обеспечивающее высокий уровень функциональных и потребительских характеристик.

ЗАО «НТО» сегодня одно из ведущих отечественных предприятий, которому удалось сохранить традиции и научно-технический задел в области создания специального сверхвысоковакуумного технологического оборудования, сформированный ещё с советских времен. Основателями ЗАО «НТО» стали ведущие технологи ФТИ им. А. Ф. Иоффе и разработчики сверхвысоковакуумного оборудования из НПО «Аналитприбор», которые до сих пор занимают ключевые позиции в коллективе. Однако, специалисты компании не только сохраняют, но и все эти годы неуклонно развивают собственные компетенции следуя стратегии постепенного улучшения новых разработок и расширения номенклатуры предлагаемых продуктов и сервисов. Стратегия развития компании ставит своей задачей учитывать при разработках следующих поколений оборудования все текущие проблемы и предложения пользователей. ЗАО «НТО» разрабатывает и производит целый комплекс сверхвысоковакуумного оборудования как для эпитаксиального выращивания полупроводниковых наногетероструктур, так и для дальнейшего проведения ключевых технологических операций для кристалльного производства. Оборудование компании известно на рынке под брендом SemiTEq с 2001 года, оно поставляется в крупнейшие университеты, исследовательские центры и научные институты страны, а также за рубеж. Тем не менее, в рамках расширения продуктовой линейки ключевой компетенцией компании была и остаётся разработка систем молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) для роста материалов АЗВ5, АЗН, А2В6.

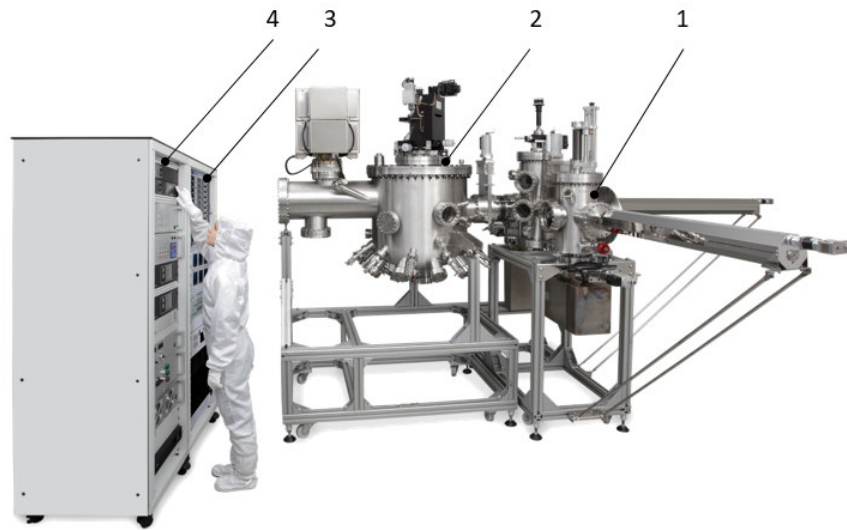
Всего в продуктовой портфеле компании представлено 4 продуктовые линейки специального технологического оборудования:

1. Системы для молекулярно-лучевой эпитаксии (сокр. МЛЭ, серия STE);
2. Установки электронно-лучевого и магнетронного напыления (серии STE EB, STE MS);
3. Установки плазмохимических процессов травления и осаждения (серия STE ICP);
4. Установки быстрого термического отжига (серии STE RTA, STE RTP).

Начало работы с чрезвычайно сложными, с производственной точки зрения, системами МЛЭ в компании началось в 2001 году после накопленного в 90-е годы огромного опыта эксплуатации и глубокой модернизации установок, производившихся в бывшем СССР. Первая установка МЛЭ собственной разработки ЭПНЗ, предназначенная для высокотемпературной эпитаксии нитридов III группы, была выпущена уже спустя 2 года. Тем не менее, на завершение испытаний экспериментального образца и запуск в производство серии нитридных установок STE3N2, ушло ещё несколько лет. Серийный выпуск установок STE3N2 стартовал в 2005 году, с тех пор реализован целый ряд поставок, в т.ч. на экспорт. В 2007-2008 гг. линейка оборудования МЛЭ была расширена за счёт разработки первого поколения установок для эпитаксии традиционных материалов АЗВ5 (STE3532). В 2009 году на её основе был разработан и изготовлен первый двухреакторный комплекс STE3526, сконфигурированный для выращивания гибридных наногетероструктур  $A^3B^5/A^2B^6$  и успешно эксплуатирующийся специалистами ФТИ им. А.Ф.Иоффе.

В 2014-2015 году, с учётом накопленного опыта эксплуатации поставленных заказчикам установок МЛЭ, ЗАО «НТО» была завершена разработка и комплексное тестирование системы

МЛЭ STE35 нового поколения для роста материалов АЗВ5 на подложках до  $\varnothing 100$ мм. Новая система обеспечивает получение приборных гетероструктур на пластинах  $\varnothing 2", 3", 100$ мм, а также  $3 \times 2"$  в одном процессе. (рис. 1). Система нового поколения получила новую ростовую камеру и целый ряд заново разработанных ключевых узлов.



*Рис.1. Установка молекулярно-лучевой эпитаксии STE35.*

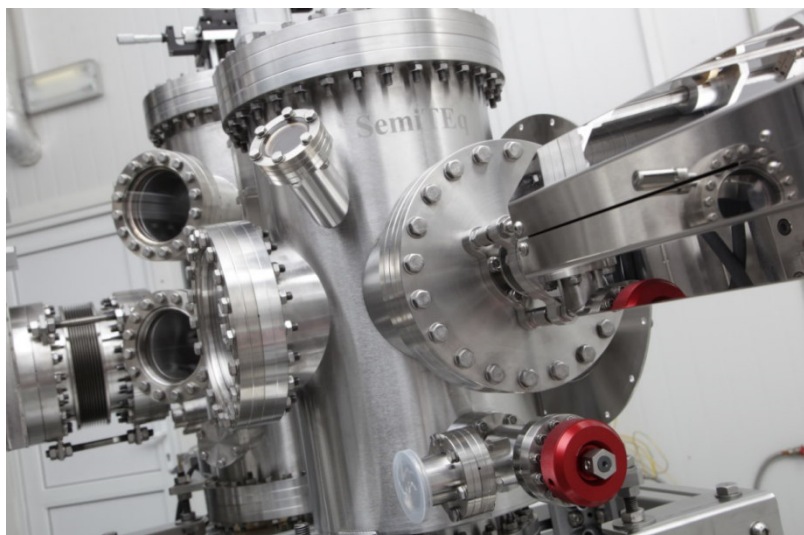
*1- Стойка подготовки (включает камеру шлюза и камеру предварительной подготовки);  
2 - Стойка камеры роста; 3 - Стойка контроля; 4- Стойка управления.*

Ростовая камера новой конструкции показана на рис.2. В рамках разработки камеры нового поколения было решено несколько ключевых задач:

- а) уменьшено количество портов для подачи азота. Теперь для удобства обслуживания все они расположены на крышке камеры;
- б) две криопанели в камере были объединены в единую для повышения эффективности потребления жидкого азота;
- в) увеличено количество портов с заслонками для установки источников материалов, что очень удобно в использовании и увеличивает рабочий цикл до регламентного вскрытия установки с целью дозагрузки ростовых материалов;
- г) появилась возможность визуального контроля всех источников и заслонок за счет увеличения количества смотровых окон.



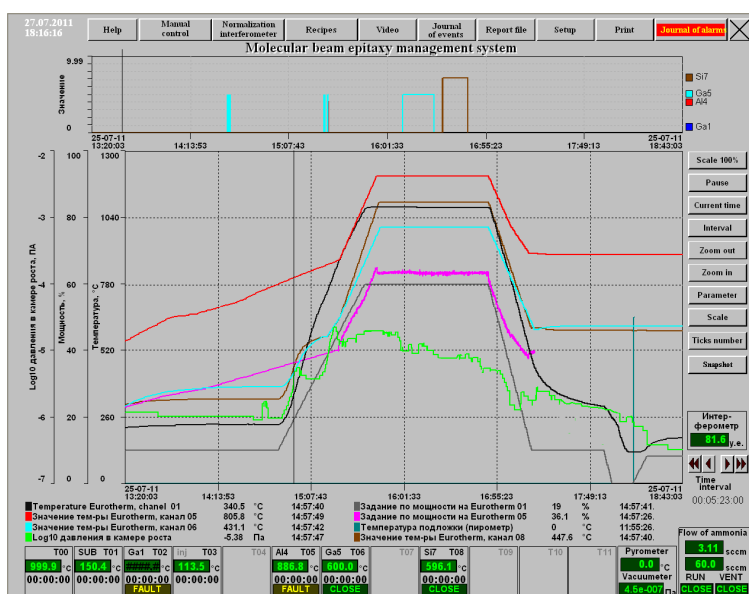
*Рис. 2. Ростовый реактор системы МЛЭ STE35 нового поколения.*



*Рис.3. Камера подготовки системы МЛЭ STE35 нового поколения.*

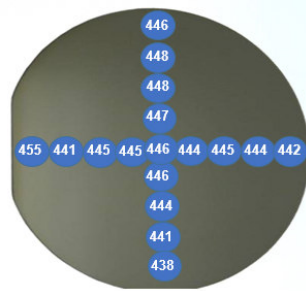
Все ключевые узлы разработаны в собственном конструкторском бюро ЗАО «НТО». В компании на протяжении нескольких лет продолжается активная работа по дополнительной локализации производства узлов и систем, позволяющих импортозаместить критически важные позиции при выпуске продуктовой линии компании.

Установка МЛЭ STE35 комплектуется специально разработанной системой управления процессом эпитаксиального роста (рис. 4). Поставка установки сопровождается демонстрацией базовых технологических процессов, а персонал заказчика проходит обязательное обучение по работе с системой.



*Рис. 4. Скриншот основного рабочего окна системы управления процессом эпитаксиального роста установки STE35.*

Результаты тестирования STE35, проведённого совместно со специалистами ЗАО «Светлана-Рост» (Санкт-Петербург) – однородность слоевого сопротивления по площади модельной рНЕМТгетероструктуры, выращенной на подложке GaAs диаметром 100мм, представлены на рис. 5. Данный результат в сочетании с хорошими результатами дальнейшего приборного тестирования подтверждает высокий потенциал использования разработанной установки для производства гетероструктур приборного качества для СВЧ-применений.



*Рис. 5. Карта измерений слоевого сопротивления pHEMT структуры на подложке GaAs Ø100мм (Ом/□).*

Несмотря на успешное производственное и технологическое тестирование системы STE35, специалисты ЗАО «НТО» отмечают, что сегодня производительность данных машин уже недостаточна для обеспечения возрастающих потребностей российских предприятий в эпитаксиальном материале, прежде всего речь о GaAs и СВЧ-применениях. Сейчас в России необходимо отечественное оборудование средней производительности (1x150мм, 3xØ3”, а также, в перспективе, 3xØ100мм в одном процессе). Аналогичный прогноз потребностей отечественных производителей и разработчиков ЭКБ в оборудовании для МЛЭ на пластинах диаметром до 150мм представлен и в Стратегической программе исследований технологической платформы «СВЧ технологии». (рис.6). При этом, особенность российского рынка радиоэлектроники состоит в том, что большинство игроков сконцентрировано на изделиях специальной техники, а не на массовом выпуске ЭКБ для коммерческой электроники. Разработка оборудования МЛЭ увеличенной производительности должна проводиться на других принципах, нежели это принято у зарубежных коллег. Установка должна обеспечивать выращивание гетероструктур на подложках указанных диаметров и при этом быть более компактной и гораздо более эффективной в части расхода дорогостоящих сверхчистых ростовых материалов.

Основные ТТХ	Достижимые значения параметров		
	2011 г.	2015 г.	2020 г.
<i>Характеристика технологического базиса твердотельной СВЧ электроники</i>			
Материалы	материалы группы A <sub>3</sub> B <sub>5</sub> , A <sub>2</sub> B <sub>6</sub>	материалы группы A <sub>3</sub> B <sub>5</sub> , A <sub>2</sub> B <sub>6</sub>	материалы группы A <sub>3</sub> B <sub>5</sub> , A <sub>2</sub> B <sub>6</sub> , алмаз
Технология	HEMT, HBT	LD MOS, SIT, HEMT, HBT	LD MOS, SIT, HEMT, HBT
Эпитаксия	MOCVD, МЛЭ	MOCVD, МЛЭ	MOCVD, МЛЭ
Диаметр пластин, мм	75-100	100-150	100-150
Топологическое разрешение, мкм	0.15 0.1	0.1 0.07	0.1 0.07

*Рис.6. Характеристика технологического базиса твердотельной СВЧ электроники.*

Задача создания импортозамещающего аналога производственно-ориентированной установки МЛЭ является, таким образом, актуальной и важной для обеспечения технологической безопасности РФ. Разработка такой сложности потребует дальнейшего углубления кооперации с производителями ЭКБ. Сегодня активно ведется дискуссия о необходимости перехода к формату «foundry» на отечественных производствах ЭКБ, а также необходимости создания гибких кластерных систем и минифабов. В любом из обсуждаемых сценариев развития отрасли потребность в высококачественных гетероструктурах на основе материалов A<sub>3</sub>B<sub>5</sub> будет возрастать, также, как и увеличение их рабочего диаметра. Для отрасли сейчас важно, чтобы данная проблематика нашла отражение в разрабатываемой Минпромторгом «Стратегии радиоэлектронной промышленности до 2030 года» в части «Программы развития полупроводниковых и опто-фотоэлектронных приборов». Грамотно сформированная стратегия позволит разработчикам оборудования правильно распределить собственные ресурсы и предложить пользователям оборудование МЛЭ с новыми производственными возможностями именно тогда, когда оно будет востребовано для решения перспективных и критически важных задач.



## Установка вакуумного реактивного ионного травления алюминиевой металлизации Плазма ТМ 8

**В.М. Долгополов, П.А. Иракин, В.В. Одинокоев, В.В. Панин, А.В. Шубников**  
**ОАО «НИИ точного машиностроения» (ОАО НИИТМ)**  
**Российская федерация, 124460, Москва, Зеленоград, Панфиловский проспект 10**  
**+7 (495) 229-7501, [yodinokov@niitm.ru](mailto:yodinokov@niitm.ru), <http://www.niitm.ru>**

*Представлена новая разработка ОАО «НИИ точного машиностроения» – установка реактивного ионного травления алюминиевой металлизации в плазме хлорсодержащих газов «Плазма ТМ 8». Рассмотрено ее устройство и принцип работы. На установке проводились процессы сухого травления алюминия в вакууме на кремниевых пластинах диаметром 100 и 150мм при различных технологических режимах.*

*“Plasma TM 8” plant for reactive ion etching of aluminum layers. V.M. Dolgoplov, P.A. Irakin, V.V.Odinokov, V.V. Panin, A.V. Shubnikov. The new vacuum plant “Plasma TM 8” developed at JSC “Research Institute of Precision machine manufacturing” is described. Its assembly and working conditions are considered. This plant was used for reactive ion etching of aluminum layers on silicon wafers 100 and 150 mm diameter.*

Алюминий остается основным материалом при производстве интегральных схем. Возможность реактивного ионного травления алюминия в плазме хлорсодержащих газов дает ему огромное преимущество по сравнению с другими материалами, такими как, например, медь. При травлении чистого алюминия в плазме  $Cl_2$  алюминиевая пленка покрывается слоем естественного оксида, что приводит к снижению скорости процесса, поэтому травление производят в смеси газов  $Cl_2$  и  $BCl_3$ .

Важной задачей является создание отечественного надежного специального технологического оборудования (СТО), которое могло бы удовлетворить основным требованиям процесса вакуумного травления алюминиевой металлизации, работать в автоматическом режиме с контролем всех параметров технологического процесса на всех стадиях.

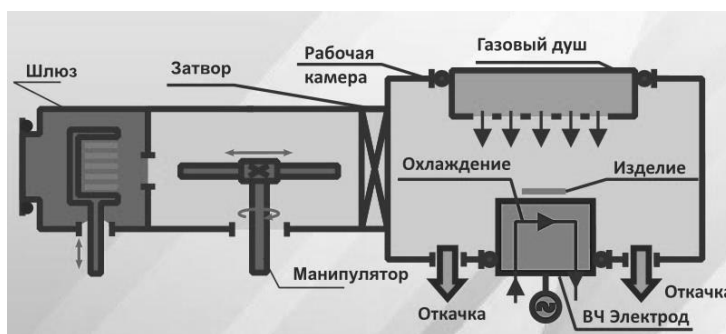
В настоящей статье приведены основные сведения о конструкции и технологических возможностях новой отечественной установки «Плазма ТМ 8», предназначенной для проведения процессов реактивного ионного травления алюминиевой металлизации в хлорсодержащей плазме. Также установка может быть использована для процессов сухого травления тонких металлических слоев (Au, Pt, Ti, и др.), диэлектрических слоев ( $SiO_2$ , SiN и др.), кремниевых слоев (Si, a-Si, поли-Si), материалов группы АЗВ5 (GaAs, InP, GaN, и др.). Важно отметить, что процессы травления алюминия и кремния необходимо проводить в отдельных реакторах, либо между этими процессами реактор надо чистить.

На рис. 1 представлены (а) внешний вид установки «Плазма ТМ 8», (б) принципиальная схема. В состав установки входит технологический модуль, а также стойка питания и управления.

Рабочая камера, расположенная в технологическом модуле, представляет собой реактор с параллельно расположенными электродами. Внутренний диаметр камеры 300 мм, диаметр электрода 180мм, расстояние между электродами 75 мм. Для работы в хлорсодержащей плазме внутренние стенки реактора анодированы, а на нижнем электроде установлена керамическая накладка. Для создания ВЧ разряда пониженного давления на подложкодержатель подается мощность от ВЧ генератора в диапазоне 100 – 600Вт при давлении 10-25Па. Для защиты реактора от загрязнений его стенки прогреваются до 50-70°C.



а

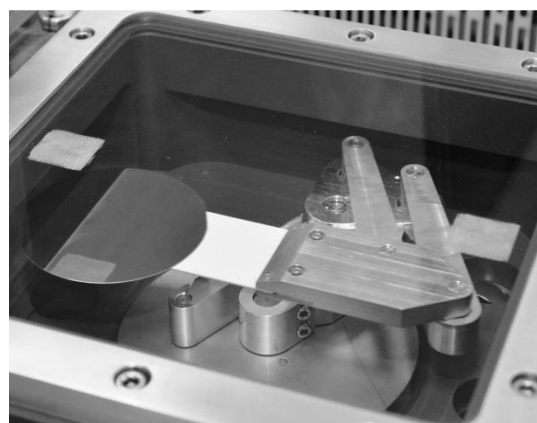


б

Рис.1. Внешний вид установки «Плазма ТМ 8» (а) и ее принципиальная схем (б).



а



б

Рис.2. Шлюзовая камера (а) и распределительный модуль (б) установки «Плазма ТМ 8».

Транспортная система (рис.2), состоящая из шлюзовой камеры (а) и распределительного модуля (б), предусматривает шлюзование кассеты и поштучную загрузку/выгрузку пластин из кассеты в рабочую камеру с использованием манипулятора. Ложемент манипулятора, на котором непосредственно находится пластина, выполнен из керамики.

Вакуумная система выполнена из сухого химически стойкого форвакуумного насоса для работы с хлором, дроссельной заслонки и вакуумных клапанов. Для контроля давления при откачке в рабочей камере применяется термопарный датчик, отсекаемый во время процесса, а для контроля рабочего давления - мембранный. Давление в шлюзовой камере и распределительном модуле измеряется отдельным термопарным датчиком. Для создания рабочего давления во время процесса травления применяется дроссельная заслонка.

Система подачи сжатого воздуха представлена в виде пневмопанели и имеет блок подготовки воздуха или осушитель, манометр для контроля входного давления, а также распределительное электронное устройство для подачи сжатого воздуха на исполнительные элементы.

Система подачи хладагента представлена гидрпанелью, в состав которой входят датчик для контроля входного давления и электронное устройство для контроля расхода воды и ее температуры на выходе каждого канала.

Газовая система установки снабжена четырьмя газовыми каналами с регуляторами расхода на каждом из них. Два канала выполнены для работы с хлором. Для контроля утечки хлора газовая система снабжена газоанализатором. Продувка газовых каналов происходит азотом с помощью дополнительного канала.

Стойка управления и питания включает в себя контроллер, ВЧ генератор, блок управления нагревом и источник бесперебойного питания, а так же различные коммутационные элементы. Управление установкой осуществляется через программный интерфейс, который позволяет проводить процесс как в автоматическом, там и в наладочном режимах. Наладочный режим позволяет подобрать необходимые параметры технологического процесса, автоматический режим провести процесс по заранее подобранным параметрам для указанной партии пластин в кассете. Так же возможна запись новых и чтение параметров процесса в библиотеку параметров.

На установке проводились процессы реактивного ионного травления слоя алюминия толщиной 1 мкм на кремниевой пластине диаметром 100 и 150мм. Режимы травления представлены в таблице 1.

Таблица 1. Режимы реактивного ионного травления

Расход $Cl_2$ , л/ч	0,6
Расход $BCl_3$ , л/ч	1,8
Рабочее давление, Па	24
Подаваемая ВЧ мощность, Вт	200

Скорость травления алюминиевого слоя составила 0,5мкм/мин, равномерность по пластине диаметром 100 мм составила  $\pm 3,5\%$ , а по пластине диаметром 150 мм  $\pm 5\%$ .

Рассмотренная установка позволяет проводить процессы сухого травления алюминия в вакууме, необходимые при производстве интегральных схем. Загрузка/выгрузка пластин из кассеты в кассету повышает производительность установки травления, а ее конструкция разработана с возможностью встраивания в «чистую» комнату, что обеспечивает использование установки как при мелкосерийном, так и серийном производстве в полупроводниковой промышленности. Автоматизированная система управления контролирует все параметры процесса и поддерживает их стабильность согласно установленным значениям, обеспечивая хорошую воспроизводимость процесса травления.

#### Литература

1. Гуцин О.П., Валеев А.С., Чамов А.А., Мицын Н.Г., Долгополов В.М., Одинокое 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., Одинокое В.В., Павлов Г.Я. / Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. 2015. Вып. 5 (239). с. 42– 48.
3. Одинокое В.В., Панфилов Ю.В. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности / Наноинженерия. 2011. №11. с. 7 – 18.



## **Нанесение металлических покрытий магнетроном с горячим катодом**

*Л.Л.Колесник, П.О.Предтеченский, Т.С. Жулева  
МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, 5, стр. 1  
e-mail: [kolesnik@bmstu.ru](mailto:kolesnik@bmstu.ru)*

*В статье приведены результаты экспериментов по нанесению металлических покрытий с помощью магнетрона с горячим катодом.*

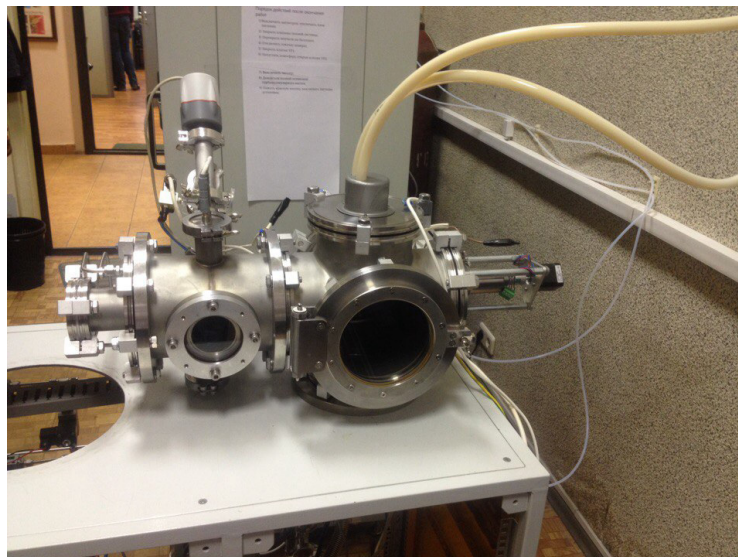
*Metal thin film sdeposition using magnetron deposition system with hot cathode. L.L.Kolesnik, P.O.Predtechensky, T.S.Zhuleva. Results of metal thin films deposition using magnetron deposition system with hot cathodes are given.*

В 2016 году в Московском государственном техническом университете имени Н.Э. Баумана были проведены работы по модернизации лабораторной установки. Модернизация позволила отработать на установке процесс магнетронного метода нанесения тонкопленочных покрытий.

Процесс модернизации заключался в монтаже газовой и магнетронной систем, что обеспечило технологическую базу для отработки процессов нанесения тонкопленочных покрытий.

Для установки магнетрона был спроектирован и изготовлен специальный фланец. С помощью системы охлаждения магнетрону постоянно подводится охлажденная вода по замкнутому контуру. Это предотвращает перегрев устройства и его размагничивание. Однако система охлаждения реализована таким образом, чтобы охлаждались только магниты. Сама же мишень не охлаждается, и в процессе работы разогревается до температуры около 900 °С.

На рис. 1 показан внешний вид установки после завершения модернизации.



*Рис. 1. Внешний вид установки после проведения модернизации.*

После проведения установочных работ была проведена серия пробных нанесений пленок. В качестве материала мишени использовались титан и медь, а в качестве материала подложки использовалась корундовая керамика с нанесенной пленкой синтетического опала. Результаты визуального осмотра показали, что на подложках удается получать сплошные и островковые покрытия.

Образцы покрытий были получены при следующих режимах:

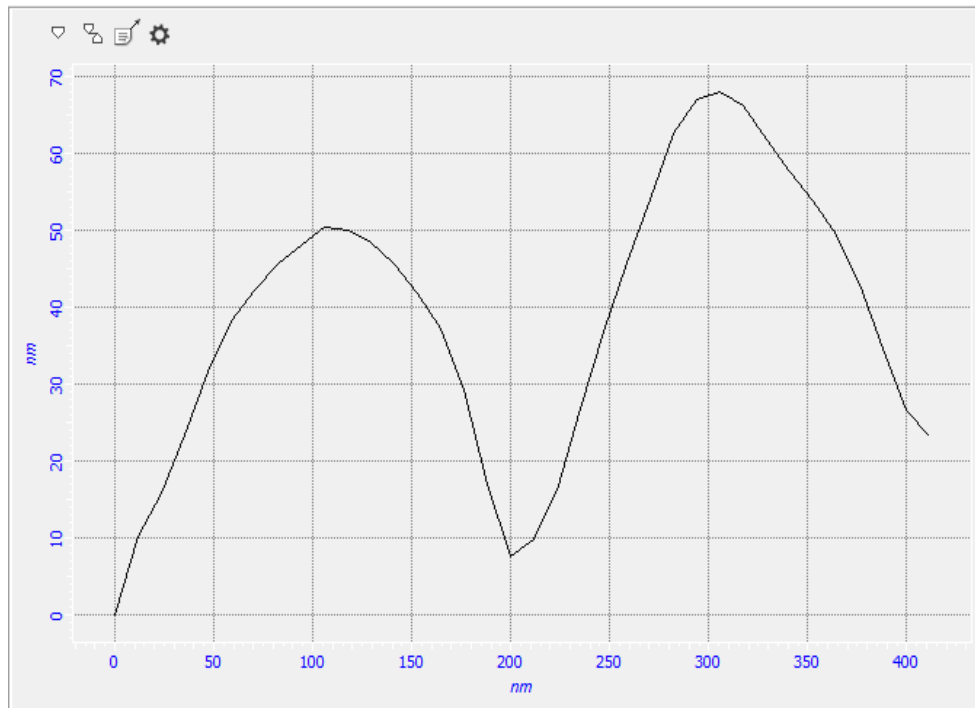
- Подача аргона – 30 sccm;

- Мощность магнетронной распылительной системы – от 350 до 420 Вт;
- Ионный ток – от 520 до 600 мА;
- Режимы стабилизации – по току и по мощности.
- Измеренная по свидетелю скорость нанесения титана составила 50 нм/мин.

Для проверки результатов нанесения пленок образцы были исследованы на атомно-силовом микроскопе и сканирующем туннельном микроскопе.

Было выявлено, что пленки обладают сплошной структурой и хорошими показателями адгезии. Исследования на адгезию проводились методом отрыва.

Профиль пленки, снятый с помощью атомно-силовой микроскопии, приведен на рис. 2.



*Рис. 2. Профиль пленки, полученный на слое синтетического опала.*

Шаг выступов профиля совпадает с характерным размером глобул синтетического опала, на который было нанесено металлическое покрытие и составляет 200 нм. Такое повторение профиля говорит о том, что полученная пленка является однородной сплошной структурой и может быть использована как адгезионный подслоя для формирования различных наноструктур с шагом глобул.

В развитие данной работы планируются экспериментальные исследования технологии нанесения углеродных покрытий, а также многослойных металлических структур для элементов силовой электроники и электровакуумных приборов.

#### Литература

1. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by P.M.Martin. - 3<sup>rd</sup> ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. – Ind.: p.902-912. – ISBN 978-0-8155-2031-3
2. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М. : Радио и связь. 1982. 72 с.
3. Марахтанов М.К. Магнетронные системы ионного распыления (Основы теории и расчета). М. : Изд-во МГТУ им. Н.Э.Баумана. 1990. 76 с.

## Отработка технологии металлизации керамических подложек двумя методами

*Л.Л.Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг*  
*МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, 5, стр. 1*  
*e-mail: [kolesnik@bmstu.ru](mailto:kolesnik@bmstu.ru)*

*В статье приведены результаты экспериментов отработке технологии металлизации керамических подложек.*

*Processing of metalization technology of ceramic subjects by two methods. L.L.Kolesnik, Myo Kyo Hlaing, Zao Phyo Aung. Results of metal thin films deposition on ceramic substrates are given.*

Целью данной работы явилось повышение адгезии при металлизации подложек нитрида алюминия для изготовления устройств силовой электроники.

Силовые электронные модули применяются в областях техники, связанных с необходимостью передачи сильноточных сигналов. Типовые области применения: системы навигации летательных аппаратов, элементы коммутации силовых схем и другие. Центральным узлом модулей является керамическая подложка, на которой формируют токопроводящие дорожки и монтируют электронные компоненты. Готовую подложку часто называют коммутационной платой.

В процессе работы 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. Основные причины и повреждения модулей приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Основные причины повреждения силовых модулей

Причина	Результат
Термомеханическая несовместимость материала подложки и слоя металлизации	Отслоение пленки от подложки, разрушение пленки
Химическая несовместимость материала подложки и металлизации	Окисление покрытия, изменение электрических свойств, разрушение пленки
Низкая теплопроводность материала подложки	Перегрев элементов, разрушение паяных соединений

Основные требования к коммутационным платам:

- Рабочая температура  $t = - 70..+ 120^{\circ} \text{C}$ ;
- Адгезия пленки  $5 \text{ кг/мм}^2$ ;
- Обеспечение электрического перехода через отверстие между поверхностями коммутационной платы;
- Устойчивость к вибрационным нагрузкам и перепадам температур (термоциклированию).

В таблице 2 представлены основные материалы, применяемые для подложек коммутационных плат силовых модулей. 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.

По показателю теплопроводности предпочтительным материалом является нитрид алюминия. Однако он показывает гораздо худшие показатели адгезии по сравнению с оксидом алюминия.

Таблица 2 – Основные материалы, используемые для силовых модулей

Свойства	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	Ситалл
Механическая прочность на изгибе(МПа)	150	320-330	250-600
Твердость (кг/мм <sup>2</sup> )	≥11,5	1110	высокая
Плотность (г/м <sup>3</sup> )	3990	3260	2500-2850
Теплопроводность (Вт/м·К) при 20 °С	24,7	180-220	1,4
Термическое расширение (1/град)	низкое	низкое	низкое
Термостойкость( °С)	высокая	от 20С до 1800С - хорошая	до 1000
Температура плавления(Т <sub>пл</sub> °С)	2500	2400	до 1450
Диэлектрическая проницаемость (1МГц)	9,8	9,0	8.2
Удельное объемное сопротивление при 20 °С	≥10 <sup>14</sup> Ом.см	10 <sup>15</sup> Ω.см	>10 <sup>14</sup> Ом.см
Коэффициент линейного расширения (α.10 <sup>-6</sup> , К <sup>-1</sup> )	8,4	4.03	близко к нулю

Анализ литературных и патентных данных показал, что металлизации используются термическое испарение и магнетронное распыление. В лабораторных условиях идут работы по исследованию методов пароструйного осаждения и магнетрона с жидкофазным катодом. Однако, эти методы еще не вышли за пределы лабораторий.

Используемая лабораторная установка предназначена для нанесения покрытий тонких пленок методами магнетронного и термического испарения и состоит из следующих основных узлов: вакуумной камеры, систем откачки и напуска газа, систем питания и систем управления.

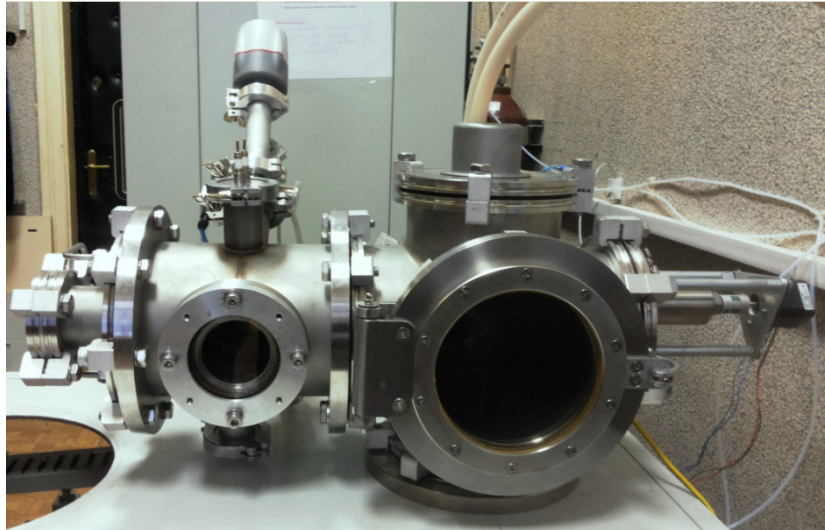
Система откачки выполняет с использованием турбомолекулярного насоса и механического насоса типа Edwards XDS-10.

Газовая система установки включает в себя газовые баллоны вместе с редукторами, металлические трубки для подачи газа, которые соединяются с камерой, регуляторы расхода газа, клапаны с пневмоприводом и контроллер газовой системы.

Источники питания APOL выполнены в виде отдельного переносного блока. С помощью них подается электропитание на магнетрон и термический испаритель. Имеется возможность стабилизации мощности, тока и напряжения, а также использования импульсного режима. Наличие сопла и системы подачи газа позволяет использовать пароструйный метод металлизации для легкоплавких материалов.

Рабочий газ подается в рабочую камеру через металлические трубки с использованием регулятора расхода газа. Давление в камере контролируется с помощью емкостных датчиков.

Внешний вид установки представлен на рис. 1.



*Рис. 1. Внешний вид установки, использовавшейся для обработки технологии.*

В ходе проведения экспериментов по нанесению покрытий перед началом нанесения проводилась тренировка мишени в течение 5 минут. Признаком окончания тренировки является резкий рост тока с его последующей стабилизацией. Эта зависимость представлена на графике. Одновременно с очисткой происходит нагрев мишени до температуры около 800 градусов Цельсия, и нанесение идет с горячего катода.

Были проведены предварительные исследования и определены диапазон подачи газа и мощности, при которых получают покрытия без визуальных дефектов. Для титана эти значения составили: подача газа 30 sccm, диапазон мощности: от 350 до 420 Вт, диапазон тока от 520 до 600 мА. На этих режимах была проведена серия экспериментов по нанесению пленки титана на подложку ситалла.

Режимы, при которых проводилось нанесение покрытий, приведены в таблицах 3 и 4.

Таблица 3 – Режимы нанесения при стабилизации мощности

Номер образца	Подача газа (Q, sccm)	Мощность (P, Вт)	Давление в камере (P, мбар)	Напряжение (U, В)	Ток (I, mA)	Время осаждения (t, мин)
1	30	350	$4,3 \cdot 10^{-2}$	от 630 до 673	от 550 до 510	5
2	30	385	$4,4 \cdot 10^{-2}$	от 690 до 750	от 570 до 530	5
3	30	420	$4,3 \cdot 10^{-2}$	от 745 до 770	от 580 до 510	5

Таблица 4 – Режимы нанесения при стабилизации тока

Номер образца	Подача газа (Q, sccm)	Ток (I, mA)	Давление в камере (P, мбар)	Напряжение (U, В)	Мощность (P, Вт)	Время осаждения (t, мин)
1	30	520	$4,6 \cdot 10^{-2}$	от 515 до 456	от 270 до 240	5
2	30	560	$4,6 \cdot 10^{-2}$	от 520 до 510	от 290 до 210	5
3	30	600	$4,5 \cdot 10^{-2}$	от 515 до 510	от 330 до 300	5

Полученные образцы были исследованы на показатели адгезии по методу сетчатых надрезов и на отрыв. В первом случае образцы скрайбировались в двух направлениях, а во втором от пленки отрывался приклеенный «грибок». Приборы для измерения адгезии по каждому из методов представлены на рис. 2.



*Рис. 2. Приборы для контроля адгезии (слева для метода сетчатых надрезов, справа для метода отрыва).*

Все образцы показали высокие значения адгезии. По методу сетчатых надрезов максимальный показатель 5В, а на отрыв от 5,5 до 8 Мпа, причем разрушение происходило по клею, которым грибок был приклеен к покрытию. Сводные результаты измерения представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты измерения адгезии для полученных образцов титана

<b>Номер образца</b>	<b>Мощность (Р-Вт)</b>	<b>Померенное значение адгезии методом сетчатых надрезов</b>	<b>Померенное значение адгезии методом отрыва</b>	<b>Примечание</b>
<b>1</b>	350	5В	5,5Н/мм <sup>2</sup>	Разрушение по стыку клей-пленка
<b>2</b>	385	5В	8 Н/мм <sup>2</sup>	
<b>3</b>	420	5В	6 Н/мм <sup>2</sup>	

Полученные результаты позволяют говорить о возможности использования выбранных режимов для нанесения подслоя титана в качестве адгезионного под материалы, которые используются при пайке компонентов (медь, олово-золото и др.)

#### Литература

4. Колесник Л.Л., Деев В.А., Селезнев А.В. Анализ возможности использования метода пароструйного осаждения для металлизации подложек // Вакуумная наука и техника: Материалы XX научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, 2013 г. с. 165-167.
5. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by P.M.Martin. - 3<sup>rd</sup> ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. – Ind.: p.902-912. – ISBN 978-0-8155-2031-3
6. US. Patent 5571332 – Electron Jet Vapor Deposition System, 1996



## Разработка технологии изготовления тонкопленочных покрытий для абсорберов солнечной энергии

Е.Н. Галаганова

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, ул. 2-ая Бауманская, д. 5, [lenagalaganowa@mail.ru](mailto:lenagalaganowa@mail.ru)

Для разработки новых покрытий и успешной отработки технологии нанесения тонких пленок важно иметь оптимальную конструкцию вакуумной камеры и современную оснастку. В данной статье представлено описание установки МИР – 2М и рассмотрено применение тонких пленок оксинитрида титана в качестве абсорбера солнечной энергии, а также представлены результаты экспериментов по нанесению селективных покрытий.

*The development of manufacturing technology of thin-film coatings for solar energy absorbers. Galaganova E.N. For the optimum design of the vacuum chamber and modern equipment it is important to develop new coatings and successfully develop the technology of thin films deposition. This article describes how to install the MIR – 2M; the use of thin films of oxynitride titanium as the absorber of solar energy is considered as well as the results of the experiments for selective coating.*

Альтернативные источники энергии безопасны для экологии и их использование представляет экономический эффект для потребителя. В качестве источника энергии можно использовать, например, кинетическую энергию ветра, движение воды в морях и океанах и солнечный свет. Последний вид энергии может быть преобразован в электрическую (применение солнечных батарей) и тепловую (применение коллекторов солнечной энергии, рис.1).

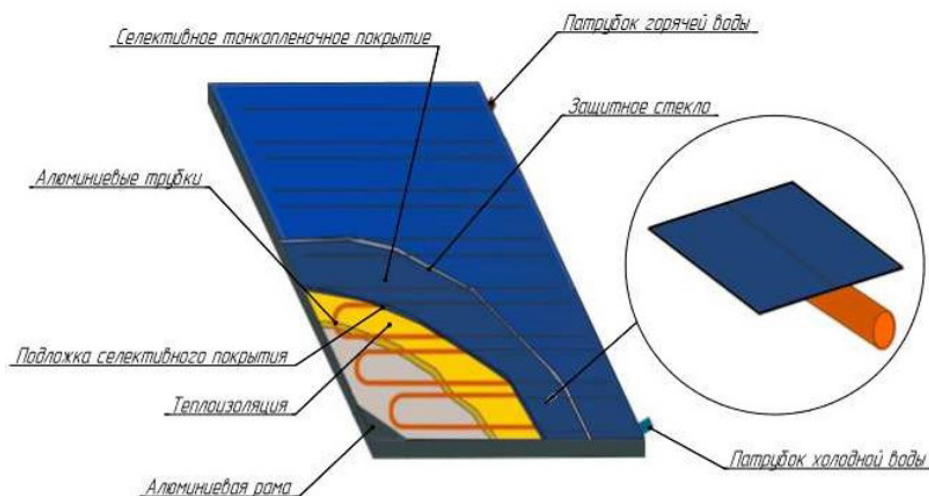


Рис. 1. Плоский цельнолистовой коллектор солнечной энергии.

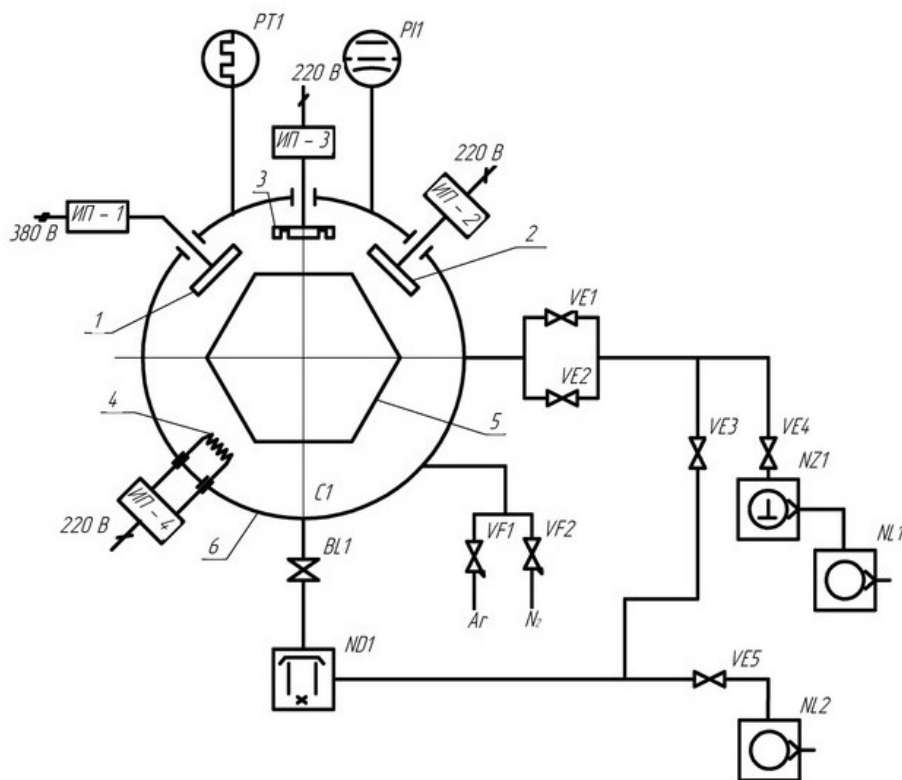
Абсорбер – это ключевая часть солнечного коллектора. В абсорбере происходит процесс преобразования солнечной энергии в тепловую энергию, которая передается теплоносителю. Абсорбирующее покрытие может быть нанесено на различные материалы, такие как медь, алюминий, стекло. Неизменным является то, что абсорбер находится на освещенной солнечным излучением части коллектора. Для создания таких покрытий, абсорбирующих поток солнечной энергии, используется вакуумное технологическое оборудование, в частности установка магнетронного распыления МИР – 2М.

На предложенной установке МИР – 2М отрабатывается технология нанесения покрытия оксинитрида титана для получения поверхности с высоким коэффициентом поглощения солнечной энергии. Это покрытие с повышенной стойкостью, которое используется в качестве

износостойкого, жаропрочного, а иногда и декоративного. Нанесение оксинитрида титана представляет собой химический процесс, происходящий, как правило, при температуре 1200°C.

Пленки оксинитрида титана находят широкое применение для изготовления солнечных фотоприемников, датчиков видимого и УФ излучения, газовых сенсоров, а также для использования в качестве фотокатализаторов и антиотражающих покрытий. В микроэлектронике данные пленки нашли применение в качестве химически стойких проводящих электродов, диффузионных барьеров, газовых барьеров материала для создания омических контактов.

Магнетронный способ нанесения покрытий обладает такими преимуществами, как высокая скорость осаждения пленки, высокий показатель адгезии покрытия и равномерность его толщины. Для тонкопленочных покрытий важнейшими параметрами качества процесса являются адгезия и равномерность поверхности. Уровень адгезии зависит от технологического аспекта: изначальная чистота поверхности заготовки, подобранные наносимые материалы и материалы подложки, толщина покрытия [1]. Параметр равномерности получаемого покрытия зависит от вышеперечисленных факторов, а также важную роль играет равномерность движения заготовок. Методика магнетронного распыления дает возможность наносить очень тонкое покрытие, обладающее высокой стойкостью. Для получения покрытий с высокой адгезией сначала наносится подслой титана, затем слой оксинитрида титана. Сохранить эти преимущества возможно лишь при соблюдении требований, как к технологической схеме, так и к конструкции установки. Принципиальная схема установки МИР – 2М представлена на рис. 2.



*Рис. 2. Схема установки МИР - 2М. 1 - магнетрон с Al - мишенью; 2 - магнетрон с Ti - мишенью; 3 - ионная пушка; 4 - нагреватель; 5 - нагреватель; 6 - вакуумная камера; ИП-1 - штатный источник питания магнетрона; ИП-2 - штатный источник питания магнетрона; ИП-3 - источник питания ионной пушки; ИП-4 - источник питания нагревателя; ND1 - диффузионный насос; NZ1 - двухроторный насос Рутса; NL1 - пластинчато-роторный насос НВР - 16; NL2 - пластинчато-роторный насос НВР - 5Д.*

При проведении технологического процесса нанесения титана и оксинитрида титана экспериментально установлено, что для данной расчётной схемы неравномерность толщин



тонких плёнок колеблется в диапазоне 5 – 7 % и является незначительной, принимая во внимание допуски на толщины слоёв.

Испытания, проведенные с целью отработки технологии нанесения тонких плёнок поглощающего покрытия, показали, что качество абсорбера солнечной энергии напрямую зависит от толщин адгезионного подслоя титана и селективного покрытия, следовательно, необходимо контролировать данный параметр и строго соблюдать его точность. Рассматривая качество коллектора солнечной энергии в целом, необходимо соблюдать точность размеров абсорбера, так как площадь поглощающего покрытия определяет производительность устройства [2]. Основываясь на экспериментальных данных, были назначены основные параметры изделия: толщина адгезионного слоя титана составляет  $0,1_{\pm 0,01}$  мкм, толщина поглощающего покрытия оксинитрида титана равна  $0,22_{\pm 0,02}$  мкм. Данные тонкие плёнки нанесены на алюминиевую подложку, выполненную из листа марки А0 толщиной 500–50 мкм. Для получения определенных толщин тонких плёнок методом магнетронного распыления были проведены расчёты, по результатам которых получена продолжительность нанесения слоев [3].

Значения расхода аргона  $Y_{Ar}$  при нанесении подслоя титана и оксинитрида титана и значение расхода воздуха  $Y_{N_2,O_2}$ , состоящего на 78% из азота и на 21% из кислорода, а также значение силы тока магнетрона, определены экспериментально (табл. 1).

Таблица 1 – Параметры технологического процесса.

№ п/п	Наименование параметра	Значение
1	Материал 1-го слоя	Ti
2	Толщина, нм	~100
3	Режимы	
	$P_{\text{раб}}, \text{Па}$	$1,7 \cdot 10^{-1}$
	$Y_{Ar}, \text{м}^3/\text{ч} \cdot 10^3$	0,70
	t, мин	10
4	Материал 2-го слоя	$TiO_xN_y$
5	Толщина, нм	220
6	Режимы	
	$P_{\text{раб}}, \text{Па}$	$1,7 \cdot 10^{-1}$
	$Y_{Ar}, \text{м}^3/\text{ч} \cdot 10^3$	0,22
	$\sum Y_{O_2,N_2}, \text{м}^3/\text{ч} \cdot 10^3$	2,90
	t, мин	15

При отработке технологии были обнаружены проблемы, связанные с проведением технологического процесса и конструкцией установки МИР – 2М. В процессе напыления во время работы магнетрона до установления постоянного режима тока возникают микродуги. В основном, это явление связано с загрязнениями поверхности мишени, а в редких случаях из-за работы блока питания. В связи с этим, мишень начинает «брызгать» наносимым материалом, что существенно сказывается на качестве покрытия. Если при производстве существует возможность расположить заготовки так, чтобы разместить их на пяти гранях шестиугольного барабана, то шестая грань играет роль заслонки на время работы магнетрона с возникновением микродуг. Но если необходимо полностью загрузить установку, то щит для брызг металла не предусмотрен.

В качестве решения данной проблемы было установлено, что для улучшения проводимых в камере технологических процессов необходимо размещение заслонки. Для магнетрона диаметром 100 мм рекомендуется установить заслонку с ручным управлением. Наличие заслонки позволяет проводить тренировку мишени, не влияя на загрузку камеры, также это является решением согласно международным стандартам. На рис.3 изображена схема вакуумной камеры с установленной заслонкой для отработки мишени.

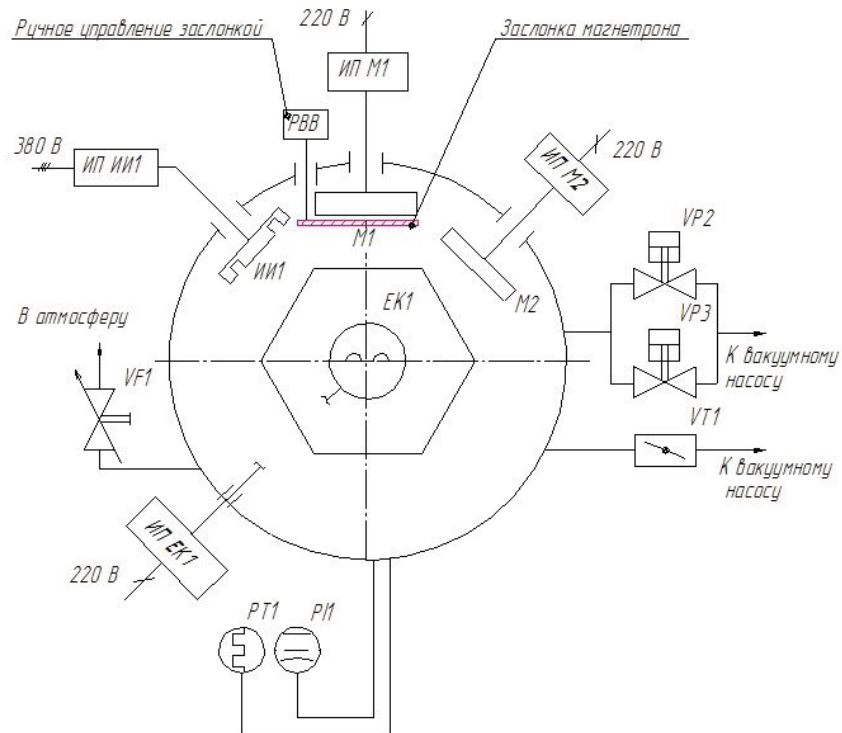


Рис. 3. Схема вакуумной камеры установки МИР – 2М.

Данное усовершенствование конструкции камеры направлено на улучшение результатов технологического процесса вакуумного нанесения тонких пленок оксинитрида титана и любых других материалов, распыление которых возможно на данной установке.

#### Выводы

При разработке технологии изготовления образцов абсорбера для коллектора солнечной энергии было установлено, что на качество покрытия влияет первоначальная подготовка подложек перед проведением техпроцесса и соотношение рабочих газов в камере при нанесении тонких плёнок титана и оксинитрида титана. Получены режимы ключевых операций изготовления абсорбера: нанесение тонких плёнок титана и оксинитрида титана на алюминиевые подложки методом магнетронного нанесения. Определено, что для реализации эффективных толщин покрытия необходимо проводить нанесение подслоя титана в среде аргона в течение 10 минут; нанесение слоя оксинитрида титана проводить в течение 20 минут. Также предложено решение по модернизации установки МИР – 2М с целью улучшения результатов технологического процесса.

#### Литература

1. Лучкин А.Г., Лучкин Г.С. Очистка поверхности подложек для нанесения вакуумно-плазменными методами / Лучкин А.Г., Лучкин Г.С. // Вестник Казанского технологического университета – 2012. - № 15. – с. 208-210.
2. Давиденко А.П. Сравнительный анализ силикатного стекла и поликобраната в теплоизоляционном кожухе гелиоколлектора / Давиденко А.П. // Научная периодика НТУ ХПИ. – 2010. - № 8. – с. 7-9.
3. Технология тонких пленок (справочник). Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. Т.1. М., «Сов. радио», 1977, 664 с.

## Трехроторный вакуумный насос

**В.В.Мишнаевский, С.Б.Нестеров**  
**РНТВО им. академика С.А.Векинского**  
**Москва**  
**[mishnaevskij@yandex.ru](mailto:mishnaevskij@yandex.ru)**

*Приведено описание трехроторного вакуумного насоса объемного действия.*

*Three-rotary vacuum displacement pump. V.V.Mishnaevski, S.B. Nesterov. Three-rotary vacuum displacement pump is described here.*

Изделие относится к области машиностроения и может быть использовано при изготовлении компрессорного оборудования, предназначенного для нагнетания, перекачивания и вакуумирования газа, в частности, в пневматических производственных и транспортных газовых системах [1-3].

Изделие представляет собой механический насос объемного действия, предназначенный для получения низкого вакуума. Схема устройства и движения газов внутри вакуумного насоса показана на рис. 1,2,3.

В рабочей камере расположены три ротора – два основных, напоминающие по форме «беличье колесо», и один вспомогательный, напоминающий по форме «мальтийский крест». Роторы вращаются синхронно, образуя две взаимодействующие пары. В каждой паре роторы вращаются навстречу друг другу. Синхронность обеспечивается с помощью закрепленных на валах роторов шестерен связи, вынесенных за пределы рабочей камеры.

Основными достоинствами насоса являются: отсутствие контактного трения в роторном механизме, простота форм основных деталей и возможность образования двух трактов вакуумирования газов с использованием трех роторов.

На рисунках показано направление вращения каждого ротора и углубления полости роторов, с помощью которых осуществляется процесс передачи газа со стороны впуска на сторону выпуска. Число пазов у вспомогательного ротора и перемычек (пальцев) у основных роторов не может быть меньше двух. Кроме того, число упомянутых пазов и перемычек может быть неодинаковым. Число перемычек определяет количество зон переноса газа, основную производительность и число циклов впуска и выпуска газа за один оборот основного ротора. Пазы вспомогательного ротора участвуют в переносе газа со стороны впуска на сторону выпуска и обеспечивают разобщение зон впуска и выпуска газа. Независимо от количества перемычек у основного ротора и числа пазов вспомогательного ротора процессы переноса газа из зоны впуска в зону выпуска идентичны.

Быстрота действия насоса определяется объемом, удаляемым впадинами всех трех роторов в единицу времени с учетом обратного перетекания газа с выхода на вход через зазоры и вредное пространство (выделено точечным туманом), которое образуется между перемычкой основного ротора и стенками паза вспомогательного ротора. Наличие вредного пространства ограничивает самостоятельное применение насоса. Целесообразнее эксплуатировать его совместно с форвакуумным насосом. На рисунках видно, что в один блок объединены фактически два вакуумных насоса, идентичных по конструкции и процессам вакуумирования. Вакуумируемый сосуд подключается трубопроводами к двум впускным окнам. Для выпуска предназначены также два окна. В каждом из насосов (вакуумирующей секции) движение газа специфично, а именно: поступающий из сосуда во впускное окно газ разделяется на две части. Одна заполняет полости между перемычками основного ротора, а другая заполняет полости пазов вспомогательного ротора. Обе указанные части в итоге переносятся в зону выпуска, но по-разному. Часть газа, заполняющая основной ротор, вначале переносится без изменения давления, затем подвергается сжатию, заполняет вредное пространство и совместно со второй частью газа выпускается через соответствующее окно. Момент выпуска газа показан на рис.1

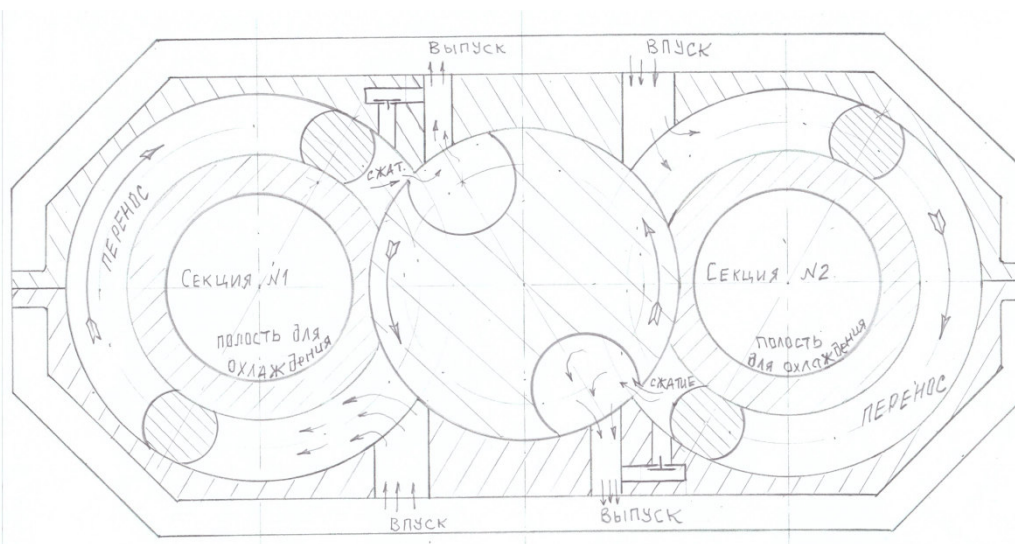


Рис.1. Момент выброса (выпуска).

Для предотвращения избыточного сжатия газа в начальный период в зоне сжатия основного ротора предусмотрен канал с перепускным клапаном. По окончании выпуска и перекрытии выпускного окна в полости между перемычкой основного ротора и стенками паза вспомогательного ротора остается порция газа, характеризующая параметрами среды, в которую произведен выпуск вакуумируемого газа. Через короткий промежуток времени указанная остаточная порция газа начинает перетекать в зону переноса основного ротора, преобразуя эту полость в зону сжатия. Наблюдается процесс внешнего сжатия, сопровождающийся выравниванием давления значительно меньше давления среды выпуска благодаря наличию золотниковой схемы выпуска. Этот момент процесса показан на рис.2.

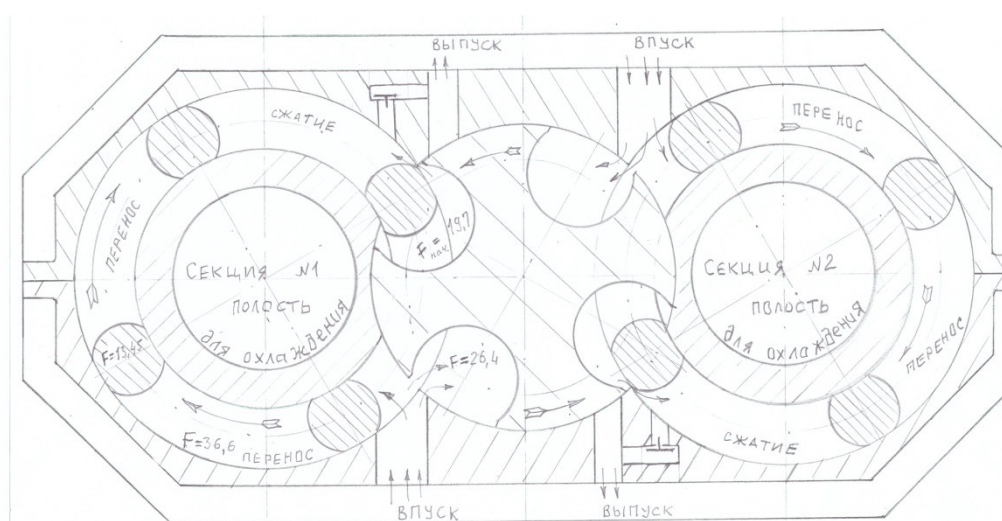


Рис.2. Момент начала цикла "сжатие-выброс".

Дальнейшее вращение роторов сопровождается уменьшением объема зоны сжатия. Частично сжатый газ заполняет вредное пространство. Момент замыкания вредного пространства показан на рис.3.

Простота геометрических форм основных деталей позволяет с достаточной степенью точности выполнять расчеты на этапе проектирования изделия, используя графо-аналитический метод. Полезным при таких расчетах является определение соотношения количества газа в объемных единицах, приведенного к нормальным условиям, и объема полости, которую в данный момент газ занимает. Указанное соотношение является своеобразным коэффициентом наполнения полости, определяет степень разреженности газа в ней в данный момент,

позволяет подсчитать потоки в каком-либо сечении в прямом и обратном направлениях, получить качественную и количественную оценку процесса.

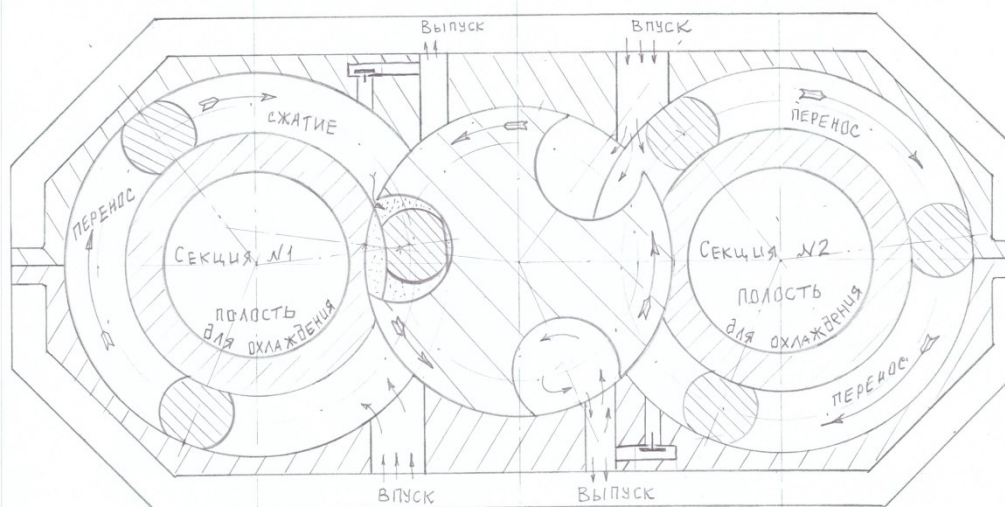


Рис.3. В первой секции-заполнение вредного пространства; во второй секции-выброс через перепускной клапан.

Насосы, изготовленные по представленной схеме, предпочтительно использовать для вакуумирования емкостей до остаточного давления 250...300 мбар с производительностью в диапазоне от 200 до 2000 куб.м в час.

Для повышения достижимого разрежения в вакуумируемой емкости насос может быть использован как двухступенчатый. С этой целью в момент получения предельно достижимого разрежения в сосуде достаточно соединить выпускное окно первой секции с впускным окном второй секции насоса.

Производительность насоса может быть увеличена путем не принципиальных изменений конструкции, например, использованием трех или четырех основных роторов в сочетании с одним многопазовым вспомогательным ротором, как показано на рис.4.

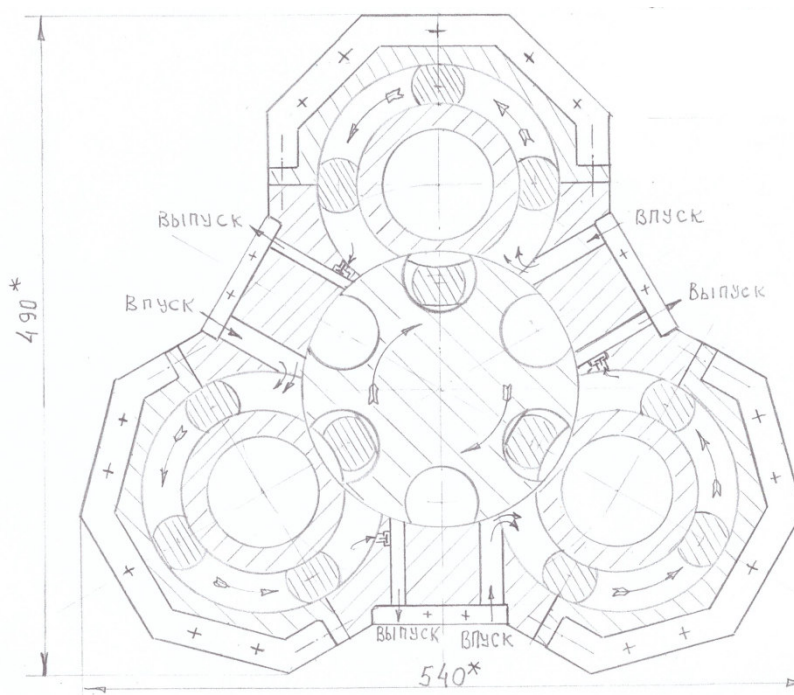


Рис.4. Вакуумнасос трёхсекционный.



При необходимости насос может быть использован как компрессор, способный обеспечить избыточное давление 1,5...2,0 атмосферы. Перевод насоса на режим компримирования обеспечивается перенастройкой перепускных клапанов в первой и второй секциях на заданное давление.

#### Литература

1. В.Хлумский. Ротационные компрессоры и вакуум-насосы. М., Машиностроение, 1973.
2. Алешин С.В., Мишнаевский В.В. Компрессор. Патент на изобретение № 2458251. Заявка № 2010142442 от 10 августа 2012 г.
3. Мишнаевский В.В. Коомпрессор. Патент на полезную модель № 149 329ю Заявка № 2014128251/06Б 18.07.2014.

## **Пучково-плазменная обработка стоматологических пластмасс в низком вакууме**

*Аунг Мьят Хейн, В.А. Мясников*

*г. Долгопрудный, Московская обл., Московский физико-технический институт,  
Институтский пер., д. 9*

*E-mail: greatofaungmyathein52@gmail.com*

*Исследована модификация стоматологических пластмасс, полиметилметакрилата и метилметакрилата, в электронно-пучковой плазме и ВЧ-разряде разных газов. Гидрофильные свойства обработанных полимеров была охарактеризована с помощью измерения контактного угла смачивания по воде. Повышение гидрофильности полимеров наблюдалось после модификации в плазмообразующих средах кислорода и аммиака. Эффект зависел от длительности процесса обработки и сохранялся в течение нескольких дней после модификации.*

***Beam-plasma modification of dental plastics under low vacuum conditions. Aung Myat Hein, V.A. Miasnikov. Modification of dental plastics, poly(methyl methacrylate) and methyl methacrylate, in electron-beam plasma and RF-discharge using various plasma generating gases was studied. Hydrophilic properties of treated polymers were characterized by water contact angle. Increase of polymers hydrophilicity was observed due to plasma chemical modification in oxygen and ammonia media. This effect increased with the prolongation of treatment time and was stable for several days after modification.***

На современном стоматологическом рынке присутствует широкий спектр полимерных материалов для изготовления разнообразных протетических конструкций, призванных восполнить утраченные анатомические образования и функции организма [1]. В настоящее время наиболее распространенными материалами являются традиционный полиметилметакрилат (ПММА), а также метилметакрилат (ММА), представляющий собой сложный метиловый эфир метакриловой и выпускаемый под торговой маркой «Акри-Фри». Это обусловлено легкостью обработки и низкой себестоимостью производства данных полимеров, их механической прочностью в сочетании с хорошей эластичностью [2, 3, 4]. Однако одной из основных проблем использования ПММА и ММА для производства стоматологических протезов является их достаточно высокая гидрофобность, что приводит к адсорбции на поверхности протетических конструкций белков и патогенных бактерий, и снижает биосовместимость с тканями организма человека [5, 6].

Одним из наиболее перспективных и современных методов модификации поверхности полимеров с целью повышения их гидрофильности и повышения биосовместимости является воздействие низкотемпературной плазмы низкого давления [7]. В настоящей работе рассматривается модификация ПММА и ММА в электронно-пучковой плазме (ЭПП), генерируемой путем инъекции высокоэнергетичного электронного пучка в плотные газообразные среды, и плазме ВЧ-разряда.

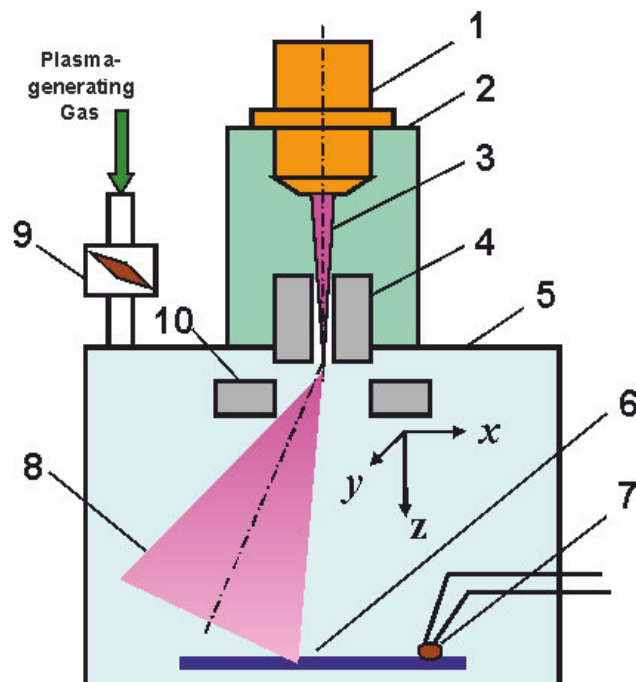
#### **Экспериментальная установка и процедура обработки**

Схема обработки ПММА и ММА в ЭПП показана на рис. 1. Сформированный в высоком вакууме ( $\sim 10^{-5}$  Торр) ЭП инжестировался в заполненную плазмообразующей средой реакционную камеру (5) через газодинамическое выводное окно (4). В экспериментах в качестве плазмообразующего газа использовались кислород, аргон и аммиак при давлении 5 Торр. При инъекции ЭП (3) в реакционной камере формировалось облако ЭПП (8), в которое помещались подлежащие обработке образцы ПММА и ММА.

Равномерность обработки достигалась за счет электромагнитной развертки инжестированного ЭП в круглый растр с помощью электромагнитной системы (10). Температура образца измерялась оптическим пирометром OptrisLS (Optris GmbH, Германия), а также термосенсором (7), помещенным в реакционный объем. В экспериментах все образцы были обработаны при температурах, не превышающих 40 °С, что исключало их тепловую деструкцию.

Модификацию ПММА и ММА проводили также в плазме ВЧ-разряда, для генерации которого использовали ВЧ-генератор Genesis GHW-12 (MKS Instruments, Великобритания) с частотой 13,6 МГц, при мощности 15 Вт. В качестве плазмообразующей среды использовали химически чистые кислород, аргон и аммиак при давлении 0,5 Торр, время обработки ( $\tau$ ) составило 2 и 10 мин.

Биосовместимость обработанных полимеров была охарактеризована с помощью измерения контактного угла смачивания по воде, который измеряли методом падающей капли на оптическом приборе CAM101 (KSV Instruments LTD, Финляндия).



*Рис. 1. Схема обработки полимеров в ЭПП:*

*1 – электронно-лучевая пушка; 2 – высоковакуумная камера; 3 – электронный пучок; 4 – выводное устройство; 5 – рабочая камера; 6 – синтетический полимер; 7 – датчик температуры; 8 – плазменное облако; 9 – регулируемый натекатель; 10 – отклоняющая система; стрелкой показана подача плазмообразующего газа*

**Результаты**

Таблица 1. Контактный угол смачивания для воды ММА, обработанного в ЭПП в различных плазмообразующих сред в течение  $\tau = 5$  мин

Условия обработки	Значение краевого угла, °		
	Через 1 день	Через 3 дней	Через 1 неделю
Время после обработки			
Контроль Необработанный образец	93,72±3,20	93,58±2,57	91,34±3,10
O <sub>2</sub>	56,7±0,06*	62,4±0,07*	70,99±2,90*
NH <sub>3</sub>	73,54±2,80*	76,12±5,50	81,84±8,80
Ar	65,00±0,30*	75,40±1,10	82,51±6,20

\* - результат, достоверный по отношению к контролю

Данные представлены в виде среднее ± стандартное отклонение

В таблицах 1-3 приведены значения краевого угла смачивания и динамика изменений гидрофильных свойств поверхности полимеров, модифицированных в ЭПП и плазме ВЧ-разряда в различных плазмообразующих средах.

Краевой угол смачивания ПММА и ММА после обработки в ЭПП и плазме ВЧ-разряда понижался по сравнению с исходными образцами, что свидетельствует об улучшении гидрофильных свойств. При этом наиболее существенное улучшение гидрофильности образцов ПММА и ММА наблюдалось после модификации в плазмообразующей среде кислорода, и аммиака, что, по-видимому, связано, с формированием на их поверхности кислород и азотсодержащих полярных групп.

При модификации в плазме ВЧ-разряда повышение гидрофильности ПММА и ММА также зависело от длительности процесса обработки в ВЧ-разряде. Через 2 мин обработки в ВЧ-разряде аммиака краевой угол ПММА снижался с 76,00±3,23° до 49,00±0,08°, а при увеличении времени модификации до 10 мин – до 31,40±0,37° (Таблица 2). Такая же тенденция наблюдалась и в случае ММА (Таблица 3). Эффект сохранялся в течение по крайней мере одной недели после плазмохимической модификации в ВЧ-разряде кислорода и аммиака и трех дней после ЭПП-обработки в среде кислорода.

Таблица 2. Контактный угол смачивания для воды ПММА, обработанного в ВЧ-разряде в различных плазмообразующих сред в течение  $\tau = 2$  и 10 мин.

Условия обработки	Значение краевого угла, °			
	Через 1 день		Через 1 неделю	
Время после обработки				
Длительность обработки	2 мин	10 мин	2 мин	10 мин
Контроль Необработанный образец	76,00±3,23	76,00±3,23	74,22±2,25	74,22±2,22
O <sub>2</sub>	43,55±0,40*	36,83±0,2*	45,63±4,50*	49,00±4,00*
NH <sub>3</sub>	49,00±0,08*	31,40±0,37*	70,40±0,01	48,00±0,01*
Ar	36,72±1,30*	38,6±2,90*	54,59±1,00*	66,26±1,00

\* - результат, достоверный по отношению к контролю

Данные представлены в виде среднее ± стандартное отклонение



Таблица 3. Контактный угол смачивания для воды MMA, обработанного в ВЧ-разряде в различных плазмообразующих сред в течение  $\tau = 2$  и 10 мин.

Условия обработки	Значение краевого угла, °			
	Через 1 день		Через 1 неделю	
Время после обработки				
Длительность обработки	2 мин	10 мин	2 мин	10 мин
Контроль Необработанный образец	93,72±3,20	93,72±3,20	91,34±3,10	91,34±3,10
O <sub>2</sub>	57,00±0,04*	63,72±0,07*	76,00±0,94*	70,00±0,20*
NH <sub>3</sub>	57,00±0,01*	26,80±0,20*	77,60±0,4*	62,90±0,82*
Ar	47,50±2,50*	45,30±3,30*	77,00±2,30*	81,00±0,90

\* - результат, достоверный по отношению к контролю

Данные представлены в виде среднее ± стандартное отклонение

Результаты данной работы были успешно использованы при пучково-плазменной обработке протетических конструкций, которые были апробированы в стоматологической практике при курировании пациентов [8].

Работа поддержана грантом РФФИ 15-08-05724\_а.

#### Литература

1. В.А. Клемин, А.А. Ворожко Современное состояние вопроса выбора материала для ортопедического лечения больных, нуждающихся в съемном протезировании // Дальневосточный медицинский журнал, 2015, 1, 41-46.
2. J.H. Park, S.H. Lee, K.H. Choi, H.S. Noh, J.W. Lee, S.J. Pearton Comparison of dry etching of PMMA and polycarbonate in diffusion pump-based O<sub>2</sub> capacitively coupled plasma and inductively coupled plasma // Thin Solid Films, 2010, 518, 6465-6468.
3. A. Bettencourt, A.J. Almeida Poly(methyl methacrylate) particulate carriers in drug delivery // J. Microencapsul., 2012, 29, 353-367.
4. A.M.S. Hamouda The influence of humidity on the deformation and fracture behavior of PMMA // J. Mater. Process. Technol., 2002, 124, 238-243.
5. A.S. Hoffman A general classification scheme for "hydrophilic" and "hydrophobic" biomaterial surfaces // J Biomed. Mater. Res., 1986, 20, ix-xi.
6. H.E. Kaufman, J. Katz, J. Valenti, J.W. Sheets, E.P. Goldberg Corneal endothelium damage with intraocular lenses: contact adhesion between surgical materials and tissue // Science, 1977, 198, 525-527.
7. В.В. Рыбкин Низкотемпературная плазма как инструмент модификации поверхности полимерных материалов // Соросовский образовательный журнал, 2000, 6, 58-63.
8. Е.О. Кудасова, В.А. Мясников, Т.М. Васильева, Е.О. Кочурова Модификация поверхности протетической конструкции плазмой тлеющего разряда кислорода // 59-я Всероссийская научная конференция МФТИ, 21-26 ноября 2016, Долгопрудный, [www.conf59.mipt.ru/static/reports\\_pdf/1626.pdf](http://www.conf59.mipt.ru/static/reports_pdf/1626.pdf)

## СЕКЦИЯ 2 НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ И ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

### Исследование свойств медных пленок, полученных методом ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени

*М.В. Макарова, К.М. Моисеев*  
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская д. 5, стр. 1  
E-mail: [m.v.makarova@list.ru](mailto:m.v.makarova@list.ru)

*В статье исследованы характеристики поверхности пленок меди, осажденных методом ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени. Выявлены и описаны различные дефекты пленок и проведен рентгенофлуоресцентный анализ поверхности.*

*Study of the copper film properties deposited by magnetron sputtering in the target vapors. M.V. Makarova, K.M. Moiseev. The properties of copper films deposited by magnetron sputtering in target vapors were studied. Different types of the defects in the films were identified and described. The x-ray fluorescence analysis of the film surface was carried out.*

#### **Введение**

На сегодняшний день толстые проводящие пленки меди применяются в таких перспективных областях, как термоэлектричество и силовая электроника. Основными изделиями являются термоэлектрические охладители, термоэлектрические генераторы энергии, силовые модули и др. Толщина проводящих слоев меди в этих изделиях должна составлять десятки, и даже сотни микрометров [1]. Однако в настоящее время существует ряд сложностей, связанных с применимостью методов формирования толстых проводящих слоев. Имеющиеся методы являются либо непроизводительными, и время формирования пленок может занимать часы и даже сутки, либо сложными с точки зрения реализации технологии и крайне дорогими [2, 3, 4]. Одним из наиболее перспективных PVD методов формирования толстых проводящих пленок является метод ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени, или иными словами, метод жидкофазного магнетронного распыления (ЖФМР). Данный метод отличается высокими скоростями осаждения, составляющими десятки мкм/мин. Благодаря возможности проведения процесса в глубоком вакууме без рабочего газа, пленки, полученные этим методом, обладают высокой чистотой. Также вследствие наличия ионизированной фазы покрытия обладают отличными показателями адгезии [5]. Использование этого метода на производстве, благодаря его особенностям, позволяет значительно сократить время формирования пленки с нескольких часов до нескольких минут, и, тем самым, увеличить производительность. Однако не менее важным аспектом является качество сформированного покрытия, которое должно удовлетворять требованиям, предъявляемым к проводящим покрытиям. В данной работе проведен ряд измерений для оценки параметров пленок меди, полученных этим методом.

#### **Условия проведения экспериментов**

Медные пленки осаждались на полированные подложки из AlN с шероховатостью Ra 7...9 нм и размерами 60x48 мм. Толщина подложек составляла 0,25 мм и 0,5 мм.

Осаждение пленок проводилось в вакуумной камере при остаточном давлении  $P = 2 \cdot 10^{-3}$  Па. Мощность, подаваемая с блока питания,  $P = 1,4$  кВт. Скорость осаждения была рассчитана по времени и измеренной толщине, и по результатам проведения 15-ти экспериментов составила  $11,1 \pm 1,3$  мкм/мин.

### **Шероховатость поверхности**

Параметр шероховатости Ra измерялся с помощью профилометра Mahr MarSurfPS1. Для сравнения приведены значения шероховатости пленки, полученной методом классического магнетронного распыления с помощью протяженного планарного магнетрона, длиной 400 мм при следующих параметрах процесса:  $P = 2 \cdot 10^{-3}$  Па,  $Q_{Ar} = 3,5$  л/ч,  $P = 2,7$  кВт и регулировке по опорной мощности (таблица 1).

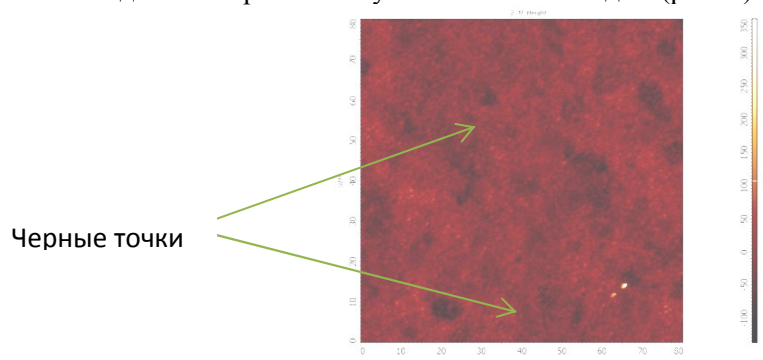
Таблица 1 – Значения шероховатости медных пленок

Метод осаждения Номер измерения	Жидкофазное магнетронное распыление, нм	Классическое магнетронное распыление, нм
1	57	27
2	68	31
3	91	28
4	98	26
5	91	29
Среднее значение, мкм	$81 \pm 23$	$28 \pm 3$

Шероховатость пленок полученных методом ЖФМР выше, чем шероховатость пленок, полученных методом классического магнетронного распыления.

### **Анализ качества поверхности**

С помощью атомно-силового микроскопа Solver NEXT проведено сканирование поверхности медного покрытия полуконтактным методом (рис. 1).

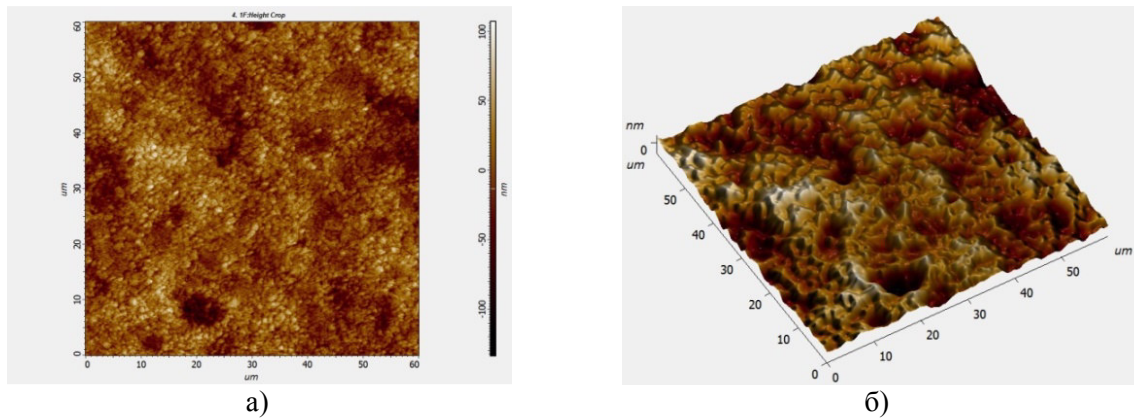


*Рис. 1. Изображение поверхности медной пленки.*

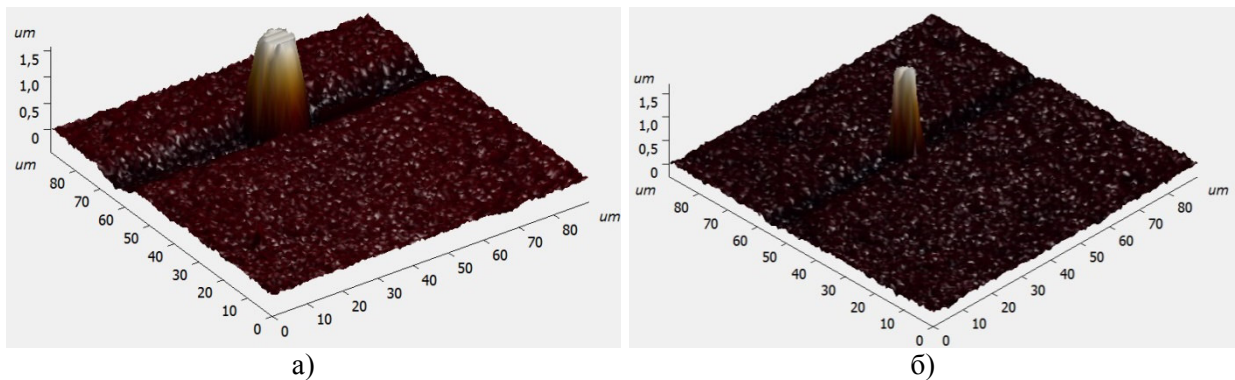
На изображении скана поверхности присутствуют черные точки. Сканирование зоны без черных точек представлено на рис. 2. Результат сканирования областей с черными точками представлен на рис 3.

Анализ участка поверхности меди с черными точками показал, что эти точки являются выступами. Размеры выступов составили: высота  $\sim 1,7 \dots 2$  мкм, диаметр основания  $\sim 11 \dots 17$  мкм. На поверхности также обнаружены темные пятна. Сканирование показало, что это углубления  $\sim 1$  мкм (рис. 4).

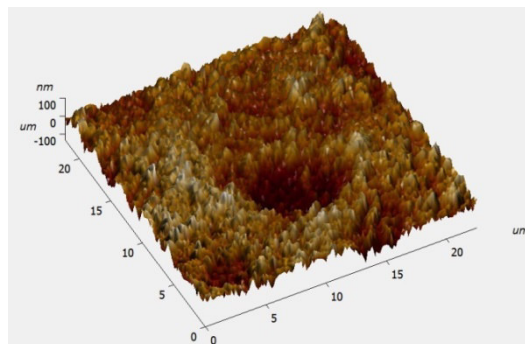
Появление выступов можно связать с периодическим вылетом кластеров меди и их осаждением на поверхность подложки. Углубления же могут образовываться в ходе слишком быстрого и беспорядочного формирования медного покрытия.



*Рис. 2. Поверхность медной пленки: а) – 2D изображение поверхности без черных точек, б) – 3D изображение поверхности без черных точек*



*Рис. 3. Выступы на поверхности: а), б) – изображения зон черных точек из разных областей поверхности медной пленки.*



*Рис. 4. Углубление в медной пленке.*

С помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi SU1510 с рентгеновским микроанализатором ThermoScientific проведено сканирование поверхности пленки меди. Обнаружены дефекты в виде трещин и вкраплений (рис. 5). Размеры дефектов варьируются от 5 до 20 мкм. Дефекты типа трещин, также как и углубления, могут образовываться из-за очень быстрого и беспорядочного формирования пленки. Вкрапления могут быть обусловлены осаждением кластеров или микрокапель.

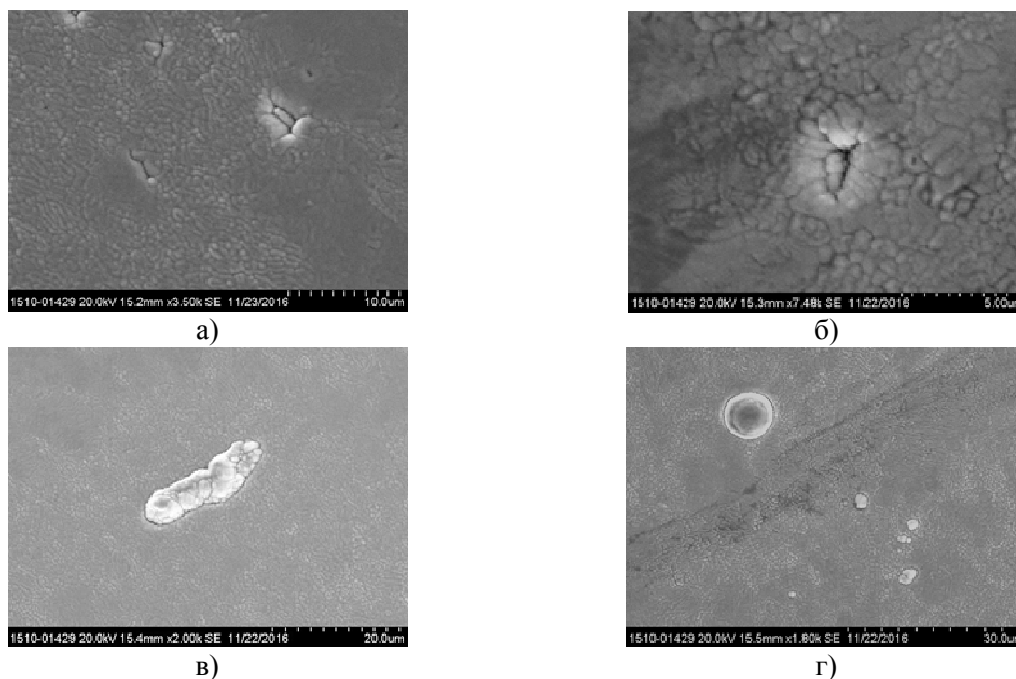


Рис. 5. Дефекты медного покрытия: а), б) – дефекты типа трещин, в), г) – дефекты типа вкраплений.

#### Рентгенофлуоресцентный анализ поверхности пленки меди

С помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi SU1510 с рентгеновским микроанализатором ThermoScientific проведен анализ поверхности на химический состав.

В ходе анализа обнаружено, что пленка на поверхности имеет зоны с материалом тигля, в нашем случае, молибдена (рис. 6).

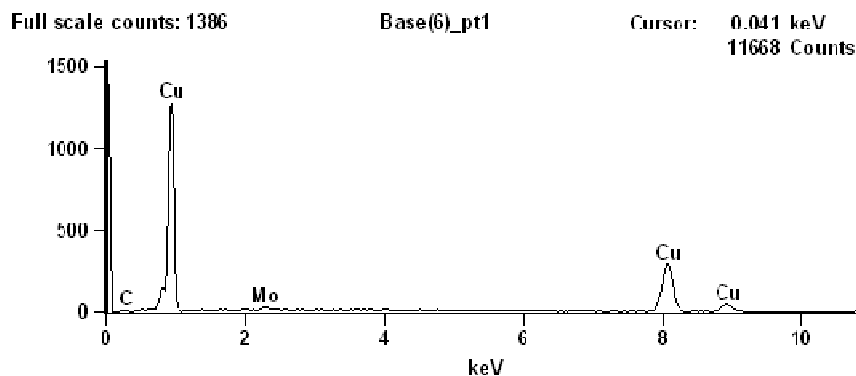


Рис. 6. Спектр материалов, обнаруженных на поверхности пленки.

Причина наличия молибдена на медной пленке – распыление материала тигля, когда на завершающей стадии процесса в зоне эрозии жидкой мишени магнетрона образуются локальные области, периодически не заполняющиеся медью. Из этих зон происходит распыление молибдена в среде паров меди, с последующим осаждением на поверхность пленки, формирующейся на подложке. Избежать этого можно только контролируя уровень меди в тигле, тем самым исключив возможность оголения зон тигля.

#### Обсуждение результатов

- 1) Скорость осаждения пленок методом ЖФМР является нестабильной величиной. Для мощности 1,4 кВт и давления  $2 \cdot 10^{-3}$  Па скорость составила  $11,1 \pm 1,3$  мкм/мин. Величина доверительного полуинтервала достаточно велика для точного контроля толщины осаждаемой пленки по времени, что является отрицательной особенностью метода;

- 2) Шероховатость пленки, осажденной методом ЖФМР, выше, чем шероховатость пленки, осажденной методом классического магнетронного распыления, и составляет  $81 \pm 23$  нм. В изделиях силовой электроники и термоэлектрических элементах жестких требований к шероховатости проводящего слоя, как правило, не предъявляется, однако для других применений это может быть критично;
- 3) При сканировании поверхности на зондовом и электронном микроскопах установлено, что на пленке имеются выступы высотой  $\sim 2$  мкм и диаметром  $\sim 17$  мкм, а участки пленки без выступов имеют кратерообразные дефекты глубиной  $\sim 1$  мкм. Кроме того, на поверхности пленок, осажденных методом ЖФМР, присутствуют дефекты с линейными размерами от 5 до 20 мкм двух видов: вкрапления и трещины. Данные дефекты могут оказывать отрицательное влияние при дальнейшем процессе химического нанесения финишного покрытия, вызывая неоднородности покрытия;
- 4) На поверхности медной пленки в ходе рентгенофлуоресцентного анализа выявлено наличие материала тигля – молибдена. Этот фактор можно отнести к отрицательным, так как наличие молибдена на поверхности меди вызывает технологические проблемы при формировании финишного покрытия.

### **Заключение**

В результате проведенных исследований выявлены некоторые особенности медных пленок, получаемых методом ЖФМР. При выборе и использовании данного метода следует учитывать:

- Наличие поверхностных дефектов: трещин, вкраплений, выступов;
- Наличие на поверхности меди пленки материала тигля, для удаления которой необходимо химическое или плазменное травление;
- Отсутствие воспроизводимости скорости осаждения от процесса к процессу, что затрудняет контроль толщины получаемой пленки.

В том случае, если в медных пленках, используемых в изделии, допускаются описанные выше виды дефектов, метод ЖФМР является лучшим среди существующих по своим показателям для получения толстых медных пленок в силу своей производительности, относительно малой цены и простоты реализации.

### **Литература**

1. И. Кокорева. Отечественная силовая электроника. Фирмы-производители. Электроника: НТБ. 2007. №3. С. 26-33.
2. Ю. Панфилов. Нанесение тонких пленок в вакууме. Технологии в электронной промышленности. 2007. №3. С. 76-80.
3. Л. Исламгазина, Ю. Шульц-Хардер, С. Валев. Критерии выбора подложек для силовых модулей. Компоненты и технологии. 2004. №3. С. 60-63.
4. А.А. Андреев, Л.П. Саблев, В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005. – 236 с.
5. М.В. Макарова, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев. Процесс ионного распыления в магнетронных системах в парах мишени // Будущее машиностроения: сб. тр. 9-ой всероссийской конференции молодых ученых и специалистов / Московский государственный университет имени Н.Э. Баумана. – Москва: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2016 – С. 298-305.

## **Разработка оборудования для получения многослойных функциональных покрытий методом магнетронного распыления**

*Н.И. Сушенцов, С.А Степанов, Д.Е. Шашин*

*Поволжский государственный технологический университет, г.Йошкар-Ола, пл.Ленина,  
д.3 e-mail: dima\_shashin@rambler.ru*

*Установка с автоматической системой диагностики и управления работой вакуумного и технологического оборудования.*

*Development of equipment to produce multi-layer functional coatings obtained by magnetron sputtering. N.I. Sushentsov, S.A. Stepanov, D.E. Shashin. The plant has automatic monitoring and management system of vacuum and technological equipment performance.*

### **Введение**

В настоящее время активно ведутся работы в области получения тонкопленочных функциональных покрытий, многокомпонентных пленок, обладающих улучшенными эксплуатационными характеристиками, на основе слоистых структур, содержащих слои, включающие кристаллические упорядоченные фазы различных материалов. В частности, наиболее перспективными для создания защитных и декоративных покрытий считаются пленки нитридов титана и циркония (TiN и ZrN), сформированные методом магнетронного распыления. Данные покрытия обладают повышенной химической инертностью, твердостью и износостойкостью. [1-4]. Предлагаемая разработка направлена на решение научно-технических задач получения функциональных покрытий многокомпонентных пленок и слоистых структур на их основе на подложки сложной геометрической формы, с высоким качеством и равномерностью, методом магнетронного распыления. Основной характеристикой созданной вакуумной установки является возможность получения, с ее помощью, многослойных функциональных покрытий практически любого состава и структуры в автоматизированном режиме.

### **Конструкция установки**

Автоматизированная технологическая установка магнетронного распыления (далее установка магнетронного распыления или установка) предназначена для получения наноструктурированных пленок различных материалов методом магнетронного распыления.

Основой установки является вакуумная камера УВН. Установка оснащена системой откачки на основе диффузионного насоса и форвакуумного пластинчато-роторного насоса с бустерным насосом Рутса.

В вакуумной камере установлены шесть магнетронов, ионный источник и резистивные нагреватели. Осаждение пленок осуществляется на подложки, установленные на подложкодержатель, выполненный на основе планетарного механизма. Для управления установкой применена система автоматизированного контроля и управления.

Особенность магнитной системы (рис. 1) разработанного магнетрона состоит в том, что над поверхностью мишени создается не только арочное магнитное поле, но и дополнительное поле, которое «выталкивается» от мишени и способствует дополнительной ионизации распыленных частиц. Магнитная система включает в себя магнитопровод, постоянные магниты NeFeB, центральный и боковой полюсные наконечники.



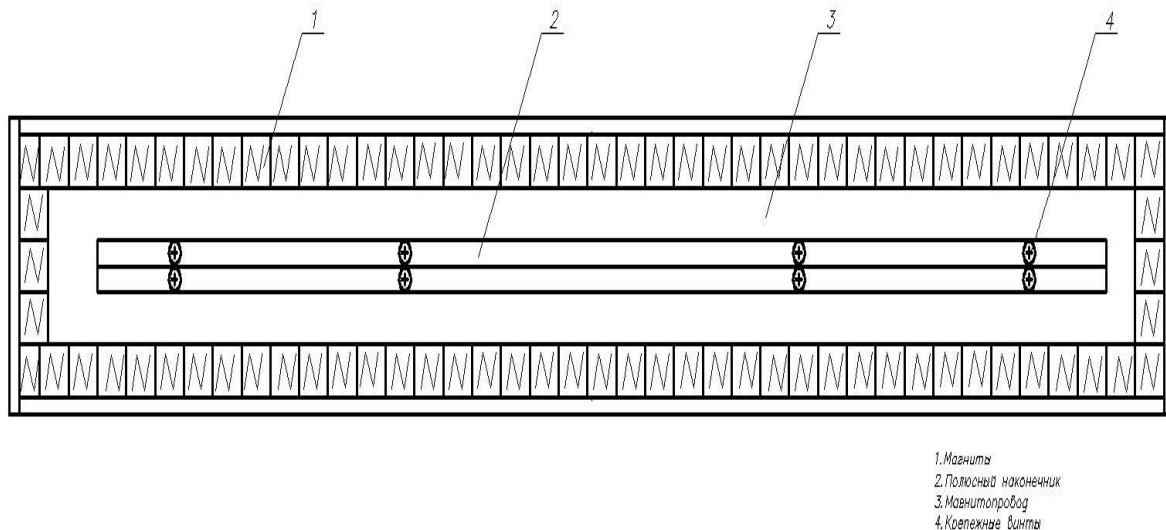


Рис. 1. Магнитная система MPC.

Технические характеристики магнетрона:

- 1) материал катода магнетрона – Ti, Al, Cr, Zr, Cu;
- 2) размер мишени – 596×65×10 мм;
- 3) величина магнитной индукции на поверхности мишени – 0,35 Тл;
- 4) расстояние мишень-подложка 100–350 мм;
- 5) расположение мишени – вертикальное;
- 6) рабочий ток магнетрона 5-12 А;
- 7) рабочее напряжение на магнетроне 300-700 В.

Принцип действия ионного источника, установленного в камере, основан на формировании плотной плазмы путем ионизации рабочего газа в тлеющем разряде в скрещенных электрическом и магнитном полях и последующем отборе ионов с границы плазмы и ускорении их электрическим полем.

Блоки питания магнетронов работают в импульсном режиме и имеют защиту от короткого замыкания и систему гашения микродуг. При распылении на постоянном токе возникают проблемы, связанные с частым возникновением дуг на мишени из-за образования диэлектрических пленок в результате химического взаимодействия материала мишени с реакционным газом. Преодолеть эти недостатки удалось при использовании для питания магнетронного разряда импульсного напряжения в среднечастотном (20 кГц) диапазоне.

Для нагрева напыляемых подложек используются два электрических резистивных нагревателя диаметром 8,5 мм, смонтированных на дверце вакуумной камеры, позволяющих получить нужную температуру нагрева во время технологического процесса. Температура измеряется с помощью термопарного датчика. Показания от датчика выведены на панель оператора.

Откачная система основана на применении диффузионного насоса НВДМ-400. Форвакуумная откачная система реализована на основе механического насоса АВПР-60Д и бустерного насоса Рутса Leybold WS-250.

В результате разработанная конструкция вакуумной установки позволяет устанавливать шесть магнетронных распылителей и ионный источник. Магнетронная распылительная система (MPC) в составе шести магнетронов позволяет с одной стороны увеличить спектр получаемых покрытий (покрытия из различных материалов, составных материалов и химических соединений на их основе), а с другой стороны, повысить скорость распыления, увеличить толщину и равномерность получаемого покрытия.



*Рис. 2. Фотография установки.*

### **Результаты**

1) анализ существующих технологических особенностей формирования перспективных многослойных функциональных покрытий показал необходимость одновременного нанесения нескольких материалов с одновременным воздействием на покрытие высокоэнергетическим потоком ионов, чего можно добиться лишь при помощи совмещения всех необходимых устройств в одной вакуумной установке;

2) разработана конструкторская документация на вакуумную установку магнетронного распыления, включающая: общую структурную схему установки; документацию на вакуумную камеру, элементы внутрикамерной оснастки, вакуумную систему, систему охлаждения, пневмосистему управления клапанами, блок управления вакуумной системой, магнетронную распылительную систему и ионный источник, источники питания, автоматическую цифровую многоканальную систему поддержания давления в вакуумной камере, цифровую автоматизированную систему управления;

3) по разработанной документации изготовлена вакуумная установка магнетронного распыления для получения многослойных функциональных покрытий.

### **Литература**

1. Сушенцов, Н.И. Упрочняющие тонкопленочные покрытия на основе нитридов и углеродных материалов / Н.И. Сушенцов, С.В. Борисов // Приволжский научный вестник. – 2014. – № 3(31), Ч. 1. – С. 31-38.
2. Борисов, С.В. Тонкопленочные нанотехнологии в храмовой архитектуре / С.В. Борисов, Н.И. Сушенцов // Приволжский научный вестник. – 2013. – № 10(26). – С. 17-23.
3. Самойлович, М.И. Наноструктурные углеродные материалы в тонкопленочной технологии / М.И. Самойлович, А.Ф. Белянин, В.Д. Житковский, А.С. Багдасарян // Инженерная физика. – 2004. – № 1. – С. 33-39.
4. Самойлович, М.И. Формирование наноструктурированных пленок алмазоподобных материалов. Часть 1, 2 / М.И. Самойлович, А.Ф. Белянин // Нано- и микросистемная техника. – 2006. – № 7. – С. 21-34.
5. Aita, C.R. ВАасel orientation aluminum nitride grown at low temperature by RF diode sputtering / C.R. Aita // J. Appl. Phys. – 1982. – Vol. 53. – No. 3. – P. 1807-1808.
1. Сушенцов, Н.И. Основы технологии микроэлектроники: Лабораторный практикум / Н.И. Сушенцов, В.Е. Филимонов. – 2-е изд., перераб. и доп.. – Йошкар-Ола: МарГТУ, 2004. – 156 с.

## Оценка потока нейтральных атомов в каналových лучах тлеющего разряда методом физической кинетики

*А.И. Кузьмичёв, \*О.Д. Вольпян, \*\*Ю.А. Обод*

*НТУУ “Киевский политехнический институт”, Украина, 03056, Киев, пр. Победы,  
37, КПИ-2230, E-mail: a.kuzmichev@kpi.ua*

*\*ООО “НПП Фотрон-Авто”, РФ, 117105, Москва, Новоданиловская наб., 8,  
E-mail: fotron-auto@mail.ru*

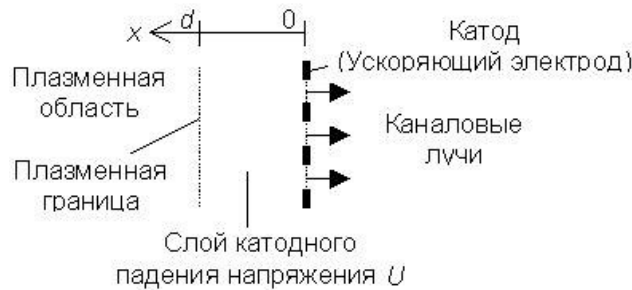
*\*\*Московский технологический университет “МИРЭА”, РФ, Москва, пр.  
Вернадского, 78*

*Представлены результаты расчётов спектров скоростей ионов и нейтральных атомов после перезарядки (нейтрализации) ионов в каналových лучах тлеющего разряда в аргоне и параметров потоков этих частиц. При  $pd$ , соответствующих области левее левой ветви кривой Пащенко, и напряжении в несколько киловольт поток нейтралов, формирующийся в слое катодного падения напряжения, в несколько раз превышает поток ионов и может применяться в технологии обработки оптических метаматериалов.*

*Estimation of neutral atom flow in the channel beams of glow discharge by the physical kinetics method. A.I. Kuzmichev, O.D. Volpian, Yu.A. Obod. Calculation results of velocity spectra of ions and neutral atoms in the channel beams of argon glow discharge and parameters of these particle flows are presented. The neutral flow formed in the cathode voltage fall exceeds by several times the ion flow and may be used for treatment of optical metamaterials.*

Во многих процессах обработки диэлектрических и плохопроводящих полупроводниковых материалов, в частности, процессах физического распыления и физико-химического оксидирования или азотирования материалов оптического назначения и оптоэлектроники, в том числе метаматериалов, эффективно применение высокоэнергетичных пучков нейтральных атомных частиц [1,2]. В отличие от обработки ионными пучками, в этом случае не происходит накопление электрического заряда на поверхности обрабатываемой детали, и отсутствуют связанные с этим неприятности. В настоящее время существует большое разнообразие источников быстрых нейтральных атомов, обычно состоящих из блоков генерации ионов (газоразрядной камеры), ускорителя и нейтрализатора ионов с газовой или металлической мишенью [1,2]. Известно, что тлеющий разряд в аномальном режиме или в несамостоятельной форме с заанодным источником ионов генерирует так называемые каналовые лучи из частиц, проходящих из разрядного промежутка в закатодное пространство через отверстия в катоде [3]. Каналовые лучи формируются из частиц, которые генерируются и ускоряются в слое катодного падения потенциала. Эти лучи содержат как ионы, так и быстрые нейтральные атомы, которые образуются вследствие перезарядки с нейтрализацией ускоренных ионов с сохранением большей части своей энергии и вектора скорости при дальнейшем движении в газе. Таким образом, слой катодного падения напряжения тлеющего разряда можно использовать в качестве источника быстрых нейтральных частиц. Ионная компонента каналových лучей будет перехватываться катодом. Одновременно стенки отверстий в катоде служат коллиматором для проходящих частиц. Достоинствами такого источника являются относительная простота конструкции и возможность получения весьма однородного потока нейтралов большого поперечного сечения. При проектировании источника необходимо оценивать величину потока нейтралов, содержащихся в каналových лучах. При этом надо учитывать особенности физико-кинетических процессов в источнике, в первую очередь то, что движение ионов в сильном поле и газе низкого давления будет происходить в неравновесии с полем, т.е. в режиме, когда скорость ионов определяется не локальной величиной поля (как в режиме подвижности при повышенном давлении), а пройденной разностью потенциалов между перезарядками. Целью данной работы является построение математической модели источника на каналových лучах на принципах физической кинетики и расчёт величины потока быстрых нейтралов в типовых режимах работы.

На рис. 1 представлена структура источника нейтральных атомов на каналových лучах. В левой части источника имеется плазменная область (это либо область отрицательного свечения аномального тлеющего разряда, либо плазма вспомогательной газоразрядной камеры). Плазменная граница может быть свободной, либо зафиксированной мелкоструктурной анодной сеткой. Катод выполняет функцию ускоряющего электрода для ионов (как для плазменных, так и после перезарядки). Отверстия в катоде могут быть затянуты мелкоструктурной сеткой.



*Рис. 1. Структура источника нейтральных атомов на каналových лучах.*

В основу модели источника положена система кинетических уравнений для функций распределения ионов  $f_i$  и нейтралов перезарядки  $f_0$  и уравнение Пуассона вместе с граничными условиями для стационарного одномерного слоя катодного падения потенциала тлеющего разряда. Не принимаем во внимание ионизацию газа в слое из-за низких  $pd$  ( $p$  – давление газа,  $d$  – толщина катодного слоя, рабочая область  $pd$  – левее левой ветви кривой Пашена), а также отражение частиц от катода и анода. Данная система уравнений является упрощённой версией системы для ионного диода, учитывающей ионизацию газа электронами, ионами и быстрыми нейтралами [4]:

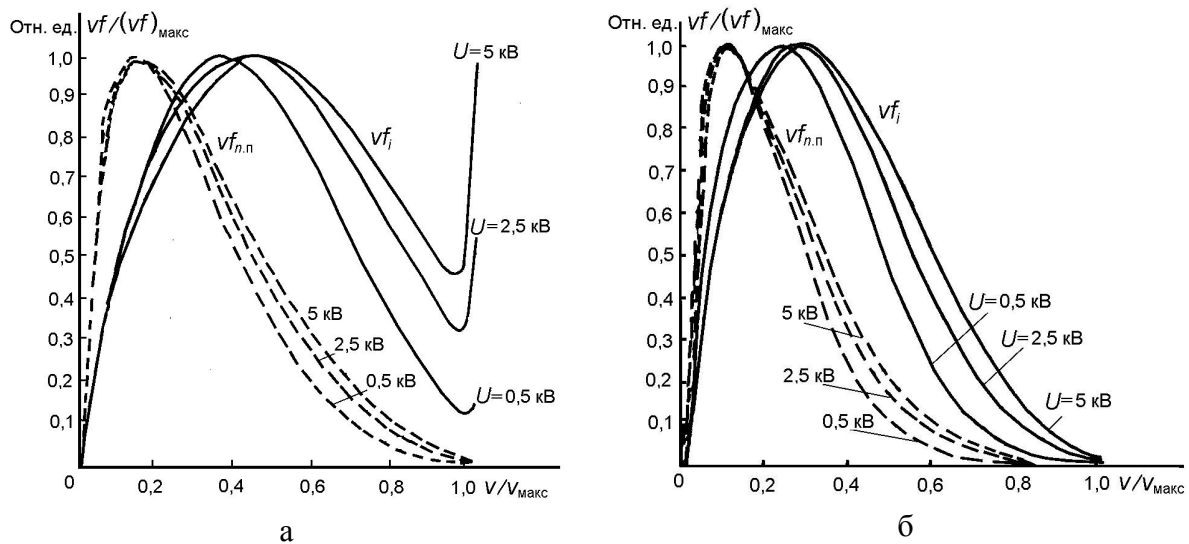
$$\begin{aligned} \frac{df_i}{dx} + \frac{eE}{M} \frac{df_i}{dv} &= 2nv\delta(v^2) \int f_i(x,v')\sigma(v')v'dv' - nf_i(x,v)\sigma(v)v, \quad f_i(0,v)|_{v>0} = 0, \\ f_i(d,v) &= 2j_{i,a}\delta(v^2)/e, \quad n = p/kT = \text{Const}, \\ f_0(x,v) &= n \int_x^d f_i(x',v)\sigma(v)dx', \quad f_0(0,v)|_{v>0} = 0, \quad f_0(d,v) = 0 \\ j_i(x) = j_i(d) = j_{i,a} &= e \int f_i(x,v')v'dv' = \text{Const}, \quad \Gamma_0(x) = \int f_0(x,v')v'dv', \quad \Gamma_{0,k} = \Gamma_0(0), \\ d^2\varphi/dx^2 &= \rho/\varepsilon_0, \quad \varphi(0) = 0, \quad \varphi(d) = U, \\ \rho = e \int f_i(x,v')dv' &, \quad E = -d\varphi/dx, \quad E(d) = 0, \\ j_e(x) = j_e(0) = j_{e,k} &= \int [\gamma_i(v')f_i(0,v') + \gamma_0(v')f_0(0,v')]v'dv', \quad j = j_e(x) + j_i(x) = \text{Const}, \end{aligned}$$

где  $x$  – координата, отсчитываемая от катода;  $v$  – скорость частиц;  $M$  – масса иона;  $e$  – заряд электрона;  $E$  – напряжённость электрического поля;  $n$  – концентрация молекул рабочего газа;  $T$  – его температура;  $k$  – постоянная Больцмана;  $\delta$  – дельта-функция Дирака;  $\sigma$  – сечение резонансной перезарядки ионов;  $j_i$  – плотность ионного тока,  $j_{i,a}$  – плотность ионного тока на анодной стороне на плазменной границе;  $\Gamma_0$  – плотность потока нейтралов перезарядки;  $\varphi$  – потенциал электрического поля;  $\varepsilon_0$  – электрическая постоянная;  $\rho$  – плотность пространственного заряда ионов;  $U$  – падение напряжения на катодном слое;  $j_e$  – плотность электронного тока,  $j_{e,k}$  – плотность тока вторичной эмиссии катода;  $\gamma_i$  и  $\gamma_0$  – коэффициенты вторичной электронной эмиссии катода для бомбардирующих ионов и нейтралов;  $j$  – плотность разрядного тока.

Для иллюстрации применения модели источника был рассмотрен случай рабочего газа аргона, материал катода – тантал. Для сечения резонансной перезарядки ионов аргона на его атомах была использована аппроксимация экспериментальных данных [5], а для коэффициентов вторичной эмиссии тантала, взятого в качестве материала катода, были использованы аппроксимации экспериментальных данных по вторичной эмиссии тантала от

скорости бомбардирующих частиц аргона [6], при этом были учтены потенциальная и кинетическая составляющие  $\gamma_i$  для ионов и кинетическая составляющая  $\gamma_0$  для нейтралов перезарядки. Система уравнений решалась численно по методу “крупных частиц” с использованием алгоритма [4].

На рис. 2 представлены результаты расчётов функций распределения потоков ионов и нейтралов перезарядки аргона в плоскости катода при разных напряжениях ускорения ионов. Величина  $v_{\text{макс}} = \sqrt{2eU/M}$  соответствует максимальной скорости ионов в слое катодного падения напряжения. Как видно наиболее вероятная скорость ионов порядка 20-40 %, а быстрых нейтралов  $\sim 10-15\%$  от  $v_{\text{макс}}$ . При  $d = 1$  см спектр скоростей ионов имеет пик при  $v = v_{\text{макс}}$ , он обусловлен тем, что часть ионов не перезарядилась на пути к катоду. При  $d > 1$  см и  $p = 6,6$  Па практически все ионы испытывают хотя бы одну перезарядку. При увеличении  $U$  спектры скоростей обогащаются более быстрыми частицами из-за спадающей зависимости  $\sigma(v)$ . То обстоятельство, что быстрые частицы обладают скоростями в широком диапазоне значений, подтверждает правомерность использования кинетического подхода. Результаты расчёта функций распределения согласуются с опытными данными [7].



*Рис. 2. Функции распределения потоков ионов (сплошные линии) и нейтралов перезарядки (штриховые линии) на катоде при  $d = 1$  см (а) и 2 см (б). Давление аргона составляет 6,6 Па. Функции нормированы на их максимальное значение.*

В табл. 1–4 приведены результаты расчетов интегральных параметров потоков частиц. Привязка к реальному источнику осуществляется по следующим параметрам: давлению газа, ускоряющему напряжению  $U$ , толщине слоя катодного падения напряжения (межэлектродного промежутка)  $d$  и плотности тока тлеющего разряда  $j$  (по ней определяется величина  $j_{i,a}$ ).

Таблица 1. Параметры источника нейтралов при давлении аргона 1,33 Па

$U$ , кВ	2.5			5.0		
$d$ , см	1.0	2.0	3.0	1.0	2.0	3.0
$j$ , мА/см <sup>2</sup>	1.100	0.247	0.098	3.466	0.779	0.316
$j_{i,a}$ , мА/см <sup>2</sup>	0.945	0.210	0.085	2.714	0.610	0.247
$e\Gamma_{o,k}$ , мА/см <sup>2</sup>	0.905	0.423	0.266	2.286	1.078	0.681
$e\Gamma_{o,k}/j_{i,a}$ , отн.ед.	0.957	2.014	3.129	0.842	1.767	2.757

Таблица 2. Параметры источника нейтралов при давлении аргона 3,325 Па

$U$ , кВ	2.5			5.0		
$d$ , см	1.0	2.0	3.0*	1.0	2.0	3.0*
$j$ , мА/см <sup>2</sup>	0.929	0.188	0.071	2.971	0.609	0.232
$j_{i.a.}$ , мА/см <sup>2</sup>	0.800	0.162	0.061	2.327	0.477	0.182
$e\Gamma_{o.k.}$ , мА/см <sup>2</sup>	2.049	0.899	0.540	5.240	2.329	1.411
$e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$ , отн.ед.	2.561	5.549	8.852	2.252	4.882	7.753

Таблица 3. Параметры источника нейтралов при давлении аргона 6,65 Па

$U$ , кВ	2.5			5.0		
$d$ , см	1.0	2.0*	3.0*	1.0	2.0*	3.0*
$j$ , мА/см <sup>2</sup>	0.753	0.142	0.052	2.436	0.462	0.169
$j_{i.a.}$ , мА/см <sup>2</sup>	0.648	0.122	0.050	1.908	0.362	0.133
$e\Gamma_{o.k.}$ , мА/см <sup>2</sup>	3.596	1.487	0.864	9.316	3.907	2.287
$e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$ , отн.ед.	5.549	12.19	17.28	4.882	10.79	17.20

Таблица 4. Параметры источника нейтралов при давлении аргона 13,3 Па

$U$ , кВ	2.5			5.0		
$d$ , см	1.0	2.0*	3.0*	1.0*	2.0*	3.0*
$j$ , мА/см <sup>2</sup>	0.566	0.100	0.036	1.848	0.328	0.117
$j_{i.a.}$ , мА/см <sup>2</sup>	0.487	0.086	0.031	1.448	0.257	0.092
$e\Gamma_{o.k.}$ , мА/см <sup>2</sup>	5.948	2.326	1.313	15.63	6.183	3.510
$e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$ , отн.ед.	12.21	27.05	42.35	10.79	24.06	38.15

Как видно, общая плотность разрядного тока  $j$  на немного больше  $j_{i.a.}$ , что указывает на малую величину тока вторичной эмиссии катода (тантал в аргоне) и на возможность оценки  $j_{i.a.}$  экспериментально измеренной величины  $j$ . В самом деле,  $\gamma_i$  для ионов с энергией 5 кэВ составляет всего лишь 0,28, а поскольку энергии ионов и нейтралов в слое ниже  $eU$ , то реальные значения  $\gamma_i$  и  $\gamma_0$  еще меньше. Этот факт совместно с тем, что  $U$  составляет несколько киловольт, подтверждает справедливость неучета пространственного заряда электронов и ионизации ими газа. Величины  $d^*$  со звездочкой соответствуют значениям  $pd$ , при которых в промежутке шириной  $d^*$  возможно возникновение самостоятельного тлеющего разряда с последующим сокращением слоя катодного падения напряжения и, соответственно, снижением параметров  $e\Gamma_{o.k.}$  и  $e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$ , т.е. режимы с  $pd = pd^*$  являются граничными для применения результатов данных расчётов. Величины  $d^*$  при заданных  $p$  и  $U$  были определены по экспериментальным кривым Пашена, приведенным в [8].

Параметр  $e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$  характеризует эффективность генерации потока нейтралов в составе каналовых лучей. Его величина в режимах до возникновения самостоятельного разряда (т.е. при  $pd < pd^*$ ) находится в диапазоне значений от 1 до 12. При увеличении  $pd$  возрастает параметр  $e\Gamma_{o.k.}/j_{i.a.}$ .

Таким образом, построена физико-кинетическая модель источника потока нейтральных атомов на каналовых лучах тлеющего разряда. Она позволяет оценить параметры генерируемого потока. Рассчитанные функции распределения потока быстрых нейтралов по скоростям могут быть использованы для определения скорости обработки материалов под действием бомбардировки их быстрыми нейтральными частицами, в частности, атомами аргона. Для этого надо использовать данные по взаимодействию атомов рабочего газа с обрабатываемым материалом. Модель источника может быть использована при

проектировании технологических генераторов пучков нейтральных частиц с нейтрализацией первичного ионного пучка на газовой мишени для физической и физико-химической обработки диэлектрических оптических материалов и метаматериалов [9].

Работа выполнена при финансовой поддержке грантом Министерства образования и науки Российской Федерации (Научный проект “Оптические транзисторы на основе метаматериалов”. Соглашение о предоставлении субсидии с Министерством образования и науки Российской Федерации от 29.09.2016 г. № 14.577.21.0219, Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI57716X0219).

#### Литература

1. Кузьмичёв А.И., Бабинов Н.А., Лисенков А.А. Плазменные эмиттеры источников заряженных и нейтральных частиц. – К.: Аверс, 2016.
2. Economou D.J. Modeling and simulation of fast neutral beam sources for materials processing // Plasma Process. Polym. – 2009. – V. 6. – P. 308-319.
3. Грановский В.Л. Электрический ток в газе. – М.: Наука, 1971.
4. Болдасов В.С., Кузьмичёв А.И., Шабаров А.Ю. Характеристики газонаполненного диода с плазменным эмиттером ионов // ТВТ. – 1991. – Т. 29. – № 3. – С. 424-428.
5. Болдасов В.С., Денбновецкий С.В., Кузьмичёв А.И. Физико-топологическая модель высоковольтного диода при низком давлении аргона // Автоматизация проектирования в электронике: Респ. межвед. научно-техн. сб. – Киев. – 1985. – Вып. 41. – С. 123-138.
6. Magnuson L. *et al.* Electron ejection from metals due to 1–10 keV noble gas ion bombardment. I. Polycrystalline materials // Phys. Rev. – 1963. – V. 129. – № 6. – P. 2403–2408.
7. Abril I. *et al.* The contribution of fast neutrals to cathode erosion in glow discharges // J. Phys. D: Appl. Phys. – 1984. – V. 17. – № 9. – P. 1841–1849.
8. Phelps A.V., Petrovic Z.Lj. Cold-cathode discharges and breakdown in argon: surface and gas phase production of secondary electrons // Plasma Sources Sci. Technol. – 1999. – V. 8. – P. R21–R44.
9. Вольпян О.Д., Кузьмичёв А.И. Отрицательное преломление волн. Введение в физику и технологию электромагнитных метаматериалов. – К.-М.: Аверс, 2012.

## **Технология пучков быстрых нейтральных частиц: методы диагностики атомарных пучков**

*В.П. Кудря, Ю.П. Маишев*

*Москва, Физико-технологический институт РАН, Нахимовский пр., 36, корп. 1*

*E-mail: kvp@ftian.ru*

*Рассмотрены основные методы диагностики однокомпонентных атомарных пучков быстрых нейтральных частиц (БНЧ). Особое внимание уделено немонотонноэнергетическим пучкам. Приведены справочные данные, необходимые для обработки результатов измерений.*

*Fast neutral beams technology: atom beams diagnostics. V.P. Kudrya, Yu.P. Maishev. The main methods of atom fast beam diagnostics are considered. Special attention is paid to non-monoenergetic beams. The reference data necessary for experimental data treatment are given.*

Развитие перспективной технологии пучков быстрых нейтральных частиц (как инертных, так и химически активных) требует проведения научно-исследовательских и конструкторских работ в областях создания источников, разработки соответствующих технологических процессов и, наконец, диагностики нейтральных пучков. Такие исследования



проводятся, в частности, в лаборатории ионно-лучевых технологий Физико-технологического института РАН [1-7]. В настоящей работе изложены основные результаты, касающиеся исследования принципов диагностики пучков быстрых нейтральных частиц (БНЧ) и анализа возможностей существующих прямых и косвенных методов диагностики.

В общем случае, диагностика пучка БНЧ сводится к качественному и количественному определению его состава, измерению распределения каждой компоненты по энергии, а также измерению плотности полного потока частиц. Этого набора параметров вполне достаточно для вычисления всех остальных характеристик пучка.

Использование селективных химических реакций и спектроскопии высокого разрешения для измерения доплеровских сдвигов для диагностики пучков БНЧ подробно рассмотрено в обзоре [7]. Эти методы хотя и являются прямыми, но не универсальны и, следовательно, могут применяться для решения лишь узкого круга задач диагностики.

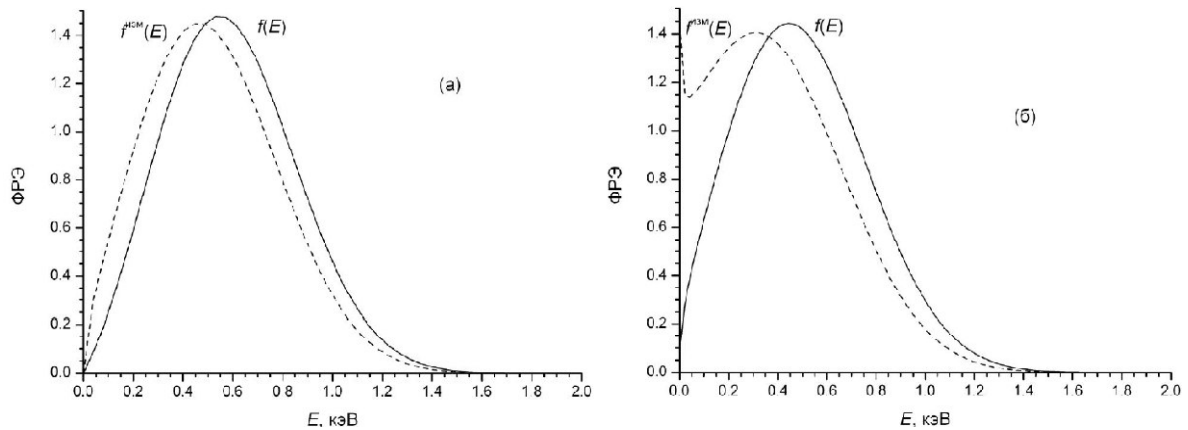
Метод ионизации пучка БНЧ перпендикулярно направленным пучком электронов определенной энергии с последующим анализом продуктов ионизации является косвенным, но после некоторой обработки результатов измерений позволяет получить максимально полную информацию о составе пучка и энергетических распределениях компонент. Ионизационный метод имеет две фундаментальные особенности, которые далеко не всегда учитываются при обработке результатов измерений. Во-первых, даже в случае однокомпонентного атомарного пучка БНЧ измеренная функция распределения по энергии (ФРЭ) продуктов ионизации не совпадает с ФРЭ исходного нейтрального атомарного компонента. Во-вторых, при наличии молекулярных компонент в исходном нейтральном пучке, химический состав продуктов ионизации и их ФРЭ могут существенно отличаться от исходного пучка вследствие процессов диссоциативной ионизации.

Для измерения плотности полного потока частиц используются косвенные методы, основанные на уменьшении массы тонкопленочного покрытия зонда вследствие его распыления пучком БНЧ, на повышении температуры рабочей пластины зонда вследствие передачи ей части энергии частиц пучка, а также на эмиссии вторичных электронов с поверхности зонда при ее бомбардировке быстрыми нейтральными частицами. Для извлечения полезной информации из измеренной величины убыли массы, повышения температуры или тока вторичных электронов требуется провести некоторую обработку результатов измерений.

Рассмотрим для определенности однокомпонентный пучок быстрых атомов (например, аргона), который, в общем случае, характеризуется некоторой функцией распределения атомов (нейтралов) по энергиям (ФРНЭ)  $f(E)$  и плотностью потока атомов  $F$ . Следует иметь в виду, что соответствующие величины измеряются на некотором расстоянии  $z$  от источника пучка БНЧ и в некоторой точке  $(x, y)$  поперечного сечения этого пучка. Знание пространственного распределения указанных величин позволяет определить, например, угловую расходимость пучка (а также его отдельных компонент) [7].

**Метод ионизации электронным пучком.** Для определения ФРНЭ достаточно использовать ионизатор с поперечным электронным пучком и регулируемой энергией электронов, а также анализатор энергий, на который поступают продукты ионизации - ионы аргона. Так как темп ионизации атомов зависит от скорости их пролета через зону ионизации, то измеренная функция распределения ионов по энергиям (ФРИЭ)  $f^{изм}(E)$  будет отличаться от исходной ФРНЭ  $f(E)$ . Легко показать, что эти функции связаны соотношением  $f(E) \sim f^{изм}(E)E^{1/2}$  [7]. Этим эффектом можно пренебречь в том случае, если ФРНЭ является узкой, но для достаточно широких распределений ФРИЭ будет сдвинута в сторону меньших энергий. Кроме того, если при малых энергиях поведение ФРНЭ описывается зависимостью  $f(E) \sim E^a$ , где  $a < 0.5$ , то измеренная ФРИЭ в этой области будет принимать аномально большие значения.

В качестве примера рассмотрим типичный спектр энергий нейтрального пучка быстрых атомов аргона, который можно ожидать от источника пучков БНЧ, построенного на базе источника ионов типа "Радикал" [4]. Максимальная энергия  $E_{max}$  атомов аргона в пучке соответствует анодному напряжению. Для аппроксимации ФРНЭ при  $E_{max} = 2$  кэВ можно использовать функцию  $f(E) = AE^a(E_{max} - E)\exp[-(E - B)^2/C^2]$ , где  $B = 0.42$ ,  $C = 0.48$ . На рис. 1 показаны примеры измеренной  $f^{изм}(E)$  и восстановленной  $f(E)$  функций распределения по энергиям для случаев  $a = 1$  (рис. 1а) и  $a = 0.4$  (рис. 1б). Отметим, что все функции распределения нормированы так, чтобы интегрирование по энергии давало единицу.



*Рис. 1. Измеренная  $f^{SEM}(E)$  и восстановленная  $f(E)$  ФРЭ для случаев  $a = 1$  (а) и  $a = 0.4$  (б).*

Использование ионизатора и анализатора энергий для определения абсолютной величины потока быстрых атомов вряд ли возможно, так как требует расчета эффективности ионизации в условиях пересекающихся пучков. Более целесообразно использовать датчики небольших размеров, основанные на принципах эмиссии электронов из приемной пластины, ее нагревании или распылении под действием пучка быстрых атомов [7].

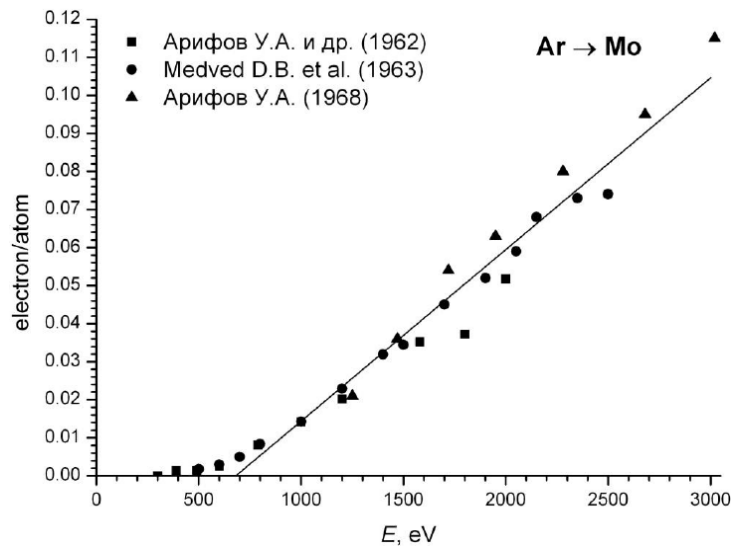
**Вторично-эмиссионный метод.** Впервые датчик, использующий вторичную эмиссию электронов, возникающую при бомбардировке поверхности приемной пластины быстрыми атомами, был описан в работе [8]. Как правило, вторично-эмиссионный датчик включает в себя приемную пластину в виде металлического диска, цилиндрический коллектор вторичных электронов и экранирующий корпус. Коллектор смещается положительным потенциалом относительно приемной пластины, и в этой цепи измеряется ток. Отметим, что датчик такого типа должен быть защищен от попадания на рабочую пластину заряженных частиц.

Будем предполагать, что конструкция датчика обеспечивает сбор и регистрацию всех вторичных ионов  $I$ . Тогда плотность потока БНЧ можно определить по формуле

$$F = \frac{I}{eS\bar{\gamma}}, \quad \bar{\gamma} = \int_0^{\infty} dE f(E) \gamma(E),$$

где  $e$  - заряд электрона;  $S$  - площадь приемной пластины, на которую падает пучок БНЧ;  $\gamma(E)$  - зависимость коэффициента вторичной эмиссии от энергии быстрой частицы,  $\bar{\gamma}$  - эффективный коэффициент вторичной эмиссии. Таким образом, для использования этой формулы с целью пересчета измеренного тока в величину плотности потока, необходимо знать зависимость коэффициента  $\gamma$  от энергии падающих частиц. Кроме того, имеется сильная зависимость  $\gamma$  от состояния поверхности, поэтому перед измерениями должна происходить процедура ионно-лучевой очистки приемной пластины датчика.

К сожалению, информация об энергетических зависимостях  $\gamma(E)$  крайне скудна, поэтому ограничимся экспериментальными данными, полученными для случая бомбардировки поверхности молибдена атомами аргона [9-11]. На рис. 2 представлены экспериментальные результаты. Прямая линия соответствует линейной аппроксимации, которая описывается формулой  $\gamma(E) = 0.0000451E - 0.0307$  и соответствует пороговой энергии  $E_{th} = 680$  эВ.



*Рис. 2. Зависимость коэффициента вторичной электронной эмиссии Mo от энергии падающих атомов Ar.*

**Калориметрический метод.** Впервые датчик, использующий нагрев приемной пластины, возникающий при ее бомбардировке быстрыми атомами, был описан в работе [13]. В настоящее время имеется большое разнообразие конструкций калориметрических датчиков, которые отличаются типом измерительного элемента, их расположением, системой охлаждения и режимом работы (стационарные и динамические). Отметим, что датчики такого типа одинаково работают с пучками как нейтральных, так и заряженных быстрых частиц.

Будем считать, что система измерения температуры и обработки полученных данных обеспечивает вычисление потока тепловой энергии  $W$ , поступающего на приемную пластину при ее бомбардировке быстрыми атомами. Тогда плотность потока БНЧ можно определить по формуле

$$F = \frac{W}{SE\kappa}, \quad \overline{E\kappa} = \int_0^{\infty} dE f(E) E \kappa(E),$$

где  $\kappa(E)$  - зависимость коэффициента передачи энергии от быстрой частицы в приемную пластину от энергии быстрой частицы;  $\overline{E\kappa}$  - эффективная энергия, передаваемая одной частицей. Таким образом, для использования этой формулы с целью пересчета измеренного потока тепла в величину плотности потока быстрых частиц, необходимо знать зависимость коэффициента  $\kappa$  от энергии падающих частиц.

В настоящее время доступны энергетические зависимости  $\kappa(E)$ , полученные как экспериментальным путем, так и в результате численного моделирования взаимодействия пучка быстрых частиц с твердым телом методами молекулярной динамики. К сожалению, экспериментальные результаты имеют не слишком высокую точность, а результаты численного моделирования заметно зависят от выбора потенциалов взаимодействия и параметров процесса моделирования. Кроме того, экспериментальные результаты и результаты численного моделирования, как правило, заметно отличаются друг от друга. Тем не менее, оба метода показывают, что эффективность передачи энергии значительно падает с уменьшением массы падающих частиц, причем особенно это характерно для области низких энергий.

На рис. 3 представлены экспериментальные результаты по измерению эффективности передачи энергии медной пластине от потока падающих атомов инертных газов [14]. Видно, что даже при больших энергиях эффективность в случае атомов гелия составляет около 80%, а в случае атомов аргона - около 95%. При энергиях ниже 100 эВ эффективность  $\kappa$  значительно падает.

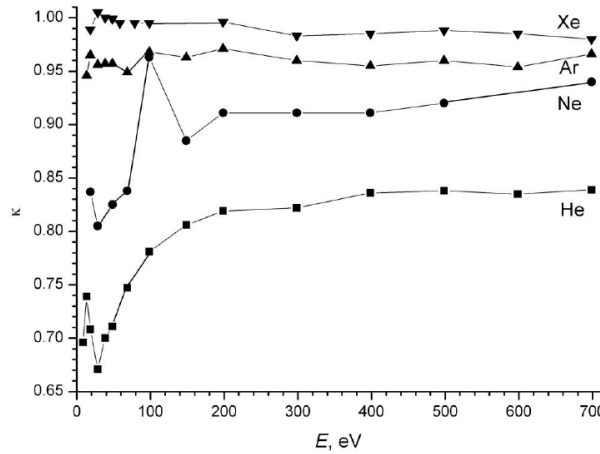


Рис. 3. Зависимость эффективности передачи энергии медной пластине от энергии падающих атомов.

**Пьезорезонаторный метод.** Впервые датчик, основанный на изменении резонансной частоты кварцевой пластины при распылении расположенной на ее грани пленки-мишени падающим пучком быстрых атомов, был описан в работе [15]. Датчик такого типа может, в принципе, работать и с пучками заряженных частиц, если предусмотреть заземление пленки-мишени.

Будем считать, что зависимость изменения резонансной частоты кварцевой пластины от изменения массы нанесенной на ее грань пленки-мишени линейна:  $\Delta f_{\text{res}} = k\Delta m$ . Тогда плотность потока БНЧ можно определить по формуле

$$F = \frac{1}{kmS\bar{Y}} \frac{df_{\text{res}}}{dt}, \quad \bar{Y} = \int_{E^{\text{th}}}^{\infty} dE f(E) Y(E),$$

где  $m$  - масса распыляемой одним падающим атомом частицы материала пленки-мишени;  $Y(E)$  - зависимость коэффициента распыления от энергии;  $\bar{Y}$  - эффективный коэффициент распыления. Таким образом, для использования этой формулы необходимо знать зависимость коэффициента  $Y$  от энергии падающих частиц. Такие зависимости для различных комбинаций материала и бомбардирующих его частиц к настоящему времени получены как экспериментальными методами, так и путем численного моделирования методом молекулярной динамики.

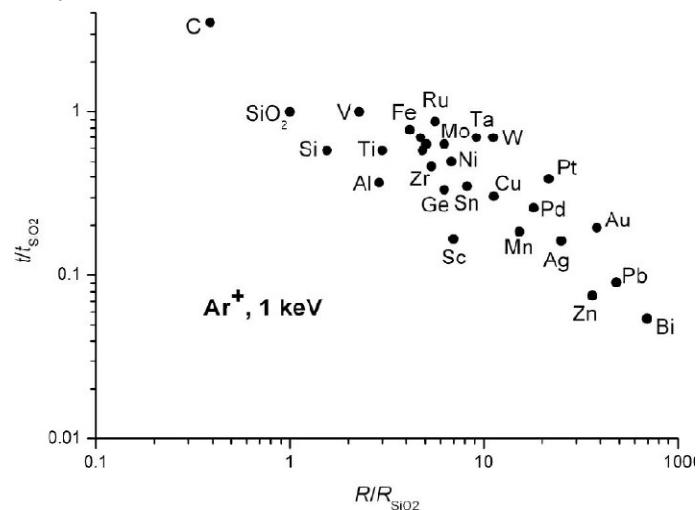


Рис. 4. Диаграмма простых материалов в координатах чувствительности  $R$  и времени жизни  $t$ .

Рассмотрим принцип оптимального выбора материала для пленки-мишени, который сводится к компромиссу между чувствительностью датчика и времени жизни пленки-мишени. Чувствительность датчика  $R$  определяется произведением  $mY$ , тогда как время жизни  $t$  пленки-

мишени определяется выражением  $\rho/(mY)$ , где  $\rho$  - плотность материала пленки. На рис. 4 в относительных координатах  $t/t_{\text{SiO}_2} - R/R_{\text{SiO}_2}$  расположены все простые материалы (кроме токсичных, радиоактивных, легкоплавких, щелочных и щелочно-земельных) для случая их бомбардировки атомами (ионами) аргона с энергией 1 кэВ. Видно, что чувствительные покрытия обладают меньшим временем жизни, а такие доступные материалы как тантал и вольфрам сочетают в себе высокую чувствительность и приемлемое время жизни. Следует отметить ориентировочный характер приведенной диаграммы, поскольку коэффициент распыления материала может зависеть от его состояния (пленка или объемный материал), а также способа получения (особенно в случае тонких пленок).

Таким образом, результаты данной работы позволяют не только выполнить измерения и правильно провести обработку результатов измерений параметров однокомпонентного немонотонного пучка быстрых нейтральных частиц, но и выбрать наиболее подходящий в конкретных условиях метод измерения, а также материал для изготовления измерительного элемента датчика.

### Литература

1. Маишев Ю.П., Шевчук С.Л., Матвеев Т.Н. "Физические принципы формирования пучков быстрых атомов резонансной перезарядкой пучков ионов". В сб.: Труды ФТИАН, т. 19 "Квантовые компьютеры, микро- и наноэлектроника (физика, технология, диагностика и моделирование)", М.: Наука, 2008, 247 с. (с. 69-77).
2. Дегтярёв А.В., Кудря В.П., Маишев Ю.П. "Математическое моделирование наклонного канала нейтрализации плазменного источника нейтральных пучков". Микроэлектроника, 2009, т. 38, № 3, с. 188-197.
3. Кудря В.П., Маишев Ю.П. "Перспективы использования источников пучков быстрых нейтральных частиц в технологии микро- и наноэлектроники". В сб.: Труды ФТИАН, т. 22 "Квантовые компьютеры, микро- и наноэлектроника (физика, технология, диагностика и моделирование)", М.: Наука, 2012, 151 с. (с. 105-124).
4. Маишев Ю.П., Шевчук С.Л., Кудря В.П. "Разработка, исследование и применение в технологии микроэлектроники источников пучков быстрых нейтральных частиц". В сб.: Труды ФТИАН, т. 24 "Квантовые компьютеры, микро- и наноэлектроника (физика, технология, диагностика и моделирование)", М.: Наука, 2014, 264 с. (с. 137-154).
5. Маишев Ю.П., Шевчук С.Л., Кудря В.П. "Исследование селективности травления различных материалов пучками быстрых нейтральных частиц". Микроэлектроника, 2014, т. 43, № 6, с. 415-418.
6. Маишев Ю.П., Шевчук С.Л., Терентьев Ю.П. "Установка для травления и осаждения тонкопленочных структур с помощью пучков быстрых нейтральных частиц". Микроэлектроника, 2015, т. 44, № 5, с. 346-354.
7. Кудря В.П., Маишев Ю.П. "Физические принципы диагностики пучков быстрых нейтральных частиц. I. Определение состава пучка и энергетических характеристик его компонент". В сб.: Труды ФТИАН, т. 26 "Квантовые компьютеры, микро- и наноэлектроника (физика, технология, диагностика и моделирование)". М.: Наука, 2017, 135 с. (с. 103-116)
8. Oliphant M.L.E. "The Action of Metastable Atoms of Helium on a Metal Surface". Proceedings of the Royal Society of London A, 1929, Vol. 124, No. 793, pp. 228-242.
9. Арифов У.А., Рахимов Р.Р., Джуракулов Х. "Вторичная эмиссия при бомбардировке молибдена нейтральными атомами и ионами аргона". Доклады АН СССР, 1962, т. 143, с. 309.
10. Medved D.B., Mahadevan P., Layton J.K. "Potential and Kinetic Electron Ejection from Molybdenum by Argon Ions and Neutral Atoms". Physical Review, 1963, Vol. 129, No. 5, pp. 2086-2087.
11. Арифов У.А. "Взаимодействие атомных частиц с поверхностью твердого тела". М.: Наука, 1968, 371 с.
12. Amdur I., Pearlman H. "A New Type Vacuum Thermoelement". Review of Scientific Instruments, 1939, Vol. 10, No. 6, pp. 174-175.

13. Bay H.L., Winters H.F., Coufal H., Eckstein W. "Energy Transfer to a Copper Surface by Low Energy Noble Gas Ion Bombardment". Applied Physics A, 1992, Vol. 55, No. 3, pp. 274-278.
14. McKeown D., Cabezas A. "Neutral Beam Detection". Review of Scientific Instruments, 1963, Vol. 34, No. 11, p. 1261.

## Формирование ультратонких медных пленок с помощью сильноточного импульсного магнетронного распыления

**В.О. Оскирко, В.А. Семенов, А.П. Павлов, С.В. Работкин**  
Томск, ИСЭ СО РАН, пр. Академический 2/3;  
ООО «Прикладная Электроника», пр. Академический 15-80  
E-mail: oskirkovo@gmail.com

*Сильноточное импульсное магнетронное распыление является разновидностью ионизированного физического осаждения покрытий из паровой фазы. В рамках настоящей работы исследовано влияние параметров HIPIMS разряда на структуру, итоговые оптические и электрофизические характеристики ультратонких пленок меди (толщиной до 25 нм). Получены зависимости разрядного тока и ионного тока, протекающего на подложку от частоты следования импульсов высокой мощности. Найдены оптимальные условия формирования ультратонких медных пленок, исходя из их удельной проводимости и коэффициента отражения в ИК диапазоне спектра. Пленки, полученные при частоте следования импульсов 3 кГц, длительности 20 мкс и средней мощности разряда 500 Вт в HIPIMS режиме становятся непрерывными уже при толщине 5-6 нм.*

**Deposition of ultra-thin copper films by high-current pulsed magnetron sputtering. V.O.Oskirko, V.A. Semenov, A.P. Pavlov, S.V. Rabotkin.** High-current magnetron sputtering is a kind of ionized physical vapour deposition (PVD) of coatings. This paper is focused on influence of HIPIMS discharge parameters on structure and final optical and electro-physical characteristics of ultra-thin (< 20 nm) copper films. Dependencies of discharge current and substrate ion current on frequency of high-power pulses are obtained. Optimum conditions of ultra-thin copper films formation are found based on their resistivity and IR reflection. The copper films deposited at average discharge power of 500 W, pulses frequency of 3 kHz and their duration of 20  $\mu$ s are continuous at 5-6 nm thickness.

В процессе ионно-плазменного напыления важную роль играет низкоэнергетическая ионная бомбардировка растущей пленки. Ионная бомбардировка является важным физическим инструментом, используемым для получения покрытий с улучшенными характеристиками. Современные методы ионизированного физического осаждения покрытий из паровой фазы (IPVD), способные обеспечивать высокую степень ионизации атомов распыленного вещества и плотность ионно-плазменных потоков, открывают совершенно новые перспективы в проектировании и разработке тонкопленочных материалов. Одним из таких методов является сильноточное импульсное магнетронное распыление (в зарубежной литературе именуемое HIPIMS). HIPIMS характеризуется высокой импульсной мощностью (до несколько десятков кВт/см<sup>2</sup>), достигаемой за счет высокой скважности импульсов (от 10 и выше).

Высокая импульсная плотность мощности в магнетронном разряде приводит к увеличению концентрации генерируемой плазмы и степени ионизации распыленного вещества. В результате увеличивается плотность потока ионов, бомбардирующих подложку, а также возрастает доля ионов распыленного вещества [1,2]. Изменяя параметры импульсного электропитания HIPIMS (длительность импульса, период, амплитуда), удается контролировать плотность и состав высокоионизированных потоков, воздействующих на подложку, обеспечивая оптимальные условия для роста пленки с нужной структурой и свойствами.

В рамках настоящей работы исследовано влияние параметров НРІМС разряда на структуру и итоговые оптические, электрофизические характеристики ультратонких пленок меди (до 25 нм). Покрытия данного типа представляют фундаментальный научный и практический интерес, поскольку обладают уникальными свойствами и имеют широкий спектр потенциальных применений в электронике, оптике, энергосбережении (низкоэмиссионные покрытия  $\text{MeOx}/\text{Cu}/\text{MeOx}$ ) и других областях. Кроме того, медь в качестве материала катода позволяет достигать высокой плотности в условиях импульсного магнетронного разряда, что позволяет проводить исследования в широком диапазоне амплитуды выходного тока.

Эксперименты проводились на установке для магнетронного осаждения покрытий, реализованной на основе вакуумного оборудования ННВ-6 «Булат». В состав экспериментальной установки вошла магнетронная распылительная система (МРС) АРЕL-MRE-100 с круглым плоским медным катодом диаметром 100 мм. Для возбуждения сильноточного импульсного магнетронного разряда использовался источник электропитания АРЕL-M-5НРІМС (производства ООО «Прикладная электроника», г. Томск), обеспечивающий среднюю выходную мощность до 5 кВт, напряжение в диапазоне от 300 до 1000 В, и выходной ток до 1 кА. В качестве рабочего газа использовался аргон. Рабочее давление в камере во время эксперимента поддерживалось на уровне 0,2 Па.

Для определения плотности ионного тока, протекающего на подложку, использовался плоский зонд с охранным кольцом. Площадь центрального электрода составляла  $5.5 \text{ см}^2$ . Зонд располагался на расстоянии 80 мм от поверхности мишени магнетрона.

Для определения скорости осаждения пленок меди и расчета потока атомов на подложку, было произведено напыление покрытий в режимах с разной частотой следования импульсов. В качестве подложек использовались образцы из архитектурного стекла размером  $20 \times 20 \times 4 \text{ мм}$ .

Поскольку покрытия имели толщину всего в несколько нм, измерение проводилось с помощью атомно-силового микроскопа Solver P47. Для этого удаляли часть покрытия и снимали картину рельефа поверхности, из которой вычислялась высота ступеньки пленка-подложка.

Интегральный коэффициент отражения покрытия в диапазоне длин волн от 2,5 мкм до 20 мкм определялся инфракрасным Фурье-спектрометром ФСМ 2201. Измерение удельного сопротивления покрытий проводились четырехзондовым методом при комнатной температуре.

Как уже было отмечено ранее, увеличение разрядного тока и плотности мощности на катоде магнетрона приводит к увеличению концентрации плазмы в разрядном промежутке и повышению плотности ионного тока, протекающего на подложку. Осциллограмма на рис. 1. демонстрирует форму импульса тока магнетронного разряда и импульса ионного тока, протекающего на зонд.

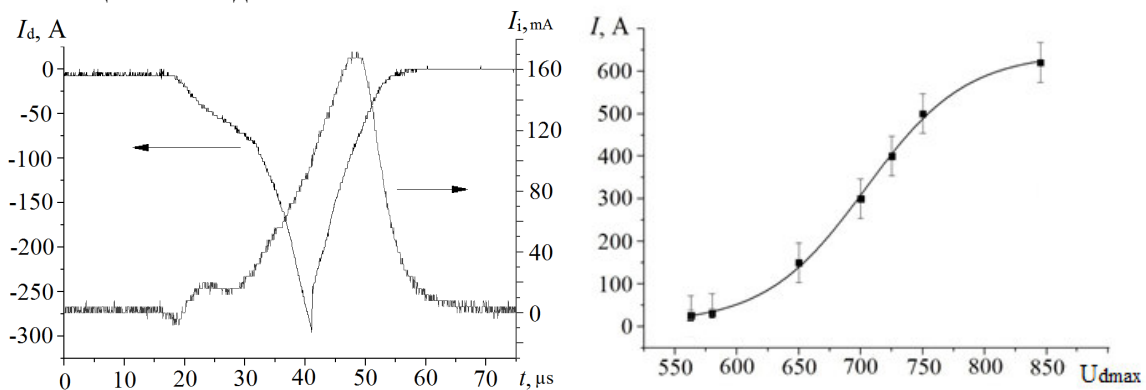


Рис. 1. а - Типичная форма разрядного тока и ионного тока, протекающего на зонд, в НРІМС режиме; б - амплитудная вольтамперная характеристика НРІМС разряда, при длительности импульса 20 мкс и рабочем давлении 0.2 Па.

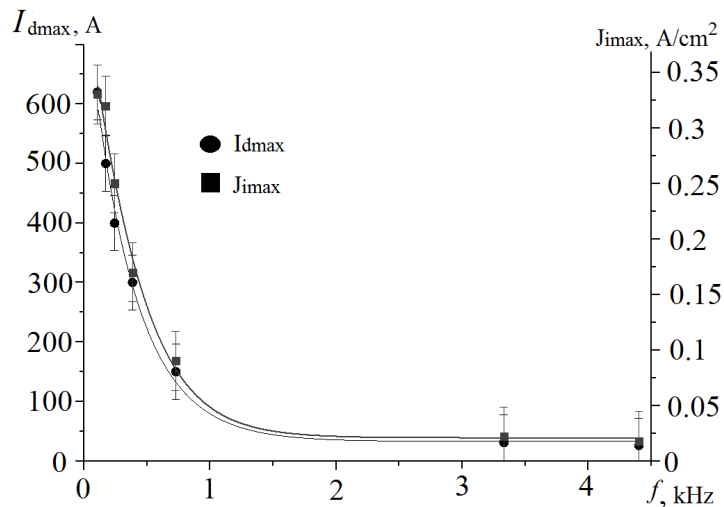
При амплитуде разрядного тока 300 А максимальное значение ионного тока на зонд достигает 170 мА, тогда как величина ионного тока на подложке в режиме постоянного тока при аналогичных условиях составляла всего несколько мА. Запаздывание пика ионного тока,



относительно пика разрядного тока, обуславливается конечной скоростью разлета плазмы, генерируемой вблизи катода.

На рис. 1.6 представлена амплитудная вольтамперная характеристика сильноточного импульсного магнетронного разряда, отражающая зависимость максимального тока от напряжения при фиксированной длительности импульса 20 мкс. Видно, что увеличение амплитуды импульса напряжения от 550 до 850 В вызывает рост разрядного тока от 20 до 700 А. При этом плотность мощности на поверхности мишени возрастает от 180 до 5400 Вт/см<sup>2</sup>.

Поскольку длительность импульса и средняя мощность разряда (500 Вт) во время экспериментов оставались неизменными, увеличение частоты следования импульсов приводило к снижению амплитуды импульсов разрядного тока и ионного тока, протекающего на зонд. График на рис. 2 отражает зависимость амплитуды импульсов тока и плотности ионного тока, протекающего на зонд, от частоты формирования импульсов.



*Рис. 2. Зависимости амплитуды импульсов разрядного тока и импульсов тока, протекающего на зонд, от частоты следования импульсов.*

Далее было исследовано влияние частоты формирования импульсов на свойства покрытий. Для этого была получена серия образцов в режимах с частотой 0.5, 3, 5 кГц и в DC режиме. На рис. 3 приведены зависимости удельного сопротивления и отражения  $R$  в ИК диапазоне длин волн медных покрытий от их толщины.

Известно, что пленки меди, как и большинство металлических покрытий, начинают свой рост с изолированных островков, которые по мере роста соединяются в замкнутые цепочки, сеточную структуру, после чего образуется сплошная пленка [3]. Когда пленка состоит из изолированных островков она обладает большим удельным сопротивлением и низким значением коэффициента отражения  $R$  в ИК диапазоне длин волн. По мере того как площадь, занимаемая островками растущей пленки, увеличивается, прозрачность металлической пленки в видимом диапазоне длин волн и ее сопротивление уменьшаются, а отражение в инфракрасном диапазоне увеличивается. Слияние островков и формирование сплошной пленки сопровождается резким снижением удельного сопротивления и ростом  $R$ . Поэтому из кривых зависимости  $\rho$  и  $R$  от толщины пленки можно определить толщину пленки, при которой образуется сплошное покрытие. Эта толщина, исходя из представленных на рис. 3 графиков, зависит от режима распыления и находится в диапазоне от 5 до 20 нм.

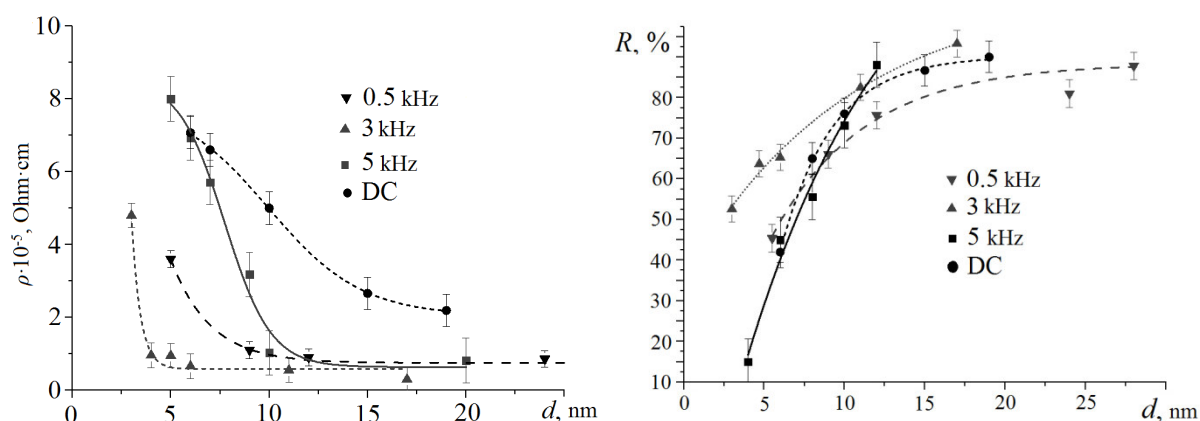


Рис. 3. Зависимость удельного сопротивления медных пленок (а) и коэффициента отражения в ИК диапазоне (б) от толщины покрытий, полученных в различных режимах.

При частоте 3 кГц, сплошная пленка образуется уже при толщине 5 нм (рис. 3.а). При этом во всем диапазоне толщин пленки, полученные при заданной частоте, обладают наиболее высоким коэффициентом отражения в ИК диапазоне (рис. 3.б). Удельное сопротивление пленки толщиной 6 нм, полученной в HIPIMS режиме при частоте 3 кГц составляет приблизительно 6 мкОм·см, что в 8 раз ниже удельного сопротивления пленки той же толщины, полученной в режиме постоянного тока.

Однако дальнейшее снижение частоты формирования импульсов (ниже 3 кГц), несмотря на увеличение ионного тока на подложке, приводит к увеличению удельного сопротивления покрытия. По нашему мнению это связано с процессами, протекающими на подложке в течение продолжительных пауз между импульсами разрядного тока.

Таким образом, в настоящей работе исследовано влияние частоты следования импульсов в HIPIMS разряде на уровень тока, протекающего на подложку, и свойства ультратонких медных пленок при постоянной мощности разряда. В используемой системе осаждения, оптимальные условия формирования ультратонких медных пленок обеспечиваются при частоте следования импульсов 3 кГц. Пленки, полученные в данном режиме, становятся сплошными уже при толщине 5-6 нм и обладают значительно более низким удельным сопротивлением, относительно других исследуемых режимов. Снижение удельной проводимости и увеличение коэффициента отражения в ИК диапазоне обуславливается повышением степени ионного воздействия на подложку.

#### Литература

1. Kouznetsov V., Macak K., Scheider J.M., Helmersson U., Petrov I. A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities // Surface and Coatings Technology. – 1999. – V.122. – p. 290 – 293.
2. Alami J. Persson P. Music et al. Ion-assisted physical vapor deposition for enhanced film properties on nonflat surfaces // Journal of Vacuum Science & Technology. – 2005. – v. 23 – 278.
3. Le M.T., Sohn Y.U., Lim J.W., Choi G.S. Effect of sputtering power on the nucleation and growth of Cu films deposited by magnetron sputtering // Materials Transactions – 2010. – 51(1). –p. 116–120.

## Магнетронно-лазерное осаждение диэлектрических покрытий с наноразмерными металлическими частицами

*А.П. Бурмаков, В.Н. Кулешов*

*Минск, Белорусский государственный университет, просп. Независимости, 4  
E-mail: Burmakov@bsu.by; KuleshovV@Yandex.ru*

*Рассматривается методика комбинированного магнетронно-лазерного формирования покрытий, содержащих массив нано- и микроразмерных металлических частиц в твердотельной оксидной диэлектрической матрице. На примере формирования покрытий из частиц титана в матрице оксида титана представлены условия реализации такой методики. С помощью спектрофотометрии, сканирующей электронной микроскопии и атомной силовой микроскопии сравниваются оптические характеристики, скорость осаждения и топография поверхности покрытий, полученных комбинированным осаждением, лазерным и магнетронным осаждением в отдельности. Показано значительное различие коэффициентов отражения, пропускания и поглощения, структуры поверхности, а также размеров и поверхностной плотности частиц этих типов покрытий.*

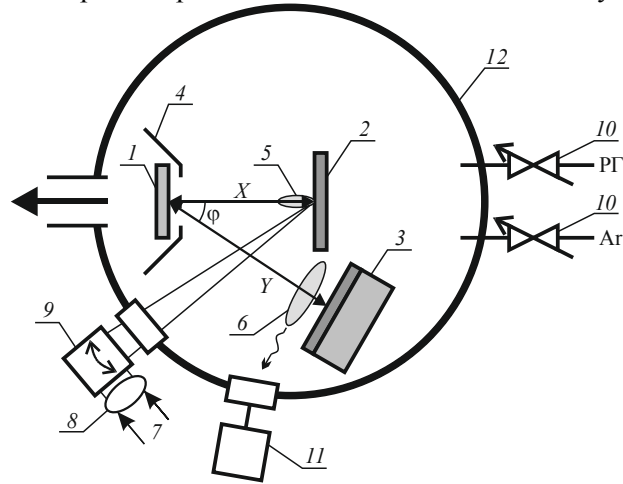
***Magnetron-laser deposition of dielectric coatings with metal nanoparticles. A.P. Burmakov, V.N. Kuleshov.*** *The technique of the combined magnetron-laser forming of the coatings comprising nano- and micro-dimensional metal particles in the solid-state oxide dielectric matrix is considered. The conditions of the technique implementation for the deposition processes of the coatings with titanium particles in the titanium oxide matrix are represented. The methods of the spectrophotometry, scanning electron microscopy and atomic force microscopy were employed for the comparison of the optical characteristics, deposition rate and surface topography of the coatings formed separately by the combined deposition, laser and magnetron deposition. The significant difference of the coefficients of the reflection, transmission, absorption, of the surface structure, of the size and surface density of particles of these coatings types is presented.*

### Введение

Магнетронные технологии, основанные на осаждении распыленного материала, а также лазерные технологии, основанные на осаждении эрозионной лазерной плазмы нашли широкое применение в решении различных задач тонкопленочной технологии. Расширение областей применения пленочных покрытий выдвигает особые требования к свойствам пленок, достичь которые можно путем совмещения технологий, в частности, указанных выше. Основной особенностью такого совмещения является то, что формирование покрытий происходит одновременно с помощью двух плазменных потоков, которые существенно отличаются по энергетике и плотности, по временным характеристикам воздействия на подложку и наличию в формируемом покрытии нано- и микроразмерных включений. Проведенные к настоящему времени исследования по магнетронно-лазерному осаждению немногочисленны и были связаны с получением нанокристаллических соединений углерода и алмазоподобных пленок [1], композиционных покрытий на основе многослойных металлокерамических структур типа  $Ti-Ti_xC_y$  на керамике [2], пленок  $SiC_x$  [3],  $TiC$  и  $TiCN$  [4]. Принцип магнетронно-лазерного осаждения дает возможность осуществить процессы нанесения покрытий различной структуры. Например, это диэлектрические пленочные покрытия, создаваемые магнетронным распылением, с включением в них наноразмерной металлической фазы эрозионного потока. Подобные структуры находят применение в оптоэлектронике, медицине, экологии и других областях. В частности, система нанокристаллов кремния в матрице диоксида кремния, формируемая при высокотемпературном распаде пересыщенного твердого раствора  $SiO_2:Si$ , а также нанокристаллы кремния или германия в матрице  $Al_2O_3$  или  $SiGeO_2$  [5]. Большой интерес представляют наноструктуры для эффективного поглощения света, использующие поверхностные плазмоны. Для формирования структур типа массив металлических частиц в твердотельной диэлектрической матрице технология комбинированного магнетронно-лазерного осаждения не применялась.

### Техника и методика эксперимента

Методика комбинированного осаждения была реализована с помощью вакуумной установки, которая позволяла проводить в отдельности процессы как магнетронного нанесения пленок оксидов и лазерного нанесения пленок металлов, так и процессы комбинированного формирования покрытия. На рис. 1 представлены основные элементы установки.



*Рис. 1. Схема реализации методики комбинированного магнетронно-лазерного осаждения: 1 – подложка, 2 – лазерная мишень, 3 – магнетрон, 4 – экран, 5 и 6 – лазерная и магнетронная плазма, 7 – лазерный луч, 8 и 9 – фокусирующая линза и устройство сканирования, 10 – управляемые натекатели аргона и реактивного газа (кислорода), 11 – датчик оптической системы управления расходом реактивного газа, 12 – вакуумная камера.*

Взаимное геометрическое расположение магнетрона, лазерной мишени и подложки определялось геометрическим размером катода магнетрона, диаметр которого составлял 5 см, необходимостью фокусировки и сканирования лазерного излучения по поверхности мишени, а также необходимостью вывода излучения катодной зоны магнетронного разряда к датчику системы управления расходом кислорода. Исходя из этого, геометрия расположения элементов 1, 2 и 3 рис. 1 была выбрана следующей: расстояние магнетрон – подложка  $Y = 70$  мм, расстояние лазерная мишень – подложка  $X = 40$  мм, угол между плазменными потоками  $\varphi = 25^\circ$ . Материал подложек – пластины стекла и кремния размером 3x3 см.

Режим работы магнетронного распылителя соответствовал току разряда в интервале 0,35–0,4 А при напряжении 390–410 В. Давление аргон-кислородной смеси газов 0,8 Па. Расход кислорода соответствовал магнетронному осаждению  $TiO_2$  со скоростью 8 нм/мин и поддерживался оптической системой управления по алгоритму, при котором в процессе осаждения сохранялось заданное постоянное отношение интенсивности спектральной линии кислорода  $O\ 777,3$  нм к интенсивности спектральной линии титана  $Ti\ 506,4$  нм. Лазерная плазма формировалась двухимпульсным лазером на АИГ: $Nd^3$  с длиной волны 532 нм. Время осаждения составляло 18, 27 или 36 мин, что соответствовало прохождению лазерным лучом области сканирования на мишени 1x1 см один, полтора или два раза. Плотность мощности лазерного излучения на мишени составляла 2,0–2,5 ГВт/см<sup>2</sup> в двухимпульсном режиме с частотой 2 Гц и задержкой импульсов 0,4 мкс. Осаждение проводилось при комнатной начальной температуре подложки.

### Оптические и структурные свойства покрытий

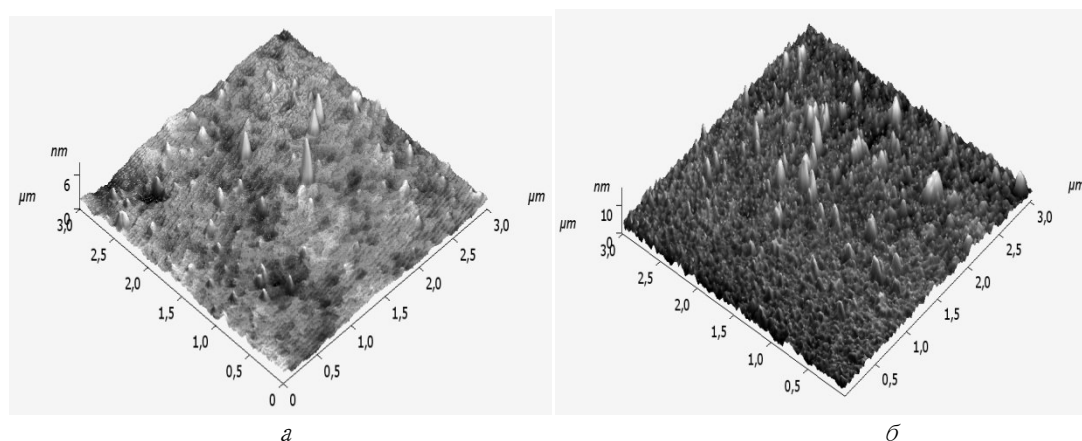
Спектрофотометрические измерения пленок  $Ti$  и  $TiO_2$ , полученных лазерным осаждением и магнетронным распылением в отдельности, так и пленок  $TiO_2+Ti$ , полученных при комбинированном осаждении на подложках из стекла показали следующее. Характеристики пленки  $TiO_2$  соответствуют их типичным значениям. Коэффициент поглощения достаточно низкий и лежит в интервале 1–5 %. Показатель преломления плавно снижается от 2,62 до 2,3 в диапазоне длин волн 390–700 нм. Для пленок  $Ti$  наблюдается плавный рост коэффициента

отражения и спад коэффициентов пропускания и поглощения с ростом длины волны. Для комбинированного покрытия  $TiO_2+Ti$  подобно пленке  $TiO_2$  наблюдается интерференционная структура зависимостей коэффициентов отражения и пропускания, что соответствует достаточно высокой прозрачности покрытия. Интегральное для видимой области пропускание покрытия  $TiO_2+Ti$  составляет 67 %, покрытия  $TiO_2$  – 81 %, покрытия  $Ti$  – 15 %. Это свидетельствует о более близком значении коэффициента пропускания покрытий  $TiO_2+Ti$  и  $TiO_2$ . Подобная картина наблюдается и в отношении коэффициента поглощения пленок. Возможной причиной указанной особенности является то, что пленка  $Ti$  наносилась в среде аргона, а пленка  $TiO_2+Ti$  в аргон-кислородной среде. Это может привести к частичному окислению осаждаемой лазером паровой фазы потока.

РЭМ изображения поверхности пленки  $TiO_2+Ti$ , полученные на сканирующем электронном микроскопе LEO – 1455 VP, показали, что средняя плотность частиц размером 100–300 нм составляет около двадцати пяти частиц на  $100 \text{ мкм}^2$  для покрытий, осажденных на кремниевые подложки. По РЭМ изображениям скола подложек оценена толщина покрытий. Для пленки  $TiO_2+Ti$  она составила 200–250 нм, а для пленки  $Ti$  70 нм, что соответствует скорости осаждения 7,5–9,2 и 2,6 нм/мин соответственно. Результаты определения относительной концентрации химических элементов методом рентгеноспектрального микроанализа показали, что отношение концентрации кислорода в атомных процентах к концентрации титана для пленки  $TiO_2+Ti$  в 1,3 раза меньше по сравнению с этим отношением для пленки  $TiO_2$ , что обусловлено вкладом в элементный состав пленки  $TiO_2+Ti$  осажденного с помощью лазера  $Ti$ .

Информация о структуре поверхности покрытий получена с помощью сканирующего зондового микроскопа SOLVER P47 PRO, работающего в полуконтактном режиме атомной силовой микроскопии (АСМ). Для пленки  $TiO_2+Ti$  толщина составила около 260 нм, для пленки  $Ti$  около 55 нм, что соответствует скорости осаждения 9,6 и 2,0 нм/мин соответственно и хорошо согласуется с данными электронной микроскопии.

На рис. 2 представлены АСМ изображения поверхности покрытий  $TiO_2+Ti$  и  $Ti$ , полученные комбинированным способом и лазерной эрозией на Si подложках.



*Рис. 2. 3D АСМ изображения поверхностей пленки  $TiO_2+Ti$ , полученной комбинированным способом (а), и пленки  $Ti$ , полученной лазерной эрозией (б), на Si подложке.*

Поверхность пленки  $Ti$  характеризуется высокой плотностью неровностей, появление которых обусловлено конденсацией мелкодисперсной капельной фазы эрозийного лазерного потока. Обработка планарных изображений поверхности показала, что размеры металлических частиц составляют от 20 до 200 нм с поверхностной плотностью около 90–120 частиц на  $1 \text{ мкм}^2$ . Максимальная концентрация металлических частиц соответствует размерам в интервале 50–100 нм.

Рельеф поверхности покрытия  $TiO_2+Ti$  занимает промежуточное положение между пленкой  $Ti$  и пленкой  $TiO_2$ , поверхность которой имеет достаточно гладкий характер. Рельеф поверхности более однороден, плотность частиц с размером менее 50 нм значительно ниже. Причиной последнего может быть включение малоразмерных частиц в приповерхностный слой пленки за счет одновременного формирования слоя  $TiO_2$  магнетронным распылением. Кроме

этого возможно поверхностное окисление малоразмерных частиц титана при осаждении в аргон-кислородной среде. Преобладающим размером частиц покрытия  $TiO_2+Ti$  является интервал 50–150 нм. Плотность таких частиц составляет около 10–15 на  $1\text{ мкм}^2$ .

#### Литература

1. Voevodin A. A., Capano M. A., Safriet A. J., Donley M. S., Zabinski J. S. Applied Physics Letters. 1996. Vol. 69, Issue 2. P. 188–190.
2. Krzanowski J. E., Nainaparampil J. J., Phani A. R. Journal of Vacuum Science & Technology A. 2003. Vol. 21, Issue 6. P. 1829–1836.
3. Jelinek M., Kocourek T., Zemek J., Novotný M., Kadlec Ja. Applied Physics A. 2008. Vol. 93, Issue 3. P. 633–637.
4. Jelínek M., Kocourek T., Kadlec Ja., Zemek J. Laser Physics. 2009. Vol. 19, Issue 2. P. 149–153.
5. О.Н. Горшков, Д.И. Тетельбаум, А.Н. Михайлов. Наноразмерные частицы кремния и германия в оксидных диэлектриках. Формирование, свойства, применение.. Нижний Новгород, 2006. 83с.

## **Особенности элементного анализа материалов и пленочных покрытий ионно-пучковыми диагностическими методами**

*В.К. Егоров, Е.В. Егоров, \*М.С. Афанасьев*  
*ИПТМ РАН, Черноголовка, Московская обл. Россия [egorov@iptm.ru](mailto:egorov@iptm.ru)*  
*\*ИРЭ РАН, Фрязино, Московская обл. Россия*

*В работе дана исчерпывающая характеристика методов ионно-пучковой диагностики материалов. Обсуждаются преимущества и недостатки этих методов при анализе объемных материальных мишеней, эпитаксиальных и неэпитаксиальных пленочных покрытий и сухих остатков жидкостей.*

***Peculiarities of element analysis of materials and film coating by ion-beam diagnostics.***  
*V.K. Egorov, E.V. Egorov, M.S. Afanas'ev. The work presents exhaustive characterization of ion beam methods possibilities for the material diagnostics. The main advantages and imperfections of the methods are discussed by the bulk material analysis as well as epitaxial and nonepitaxial film coatings, dry residues of liquids and solutions.*

Ионно-пучковая диагностика вещества представляет собой важную составную часть аналитического инструментария, используемого в различных аспектах анализа материалов [1]. Взаимодействие ионных пучков средних энергий в интервале 0.5-3.5 мегаэлектронвольта характеризуется рядом физических явлений, на базе которых построены методы аналитической диагностики материалов. Основополагающим методом такой диагностики является резерфордское обратное рассеяние (РОР)ионов водорода и гелия на ядрах атомов исследуемых материалов [2]. Такое взаимодействие достаточно точно описывается известной формулой Резерфорда, при этом термин «обратное рассеяние» отражает тот факт, что при рассеянии на большие углы существенно улучшается спектрометрическое разрешение [3]. Торможение ионов также весьма точно описывается формулой Бора. В результате метод РОР оказывается не нуждающимся в стандартах и эталонах, и позволяет давать количественную оценку содержания элементов в материале и их распределения по глубине мишени. Метод является многоэлементным, т.е. позволяет одновременно регистрировать весь элементный ансамбль материала от лития до урана. Метод РОР является единственной абсолютной инструментальной аналитической процедурой, и при этом он, как и остальные ионно-пучковые методы, является неdestructивным, т.е неразрушающим анализируемые мишени. Конечно

термин «неразрушающий» является в значительной мере относительным и определяется дозовыми характеристиками. Аналитические дозы, обычно составляющие значения  $10^{10}$ - $10^{12}$  ион/см<sup>2</sup>, не наносят регистрируемого ущерба структуре исследуемой мишени, в то время как при дозах  $10^{17}$ - $10^{18}$  ион/см<sup>2</sup> структура подвергается существенной деградации вплоть до ее аморфизации. Ионные пучки гелия позволяют диагностировать элементный концентрационный профиль на глубину порядка 1 мкм со стандартным разрешением по толщине для поверхностных слоев  $\delta h=10$  нм (в специальной геометрии – до 2 нм). При рассеянии потоков ионов водорода глубина анализа может достигать 10-15 микрометров при стандартном разрешении по толщине около 50 нм. При рассеянии ионов водорода на ядрах легких элементов необходим учет дополнительного параметра – так называемого фактора нерезерфордовского рассеяния, связанного с включением в фактор рассеяния кроме электростатического еще и ядерного вклада [4]. Этот фактор оказывается зависимым как от энергии налетающего иона, так и от величины угла регистрации рассеянного потока. Этот фактор в ряде случаев существенно превосходит резерфордовский вклад и для проведения количественной диагностики должен быть предварительно экспериментально оттестирован. Его полезность для определения содержания легких элементов в материале наглядно демонстрируется сравнением спектров РОР ионов водорода и гелия на ядрах соединения SrTiO<sub>3</sub>, которые показаны на рис. 1. Рассеяние ионов гелия позволяет уверенно диагностировать количественное содержание в исследуемой мишени тяжелых элементов, а рассеяние ионов водорода, за счет наличия нерезерфордовского фактора, предоставляет возможность количественно диагностировать контент легких элементов в структуре, в данном случае – кислорода. Поскольку параметры энергетических потерь ионных пучков в материале, а также факторы их резерфордовского и нерезерфордовского рассеяния на ядрах всех элементов таблицы Менделеева хорошо детерминированы, процедура определения элементного состава мишени уверенно выполняется с помощью интерактивных аппроксимационных компьютерных программ [5].

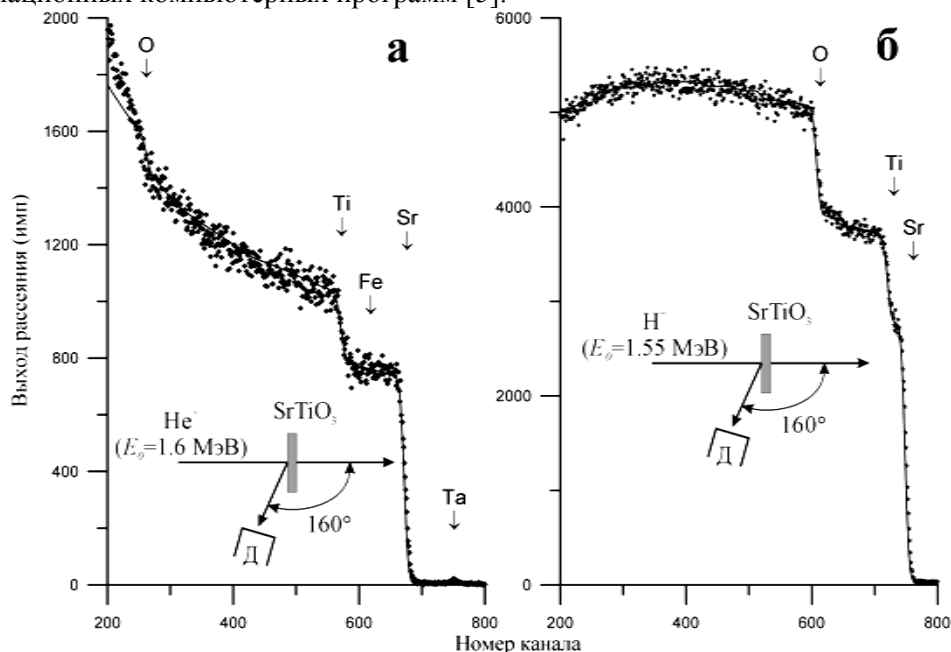
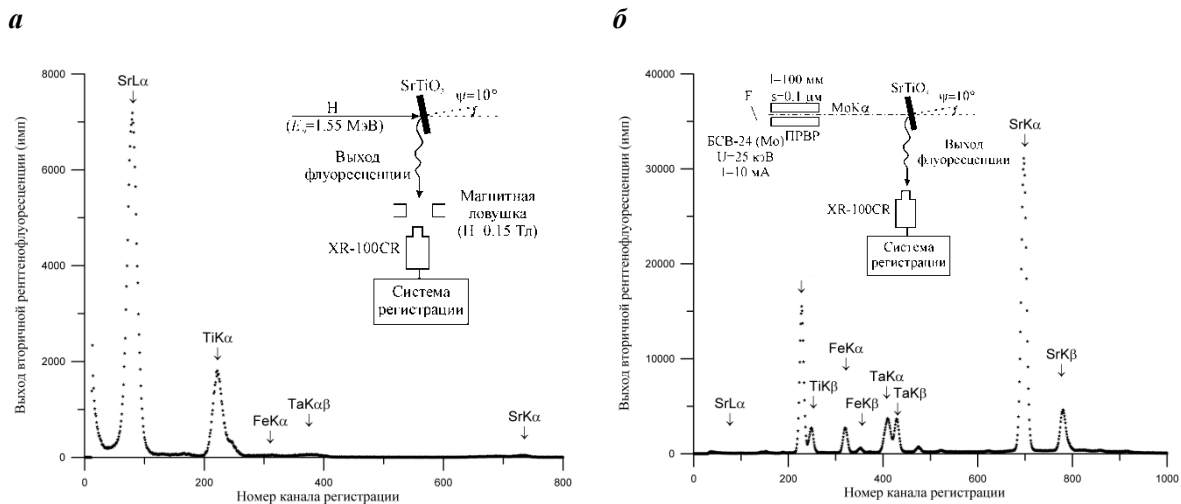


Рис. 1. Спектры РОР потоков ионов He<sup>+</sup> (а) и H<sup>+</sup> (б) на стехиометрической монокристаллической мишени SrTiO<sub>3</sub> в положении случайной ориентации относительно направления распространения ионных потоков. Стрелками указаны значения энергий ионов, рассеянных на ядрах атомов, находящихся на поверхности мишени. Геометрия измерений показана на врезках. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Резерфордовское обратное рассеяние, будучи абсолютным диагностическим методом, в то же время характеризуется недостаточной аналитической чувствительностью. В среднем, в рамках этого метода пределы обнаружения примесей в материале находятся на уровне 0.1% ат.



В то же время этот параметр в значительной степени определяется элементарным составом матрицы и условиями измерений. Низкая чувствительность метода РОР с лихвой окупается параллельным применением метода рентгенофлуоресцентного анализа при ионном возбуждении (PIXE) [6]. Этот метод особенно эффективен для диагностики наличия легких элементов. На рис. 2 представлены спектры выхода рентгенофлуоресценции для кристалла SrTiO<sub>3</sub>, полученные при возбуждении пучком ионов водорода и потоком жесткого рентгеновского излучения. Приведенные спектры показывают, что использование ионно-пучкового возбуждения рентгенофлуоресценции весьма эффективно для регистрации характеристических линий низкоэнергетического рентгеновского спектра. В то же время детектирование высокоэнергетических рентгеновских линий лучше выполнять, используя рентгеновское возбуждение. Обладая высокой чувствительностью, метод PIXE не может рассматриваться как процедура количественной элементной диагностики материалов. Во-первых, возможности метода ограничены так называемым матричным фактором, т.е. взаимным влиянием возбуждаемых рентгеновских линий друг на друга. Кроме того, необходимо иметь в виду, рентгеновское излучение испытывает поглощение в исследуемом материале. Поэтому интенсивность выхода рентгенофлуоресцентных линий будет характеризовать слой материала, толщина которого будет определяться фактором поглощения каждой выбранной линии в материале. Например, если регистрировать рентгенофлуоресцентный выход для материала CuF<sub>2</sub> при его возбуждении потоком ионов водорода с энергией 1 МэВ, зарегистрированная линия FK $\alpha$  будет характеризовать поверхностный слой фторида меди толщиной 130 нм, а линия CuK $\alpha$  будет соответствовать слою толщиной 5.5 мкм. В то же время метод PIXE является замечательным подспорьем при анализе методом РОР сложных элементных композиций.



*Рис. 2. Спектры выхода рентгеновской характеристической флуоресценции монокристаллической мишени SrTiO<sub>3</sub>, полученные в условиях возбуждения пучком протонов с энергией E<sub>0</sub>=1.55 МэВ (а) и пучком рентгеновского излучения MoK $\alpha$ , сформированным волноводом-резонатором (б). Энергетическая цена канала 20 эВ/канал.*

Еще одной важной возможностью ионно-пучковых аналитических технологий является использование резонансных и пороговых ядерных реакций. Одной из полезных и относительно часто используемых в ионно-пучковой экспериментальной практике является резонансная ядерная реакция <sup>27</sup>Al(p; $\gamma$ )<sup>28</sup>Si. Резонансное поглощение протонов наблюдается при энергии E<sub>0</sub>=0.992 МэВ. Особенностью этого резонанса является крайне низкая его ширина  $\Delta E_0=0.1$  кэВ. Этот резонанс часто используется для калибровки ускорителей заряженных частиц, а также для изучения распределения атомов алюминия по толщине мишени. На основе использования возможностей резонансных и пороговых ядерных реакций построена неразрушающая спектрометрия изотопного анализа материалов [1]. Подробная информация о типах ядерных реакций, их параметрах и возможностях их аналитического применения представлена во втором томе справочника по ионно-пучковому анализу материалов [7]. В то же время

необходимо отметить, что элементный и изотопный анализ на базе спектрометрии регистрации продуктов резонансных и пороговых ядерных реакций является, в отличие от резерфордовского обратного рассеяния, высокочувствительным качественным методом и должен опираться либо на данные РОР, либо на использование стандартов и эталонов.

Особой статьей ионно-пучковой диагностики материалов является анализ содержания в них атомов водорода. Такой анализ выполняется методом спектрометрии ядер отдачи [8,9]. По своей сути, этот метод является зеркальным к методу РОР. Ионы гелия, взаимодействуя с ядрами атомов водорода с структуре изучаемого вещества, передают им значительную энергию. Их часть покидает материал и может быть зарегистрирована стандартными детекторами заряженных частиц. Проблемой этой спектрометрии является разделение потоков выбитых из материала протонов и рассеянных ионов гелия, причем интенсивность последних оказывается много больше интенсивности протонного потока. Вопрос разделения потоков решается установкой перед детектором майларовой пленки толщиной 5-7 мкм, используя факт существенно большего торможения в материале ионов гелия. Однако использование поглотителя ухудшает спектрометрическое разрешение, что в свою очередь ухудшает разрешение по глубине при построении концентрационного профиля распределения атомов водорода по толщине мишени. Это разрешение оказывается не лучше 50 нм. Метод является абсолютной количественной процедурой, однако чаще ориентируется на стандартные образцы [10].

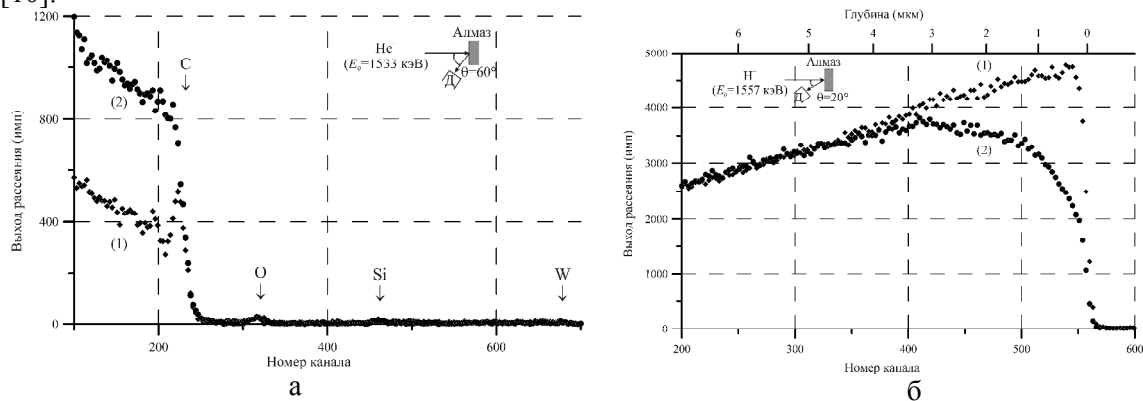


Рис. 3. Спектры РОР потоков ионов  $He^+$  (а) и  $H^+$  (б), полученные для алмазной монокристаллической мишени в условиях осевого каналирования и случайной ориентации относительно направления распространения ионных потоков. Стрелками указаны энергии рассеяния на ядрах атомов, расположенных на поверхности мишени. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Важным аспектом ионно-пучковой диагностики материалов является эффект каналирования ионных пучков в совершенных кристаллических структурах. При распространении ионного потока вдоль упорядоченных атомных цепочек монокристаллических или эпитаксиальных структур существенно уменьшается выход резерфордовского и нерезерфордовского рассеяния ионов, выход продуктов ядерных реакций, интенсивности рентгенофлуоресценции, а также величины интенсивности выхода выбитых атомов водорода. Это явление, называемое каналированием потоков ионов в материале, является эффективным средством как элементного, так и структурного анализа вещества [11,12]. На рис. 3 показаны спектры РОР потоков ионов водорода и гелия, полученные в условиях распространения этих потоков вдоль кристаллографического алмаза (осевого каналирования) и при случайной его ориентации относительно направления распространения ионных потоков. Спектры показывают, что интенсивность рассеяния ионов в условиях каналирования снижается. Пик, наблюдаемый на спектре каналирования ионов гелия в районе 230 канала, соответствует рассеянию на поверхностных ионах. Атомы кислорода и кремния отвечают пленке поверхностного загрязнения толщиной около 8 нм. Вольфрам является собственной примесью данного кристалла алмаза. Каналирование ионов водорода позволяет оценить глубину деканалирования потока. Главной задачей, решаемой методом каналирования

потоков ионов в материалах является прямое тестирование наличия монокристалличности структуры наличия эпитаксиального соответствия в гетероструктурных образованиях.

Ионно-пучковые исследования выполняются с использованием ионно-пучковых аналитических комплексов в условиях среднего вакуума  $10^{-6}$  Торр [13]. В качестве источников потоков ионов средних энергий с  $E_0=0.5-3.0$  МэВ используются электростатические ускорители Ван де Граафа, генерирующие пучки с минимальным энергетическим разбросом  $\Delta E=0.1-0.5$  кэВ. Нормирование спектров осуществляется путем регистрации полного числа рассеянных ионов. Аналитические дозы, как правило, не превышают значения  $10^{12}$  ион/см<sup>2</sup>. Основным недостатком ионно-пучкового анализа материалов является его относительно высокая стоимость, которая, однако, несравненно ниже данных, получаемых с помощью синхротронных и нейтронных аналитических установок.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (гранты №№15-08-02618, 16-07-00665).

#### Литература

1. J.R. Bird, J.S. Williams. Ion beams for material analysis. Sidney: Academic Press. 1989. 719 p.
2. Э.Т. Шипатов. Обратное рассеяние быстрых ионов. Теория, эксперимент, практика. Ростов на Дону: изд. Ростовского университета. 1988. 155 стр.
3. Л. Фельдман, Д. Майер. Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.: Мир. 1989. 342с.
4. E. Rauhala // NIM. B12 (1985) pp. 447-452.
5. E. Kotai // NIM. B85 (1995) pp. 588-596.
6. Particle-induced X-ray emission spectrometry (PIXE) / Eds. by S.A.E. Johanson, J.L. Campbell, K.G. Malquist. New York: Wiley. 1995. 451 p.
7. J.M. Mayer, E. Remeni. Ion beam handbook for material analysis. v2. Selected Low energy nuclear reaction data. New York: Academic Press. 1977. 388 p.
8. И.П. Чернов, В.Н. Шадрин. Анализ содержания водорода и гелия методом ядер отдачи. М.: Энергоатомиздат. 1988. 129 стр.
9. H. Hofsab. Forward recoil spectrometry. New York: Plenum. 1996. 278 p.
10. В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев // Известия РАН, физ. сер. т78(6) (2014) С. 700-704.
11. L.C. Feldman, J.W. Mayer, S.T. Picraux. Material analysis by ion channeling, submicron crystallography. New York: Academic Press. 1982. 300 p.
12. Э.Т. Шипатов. Каналирование ионов. Ростов на Дону: изд. Ростовского университета. 1986. 140 стр.
13. B. Schmidt, K. Wetzig. Ion beam in materials proceeding and analysis. Wien: Springer. 2013. 418p.

## Влияние конструктивных особенностей катодного узла на изменение количественного элементного состава формируемого покрытия

Л.М. Петров,\*К.В.Григорович, В.В. Зеленков, \*Г.С. Спрыгин, В.Д. Семенов,\*Я.Я. Химюк  
ОАО «Национальный институт авиационных технологий», Россия, г.Москва, Петровка,  
д.24, e-mail:info@niat.ru

\*ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова Российской  
академии наук, Россия, 119991, г. Москва, Ленинский пр-т, д.49,  
e-mail:grigorovichkv@gmail.com

*Рассмотрено влияние воздействия потока газо-металлической плазмы системы Ti-N на изменение элементного состава обрабатываемого поверхностного слоя стали 12Х18Н10Т в зависимости от конструктивных особенностей катода. Показано, что интенсивность изменения состава формируемого поверхностного слоя зависит от его конструктивных особенностей.*

*The influence of the structural features of a cathode assembly on the change in quantitative elemental composition of the generated coating. L.M. Petrov, K.V. Grigorovich, V.V.Zelenkov, G.S. Sprygina, V.D. Semionov, Ya.Ya. Khimiyuk. The influence of Ti-N gas and metal plasma stream on the change in the quantitative elemental composition of 12H18N10T steel surface layer under treatment depending on the cathode structural features is considered. It is shown that intensity of changes in the composition of the generated surface layer depends on its structural features.*

В настоящее время известны различные типы вакуумных дуговых источников плазмы (испарителей) предназначенных для генерации металлической плазмы с целью нанесения различных видов покрытий. В этих устройствах используется дуговой вакуумный разряд с «холодным» расходуемым катодом. Разряд горит в хаотически перемещающихся по поверхности рабочего тела (катод) катодных пятнах (КП). Плотность мощности в катодных пятнах достигает значений  $10^{10}$ - $10^{13}$ Вт/м<sup>2</sup> и в них протекают локальные процессы эмиссии, испарения и ионизации паров материала катода [1]. Процесс горения вакуумного дугового разряда (дуги) это чередующиеся взрывы КП – ячейки, состоящей из нескольких микропятен. Внутри КП происходят процессы зарождения и погасания микропятен. При этом существует статистическая вероятность погасания КП в случае прекращения или запаздывания по какой-либо причине перезажигания микропятен. В начальный момент процесса погасания КП происходит увеличение колебаний тока и возрастание напряжения. Скорость погасания КП зависит от многих факторов: теплофизических свойств материала катода, давления в вакуумной камере, характеристик источника питания (скорости нарастания напряжения, величины напряжения холостого хода и рабочей точки) и др. По разным данным длительность погасания вакуумного дугового разряда составляет  $10^{-5}$ ... $10^{-8}$  секунды.

Отсутствие внешних магнитных полей приводит к либо хаотическому движению КП, либо к направленному движению, преимущественно совпадающему с направлением тока разряда, протекающего через КП по телу катода. При этом КП с конечной вероятностью могут уходить с рабочей поверхности катода, что часто приводит к аварийным ситуациям (уход КП за экран) или отключению дугового испарителя. Известны различные способы удержания КП на рабочей поверхности катода, включающие создание электростатических экранов [1,2] или магнитных полей [3,4]. Наличие магнитного поля в рабочей области горения КП приводит к стабилизации процесса горения КП и повышению надежности его работы (электродуговые источники плазмы установок типа ННВ-6.6 И1).

Многолетняя эксплуатация данного вида испарителей показала, что применяемая конструкция не является оптимальной, так как формируемый плазменный поток не является стабильным и не гарантирует получение качественных покрытий, а проблему качества приходится решать за счет усложнения технологии.

Плазменные потоки, взаимодействия с обрабатываемой поверхностью, способствуют

формированию различных видов покрытий, свойства которых зависят от соотношения компонентов газо-металлической плазмы. Особенно это актуально при формировании покрытий на основе системы (Ti-N), где комплекс получаемых свойств определяется изменением соотношения компонентов плазменного потока участвующих в плазмохимической реакции.

В данной работе, изменение соотношений компонентов системы (Ti-N) достигалось путем сравнения результативности осаждения массы Ti в процессе работы двух конструктивных решений испарителей: стандартного катода и катода со встроенным дополнительным постоянным магнитом. Эффективность работы исследуемых систем катода оценивалась по количественному сравнению осаждаемой массы Ti на подложку из стали 12X18H10T (150x33x2 мм) и формированию диффузионных зон элементами подложки и элементами покрытия при постоянстве рабочих параметров источников плазмы ( $J_d=100A$ ,  $U_{оп.} = -50V$ ,  $p = 1,3 \cdot 10^{-1}$  Па, время осаждения 15 мин), являющихся гарантом объективности оценки.

Начало процесса взаимодействия потока газо-металлической плазмы с обрабатываемой поверхностью связано с её разогревом ( $320^{\circ}C$ ), очисткой и последующим осаждением элементов плазменного потока. Наличие указанной температуры и энергии ионов плазменного потока способствует началу процессов взаимной диффузии осаждаемых элементов плазменного потока и элементов подложки.

Как показали исследования, взаимная диффузия элементов обрабатываемой подложки и элементов плазменного потока зависит от многих факторов, в том числе и от интенсивности осаждения, определяемой количественным изменением концентрации осаждаемых элементов плазменного потока, рис.1-2. Постоянство параметров технологического процесса предполагает создание одинаковых первичных условий для формирования плазменных потоков, и только конструктивное отличие (наличие дополнительных постоянных магнитов) должно повлиять на количественный характер изменения элементного состава формируемого поверхностного слоя.

Осуществление процессов вакуумной ионно-плазменной (ВИП) обработки на установках ННВ6.6- И1 связано с генерацией электродуговыми испарителями газо-металлических плазменных потоков их формированием и осаждением на обрабатываемую поверхность. При этом наблюдается динамическое изменение плотности плазменного потока в объеме вакуумной камеры, что влияет на изменение массы осаждаемого элемента покрытия (Ti) в системе Ti-N. рис.1. Причем, по длине исследуемых образцов (150 мм), растет неоднородность по концентрации осаждаемых элементов плазмы и можно выделить условно три зоны: верхнюю, среднюю и нижнюю.

Взаимодействие элементов плазменного потока (Ti-N) с обрабатываемой поверхностью способствует их осаждению и формированию, как процессов плазмохимической реакции, так и диффузионных процессов осаждаемых элементов по границе создаваемого композита «подложка–покрытие». Послойное исследование количественного изменения элементного состава по глубине осаждаемого покрытия показало, что при взаимодействии плазменного потока с обрабатываемой поверхностью формируется структурно измененный поверхностный слой, состоящий из: покрытия, переходной диффузионной зоны и пограничной зоны основного металла. Отличительной чертой, формируемых зон, является наличие градиентного переходного элементного состава, изменяющегося от материала покрытия к материалу подложки. Величина формируемых зон и интенсивность диффузионных процессов элементов подложки и покрытий зависит от массы осаждаемого покрытия.

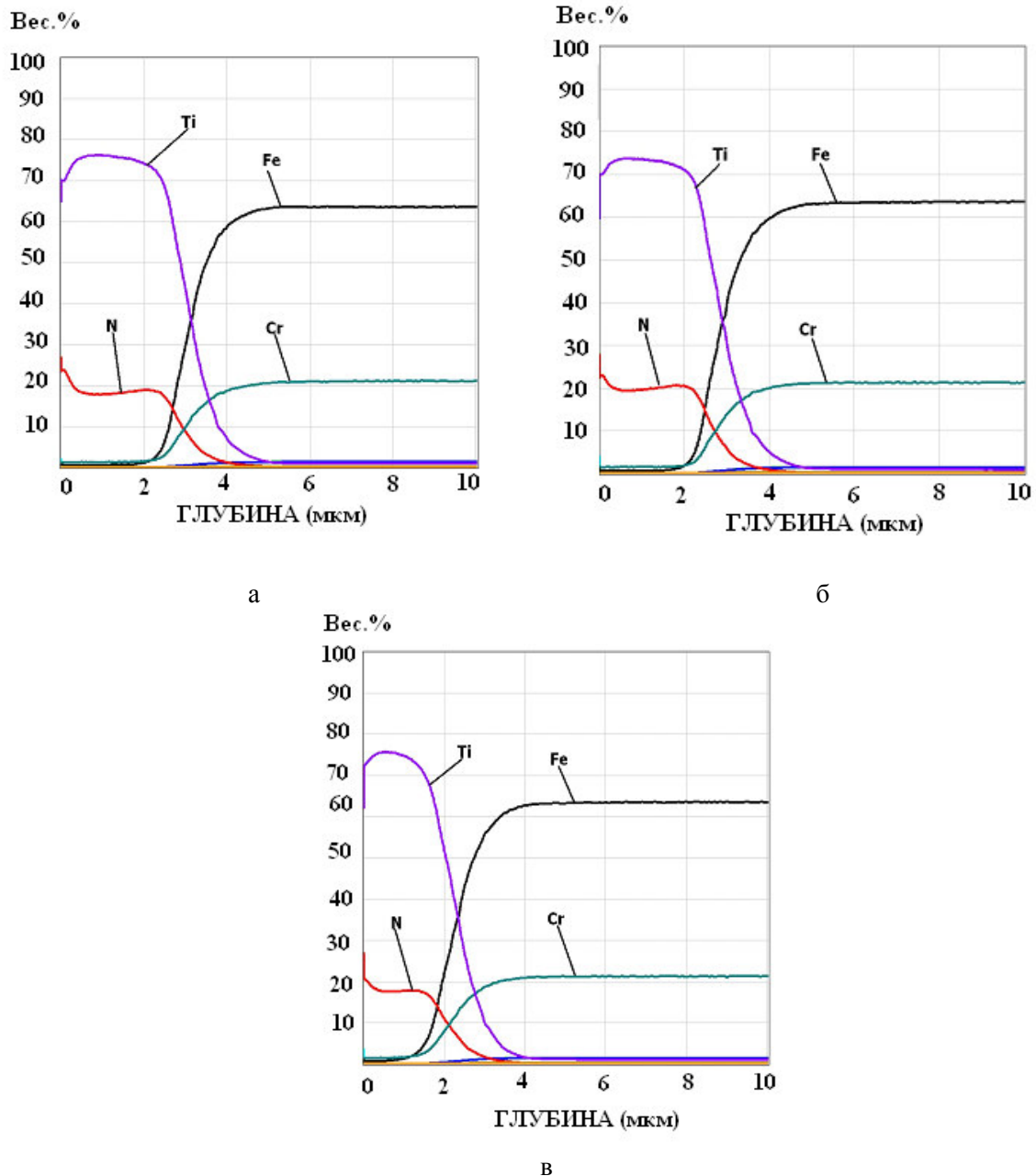


Рис. 1. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N (стандартный катод) на подложке из стали 12X18H10T, размещенной: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм ниже оси катода.

Особенно это становится заметным при переходе к работе с конструкцией катода имеющей дополнительный постоянный магнит (рис. 2). Наличие дополнительных постоянных магнитов привело к увеличению массы осаждаемого элемента (Ti) в покрытии системы Ti-N в два раза, что привело к увеличению толщины покрытия с 2,5 мкм до 5 мкм, по всей длине образца. Увеличение массы осаждаемого элемента повлияло также и на формирование переходной диффузионной зоны, которая увеличилась с 2 мкм до 4 мкм.

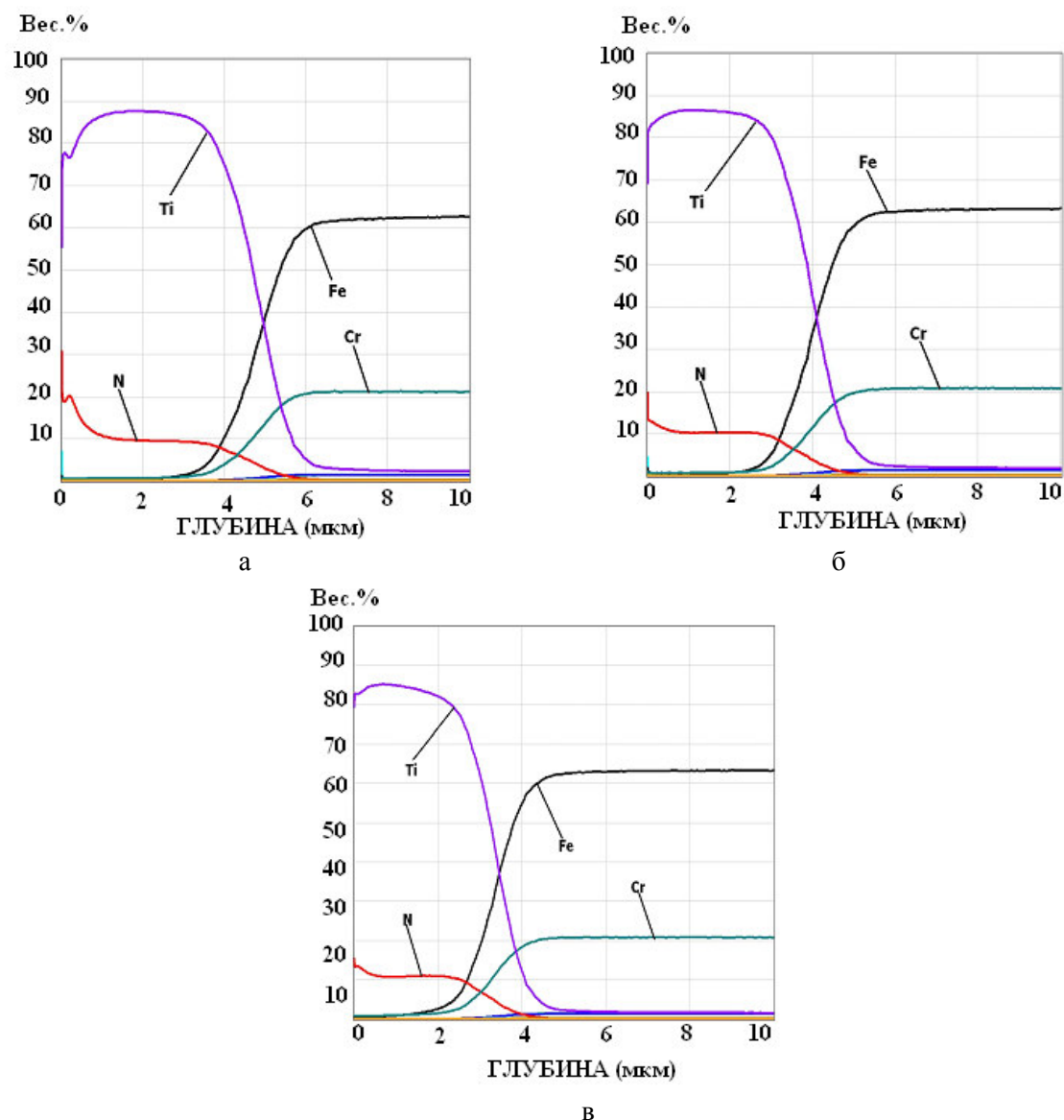


Рис.2. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N (катод с постоянным магнитом) на подложке из стали 12X18H10T, размещенной: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм ниже оси катода.

Таким образом, применение катода с постоянным магнитом привело к увеличению массы осаждаемого титанового покрытия и увеличению переходной диффузионной зоны, что является одним из важнейших факторов, влияющих на получение функциональных и эксплуатационных свойств.

#### Литература

1. Г.Л. Саксаганский. Электрофизические вакуумные насосы. М.: Энергоатомиздат, 1988.
2. Л.П. Саблев, Н.П. Атаманский, В.Н. Горбунов, Ю.И. Долотов, В.Н. Луценко, В.В. Усов. Электродуговой испаритель металлов. А. с. СССР, № 268122, 1968.
3. Л.П. Саблев, Ю.И. Долотов, Р.И. Ступак, В.А. Осипов. Электродуговой испаритель металлов с магнитным удержанием катодного пятна // ПТЭ. 1976, № 4, с.247-249.
4. И.И. Аксёнов, В.Г. Брень, В.Г. Падалка, Л.П. Саблев, Р.И. Ступак, В.М. Хороших. Вакуумно-дуговое устройство. А. с. СССР, № 1040631, 1983.



## Влияние рабочей газовой среды на изменение элементного состава формируемого покрытия

*Л.М. Петров, \*К.В. Григорович, В.В. Зеленков, \*Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова, В.Д. Семенов, \*Я.Я. Химюк, Д.М. Дормидонтов*

*ОАО «Национальный институт авиационных технологий», Россия, г. Москва Петровка, д.24, e-mail: info@niat.ru*

*\*ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Россия, 119991, г. Москва, Ленинский пр-т, д.49, e-mail: grigorovichkv@gmail.com*

*Рассмотрено влияние рабочей газовой среды на процесс осаждения металлической плазмы Си. Показано, что интенсивность осаждения элементов покрытия и изменения элементного состава обрабатываемого поверхностного слоя стали 12Х18Н10Т зависит, как от рабочей среды, так и от градиента концентраций осаждаемого покрытия.*

*The influence of the gaseous medium on the change in elemental composition of the generated coating. L.M. Petrov, K.V. Grigorovich, V.V. Zelenkov, G.S. Sprygin, V.D. Semionov, A.N. Smirnova, Ya.Ya. Khimyuk, D.M. Dormidontov. The influence of the operation gaseous medium on the deposition process of Cu metal plasma is considered. It is demonstrated that both deposition intensity of the coating components and change in 12H18N10T steel surface layer under treatment depend on the operation medium as well as on the density gradient of the deposited coating.*

В процессах ВИП обработки формирование покрытий и модифицированных диффузионных слоев связано с технологическим воздействием плазменных потоков на обрабатываемую поверхность. Потоки плазмы, взаимодействуя с поверхностью, формируют этапы технологических процессов и свойственную этим этапам структуру [1,2]. Эффективность осуществления этапов ВИП обработки, а также качество диффузионных процессов, осуществляемых на этих этапах можно оценить по изменению элементного химического состава, формируемого поверхностного слоя композита «металл-покрытие». Этот параметр оценивает эффективность осуществления технологических этапов, качество формируемых покрытий и диффузионных модифицированных поверхностных слоев.

В данной работе, эффективность технологических воздействий плазменных потоков оценивалась по количественному изменению массы осаждаемой из плазменного потока Си, а так же по изменению элементного химического состава самой обрабатываемой поверхности. Количественное сравнение осаждаемой массы Си на подложку из стали 12Х18Н10Т (150 x 33 x 2 мм) и формирование диффузионных зон элементами подложки и покрытия осуществлялось при постоянных технологических параметрах: ток дуги  $I_d=70\text{А}$ , давление аргона в вакуумной камере  $p = 1,3 \cdot 10^{-1}\text{ Па}$  и давление остаточных газов  $p = 1,3 \cdot 10^{-3}\text{ Па}$ . Время осаждения составило 15 мин. Ускоряющее напряжение  $U_{оп}$  при этом варьировалось от 0В до -100В.

Начало процесса взаимодействия потока металлической плазмы с обрабатываемой поверхностью связано с её разогревом ( $350^{\circ}\text{C}$ ), очисткой и последующим осаждением элемента плазменного потока. Наличие температуры и первичной энергии ионов плазменного потока при осаждении покрытия способствует началу процессов взаимной диффузии элементов покрытия и подложки.

Взаимная диффузия элементов обрабатываемой подложки и элементов плазменного потока зависит от многих факторов, в том числе и от интенсивности осаждения, определяемой количественным изменением массы осаждаемого элемента плазменного потока, рис.1-9. Постоянство параметров тока дуги предполагает создание одинаковых первичных условий для формирования плотности плазменного потока; изменяющиеся параметры ускоряющего напряжения и рабочая среда в вакуумной камере могут влиять на количественный характер изменения элементного состава формируемого поверхностного слоя.

Генерируемый электродуговыми испарителями металлический плазменный поток Си транспортируясь в рабочем объеме вакуумной камеры к подложке осаждается на

обрабатываемую поверхность ( $U_{оп} = 0В$ ), формируя покрытие. Изменяющаяся плотность плазменного потока в объеме вакуумной камеры, влияет на изменение концентрации осаждаемого элемента покрытия (Cu), рис.1.

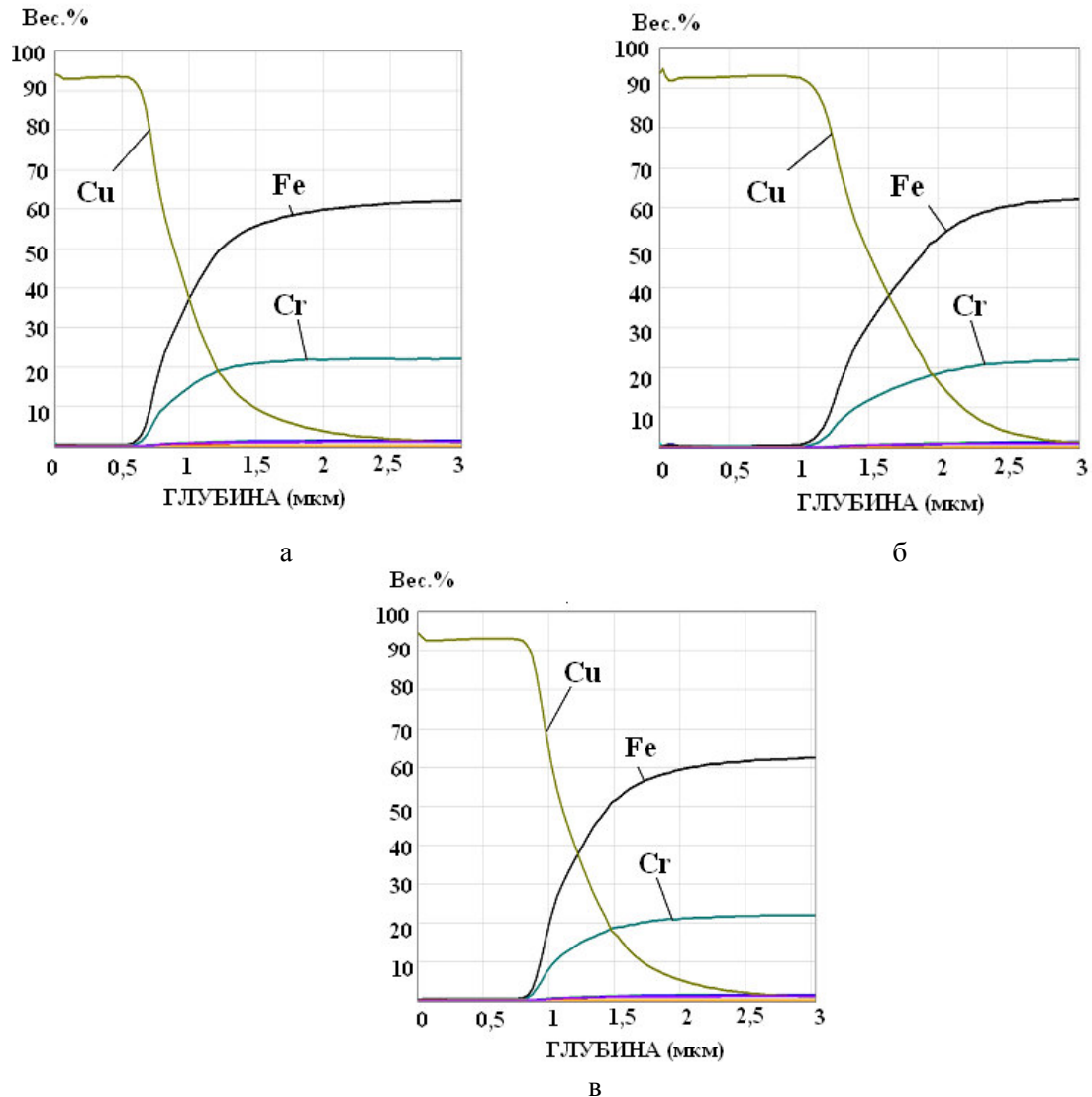


Рис.1. Количественное изменение элементного состава осаждаемого Си покрытия на подложку из стали 12Х18Н10Т в зависимости от газовой среды (вакуум) и величины ускоряющего напряжения ( $U_{оп.} = 0В$ ) и размещенной: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) ниже оси катода на 100 мм.

Причем, по длине исследуемых образцов (150 мм), растет неоднородность по концентрации осаждаемых элементов плазмы, выделяя условно три зоны: верхнюю, среднюю и нижнюю.

Воздействие элементов плазменного потока с первичной энергией при  $U_{оп} = 0В$  на обрабатываемую поверхность способствует их взаимодействию с ней и формированию как процессов осаждению покрытия, так и процессов взаимной диффузии осаждаемых элементов и элементов подложки.

Диапазон толщины формируемого покрытия, в этом случае, составил от 1 - 1,7 мкм, а переходная зона взаимной диффузии составила 1,7-2 мкм. Увеличение энергии плазменного потока путем подачи ускоряющего потенциала на подложку ( $U_{оп.} = -100В$ ), при сохранении токовых характеристик испарителя, привело к существенному уменьшению концентрации осаждаемого покрытия на подложке (рис.2).

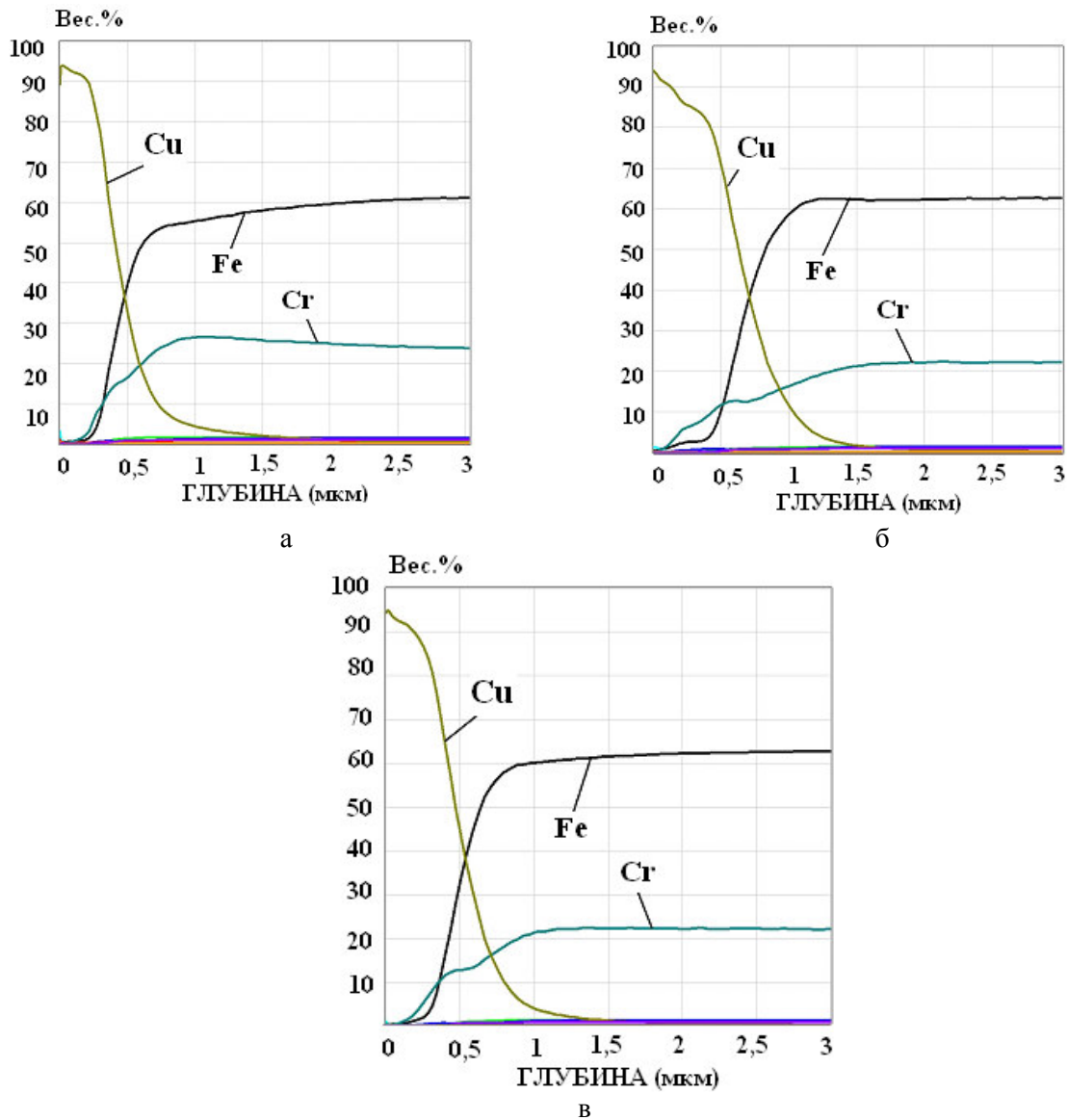


Рис.2. Количественное изменение элементного состава осаждаемого Cu покрытия на подложку из стали 12X18H10Tв зависимости от газовой среды (вакуум) и величины ускоряющего напряжения ( $U_{оп.} = -100В$ ) и размещенной: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм ниже оси катода.

Такая концентрационная зависимость процесса осаждения покрытия от величины ускоряющего напряжения связана с тем, что ускоряющее напряжение изменяет первичную энергию плазменного потока и при этом происходит процесс распыления покрытия. Толщина покрытия, в этом случае, составила 0,5-0,7 мкм, размер переходной диффузионной зоны составил 1,2-1,7 мкм.

Изменение вакуумной среды рабочего объема камеры на аргон, при сохранении всех остальных параметров технологического процесса, способствовало большему уменьшению концентрации осаждаемого покрытия на подложке (рис.3). Толщина осаждаемого покрытия составила 0.1 мкм, а переходная зона взаимной диффузии 1 мкм.

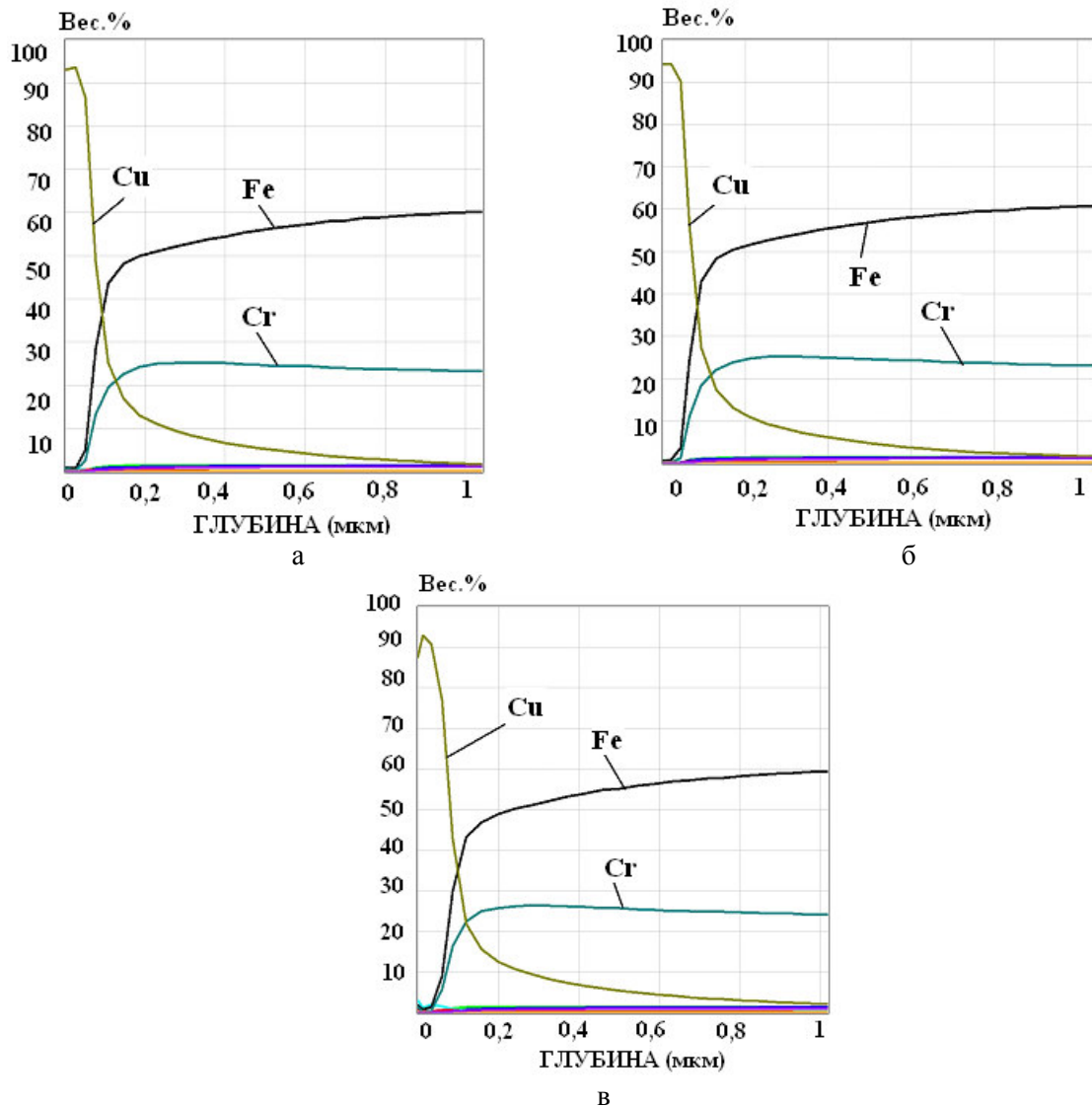


Рис. 3. Количественное изменение элементного состава осаждаемого Cu покрытия на подложку из стали 12Х18Н10Тв зависимости от газовой среды (аргон) и величины ускоряющего напряжения ( $U_{оп.} = -100В$ ) и размещенной: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм ниже оси катода.

Таким образом, оценка эффективности технологических воздействий плазменных потоков на обрабатываемую поверхность по изменению концентрации осаждаемых элементов плазменного потока и изменению элементного химического состава обрабатываемой поверхности является объективным критерием обеспечивающим качество формируемых покрытий и диффузионной переходной зоны, что является одним из важнейших факторов, влияющих на получение функциональных и эксплуатационных свойств.

#### Литература

1. Plikhunov V. V., Petrov L. M. Change of energy state in the surface layer at the stages of vacuum ion-plasma treatment process Volume 729 Number 1 2016 (Electronic journal) 23rd International Conference on Vacuum Technique and Technology 7–9 June 2016, St. Petersburg, Russia.
2. Plikhunov V V, Petrov L M, Grigorovich K V The role of current characteristics of the arc evaporator in formation of the surface metal-coating composite. Journal of Physics: Conference Series, Volume 729, Number 1 (Electronic journal).

## Решения МГТУ им. Н.Э. Баумана и компании НПП «УВН» для тонкопленочной технологии оптической и электронной промышленности

*Д.В. Духопельников, Д.В. Кириллов, Е.В. Воробьев, С.Г. Ивахненко, В.С. Булычев,  
В.А. Рязанов, О.И. Афонин*

*Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Научно-производственное предприятие «УВН»  
E-mail: duh@bmstu.ru*

*На российском рынке наблюдается дефицит отечественных установок для нанесения тонкопленочных покрытий для оптической и микроэлектронной промышленности. Для восполнения этого дефицита создано Научно-производственное предприятие «УВН». Компания НПП «УВН» совместно с МГТУ им. Н.Э. Баумана разрабатывает и производит весь спектр установок нанесения покрытий для оптической (установки серии Гамма), электронной (установки серии Бета) и машиностроительной (установки серии Сигма) отраслей, а также производит модернизацию устаревшего оборудования.*

*The solutions of BMSTU and Science and Production company “UVN” for the optical and electronic industry. D.V. Dukhopel'nikov, D.V. Kirillov, E.V. Vorob'ev, S.G. Ivakhnenko, V.S.Bulychev, V.A. Ryazanov, O.I. Afonin. There is a deficiency of domestic thin films coating setups for optical and microelectronics industry in the Russian market. Scientific and production company “UVN” has been established to fill this deficit. The “UVN” company jointly with Bauman Moscow State Technical University (BMSTU) develops and produces the full range of the technological setups in the fields of optics (“Gamma” series), electronics (“Beta” series) and machine building (“Sigma” series). The “UVN” company provides the services for modernization of the outdated equipment.*

Тонкопленочные покрытия находят широкое применение во многих отраслях современного производства. В оптической промышленности покрытия применяются для обеспечения необходимых характеристик отражения, или пропускания оптических элементов в заданном диапазоне длин волн: просветляющие и отражающие покрытия, диэлектрические зеркала, узкополосные фильтры. При производстве радиоэлектронных компонентов покрытия используются для формирования активных и пассивных элементов, в том числе емкостей и резисторов, а также для создания проводников и контактных площадок. В машиностроении – в качестве износостойких, жаростойких, трибологических и др. слоев.

Растущие потребности промышленности в России требуют расширения парка высокотехнологичного оборудования. При этом в условиях санкций и ограничения поступления нового оборудования и комплектующих возникает необходимость импортозамещения. В то же время, доля отечественных установок для нанесения тонкопленочных функциональных покрытий на российском рынке сравнительно невысока. Например, в оптической промышленности значительную долю рынка занимает продукция белорусской компании «Изовак». Высокая стоимость зарубежного оборудования вынуждает потребителей использовать установки, произведенные еще в советские годы. Кроме того, крупные зарубежные производители напылительного оборудования поставляют установки «как есть» и не учитывают пожелания заказчика.

В этих условиях при участии коллективов ООО «Системные решения» и НОЦ «Ионно-плазменные технологии» МГТУ им. Н.Э. Баумана было создано Научно-производственное предприятие «УВН» (НПП «УВН»). Постоянное сотрудничество с МГТУ им. Н.Э. Баумана дает компании доступ к новейшим достижениям в области ионно-плазменных технологий [1-3], а также возможность привлечения для решения нестандартных задач специалистов из любой технической отрасли. Все это позволяет компании в каждом конкретном случае ориентироваться на индивидуальные технические требования клиента и разрабатывать оборудование под него.

Компания НПП «УВН» разрабатывает и производит весь спектр установок нанесения покрытий для оптической (установки серии Гамма), электронной (установки серии Бета) и

машиностроительной (установки серии Сигма) отраслей, а также производит модернизацию устаревшего оборудования. Также компания разрабатывает и поставляет технологические устройства для нанесения тонкопленочных покрытий (магнетронные распылительные системы, резистивные и вакуумные дуговые испарители).

#### **Установки для нанесения оптических покрытий Гамма-700 и Гамма-900.**

Установка (рис. 1) предназначена для нанесения отражающих и многослойных интерференционных покрытий на оптические детали видимого диапазона, а также лазерных и ИК- приборов. Нанесение осуществляется методами электронно-лучевого испарения ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{ThO}_2$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$  и др.), резистивного испарения ( $\text{NaF}$ ,  $\text{LiF}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{CeF}_3$ ,  $\text{PbF}_2$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnSe}$ ,  $\text{CdTe}$ ,  $\text{GeTe}$  и др.) и магнетронного распыления (металлы, а также  $\text{WO}_3$ ,  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  и др.). Установка оснащается ионными источниками для очистки поверхности изделий, а также для ионного ассистирования в процессе напыления.



*Рис. 1. Установка Гамма-700.*

Установки оснащаются системой контроля оптических характеристик наносимых покрытий в спектральном диапазоне от 200 нм до 5 мкм (в зависимости от технического задания). Измерение может осуществляться как по неподвижному образцу-свидетелю, так и по движущемуся рабочему изделию. В последнем случае измеряется только коэффициент пропускания. По желанию заказчика система контроля может быть одноволновой, или панорамной.

Вакуумная камера установок имеет D-образную форму и вакууммируется безмасляной откачной системой на базе турбомолекулярных и спиральных насосов. Предельное остаточное давление для чистой камеры после 30 минут откачки составляет не более  $6 \times 10^{-4}$  Па. Установка оснащается трех- или четырехканальной системой подачи газа.

Обрабатываемые детали устанавливаются на вращающемся подложкодержателе. В зависимости от технического задания подложкодержатель может быть плоским, купольным, или планетарным. Установки оснащаются системой нагрева подложек до  $350^\circ\text{C}$  на базе кварцевых излучателей, или трубчатых нагревательных элементов. Контроль температуры осуществляется широкополосным пирометром.



Таблица 1. Технические характеристики установок серии «Гамма».

	Гамма-700	Гамма-900
Размеры вакуумной камеры (ш х в), мм	700x830	900x1200
Количество ЭЛИ	1, 2	2
Мощность электронного пучка ЭЛИ, кВт	до 6	до 12
Количество тиглей в ЭЛИ	1, 4	1, 4, 6, 8
Количество магнетронов	до 2	до 2
Предельное остаточное давление, Па	$6 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
Габаритные размеры (ш х г х в), мм	1300 x 2300 x 2500	1500 x 2400 x 2500
Масса, кг	1500	1900

**Установки для нанесения покрытий на изделия радиоэлектронной техники Бета-500 и Бета-700.**

Установка (рис. 2) обеспечивает нанесение проводящих, резистивных и полупроводниковых покрытий методом магнетронного распыления на подложки из керамики, полупроводников, стекла или металла при производстве радиоэлектронных компонентов: формирование прозрачных проводящих покрытий (ITO покрытия), контактных площадок, дорожек проводимости (Cu, Cr и др.), пассивных радиоэлектронных компонентов (резистивные сплавы, Cu, Cr, Ni, пермаллой), создание защитных и барьерных слоёв (TiN, AlN и др) и т.п. Магнетроны системы оснащены системой Magniflex™, которая позволяет стабильно получать тонкие плёнки с точно заданными параметрами вне зависимости от длительности техпроцесса. Очистка поверхности осуществляется источником ионов с замкнутым дрейфом электронов протяжённой или цилиндрической конфигурации.

Вакуумная камера имеет вертикально расположенную цилиндрическую конструкцию. Магнетроны и источник ионов размещены на днище камеры и позволяют при необходимости наносить многослойные покрытия и минимизировать попадание пылевых частиц на обрабатываемую подложку. Нагрев подложек до 400° С обеспечивается трубчатым электронагревателем или кварцевой лампой. Контроль температуры и сопротивления плёнки проводится по образцу-свидетелю на поворотном устройстве, что позволяет точно проводить контроль температуры подложек с точностью не хуже  $\pm 5$  градусов. Предусмотрено также измерение температуры подложек бесконтактным методом (широкодиапазонным пирометром).

Безмасляный вакуум обеспечивается с помощью формакумного многоступенчатого насоса Рутса и турбомолекулярного высоковакуумного насоса. Предельное остаточное давление для чистой камеры после 30 минут откачки составляет не более  $6 \cdot 10^{-4}$  Па.



Рис. 2. Установка Бета-500.



Для работы установки необходимо только обеспечение электроэнергией. Система охлаждения установки имеет собственный замкнутый контур циркуляции теплоносителя и чиллер. Подключения к внешнему источнику воды и магистрали сжатого воздуха не требуется.

Таблица 2. Технические характеристики установок серии «Бета».

	<b>Бета-500</b>	<b>Бета-700</b>
Размеры вакуумной камеры (ш х в), мм	480 х 300	680 х 350
Материалы осаждаемых плёнок	Cr, Ti, Cu, Al, Ni, V, PC, пермаллой; ИТО (In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Sn), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> и др	
Количество одновременно распыляемых материалов	от 1 до 3	до 5
Количество подложек в загрузке (60 х 48 мм)	до 15	до 25
Равномерность толщины плёнки	не хуже 2 %	
Системы контроля свойств плёнки	Контроль температуры до 400 С (не хуже ± 5°), контроль сопротивления (не хуже ± 5 %)	
Количество каналов подачи газов	3	
Установочная мощность, кВт	10	15
Габаритные размеры (ш х г х в)	1700 х 850 х 2000	1850 х 850 х 2200
Масса, кг	900	1100

**Заключение.** Продукция компании НПП «УВН» позволит восполнить недостаток отечественных вакуумных напылительных установок для нанесения тонкоплёночных покрытий для оптической и электронной промышленности на российском рынке. Важным преимуществом нашей продукции является максимально широкое применение отечественных комплектующих, а также обширная собственная производственная база. Все это в совокупности с высокой квалификацией коллектива и широкими возможностями привлечения дополнительных специалистов позволяет качественно и в кратчайшие сроки производить напылительное оборудование любой сложности.

#### Литература

1. Д.В. Духопельников, Е.В. Воробьев, С.Г. Ивахненко, Р.В. Ахметжанов, В.А. Обухов, Г.А. Попов, С.А. Хартов. Методика визуализации и определения профиля эрозии поверхности, вызванной ионной бомбардировкой. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016, №1, с. 15-21.
2. Д.В. Духопельников, В.А. Рязанов, Е.В. Воробьев, В.К. Абгарян, Г.А. Попов, С.А. Хартов. Эффективные коэффициенты распыления титана, нитрида титана и молибдена ионами азота и смеси азот–кислород. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016, №12, с. 15-21.
3. Д.В. Духопельников, Д.В. Кириллов, В.С. Булычев. Характеристики кремниевых микрокапель в покрытиях, осажденных методом вакуумного дугового испарения. Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2015, №12, с 18-24.

## **Изменение количественного элементного состава формируемого покрытия в зависимости от размещения обрабатываемой поверхности относительно рабочей плоскости катода**

*Л.М. Петров, \*К.В. Григорович, В.В.Зеленков,\* Г.С. Спрыгин, А.Н.Смирнова, В.Д.Семенов, \*Я.Я.Химюк*

*ОАО «Национальный институт авиационных технологий», Россия, г.Москва Петровка, д.24, e-mail: info@niat.ru*

*\*ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова Российской академии наук, Россия, 119991, г. Москва, Ленинский пр-т, д.49, e-mail: grigorovichkv@gmail.com*

*Рассмотрено влияние воздействия потока газо-металлической плазмы системы Ti-N на изменение количественного элементного состава обрабатываемого поверхностного слоя стали 12X18H10T. Показано, что количественное изменение состава формируемого покрытия и обрабатываемого поверхностного слоя зависит от его удалённости относительно рабочей плоскости катода.*

*The quantitative elemental composition of the generated coating changes depending on the location of the processed surface relative to cathode work plane. L.M.Petrov, K.V.Grigorovich, V.V.Zelenkov, G.S.Sprygin, V.D.Semionov, A.N.Smirnova, Ya.Ya.Khimiuk. The effect of Ti-N gas and metal plasma stream on the change in the quantitative elemental composition of 12H18N10T steel surface layer under treatment is discussed. It is demonstrated that the quantitative change in the generated coating composition and in the processed surface layer depends on its remoteness relative to cathode work plane.*

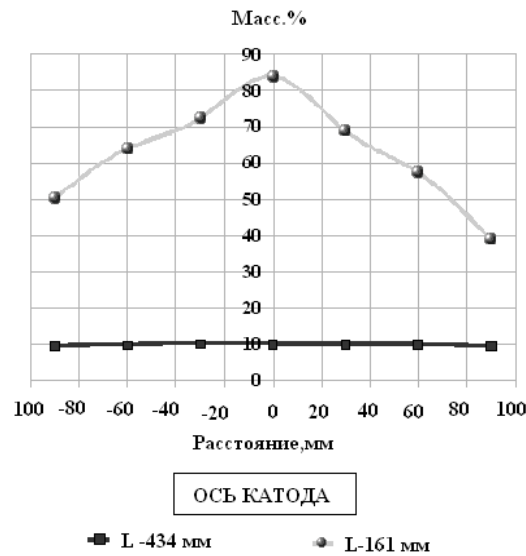
Одним из способов получения широкой гаммы покрытий является метод вакуумной ионно-плазменной (ВИП) обработки, формирующий покрытия потоками газо-металлической плазмы. Результатом воздействия потоков плазмы на обрабатываемую подложку является: нагрев, обусловленный ударно электронно-ионно-атомным воздействием; удаление загрязнений различного рода, оксидов и дефектного слоя; осаждение элементов плазменного потока на обрабатываемую поверхность с формированием диффузионных пограничных процессов; осуществление поверхностных плазмохимических реакций.

Качество и эффективность взаимодействия плазменных потоков с обрабатываемой поверхностью в процессе осаждения покрытий, а также комплекс формируемых эксплуатационных свойств определяется соотношением компонентов потока газо-металлической плазмы, что особенно важно при формировании нитридных покрытий. Функциональные свойства покрытий системы Ti-N определяются количественным соотношением компонентов плазмохимической реакции, равномерностью распределения плотности плазменного потока и толщиной формируемого покрытия.

В данной работе приведены результаты сравнения осаждения массы Ti (в системе Ti-N) при различных расстояниях испарителей относительно обрабатываемой поверхности: расстояние от катода 434 мм и 161 мм. Эффективность напыления оценивалась по количественному сравнению осаждаемого количества Ti на подложку из стали 12X18H10T (150x33x2 мм) и формированию диффузионных зон элементами подложки и элементами покрытия при постоянстве рабочих параметрах процесса ( $J_d=100\text{A}$ ,  $U_{оп.}=-50\text{В}$ ,  $p = 1,3 \cdot 10^{-1}\text{ Па}$ , время осаждения 15 мин).

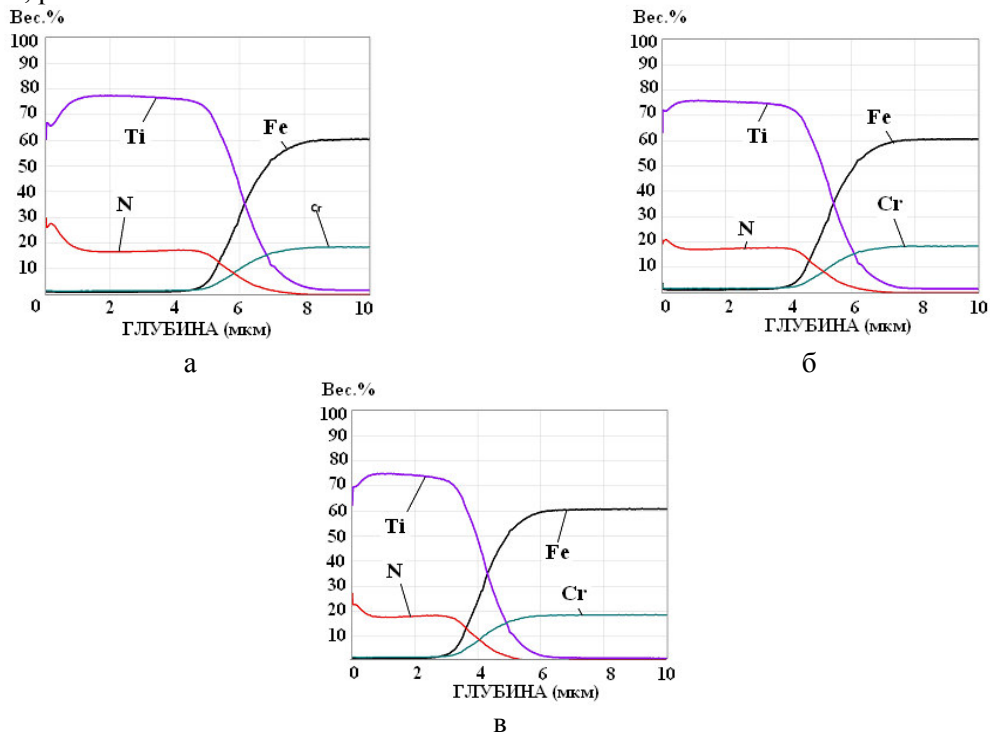
Проведенные исследования показали, что количество осаждаемого материала катода с уменьшением расстояния между торцом катода и подложкой растёт, что повлияло на количество осаждаемого материала и равномерность получаемого покрытия. Это объясняется тем, что уменьшение расстояния между торцом катода и подложкой привело к увеличению плотности распределяемого плазменного потока в зоне осаждения. Массовое количество осаждаемого элемента (Ti) в покрытии системы Ti-N изменилось с уменьшением расстояния

между торцом катода и подложкой, рис.1, при этом значительно выросла неоднородность распределения осаждаемых элементов плазменного потока по длине образца.



*Рис. 1. Изменение массового содержания Ti в поверхностном слое стали 12X18H10T в зависимости от расстояния между торцом Ti катода и подложкой, где L-расстояние между торцом подложки и катодом, мм.*

Исследования послойного анализа изменения элементного состава поверхностного слоя, сформированного в процессе воздействия плазменного потока системы (Ti-N) на обрабатываемую поверхность выявило, что расстояние между торцом катода и подложкой играет значительную роль в процессе осаждения покрытия и формировании диффузионных процессов, рис. 1-3.



*Рис.2. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N (катод с постоянным магнитом) на подложку из стали 12X18H10T, размещенной на расстоянии 434мм от рабочей поверхности катода: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм. ниже оси катода.*

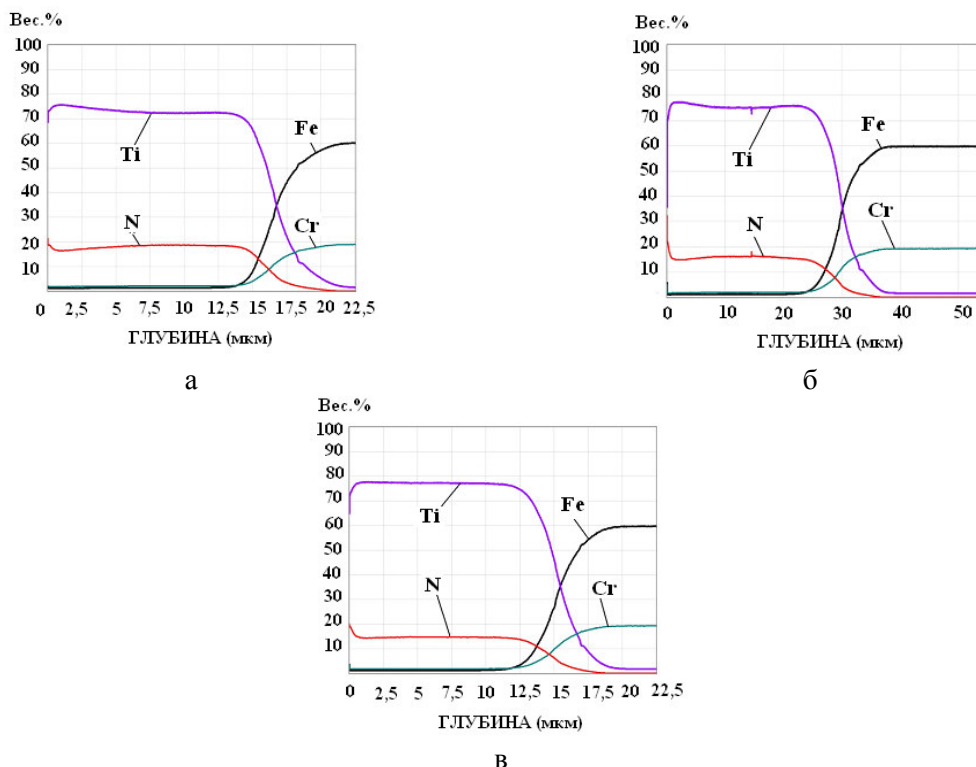


Рис.3. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N (катод с постоянным магнитом) на подложку из стали 12X18H10T, размещенной на расстоянии 161 мм. от рабочей поверхности катода: а) на 100 мм выше оси катода; б) по оси катода; в) на 100 мм. ниже оси катода.

Наиболее интенсивно увеличение содержания Ti в покрытии, с уменьшением расстояния между торцом катода и подложкой наблюдается в зоне находящейся по оси катода. Присутствует тенденция роста диффузионной зоны титана и азота в поверхность обрабатываемого образца с уменьшением расстояния. Наличие такой диффузионной зоны является гарантом обеспечения адгезионной прочности формируемого покрытия, чем больше диффузионная зона, тем выше адгезионная прочность покрытия к подложке.

Таким образом, уменьшение расстояния между рабочей поверхностью катода привело к увеличению массы осаждаемого титанового покрытия и увеличению переходной диффузионной зоны, что является одним из важнейших факторов, влияющих на получение функциональных и эксплуатационных свойств.

#### Литература

1. Петров Л.М., Иванчук С.Б., Зеленков В.В., Смирнова А.Н., Гусева С.С., Влияние схемы подключения анода в процессах вакуумной ионно-плазменной обработки на формирование свойств поверхностного слоя стали 45. // Материалы XI - ой Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», г. Москва, 12-14. 04, 2016 г., с. 78-83.
2. В.В.Зеленков, Л.М.Петров, С.Б.Иванчук, В.Д.Семёнов, А.Н.Смирнова., Технологические возможности вакуумного дугового испарителя.// Материалы XI - ой Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», г. Москва, 12-14. 04, 2016 г., с. 98-102.
3. Петров Л.М., Григорович К.В., Иванчук С.Б., Спрыгин Г.С., Семенов В.Д., Смирнова А.Н., Дормидонтов Д.М., Влияние среды вакуумной камеры на процесс формирования свойств поверхностного слоя стали 40X.//Материалы XI-ой Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», г. Москва, 12-14. 04, 2016 г., с. 113-119.

## Синтез трубчатых мишеней $TiO_x$ для магнетронного осаждения функциональных слоев низкоэмиссионных покрытий

А. Х. Абдуев, А. Ш. Асваров, А. К. Ахмедов, \*К. Ш. Рабаданов, \*\*Р. М. Эмиров,  
\*\*\*С.П. Ващенко, \*\*\*И.П. Гуляев, \*\*\*В.И. Кузьмин, \*\*\*Д.В. Сергачёв

Институт физики Дагестанского научного центра РАН, Махачкала, ул. Ярагского, 94; e-mail: [cht-if-ran@mail.ru](mailto:cht-if-ran@mail.ru)

\* Дагестанский научный центр РАН, Аналитический центр коллективного пользования, Махачкала, ул. Гаджиева, 45

\*\* Дагестанский государственный университет, Махачкала, ул. Гаджиева, 43а

\*\*\* Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, г. Новосибирск, ул. Институтская, 4/1

Выполнены исследования структуры трубчатых мишеней  $TiO_x$ , формируемых при газотермическом плазменном напылении. Показано, что синтезируемая керамика содержит фазу рутила и аморфную фазу. Поверхностный слой мишени содержит аморфную фазу, фазы анатаза и нестехиометричные фазы  $Ti_xO_{2x-1}$ . Исследована структура слоев  $TiO_2$ , формируемых методами магнетронного распыления керамических мишеней  $TiO_x$ , металлокерамических мишеней  $TiO_x-Ti$ , а также реактивного распыления мишеней  $Ti$ .

*$TiO_x$  rotary targets for the deposition of functional films for low-E application. A.Kh.Abduev, A.Sh. Asvarov, A.K. Akhmedov, K.Sh. Rabadanov, R.M. Emirov, S.P.Vashenko, I.P.Gulyaev, V.I. Kuzmin, D.V. Sergachev. The structure of  $TiO_x$  rotary targets generated with plasma sprayed coatings has been investigated. It is shown that the synthesized ceramics contains rutile phase and also amorphous phase. The surface layer of the tube target contains an amorphous phase, the anatase phase and nonstoichiometric phases  $Ti_xO_{2x-1}$ . The structure of the  $TiO_2$  films formed by magnetron sputtering of the formed targets is investigated.*

### Введение.

Использование в гражданских и промышленных строительных конструкциях остекления с низкоэмиссионными (low emissivity, low-E) покрытиями обеспечивает снижение затрат на энергообеспечение зданий на (25-30)% [1]. Строительство зданий с суперусиленной изоляцией диктуется Федеральным законом N 261-ФЗ "Об энергосбережении и о повышении энергетической эффективности, и о внесении изменений в отдельные законодательные акты Российской Федерации" от 23.11.2009 г.

Для создания многослойных низкоэмиссионных «мягких» энергосберегающих покрытий (i-стекло) широко используются методы магнетронного распыления трубчатых мишеней. Одним из ключевых компонентов многослойных low-E покрытий являются слои  $TiO_2$ , формируемые путем dc магнетронного распыления нестехиометричных керамических мишеней  $TiO_x$ . Наиболее низкокзатратным методом синтеза трубчатых мишеней  $TiO_x$  в настоящее время является метод прямого формирования керамического покрытия на трубе-основе (backingtube), путем плазмотронного нанесения порошкового материала соответствующего состава. В настоящей работе исследованы механизмы формирования и структура керамических мишеней  $TiO_x$ , полученных путем плазмотронного нанесения рутиловых порошков, а также проведен сравнительный анализ структуры слоев, полученных при распылении нестехиометричной керамической мишени  $TiO_x$ , композитной металлокерамической мишени  $TiO_x - Ti$  и реактивного распыления титановой мишени вкислороде.

### Эксперимент

Керамические покрытия  $TiO_x$ , рассматриваемые в настоящей работе, были получены методом плазменного напыления порошка  $TiO_2$  ОСЧ 7 – 3, ТУ 6 – 09 3811 -79 («Химснаб», г. Санкт-Петербург) со сферической формой частиц размером 20÷50 мкм. на установке

«Термоплазма 50-01» мощностью 50 кВт, разработанной в ИПТМ СО РАН (г. Новосибирск). Микрофотографии частиц порошка  $TiO_2$  приведены на рис 1.(a, b)

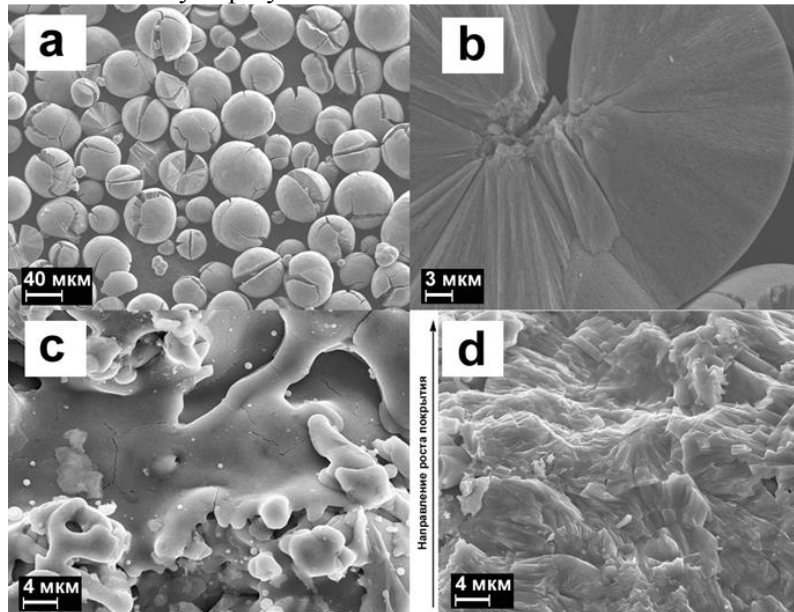
Для формирования адгезионного металлического подслоя использовался интерметаллидный порошок (Ni-Al) ПН-85Ю15 фракцией  $40 \div 100$  мкм. Толщина металлического подслоя составляла  $100 \div 150$  мкм, а основного керамического покрытия  $3400 \div 3500$  мкм.

В качестве плазмообразующего газа использовался воздух, а в качестве транспортирующего и фокусирующего газов – смесь воздуха и пропан-бутана.

Морфология поверхности и сколов исходных порошков и полученных керамических покрытий исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа (SEM Leo-1450, Карл Цейсс, Германия). Для проведения рентгеноструктурного анализа был задействован дифрактометр Empyrean (PANalytical B.V., Нидерланды) с источником  $CuK\alpha$  (Япония).

### **Результаты исследований**

Микрофотография поверхности керамического покрытия  $TiO_x$ , полученного при плазменном нанесении порошка  $TiO_2$ , приведена на рис. 1с. Анализ структуры поверхности позволяет предположить, что материал, достигавший поверхности роста, содержал в своем составе жидкую или пластичную фазу.



*Рис. 1. а) микрофотография частиц исходного порошка  $TiO_2$ ; б) микрофотография поперечного скола частицы  $TiO_2$ ; в) микрофотография поверхности керамического покрытия; д) микрофотография поперечного скола керамического покрытия.*

На рис. 1d приведена микрофотография скола керамики  $TiO_x$ . Керамика сформирована из удлиненных поликристаллических частиц с длиной около  $4 \div 6$  мкм и толщиной около 600 нм. Удлиненные частицы керамики преимущественно ориентированы в плоскости изображения. Можно также видеть, что керамика сформирована из блоков, объединяющих в себе десятки параллельно уложенных протяженных частиц. Для интерпретации этих результатов были изучены микрофотографии скола сферических частиц порошка, использованного при получении керамического покрытия (рис. 1 б).

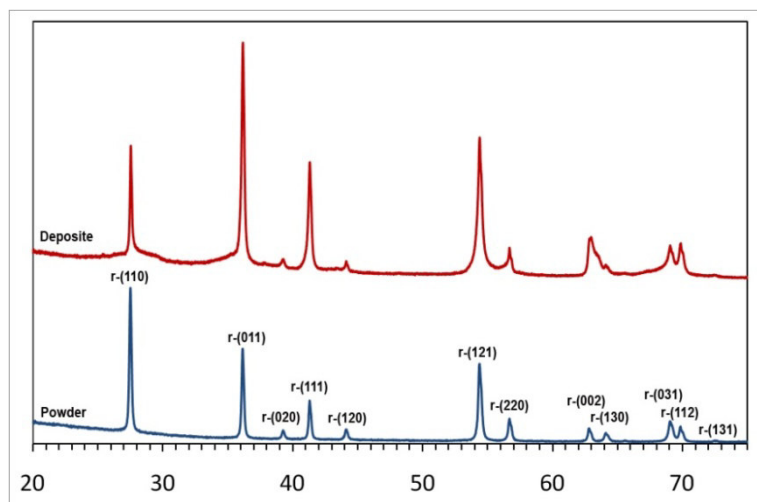
Можно видеть, что сферические частицы сформированы из радиально направленных удлиненных зерен. Согласно данным, приведенным в [2], сферические частицы оксида титана, синтезированные плазменными методами, имеют оболочку со структурой анатаза и ядро со структурой рутила. Отмечается, что оболочки содержат также аморфную и нестехиометричные фазы.

Сопоставление микрофотографий сколов сферических частиц и полученных керамических покрытий позволяет рассмотреть некоторые модели формирования покрытия. В процессе разогрева частиц в плазменном потоке происходит нагрев и оплавление оболочки

сферических частиц, а ядро частицы, образованное удлинёнными рутиловыми игольчатыми зёрнами, сохраняет твёрдое состояние. При столкновении сферических частиц с поверхностью роста происходит их частичное разрушение и расщепление. Формирование покрытия происходит из массивов игольчатых частиц, находящихся в жидкой фазе оксида титана. При столкновении двухфазной массы (жидкая фаза  $TiO_x$  и твёрдые кристаллиты  $TiO_2$ ) происходит некоторое упорядочение удлинённых кристаллитов  $TiO_2$  из состава сферических частиц в результате их укладки на поверхности роста. Преимущественная ориентация протяжённых частиц в плоскости поверхности показана на рис. 1d.

Возможность частичного оплавления сферических частиц в плазменном потоке подтверждается в работе [3]. Авторами показано, что высокая пористость покрытий обусловлена значительной долей нерасплавленных частиц. Показано также, что увеличение скоростей потока в плазме приводит к снижению пористости.

Были выполнены сравнительные рентгеноструктурные исследования исходного порошка  $TiO_2$  и керамического покрытия  $TiO_x$ . Соответствующие дифрактограммы приведены на рис. 2.



*Рис. 2. Дифрактограммы исходного порошка  $TiO_2$  (внизу) и сформированного керамического покрытия (вверху).*

Дифрактограмма исходного порошка свидетельствует о том, что сферические зёрна  $TiO_2$  имеют тетрагональную структуру рутила. Оценка областей когерентного рассеяния по методике Шеррера для четырех наиболее интенсивных рефлексов (110), (011), (111) и (121) показала, что сферические зёрна состоят из нанокристаллитов изотропной формы с характерным размером 50-60 нм.

Из рентгенограммы напыленного образца можно видеть, что в процессе плазменного напыления происходит формирование слоя с преимущественной (011) ориентацией фазы рутила [4]. Наблюдаемые широкие «крылья» у основания рефлексов, относящихся к фазе рутила, свидетельствуют о формировании в слое дополнительных нестехиометричных фаз  $Ti_xO_{2x-1}$  (т.н. фаз Магнели) [5].

Слоистая структура керамического покрытия обусловлена особенностями используемого метода, когда формирование мишени  $TiO_x$  осуществлялось путем многократного возвратно-поступательного сканирования головки плазмотрона вдоль вращающейся трубы-основы являющейся подложкой. При этом в результате активного теплообмена с окружающей средой происходило быстрое охлаждение поверхностной жидкой фазы и формирование покрытия содержащего фазы и рутила и анатаза.

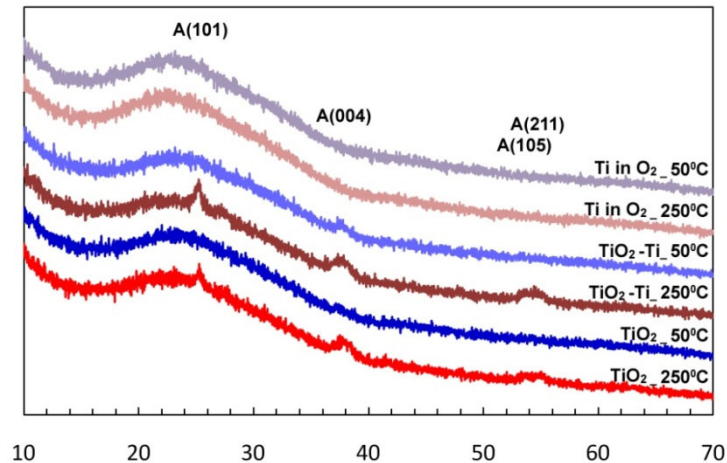
Толщина слоя керамики, получаемого за один проход определяется рядом факторов таких как скорость подачи порошка, мощность используемого плазмотрона, скорость сканирования и в настоящей работе составляла около 300мкм.

### **Синтез слоев методом магнетронного распыления**

На рис. 3 показаны дифрактограммы слоев  $TiO_2$ , синтезированных при реактивном магнетронном распылении мишени Ti, мишени  $TiO_x$ -Ti и керамической



мишени  $TiO_x$  при температурах подложки  $50^\circ C$  и  $250^\circ C$ .

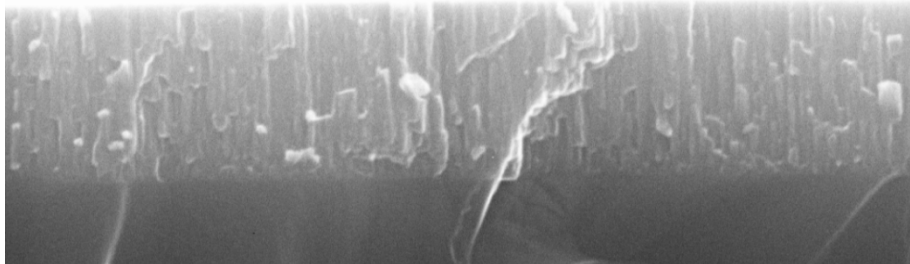


*Рис. 3. Дифрактограммы слоев  $TiO_2$ , синтезированных при реактивном магнетронном распылении мишени  $Ti$ , распылении мишени  $TiO_x-Ti$  и керамической мишени  $TiO_x$  при температурах подложки  $50$  и  $250^\circ C$ .*

Анализ рентгеноструктурных данных показывает, что реактивное магнетронное распыление металлических мишеней  $Ti$  в атмосфере  $Ar-O_2$  приводит к формированию аморфных слоев при температурах  $50^\circ C$  и  $250^\circ C$ . Слои, синтезированные при распылении керамических мишеней  $TiO_x$ , при  $50^\circ C$  имеют аморфную структуру, а при  $250^\circ C$  обнаруживают появление кристаллической фазы.

На рис. 4 приведена электронная микрофотография скола слоя  $TiO_2$ , осажденного при магнетронном распылении металлокерамической мишени. Слой имеет достаточно однородную столбчатую структуру.

Внесение в состав потока реагентов к подложке паров металла приводит к формированию кристаллической фазы уже при  $50^\circ C$ . Это показывает, что использование металлокерамических мишеней является предпочтительным для увеличения структурного совершенства слоев



*Рис. 3. Поперечный скол слоя  $TiO_2$ , синтезированного при распылении металлокерамической мишени  $TiO_x+10\% Ti$  при  $50^\circ C$ .*

### **Выводы**

Результаты выполненных исследований позволяют выдвинуть следующий механизм формирования керамических покрытий  $TiO_x$ :

В процессе движения в плазменном потоке поверхность сферических частиц оплавляется. При столкновении высокоэнергетичных частиц с поверхностью происходит формирование двухфазной системы жидкость-твердое тело. Наличие поликристаллических зерен, вытянутых в плоскости, параллельной поверхности роста, свидетельствует о разрушении сферических зерен и их горизонтальной укладке в результате столкновения с поверхностью.

Исследована структура слоев полученных методом магнетронного распыления керамических мишеней  $TiO_x$  металлокерамических мишеней  $TiO_x-Ti$  в среде  $Ar-O_2$ , а также при реактивном распылении мишеней  $Ti$  в среде  $O_2$ . Показано, что магнетронное распыление нестехиометричных мишеней  $TiO_x-Ti$  приводит к уменьшению аморфной фазы в слоях.

Исследование выполнено при финансовой поддержке грантов РФФИ в рамках научных проектов № 16-07-00469, 16-07-00503 и 16-57-00089 Бел\_а с использованием оборудования Аналитического центра коллективного пользования Дагестанского научного центра Российской академии наук.

#### Литература

1. D. Hafemeister, A.H. Rosenfeld, Energy-Efficient Buildings, Scientific American, 6 34-43 (1988).
2. Тарасов А. Б. Синтез, структура и функциональные свойства наноструктурированного диоксида титана, полученного гетерогенным гидролизом тетрахлорида титана в аэрозольных системах: диссертация кандидата химических наук: 02.00.04 , Черноголовка, 2016
3. J. Cizek, I. Dlouhy, F. Siska, K. A. Khor. Modification of Plasma-sprayed TiO<sub>2</sub> Coatings Characteristics via Controlling the In-flight Temperature and Velocity of the Powder Particles. Journal of Thermal Spray Technology. Journal of Thermal Spray Technology, 23(8) 1339-1349 (2014).
4. G. He, L.Xie, G.-F.Yin, Y.-W.Zou, X.-M.Liao, Zh.-B.Huang, Y.-D.Yao, X.-Ch. Chen, F.-H. Wang, Comparison of Ca<sup>2+</sup> Adsorption on (101) and (110) Planes of Rutile Films: A Combined Theoretical and Experimental Investigation, Int. J. Electrochem. Sci., 10 7465-7477 (2015).
5. Y. Ishikawa, N. Koshizaki, A. Pyatenko, N. Saitoh, N. Yoshizawa, Y. Shimizu, Nano- and Submicrometer-Sized Spherical Particle Fabrication Using a Submicroscopic Droplet Formed Using Selective Laser Heating, J. Phys. Chem. C, 120(4) 2439-2446 (2016).

## **Условия структурного упорядочения слоев Zn и ZnO при магнетронном осаждении**

*А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, В.В. \*Беляев, \*\*Ф.И. Высикайло  
Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского научного центра РАН, Махачкала,  
ул. Ярагского, 94; e-mail: [cht-if-ran@mail.ru](mailto:cht-if-ran@mail.ru)*

*\* Московский государственный областной университет, Москва, ул. Радио, 10а  
\*\* Московский радиотехнический институт РАН, Москва, Варшавское шоссе, 132*

*Исследовано влияние давления рабочего газа на состав потока реагентов к подложке и структуру слоев, формируемых при магнетронном распылении металлических мишеней Zn и керамических мишеней ZnO при низких температурах подложек. Показана немонотонная зависимость процесса структурного упорядочения слоев Zn от давления рабочего газа и тока разряда. Обнаружено относительное увеличение размеров зерен и диаметра столбов слоев ZnO при осаждении на подслоях Zn. Рассмотрены механизмы наблюдаемых процессов.*

*Terms for structural ordering of Zn and ZnO layers during their deposition by magnetron sputtering. A.Kh. Abduev, A.Sh. Asvarov, A.K. Akhmedov, V.V. Belyaev, P. I. Vysikaylo. The influence of the working gas pressure on the composition of reagent flow and the structure of Zn and ZnO films formed on cooled substrates by magnetron sputtering of metal and ceramic targets has been investigated. The non-monotonic dependence of the Zn films structural ordering process on the Ar gas pressure and the discharge current is revealed. It is shown that the presence of excess zinc vapor in the gas phase increases the migration length for ZnO molecules on the growing surface. It is also shown that the grain size and columns diameters of ZnO films might be increased by deposition of ZnO film on the preliminary formed Zn sublayers. Possible mechanisms of the observed processes are considered.*

#### **Введение**

Важным условием формирования структурно совершенных слоев является увеличение длины миграции осаждаемых атомов (молекул) на поверхности роста. Это положение хорошо иллюстрируют данные моделирования методом Монте Карло процессов роста слоев (см, напр.,

[1]). Очевидно, что длина миграции в значительной степени определяется температурой поверхности роста и степенью удаленности условий роста от равновесных. В случае синтеза оксидных слоев методом магнетронного распыления можно наблюдать немонотонные зависимости структурного совершенства слоев от параметров синтеза. Это связано со следующими факторами:

1. Синтез слоев при больших давлениях рабочего газа может приводить к окислению и кластеризации паров металла в газовой фазе [2].
2. Наличие в составе потока реагентов паров металла может приводить к увеличению длины миграции молекул оксида [3].
3. Существование на поверхности роста атомов металла и молекул оксида может влиять на длину миграции атомов оксида.

Для изучения влияния процессов агрегатизации атомов цинка и молекул ZnO в газовой фазе ZnO на структуру синтезируемых слоев в настоящей работе были исследованы процессы формирования слоев Zn и ZnO при магнетронном распылении металлической мишени цинка и керамической мишени ZnO, соответственно.

#### **Условия эксперимента**

Синтез слоев осуществлялся методом dc магнетронного распыления в среде аргона мишеней Zn и ZnO диаметром 51 мм, толщиной 4 мм и чистотой 99,95%. Расстояние «мишень-подложка» составляло 60 мм. Ток разряда варьировался от 100 мА до 300 мА. Подложки из стекла и термоокисленного с поверхности кремния устанавливались на медный держатель, охлаждаемый парами жидкого азота до  $-50^{\circ}\text{C}$ . Давление аргона в различных экспериментах изменялось от 0,5 Па до 5 Па. Для исследования морфологии полученных слоев был задействован растровый электронный микроскоп (Leo-1450, Карл Цейсс, Германия). Рентгеноструктурные исследования проводились с помощью дифрактометра Empyrean (PANalytical B.V., Нидерланды) с источником  $\text{CuK}\alpha$  (Япония).

#### **Процессы газофазной кластеризации паров цинка**

Были исследованы процессы, происходящие в газовой фазе и структура осадков полученных при магнетронном распылении мишени цинка в следующих режимах:

- распыление при малых давлениях Ar с целью минимизации взаимодействия распыленных атомов в газовой фазе;
- распыление при предельно допустимых высоких давлениях Ar в камере с целью изучения процессов агрегатизации продуктов распыления в газовой фазе.

На рис. 1 приведены микрофотографии поверхности и поперечного скола слоев, синтезированных при токе разряда 100 мА и давлениях аргона 0.5 Па (а, а') и 5.0 Па (b, b'). При малом давлении рабочего газа ( $P_{\text{Ar}} = 0.5$  Па) на подложках формируются плотные зеркальные слои. Слои синтезированные при  $P_{\text{Ar}} = 1$  Па имеют серую матовую поверхность, а при высоком давлении ( $P_{\text{Ar}} = 5$  Па) формируются осадки радикально черного цвета с высокой удельной поверхностью [4]. Скол слоев цинка, синтезированных при  $P_{\text{Ar}} = 0.5$  Па, демонстрирует ярко выраженную плотную столбчатую структуру, в то время как слои, выращенные при 5 Па имеют рыхлую губчатую структуру. С ростом давления аргона в камере скорость роста слоев также монотонно снижается с 172 нм/мин для  $P_{\text{Ar}} = 0.5$  Па до 90 нм/мин для  $P_{\text{Ar}} = 5.0$  Па.

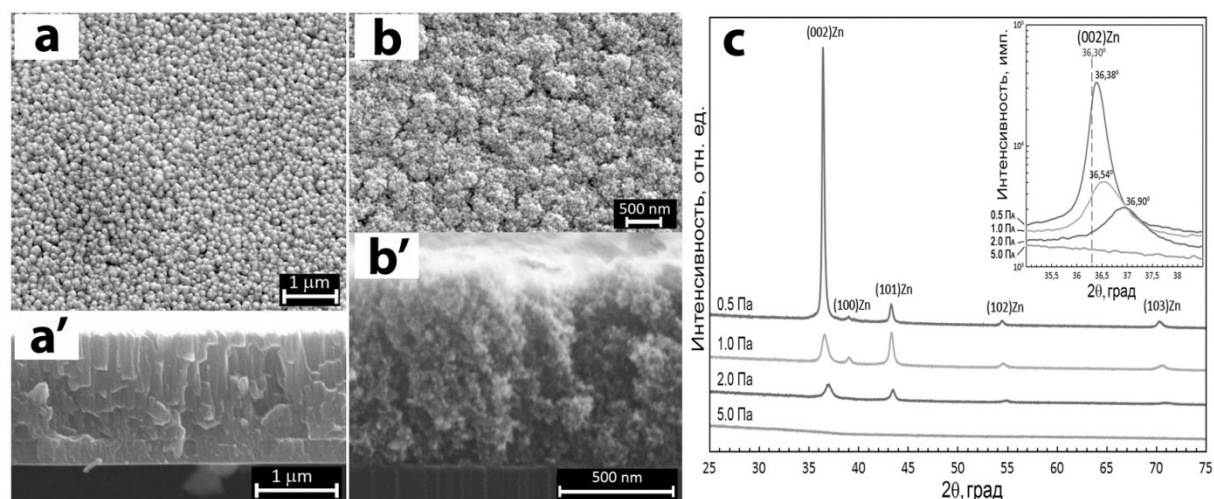


Рис. 1. Микрофотографии поверхности (a, b) и поперечного скола (a', b') слоев цинка, полученных при токе разряда 100 мА и давлении аргона 0,5 Па (a, a') и 5,0 Па (b, b'); c) дифрактограммы слоев Zn, осажденных на стеклянные подложки, при давлениях аргона в камере 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 Па (на вставке показано смещение положения и изменение профиля рефлекса (002)Zn с ростом давления аргона в камере).

Спектры рентгеновской дифракции слоев, синтезированных при различных давлениях рабочего газа и фиксированном токе разряда 100 мА, приведены на рисунке 1с. Можно видеть, что при минимальных давлениях формируется текстурированная поликристаллическая пленка Zn гексагональной структуры с преимущественной базисной ориентацией.

На вставке, приведенной на рисунке 1с, показана трансформация рефлекса (002)Zn с ростом давления в камере. В отличие от наблюдаемого сдвига рефлекса (002)Zn в область больших углов  $2\theta$  с ростом давления  $P_{Ar}$ , сдвиг остальных рефлексов отсутствовал либо был незначителен.

Мы полагаем, что рыхлая структура слоев, синтезированных при высоком давлении аргона ( $P_{Ar} = 5.0$  Па) обусловлена наличием в составе потока реагентов фрактальных кластеров, формирующихся в результате взаимодействия атомов цинка в газовой фазе. Микрофотография поперечного скола на рис.2 демонстрирует рыхлую коралловидную структуру, характерную для слоев, формирующихся из кластерных потоков и близкой к нулю миграции кластеров на растущей поверхности.

Для выяснения температурной стабильности агрегатов, формируемых в газовой фазе при  $P_{Ar} = 5.0$  Па, было исследовано влияние тока разряда на процессы формирования и структуру осаждаемых слоев. Рост тока разряда с 100 мА до 300 мА сопровождался увеличением скорости роста слоев от 90 до 135 нм/мин.

Микрофотографии поверхности и поперечного скола слоя, синтезированного при  $P_{Ar} = 5.0$  Па и токе разряда  $I_{раз} = 300$  мА, представлены на рис. 2 (a, a'). На микрофотографии поперечного скола присутствуют как отдельные зерна, так и столбчатые образования неправильной формы.

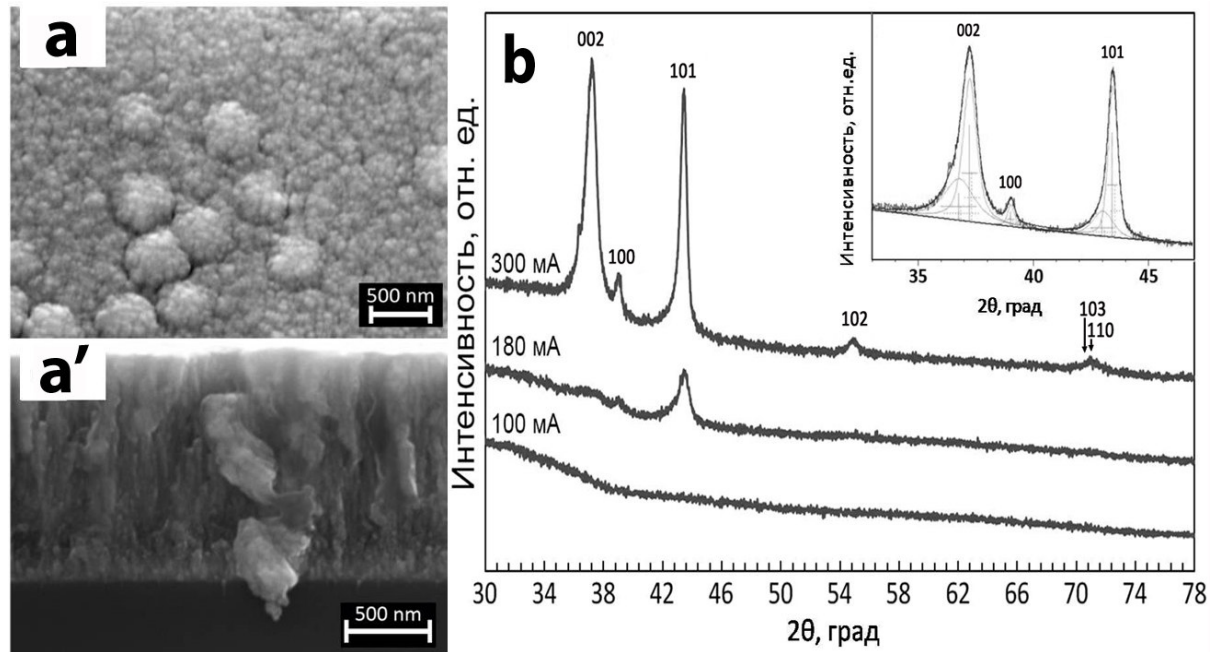


Рис. 2. Микрофотографии поверхности (a) и скола слоев (a') цинка, полученных при давлении аргона 5 Па и токе разряда 300 мА; дифрактограммы слоев, синтезированных при разрядных токах  $I_{\text{раз}}$  100, 180 и 300 мА (b). На вставке приведен участок дифрактограммы слоя Zn, синтезированного при  $I_{\text{раз}} = 300$  мА, с результатом разложения рефлексов (002) и (100) на две составляющие.

На рис. 2b приведены XRD спектры слоев Zn, полученных при давлении  $P_{\text{Ar}} = 5.0$  Па и различных токах разряда  $I_{\text{раз}}$ . При увеличении тока разряда наблюдается обратный переход от рентгеноаморфной структуры к поликристаллической. Можно видеть, что слои, синтезированные при 100 мА являются рентгеноаморфными. При увеличении тока разряда до  $I_{\text{раз}} = 180$  мА на рентгенограмме появляется рефлекс (101)Zn, а при дальнейшем увеличении тока разряда в рентгенограмме появляются рефлексы и от остальных ориентаций кристаллитов Zn. При этом в поликристаллическом образце, осажденном при максимальном токе разряда наблюдается асимметрия формы рефлексов (002)Zn и (101)Zn.

Мы полагаем, что увеличение тока разряда приводит к термическому испарению кластеров цинка в газовой фазе. Согласно оценкам, приведенным в [5], температура кластеров при магнетронном распылении может значительно превышать температуру рабочего газа и достигать нескольких сотен градусов. Это, в свою очередь, приводит к испарению атомов цинка с поверхности кластера.

Испарение кластеров Zn приводит к росту содержания в составе потока реагентов атомов цинка, подвижность которых на поверхности роста существенно выше подвижности кластеров, что способствует росту кристалличности слоев.

#### **Синтез слоев ZnO при распылении керамических мишеней ZnO**

В настоящей работе также было исследовано влияние давления рабочего газа и тока разряда на структуру слоев ZnO, формируемых при распылении керамической мишени. Приведенные на рис. 3 спектры XRD слоев показывают, что давление аргона и значение разрядного тока существенно влияют на кристалличность слоев.



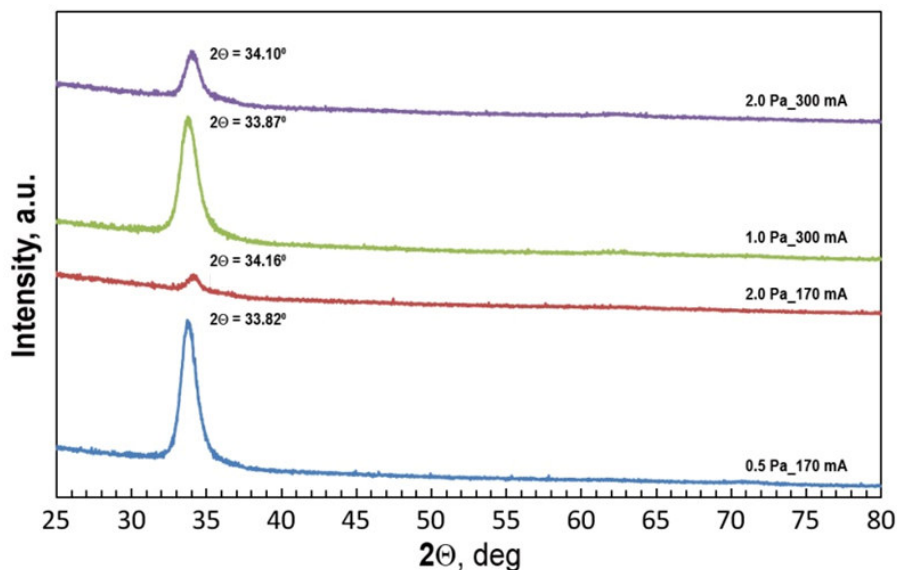


Рис. 3. Дифрактограммы слоев ZnO, осажденных на стеклянные подложки, при давлениях аргона в камере 0.5; 1.0; 2.0 и токах магнетронного разряда 170 и 300 мА.

#### Синтез слоев ZnO на подслоях Zn

Для сравнительной оценки роли подслоя цинка на структуру слоев ZnO были синтезированы трехслойные структуры ZnO/Zn/ZnO/SiO<sub>2</sub>, при идентичных условиях осаждения нижнего и верхнего слоев ZnO (давление аргона 1 Па, температура подложки 50°C, ток разряда 100 мА). На рис. 4 можно видеть, что нижний слой ZnO образован столбами с большим отношением высоты к диаметру. Напротив, столбы верхнего слоя имеют существенно больший диаметр и, как показали рентгеноструктурные исследования, характеризуются большим размером зерен.

Наблюдаемые изменения структуры слоев, синтезируемых на подслоях цинка, можно интерпретировать как влиянием рельефа поверхности цинкового подслоя, так и миграцией атомов подслоя цинка при формировании зародышей верхнего слоя ZnO. Как показано выше, слои цинка, синтезированные даже при -50°C могут иметь плотную поликристаллическую структуру, характерную для слоев, синтезированных в условиях ненулевой длины миграции атомов на поверхности роста (рис.1а). Это позволяет предположить, что при осаждении слоев ZnO на подслои Zn атомы металла могут мигрировать и влиять на условия зарождения слоев ZnO.

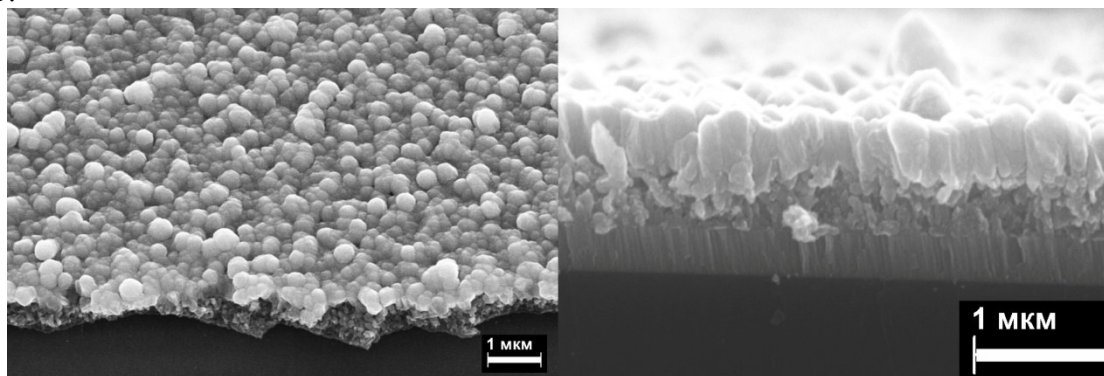


Рис. 4. Микрофотографии поверхности и поперечного скола трехслойной структуры ZnO/Zn/ZnO/SiO<sub>2</sub>.

#### Заключение

Синтез слоев Zn и ZnO при температуре – 50°C и давлении рабочего газа в камере не более 0,5 Па обеспечивает формирование плотных поликристаллических слоев со столбчатой структурой из потока атомов (молекул).

Увеличение давления рабочего газа приводит к кластеризации потока реагентов и формированию аморфных слоев с ультраразвитой поверхностью.

Наличие на поверхности роста подслоя легкоплавкого металла (цинка) увеличивает длину миграции осаждаемых атомов и изменяет условия формирования зародышей оксидной пленки.

Исследование выполнено при финансовой поддержке грантов РФФИ в рамках научных проектов № 16-07-00469, 16-07-00503 и 16-57-00089 Бел\_а с использованием оборудования Аналитического центра коллективного пользования Дагестанского научного центра Российской академии наук.

#### Литература

1. J. Dalla Torre, G.H. Gilmer, D.L. Windt, F.H. Baumann, H. Huang, T. Diaz de la Rubia, M. Djafari Rouhani, Monte Carlo modeling of thin film deposition: influence of grain boundaries on the porosity of barrier layer films, in: Technical Proceedings of the 1999 International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems, 467–470.
2. P.V. Kashtanov, B.M. Smirnov, R. Hippler, Magnetron plasma and nanotechnology, Phys. Usp. 50 455-488 (2007).
3. A.Kh. Abduev, A.Sh. Asvarov, A.K. Achmedov, I.K. Kamilov, S.N. Suljanov. ZnO layers growth mechanism, in: NATO science series, II, Math. Phys. Chem, 194 15-24 (2005).
4. H. Levinstein, The Growth and Structure of Thin Metallic Films, Journal of Applied Physics, 20 306-315 (1949).
5. Sh. Ye, A.R. Rathmell, Z. Chen, I.E. Stewart, B.J. Wiley, Metal Nanowire Networks: The Next Generation of Transparent Conductors, Advanced Materials, 26 6670-6687 (2014).

## **Электронно-пучковое модифицирование поверхности материалов**

*С.В. Федоров, Мин Хтет Со  
ФГБОУ ВО МГТУ «СТАНКИН»  
Москва 127055 Вадковский пер. 1, av288291@akado.ru*

*Полученные экспериментальные результаты свидетельствуют о возможности получения на поверхности широкого круга материалов слоев, модифицированных микролегированием при помощи электронно-пучковой технологии. Такие слои получались, благодаря инициированию экзотермических химических реакций между основой и нанесенной на нее тонкой пленкой. При этом в продуктах реакции было обнаружено образование новых фазовых составляющих.*

*Electron-beam modification of materials surface. S.V.Fedorov, Min Htet Soe. The experiments show that it is possible to obtain a wide range of the layers materials on the surface by alloying with electron beam technology. Such layers were obtained due to the initiation of exothermic chemical reactions between substrate and a thin film deposited on it. Some new phase components were found in the products of reaction.*

#### **Введение**

В настоящее время известно достаточно много способов модифицирования поверхности широкого круга материалов за счет поверхностного легирования. Здесь наибольшее распространение получили методы химико-термической обработки (ХТО), к которым относятся технологии, связанные с диффузионным насыщением поверхностного слоя. Обычно



такие процессы принято проводить, как финишную операцию в технологической цепочке изготовления инструмента за исключением некоторых случаев, когда на поверхность, упрочненную ХТО, наносится износостойкое покрытие [1].

Так, практически для всех теплостойких сталей наиболее универсальным стало азотирование, имеющее весьма большое количество разновидностей [2]. Что касается таких материалов, как твердые сплавы, то в этом случае химико-термическая обработка не столь распространена, хотя, например, известны способы боротитанирования и азотирования. Однако для протекания необходимых химических реакций процессы приходится проводить при температуре до 1100 °С, что неизбежно накладывает некоторые существенные ограничения в связи с возможным снижением вязкости твердого сплава.

Альтернативой традиционным способам химико-термической обработки может служить создание легированного поверхностного слоя с повышенной износостойкостью с использованием реакции самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), основанного на использовании внутренней энергии химического взаимодействия исходных реагентов.

Как правило реагенты в СВС процессах используются в виде тонкодисперсных порошков, жидкостей или газов. Известны подобные процессы в системах порошок жидкость, газозвесь, в многослойных пленках. В этой статье рассматриваются особенности получения микролегированных приповерхностных слоев в системах, состоящих из массивного объекта с нанесенной на него тонкой пленкой.

В основу процесса положена задача надежного интегрирования синтезированного соединения в поверхностный слой изделия путем возбуждения химической реакции между металлами IV–V групп с неметаллами 2-го периода на его поверхности. При этом изделие должно содержать такие неметаллы в своей структуре или быть способным к насыщению ими с образованием твердого раствора или каких-либо неустойчивых соединений. Металл наносится в виде покрытия на поверхность изделия, например, с использованием магнетронного распыления. Затем инициируется реакция самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, осуществляемая в режиме теплового взрыва путем импульсного нагрева поверхности изделия. В ряде случаев возможно взаимодействие между металлическими фазами основы и покрытия с образованием интерметаллидных фаз.

При создании СВС системы можно использовать достаточно большой спектр химически активных при высокой температуре веществ в качестве реагентов [3]. Одновременно могут быть использованы другие вещества в качестве наполнителей или разбавителей, в том числе принимающие участие в синтезе, как побочные продукты реакции. Здесь важна не столько химическая природа реагентов, сколько величина теплового эффекта реакции, условия теплопередачи и кинетика фазовых и структурных превращений.

Основной способ инициирования реакции СВС синтеза – подвод теплового импульса с формированием волны горения по межфазной границе. Но процесс проходит более эффективно в случае нагрева всей поверхности объекта в режиме теплового взрыва. Оценка коэффициента диффузии в таких реакциях в  $10^{10} - 10^{15}$  раз больше, чем обычно наблюдается в твердой фазе. В случае высоких тепловых потерь за счет интенсивного отвода тепла в подложку процесс может терять устойчивость. Однако с увеличением температуры поверхности скорость фронта СВС будет расти экспоненциально.

В нашем случае образцы материалов были подвергнуты воздействию серии импульсов широкоапертурного низкоэнергетического сильноточного электронного пучка (НСЭП), чтобы инициировать экзотермические химические реакции, как в жидкой, так и в твердой фазах, между металлической пленкой и азотом, углеродом или алюминием, которые имеются в составе основы, как в свободном виде, так и в составе соединений.

Обработка проводилась в установке «РИТМ-СП», которая представляет собой комбинацию источника низкоэнергетических сильноточных электронных пучков «РИТМ», и двух магнетронных распылительных систем на единой вакуумной камере. Установка позволяет осуществлять напыление пленок разных материалов на поверхность нужного изделия и последующее жидкофазное перемешивание материалов пленки и подложки интенсивным импульсным электронным пучком [4], которое называют микролегированием. Генерация НСЭП включает в себя эмиссию электронов, образование пучка в плазмонеполненном диоде и

его транспортировку в плазменном канале. Использование такой схемы генерации позволяет получить пучок микросекундной (около 5 мкс) длительности с плотностью тока до  $10^5$  А/см<sup>2</sup> при ускоряющем напряжении от 15 до 30 кВ. Площадь единовременной обработки составляет около 50 см<sup>2</sup>.

При импульсной обработке электронами поверхностный слой вещества с нанесенным на него легирующим покрытием подвергается циклическому нагреву. При быстром нагреве электронным пучком со скоростью до  $10^6$  К/с и последующем скоростном охлаждении объекта ( $10^4$ ... $10^9$  К/с) его внешние слои охлаждаются быстрее сердцевины, поэтому в них появляются растягивающие напряжения [5]. Источником возбуждения волн напряжений может являться эффект термоупругости, вызванный резким расширением разогретого до высоких температур тонкого поверхностного слоя, а также импульс отдачи, обусловленный испарением материала в зоне облучения и последующим разлетом паров. После прохождения упругой волны в момент релаксации упругих напряжений происходит лавинообразное появление структурных дефектов, которое усиливается процессом переноса вещества, получившим название эффекта дальнего действия.

### **Микролегирование образцов твердого сплава составом Nb<sub>70</sub>Hf<sub>22</sub>Ti<sub>8</sub>.**

В этом разделе рассматриваются процессы микролегирования поверхности материалов с использованием реакции образования карбида гафния в составе сложного карбида на поверхности карбидной фазы твердого сплава, являющейся донором атомов углерода, в том числе свободного.

Для проведения экспериментов в качестве материала основы были использованы пластины H13A производства Sandvik coromant. На образцы при помощи магнетрона наносилась тонкая, толщиной 150 – 250 нм, пленка сплава NbHfTi с целью синтеза слоя из износостойких нестехиометрических карбидов с ГЦК структурой на следующем этапе обработки [6].

Быстрые процессы плавления и затвердевания дают возможность образовывать в твердом сплаве необычные структуры. И, хотя согласно современным представлениям наибольшее влияние на прочность твердого сплава оказывает состояние связки, изменение структуры которой зачастую может приводить к разупрочнению, здесь не меньшее влияние оказывает и изменяющаяся структура карбидной фаз. Основную роль в данном случае должно играть механическое активирование быстропротекающих в веществе физико-химических процессов, которые будут иметь место, как в жидкой, так и в твердой фазах.

Нанесение на поверхность инструмента тонкого слоя карбидообразующих элементов Nb, Hf и Ti перед обработкой электронным пучком позволяет за счет микролегирования при протекании реакции СВС получить многофазную карбидную структуру. Внешний слой обогащается тугоплавкими карбидными фазами типа MC, которые, благодаря экстремально высокой скорости охлаждения, в конечном продукте вырасти не успевают, и остаются мелкими и гомогенно распределенными.

Дополнительно изменяется химический потенциал системы. Появление расплава в объеме более тугоплавких частиц приводит к резкому увеличению межфазной поверхности и возрастанию скорости реакции карбидообразования. Благодаря дополнительному выделению энергии в ходе реакции СВС, успевают произойти взрывные химические реакции. К тому же такие соединения, как  $\gamma$ -WC, TiC, NbC и HfC имеют возможность образовывать нестехиометрические структуры, диапазон нестехиометрии которых варьируется от 0.5 до 0.97 и эффектов, связанных с обезуглероживанием поверхности, можно избежать.

Здесь следует отметить роль карбида гафния, имеющего одну из самых высоких теплот образования (теплота образования 252 кДж/моль, температура плавления 3890 К, температура горения 3900 К) и приблизительно вдвое превышающую теплоту образования NbC. На рис.1 представлена структура поверхности твердого сплава после микролегирования различными ниобиевыми сплавами. Воздействие электронным пучком на пленку сплава, где гафний отсутствует, не приводит образованию однородной структуры без микротрещин. Внутренней тепловой энергии химического взаимодействия исходных реагентов в этом случае недостаточно.

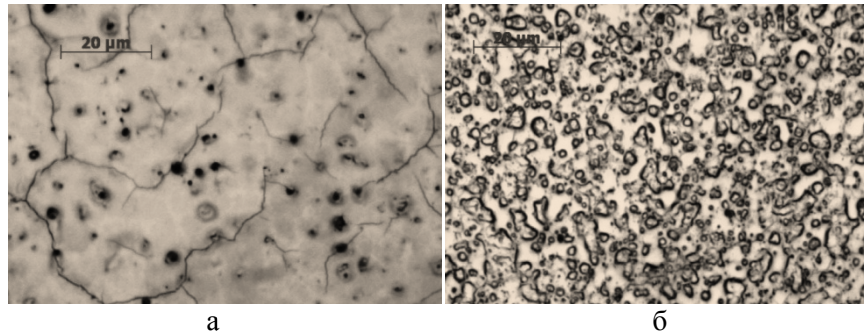


Рис. 1. Структура поверхности твердого сплава после микролегирования при помощи НЭСП различными ниобиевыми сплавами: а)  $Nb_{60}Ti_{30}Al_{10}$ , б)  $Nb_{70}Hf_{22}Ti_8$ .

Рентгеноструктурный анализ подтверждает изменение фазового состава, а на поверхности образцов появляется характерная структура, позволяющая подтверждать успешное протекание СВС в каждом конкретном случае (рис 1б). Мощное тепловое воздействие НЭСП на поверхность твердого сплава Н13А с нанесенной на нее пленкой сплава NbHfTi толщиной около 200 нм приводит к образованию ГЦК карбидной фазы, идентифицированной, как  $(Nb,Hf,Ti)C_x$ . Наблюдаются отражения фазы  $\gamma$ -WC с периодом решетки 0.424 нм. Обращает на себя внимание однотипная ГЦК структура ниобиевого карбида и высокотемпературного карбида вольфрама.

Максимальная толщина, в которой удается получить модифицированную СВС структуру, составляет 3-4 мкм. Множественное инициирование процесса практически не изменяет первоначальную микроструктуру, но может отрицательно сказаться на состоянии подложки из-за термоциклирования. Чтобы превращение прошло полностью, как правило, бывает достаточно серии из пяти-шести импульсов НЭСП.

#### Микролегирование предварительно азотированной быстрорежущей стали цирконием.

Рассмотрим процесс образования нитрида циркония, где в качестве доноров атомов азота выступили неустойчивые нитриды железа предварительно азотированной быстрорежущей стали.

Для проведения экспериментов в качестве материала основы были использованы предварительно азотированные в двухступенчатом вакуумно-дуговом разряде [7] на глубину порядка 50 мкм пластины из быстрорежущей стали Р6М5.

На рис.2а продемонстрировано воздействие серии импульсов НЭСП с плотностью энергии 4.5 Дж/см<sup>2</sup> длительностью 5 мкс на поверхность азотированного образца из стали Р6М5. Теплового воздействия пучка электронов достаточно, чтобы верхний слой металла не только расплавился, но и начал активно испаряться, обнажая карбидную составляющую. Облучение НЭСП вызывает диссоциацию нитридов железа, особенно  $\epsilon$ -фазы, на поверхности образуется большое количество остаточного аустенита (рис.2б).

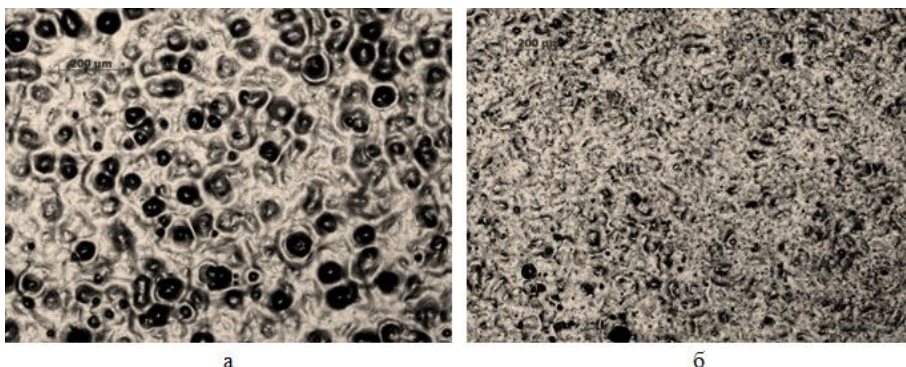


Рис.2 а) Структура поверхности азотированной быстрорежущей стали Р6М5 после воздействия НЭСП, б) То же после электронно-пучкового легирования цирконием.

После нанесения на образцы при помощи магнетронного распылителя тонкой, толщиной 150 – 250 нм, пленки Zr и последующего воздействия электронным пучком удается инициировать СВС реакцию образования ZrN. За счет образования на поверхности тугоплавкой нитридной пленки испарение металла значительно сокращается, а структура становится мелкодисперсной (рис.5б). Кроме того, следует отметить, что в последнем случае содержание остаточного аустенита в приповерхностном слое заметно меньше. Zr обнаруживается в приповерхностном слое толщиной около 2 мкм.

#### **Микролегирование поверхности алюминиевого сплава титаном.**

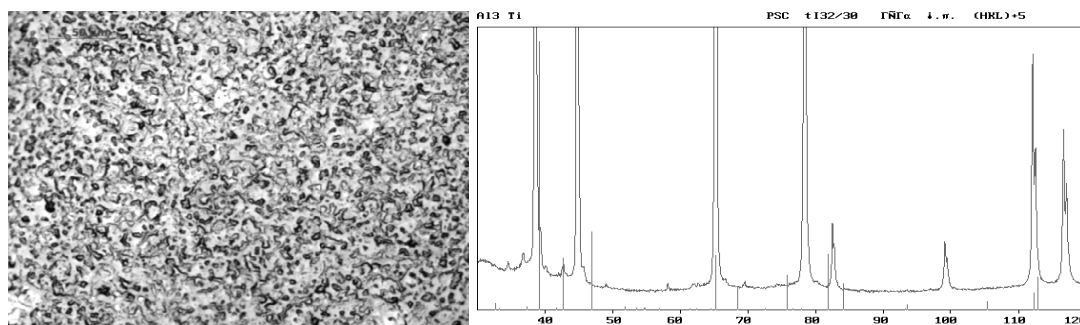
Образование интерметаллидных фаз можно рассмотреть на примере взаимодействия алюминия с титановым покрытием.

Для обработки электронно-пучковым микролегированием был выбран сплав Д16. На плоские образцы из этого сплава наносилось титановое покрытие с тем, чтобы после обработки электронным пучком в результате СВС реакции получить на поверхности слой, обогащенный интерметаллидными фазами системы Al-Ti.

На рис.3 представлен образец после обработки электронным пучком с плотностью энергии 4.0 Дж/см<sup>2</sup> по нанесенной магнетронным распылителем пленке титана. Рентгеноструктурный анализ подтверждает образование интерметаллидной фазы Al<sub>3</sub>Ti (структурные типы tI8, a=0.384 нм, c=0.858 нм и tI32/30, a=0.3875 нм, c=3.384 нм, температура плавления 1390 °С). Увеличение плотности энергии до 4.5 Дж/см<sup>2</sup> приводит к испарению нанесенной пленки вместе с поверхностным слоем алюминия. В этом случае содержание интерметаллидной фазы существенно сокращается.

На алюминиевых сплавах хорошо проявляется «полирующий» эффект. При обработке в режиме интенсивного плавления с частичным испарением поверхностного слоя происходит его рафинирование, измельчение кристаллической структуры до субмикронных размеров, сглаживание микрорельефа. Исходная шероховатость R<sub>A</sub> равная 2.5 мкм уменьшилась до 0.8 мкм.

Важным практическим свойством наблюдаемых эффектов является их устойчивость и хорошая воспроизводимость.



*Рис.3. Образование кристаллов интерметаллида Al<sub>3</sub>Ti на поверхности алюминиевого сплава в результате электронно-пучковой обработки по нанесенной пленке Ti. а) оптическое изображение поверхности, б) дифрактограмма (Cu).*

#### **Заключение**

Полученные экспериментальные результаты свидетельствуют о возможности получения на поверхности широкого круга материалов слоев, модифицированных микролегированием. Задача состоит в повышении термической стабильности неравновесных структурно-фазовых состояний, позволяющих получить уникальные физические и прочностные свойства. Такие слои получались, благодаря инициированию химических реакций между основой и нанесенной на нее тонкой пленкой. При этом в продуктах реакции было обнаружено образование новых фазовых составляющих.

Работа проведена при поддержке Минобрнауки России в рамках выполнения государственного задания № 11.1817.2017/ПЧ.

Литература

1. A.A. Vereschaka, Improvement of working efficiency of cutting tools by modifying its surface properties by application of wear-resistant complexes, *Advanced Materials Research*, Volume 712-715 (2013), 347-351
2. E.V. Berlin, N.N. Koval, L.A. Seidman, Plasma thermochemical surface treatment of steel parts, Moscow, Technosphaera, 2012, (in Russian).
3. A.S. Rogachev, A.S. Mukasyan, Combustion for material synthesis, NY, CRC Press Reference, 2014.
4. A.B. Markov, E.V. Yakovlev, V.I. Petrov, Formation of Surface Alloys with a Low-Energy High-Current Electron Beam for Improving High-Voltage Hold-Off of Copper Electrodes // *IEEE Transactions on Plasma Science*, 41 (2013), 2177-2182.
5. I. Proskurovsky, V.P. Rotshtein, G.E. Ozur, Yu.F. Ivanov, A.B. Markov, Physical Foundations for Surface Treatment of Materials with Low Energy, High Current Electron Beams, *Surface and Coatings Technology*, 125 (2000), no. 1-3, 49—56.
6. S.N. Grigor'ev, S.V. Fedorov, M.D. Pavlov, A.A. Okun'kova, Ye Min Soe, Complex surface modification of carbide tool by Nb, Hf and Ti alloying followed by hardfacing (TiAl)N, *Journal of Friction and Wear*, Volume 34 (2013), Issue 1, 14-18.
7. S.N. Grigoriev, A.S. Metel', S.V. Fedorov, Modification of the structure and properties of high-speed steel by combined vacuum-plasma treatment, *Metal Science and Heat Treatment*, Volume 54 (2012), Issue 1-2, 8-12.

**Формирование структурной стабильности осаждаемых покрытий системы Ti-N в процессах вакуумно-ионноплазменной обработки**

*Л.М.Петров, \*К.В.Григорович, В.В. Зеленков, \*Г.С. Спрыгин, А.Н. Смирнова, \*Я.Я.Химюк, Д.М. Дормидонтов*

*ОАО «Национальный институт авиационных технологий», Москва. E-mail: info@niat.ru*

*\*ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова Российской академии наук, Москва, e-mail: grigorovichkv@gmail.com*

*Рассмотрено влияние воздействия потока газо-металлической плазмы системы Ti-N на равномерность, структурную стабильность, оцениваемую по изменению элементного состава обрабатываемого поверхностного слоя стали 40Х в зависимости от параметров процесса. Показано, что интенсивность изменения свойств формируемого поверхностного слоя зависит от параметров процесса осаждения покрытия.*

*Formation of the structural stability in Ti-N coatings deposited during vacuum-ion plasma treatment. L.M. Petrov, K.V.Grigorovich, V.V.Zelenkov, G.S.Sprygin, A.N.Smirnova, V.D.Semionov, Ya.Ya.Khimyuk, D.M. Dormidontov. The influence of Ti-N gas and metal plasma stream on the uniformity and structural stability is considered. The stability is evaluated by change in the elemental composition of 40H steel surface layer under treatment depending on the process parameters. Dependence of the intensity of change in the properties of the generated surface layer upon the process parameters of the coating deposition is shown.*

Метод вакуумной ионно-плазменной (ВИП) обработки, позволяет формировать широкую гамму внешних, внутренних и комбинированных покрытий, нашедших широкое применение в машиностроении, что позволило обеспечить работоспособность деталей и изделий в период их эксплуатации. Этот метод упрочняющей поверхностной обработки обладает значительными технологическими возможностями по формированию многослойных,

многокомпонентных, градиентных, наноструктурированных покрытий и весьма перспективен. Создаваемые этим методом функциональные поверхностные композиции, обладают широким диапазоном эксплуатационных свойств и формируются под воздействием высокоэнергетических потоков частиц газовой и металлической плазмы.

Потоки газо-металлической плазмы, воздействуя на поверхность, формируют технологические этапы процессов, определяемых энергией воздействия компонентов плазменного потока. Последующий процесс взаимодействия потоков с поверхностью приводит к: нагреву поверхностного слоя, осуществляемого кинетическим воздействием плазменных потоков; послойному регулируемому удалению оксидов и дефектного слоя с обрабатываемой поверхности; осаждению элементов плазменного потока с одновременным диффузионным насыщением поверхностного слоя; осуществлению поверхностных плазмохимических реакций [1,2].

Результатом взаимодействия плазменных потоков с обрабатываемой поверхностью является: изменение химического состава поверхностного слоя, изменение значений поверхностной микротвердости, изменение химической активности и структурного состава поверхности. Формирование свойств осаждаемых покрытий зависит от соотношения компонентов потока газо-металлической плазмы, особенно это актуально при формировании покрытий на основе нитридно-карбидных соединений, а также от объемной равномерности и полноты прохождения плазмохимических реакций.

В данной работе, исследовалась зависимость изменения свойств покрытий системы (Ti-N), от толщины, осаждаемого покрытия. Одинаковые технологические параметры процессов обработки, гарантируют стабильность энергетических условий формирования плазменных потоков, а время воздействия плазменных потоков, являющейся переменной величиной создает условия разнотолщинности получаемого покрытия. Формирование покрытий осуществлялось по следующим параметрам процесса:  $P=3 \cdot 10^{-1}$  Па,  $U_{оп.}=-150$  В,  $I_d=100$  А. Взаимодействие потока газо-металлической плазмы с обрабатываемой поверхностью начиналось с процесса её разогрева (до  $400^{\circ}$ С) и последующего осаждения элементов плазменного потока. Наличие температуры, первичной энергии плазменного потока и энергии ускоряющего потенциала ( $U_{оп.}$ , В) способствовало активации процесса взаимной диффузии элементов подложки и элементов плазменного потока.

Взаимная диффузия элементов обрабатываемой подложки (сталь 40Х) и элементов плазменного потока зависит от многих факторов, в том числе и от времени технологического процесса. Увеличение времени контакта плазменного потока с обрабатываемой поверхностью способствует увеличению на поверхности концентрации осаждаемых элементов, повышению равномерности их распределения по поверхности и росту переходной диффузионной зоны, рис 1-3.

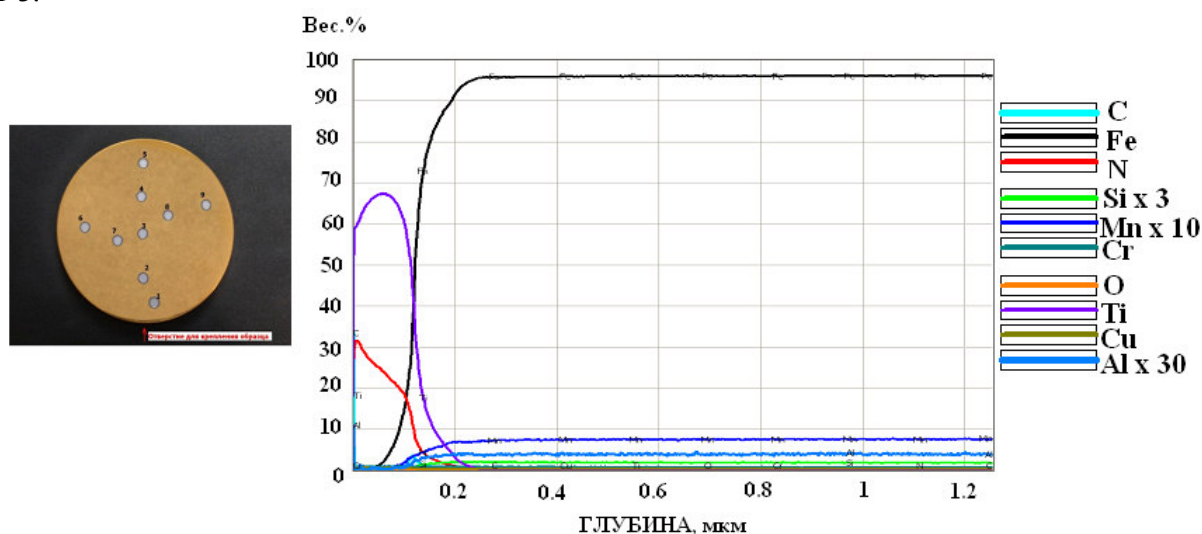


Рис. 1. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N точка 5 Время нанесения 4 мин 30 сек.



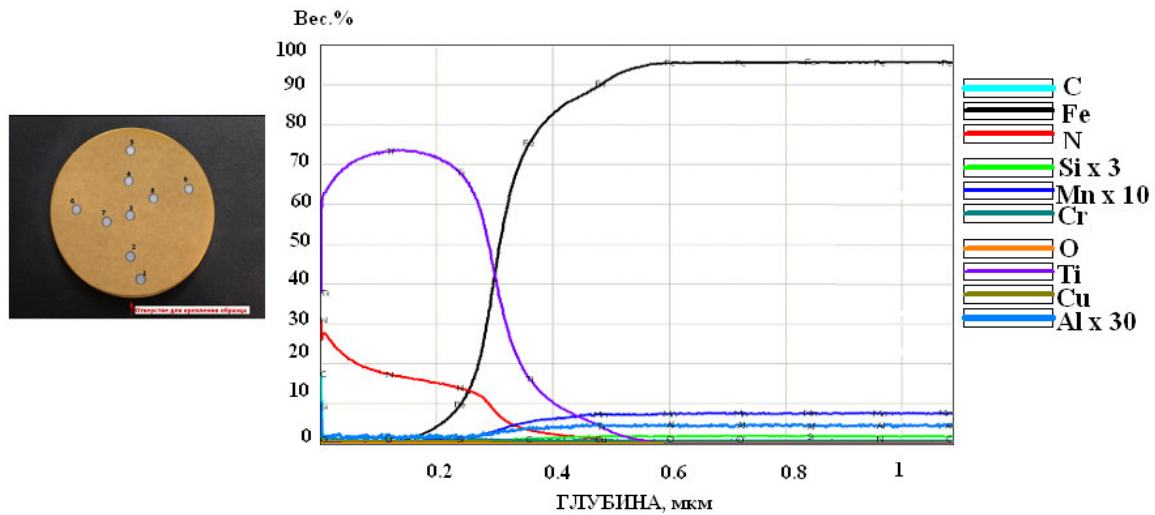


Рис. 2. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N точка 5. Время нанесения 12 мин.

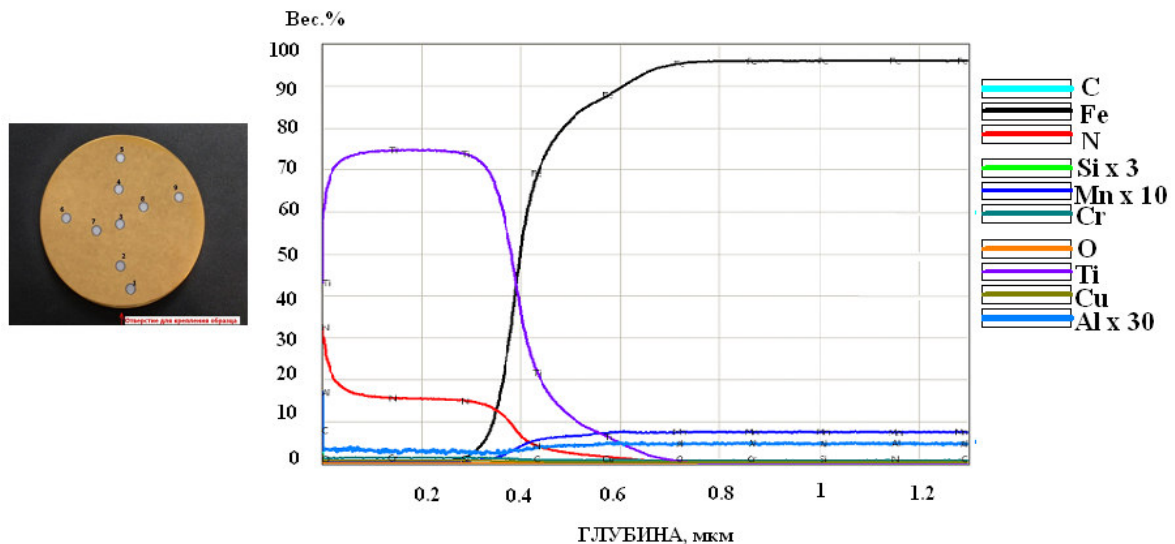
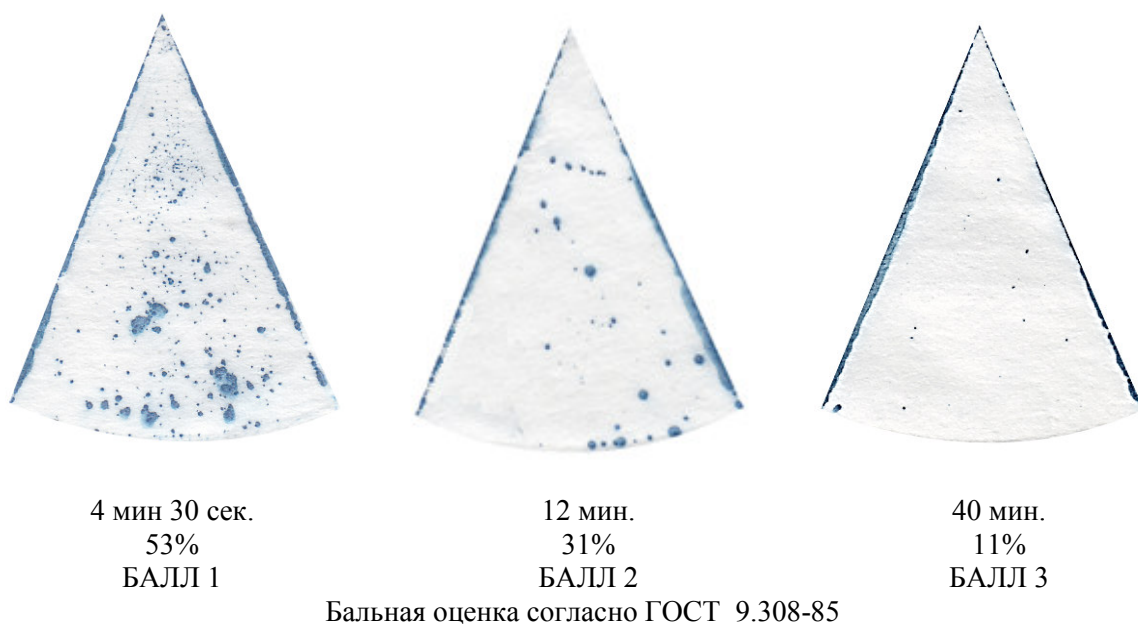


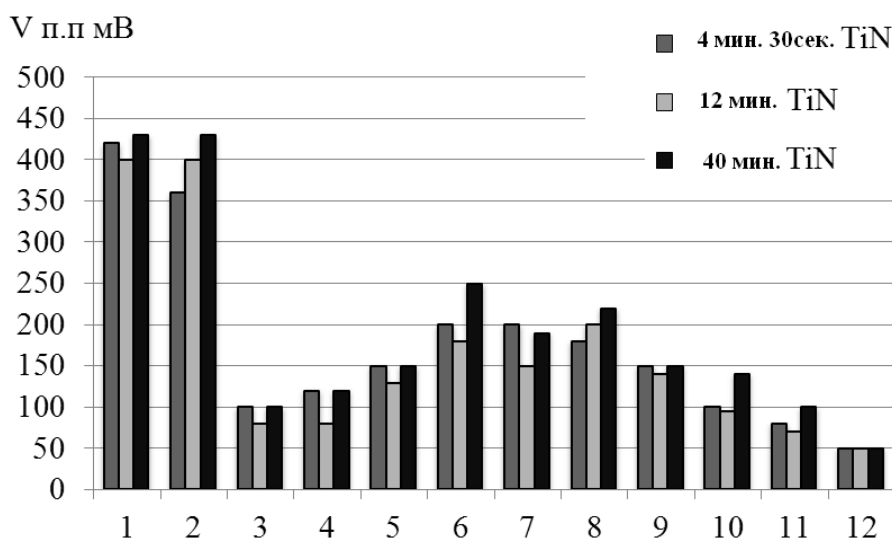
Рис.3. Количественное изменение элементного состава осаждаемого покрытия системы Ti-N точка5.Время нанесения 40 мин.

Взаимодействие элементов плазменного потока с обрабатываемой поверхностью способствует формированию процессов плазмохимической реакции на поверхности с образованием соединений TiN с морфологией поверхностного слоя, зависящей от его структурного состояния, рис.4. Исследование пористости осажденных покрытий по ГОСТ 9.302 методом наложения фильтровальной бумаги с раствором 32 (время выдержки 10 минут) показало, что увеличение толщины покрытия привело к изменению условий формирования покрытия и структура имеет уменьшенную пористость.





*Рис.4. Изменение пористости сформированных покрытий.*



1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
исх	4 мес.	4 мес.+32 р-р	10 мин	30 мин	3 часа	4 часа	1 день	5 дней	12 дней	17 дней	40 дней

*Рис.5. Изменение поверхностного потенциала покрытий на основе TiN разной толщины во времени.*

При этом, значение величины приведённого поверхностного потенциала (V п.п) при измерении монослойного катодного покрытия TiN после его формирования составляет 400±20 мВ.

Выдержка образцов при комнатных условиях приводит к выравниванию потенциала за счет снижения внутренних напряжений и окончательного формирования поверхностного слоя покрытия. Потенциал (Vп.п.) оксида сформированного на стали 40X в нормальных условиях (т.е. вылежка на воздухе в течение 10 дней) составляет 140±20 мВ. Повышение защитной способности катодного покрытия (наличие минимального количества пор), связано с повышением значения потенциала обработанной поверхности, которое должно сохраняться во времени. Полученные результаты после 4 месяцев выдержки показали, что покрытие толщиной

4 мкм обладает минимальной пористостью в сравнении с 0,5 мкм, и не формирует оксид, т.к. мы знаем, что нитрид титана устойчив к окислению на воздухе до 450 °С.

Дальнейшее падение  $V$  п.п. после применения раствора 32 показывает наличие на поверхности адсорбированных элементов и влияние их на энергетическое состояние поверхности.

Таким образом, стабилизация формируемых покрытий зависит от распределения элементного состава по толщине и формирования переходной диффузионной зоны, что является одним из важнейших факторов, влияющих на получение функциональных и эксплуатационных свойств.

#### Литература

1. А.А. Ильин, В.В. Плихунов, Л.М. Петров, С.Б. Иванчук, А.С. Гаврилов. Вакуумные ионно-плазменные технологии - перспектива их применения в аэрокосмической технике, 5 Международный аэрокосмический конгресс IAC'06 Тезисы докладов, Москва, 27-31 августа 2006 г. с. 160-161.
2. В.В. Плихунов, Л.М. Петров, С.Б. Иванчук, А.С. Гаврилов. Модифицирование поверхности и нанесение покрытий при вакуумной ионно-плазменной обработке - эффективный метод повышения работоспособности деталей и узлов авиационной техники, Сборник докладов VII научной конференции по гидроавиации «Гидро-авиасалон-2008», Россия, г. Геленджик, 5-6 сентябрь 2008 г. с.233-238.

### **Композиционный материал ГА/ОГ, полученный методом искрового плазменного спекания, для применения в качестве мишени для магнетронного распыления**

*Н.Ю. Перетягин, С.В. Федоров  
ФГБОУ ВО МГТУ «СТАНКИН»  
Москва 127055 Вадковский пер. 1, [av288291@akado.ru](mailto:av288291@akado.ru)*

*Разработана методика смешивания гидроксиапатита (ГА) с 2,5 и 5 об.% оксида графена (ОГ) с последующим изготовлением образцов методом искрового плазменного спекания (ИПС). Был изучен эффект влияния добавления ОГ в ГА на его микроструктуру. Сделан вывод о дальнейшем использовании данной методики для изготовления электропроводящих мишеней для магнетронного распыления.*

*Composite material HA/GO obtained by spark plasma sintering as a target for magnetron sputtering. N.Yu. Peretyagin, S.V. Fedorov. The hydroxyapatite (HA) with 2.5 and 5 vol.% of graphene oxide (GO) composites were fabricated using a colloidal processing route. Obtained powders were sintered using Spark Plasma Sintering as consolidation technique. The effect of GO addition on density and microstructure of sintered composites was studied. It was concluded that the new fabrication method of hydroxyapatite-graphene oxide composites is suitable for electroconductive sputtering targets.*

Магнетронное распыление является одной из наиболее применяемых технологий, позволяющих наносить пленки с достаточно высокой равномерностью по толщине на больших площадях, и вместе с ней развиваются способы производства мишеней. К основным параметрам, которые контролируются при их производстве, следует отнести плотность, размер зерна, однородность, электропроводность, возможность крепления мишени к подложке.

Основной проблемой при использовании магнетрона на постоянном токе при распылении диэлектрических и полупроводниковых материалов, является образование

индуцированных зарядов, что снижает скорость распыления мишени. Постепенно, вследствие накопления заряда от положительных ионов индуцированный заряд покрывает весь диэлектрический слой и появляется дуга, которая приводит к разрушению поверхности мишени или ее испарению, что неблагоприятно отражается на структуре и стехиометрии наносимой пленки.

Чтобы устранить указанные выше недостатки, был разработан ВЧ-магнетрон, получивший широкое распространение в основном для распыления диэлектриков. Принцип его работы похож на импульсный. В нем вместо средней частоты, подается напряжение с частотой 13.56 МГц или кратной. Подобное оборудование в настоящее время применяется достаточно успешно, однако многие пользователи отмечают его дороговизну и некоторые трудности в эксплуатации. Несмотря на расширение области ВЧ магнетронного распыления, такие устройства отличаются рядом режимов генерации плазмы, которые не всегда обеспечивают стабильность функционирования. И здесь даже незначительное повышение электропроводности мишени позволяет облегчить протекание процесса.

В настоящее время известно много методов формирования биосовместимых покрытий на металлических имплантатах для биомедицинских применений, для того чтобы создать на его поверхности развитую (или неразвитую) пористую поверхность (в зависимости от назначения) и определенный химический состав для повышения его остеоинтеграции с костной тканью, т.е. его «врастания» [1]. При выборе метода формирования биосовместимых покрытий необходимо учитывать область применения имплантата. К примеру, для челюстно-лицевой хирургии, стоматологии и травматологии необходимо создавать такие биопокрытия, которые будут повышать прочность крепления имплантата к костной ткани. В зависимости от пористости, толщины, адгезионных и других свойств применяют следующие методы формирования биосовместимых покрытий: плазменное напыление [2-3], электрофорез [4], золь-гель [5-6], магнетронное распыление и ВЧ-магнетронное распыление [7-8], биомиметический метод [9-10] и др.

Наибольший интерес представляют кальцийфосфатные покрытия, которые способны повысить прочность сцепления имплантата с костной тканью и усилить его способность к остеоинтеграции. Для формирования таких покрытий обычно применяется гидроксиапатит (ГА,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ,  $\text{Ca} / \text{P} = 1,67$ ). ГА представляет собой биоактивный фосфат кальция сходный по своим химическим и кристаллографическим свойствам с натуральным апатитом, который находится в костных тканях. В настоящее время ГА нашел свое применение в инженерии костных тканей, как материал для восстановления или регенерации кости, а также в качестве биоактивных покрытий для биокomпозитных материалов в ортопедии, повышающих интеграцию имплантатов с костной тканью. Тем не менее, чистый ГА обладает пониженной износостойкостью и трещиностойкостью по сравнению с естественной костью, что затрудняет его медицинское применение [11-12].

В свою очередь, оксид графена (ОГ) представляет собой окисленный аналог одноатомного плотного листа графена. ОГ также нашел свое применение в различных областях биотехнологии таких как биосенсорика [13], клеточная визуализация [14], нанозондирование [15-16], доставка лекарств и др. [17-18], благодаря простоте химической функционализации, хорошей биосовместимости и биостабильности. Кроме того, ОГ показывает оптимальную дисперсность и обладает хорошими механическими свойствами. Реакционноспособные кислородосодержащие слои могут стабилизировать дисперсию ОГ в водной среде, укрепить межфазную связь между основными компонентами, и обеспечить перераспределение напряжений в композитах, что делает ОГ перспективным наноразмерным армирующим наполнителем биокomпозитов (может внедряться как в полимерные, так и в неорганические матрицы). Кроме того, ОГ является новым материалом, который обладает как соответствующей биосовместимостью, так и антибактериальной стабильностью, что открывает большие возможности его применения в ортопедии и имплантологии [19-20].

Метод искрового плазменного спекания (ИПС), который был применен для создания соответствующих мишеней, основан на одновременном одноосном гидравлическом прессовании порошкового материала с применением импульсного тока. С помощью данного метода можно спекать различные материалы: металлы, композиты, оксиды, нитриды, карбиды, мезопористые материалы, полимеры и др. Особенностью метода ИПС является достижение почти 100% плотности материала за короткое время спекания при относительно низких

температурах, что позволяет сохранить наноструктуру и тем самым повысить физико-механические параметры.

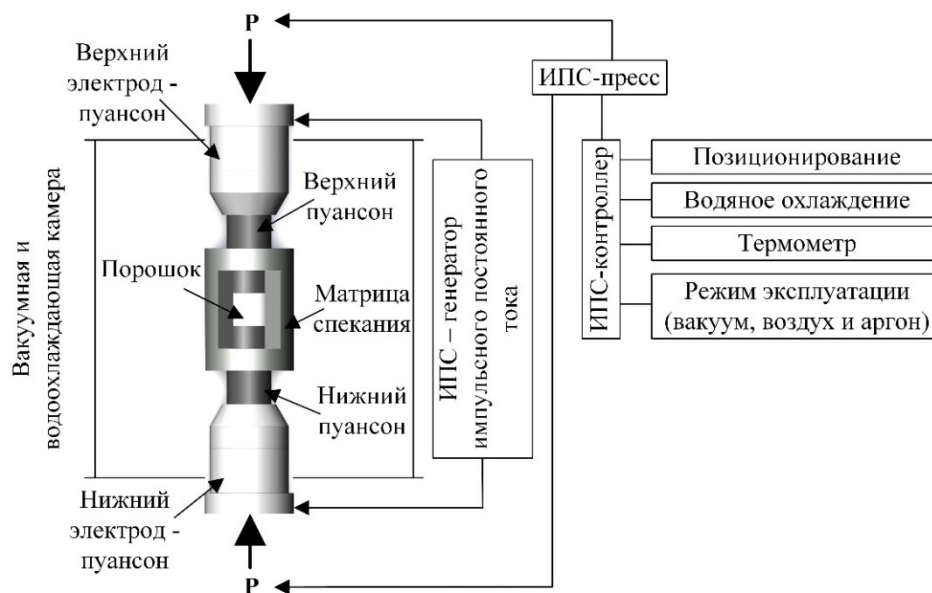


Рис. 1. Принципиальная схема установки икрово-плазменного спекания (SPS).

Установка ИПС (рис.1) состоит из вакуумной камеры с контурным водоохлаждением, в которой располагается устройство одноосного гидравлического прессования, представляющее собой из пары электрод-пуансонов; генератора импульсного постоянного тока и контроллера, который контролирует такие параметры как: температура, прикладываемое усилие, время протекания процесса, состояние рабочей атмосферы в камере, относительный ход пуансонов в вертикальном направлении и др.

Между электрод-пуансонами устанавливается графитовая матрица с предварительно подпрессованным с помощью двух пуансонов порошковым материалом. Матрицу и порошок разделяют с помощью электрически изолированной фольги для того, чтобы постоянный ток протекал именно через материал, позволяя тем самым осуществить преобразование электрической энергии в тепловую и нагреть порошок изнутри [21-25].

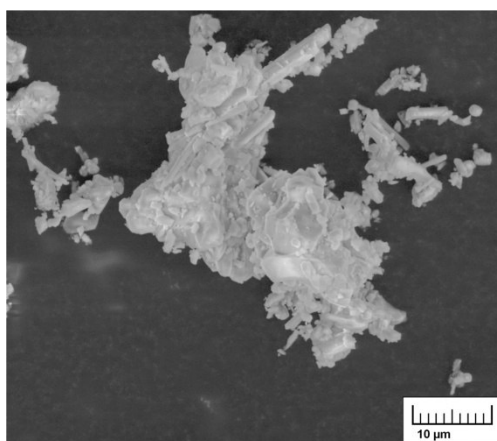
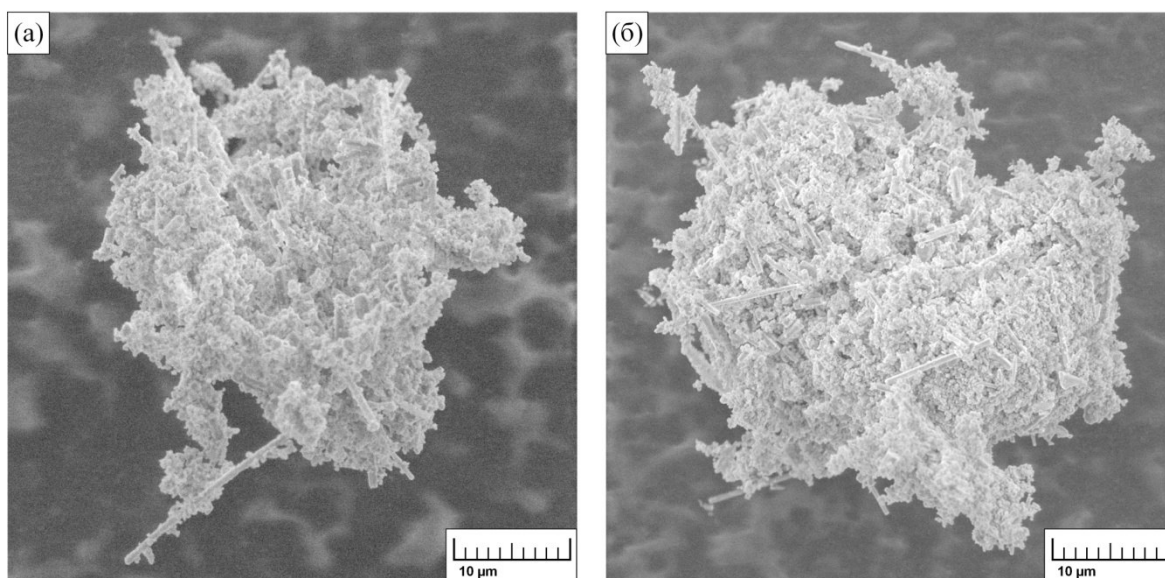


Рис. 2. СЭМ-изображение исходного порошка гидроксиапатита (ГА).

Для проведения экспериментов был использован микроразмерный порошок гидроксиапатита ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) (рис. 2), который состоял из частиц неправильной формы и их агломератов, и водная суспензия GO (5 мг/л).



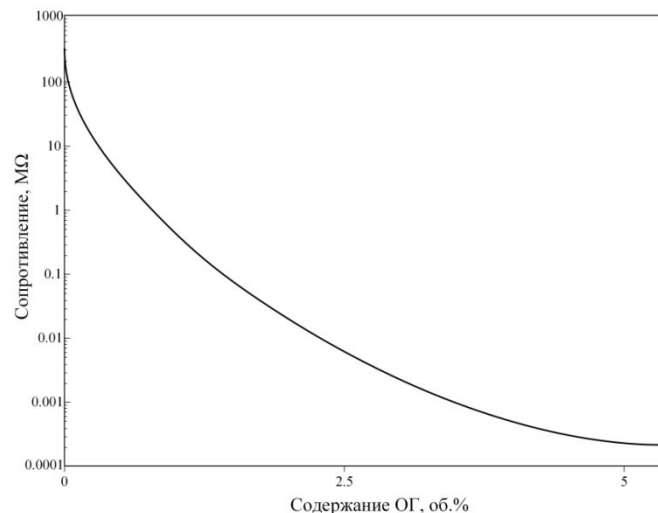
*Рис. 3. а) SEM – изображение порошкового материала 97.5 об.% ГА + 2,5 об.% ОГ; б) SEM – изображение порошкового материала 95 об.% ГА + 5 об.% ОГ.*

Исходный порошок ГА был предварительно просушен в вакуумной печи при температуре 90 °С 24 ч и просеян через сито с размерами ячеек 63µм. Затем исходя из расчетных данных, необходимую массу подготовленного порошка ГА смешали с необходимым количеством водной суспензии ОГ. В полученную смесь были добавлены керамические шарики из  $Al_2O_3$  и готовую композицию поместили в шаровую мельницу на 24 ч. После процесса гомогенизации смесь ГА/ОГ вместе с шариками перелили в плоскодонную лабораторную колбу, которую затем установили на магнитную мешалку с подогревом для того, чтобы испарить из смеси лишнюю влагу при 90 °С до образования порошковой массы. Дополнительно для полного высушивания полученная порошковая масса с шариками была помещена в вакуумную печь на 6 ч при температуре 90 °С. После просушки всю смесь пересыпали в систему сит с минимальным размером ячейки 63µм для того, чтобы отделить керамические шарики от порошка и дополнительно его просеять. В итоге по данной методике были получены несколько порошковых материалов ГА с содержанием до 5 об.% ОГ, СЭМ изображения которых представлены на рис. 3 (а, б).

Спекание образцов  $\varnothing$  20 мм производилось на установке ИПС (KCE® FCT Hybrid furnace, FCT Systeme GmbH) в вакууме с добавлением защитного газа Ar при постоянном давлении в 50 МПа со скоростью нагрева 100 °С/мин до 900 °С и 30 °С/мин до 1080 °С, с выдержкой на максимальной температуре в течение 10 мин. После окончания процесса спекания образцы охлаждались в камере до комнатной температуры.

Плотность спеченных образцов была измерена с помощью метода Архимеда в дистиллированной воде и составила для образца с содержанием 2.5 об.% ОГ – 95% - 96% относительно теоритической, а плотность для образца с содержанием 5 об.% ОГ – 99

Можно сделать вывод о том, что при увеличении содержания ОГ уменьшились поры и уменьшился рост зерна. Одновременно что происходит уменьшение электрического сопротивления (рис. 4).



*Рис. 4. Измерение сопротивления образцов на мегомметре.*

Полученные экспериментальные результаты позволяют судить о возможности создания композиционного материала ГА/ОГ методом ИПС для будущего применения данного в качестве электропроводящей мишени для магнетронного распыления.

Работа проведена при поддержке Минобрнауки России в рамках выполнения государственного задания № 11.1817.2017/ПЧ.

#### Литература

1. Moussy F. Biomaterials for the developing world // J Biomed Mater Res Part. 2010. Vol. 94. P. 1001–3.
2. Prevey P. X-ray diffraction characterization of crystallinity and phase composition in plasma-sprayed hydroxyapatite coatings // J. Thermal Spray Tech. 2000. Vol. 9, № 3. P. 369-376.
3. Roger K.D., Etok S.E. Structural characterization of apatite coatings // J. Mater. Sci. 2004. Vol. 39. P. 5747-5754.
4. De Sena L.A., de Andrade M.C., Rossi A.M., Soares G.D.A. Hydroxyapatite deposition by electrophoresis on titanium sheets with different surface finishing // J. Biomed. Mater. (Appl Biomater). 2002. Vol. 60, № 1. P. 1-7.
5. Aves E.P., Estevez G.F. Hydroxyapatite coating by sol-gel on Ti-6Al-4V alloy as drug carrier // J. Mater. Sci. 2009. Vol. 20. P. 543-547.
6. Kim H.-W., Kim H.-e., Knowles J. C. Improvement of hydroxyapatite sol-gel coating on titanium with ammonium hydroxide addition // J. Amer. Ceram. Soc. 2005. Vol. 88, № 1. P. 154-159.
7. Boyd A.R., Meenan B.J., Leyland N.S. Surface characterization of the evolving nature of radio-frequency (RF) magnetron sputter deposited calcium phosphate thin films after exposure to physiological solution // Surface and Coating Technology. 2006. № 200 (20-21). P. 6002-6013.
8. Swan S. Spatial distribution of sputtered atoms from magnetron source // J. Vac. Sci. Technol. A. 1988. №5 (4).
9. Kokubo T., Takadama H. How useful in SBF in predicting in vivo bone bioactivity? // Biomaterials. 2006. Vol. 27. P. 2907-2915.
10. Chen. X., Nouri A., Li Yu. Effect of surface roughness of Ti, Zr and TiZr on apatite precipitation from simulated body fluid // Biotechnol. Bioeng. 2008. Vol. 101, № 2. P. 378-387.
11. Le Geros R.Z. Calcium Phosphates in Oral Biology and Medicine // H.M. Myers (Ed.). Karger. Basel. 1991.
12. Suchanek W.L., Shuk P., Byrappa K., Riman R.E., Tentluis K.S., Janas V.F. Biomaterials. 2002. 699–710.
13. Feng L.Y., Chen Y., Ren J.S., Qu X.G. A graphene functionalized electrochemical aptasensor for selective label-free detection of cancer cells // Biomaterials. 2011. 32(11). P. 2930–7.
14. Peng C., Hu W.B., Zhou Y.T., Fan C.H., Huang Q. Intracellular imaging with a graphene-based fluorescent probe // Small. 2010. 6(15). P. 1686–92.

15. He S.J., Song B., Li D., Zhu C.F., Qi W.P., Wen Y.Q., et al. A graphene nanoprobe for rapid, sensitive, and multicolor fluorescent DNA analysis // *Adv Funct Mater.* 2010. 20(3). P. 453–9.
16. Wang Y., Li Z.H., Hu D.H., Lin C.T., Li J.H., Lin Y.H. Aptamer/graphene oxide nanocomplex for in situ molecular probing in living cells // *J Am Chem Soc.* 2010. 132(27). P. 9274–6.
17. Sun X.M., Liu Z., Welsher K., Robinson J.T., Goodwin A., Zaric S., et al. Nano-graphene oxide for cellular imaging and drug delivery // *Nano Res.* 2008. 1(3). P. 203–12.
18. Yang X.Y., Zhang X.Y., Liu Z.F., Ma Y.F., Huang Y., Chen Y. Highefficiency loading and controlled release of doxorubicin hydrochloride on graphene oxide // *J Phys Chem C.* 2008. 112(45). P. 17554–8.
19. Stankovich S., Dikin D.A., Dommett G.H.B, Kohlhaas K.M., Zimney E.J., Stach E.A., et al. Graphene-based composite materials // *Nature.* 2006. 442(7100). P. 282–6.
20. Mukhopadhyay P., Gupta R.K. Trends and frontiers in graphene-based polymer nanocomposites // *Plast Eng.* 2011. 67(1). P. 32–42.
21. Gutiérrez-González C.F., Suarez M., Pozhidaev S., Rivera S., Peretyagin P., Solís W., Díaz L.A., Fernandez A., Torrecillas R. Effect of TiC addition on the mechanical behaviour of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiC whiskers composites obtained by SPS // *Journal of the European Ceramic Society*, 36, Issue 8, 2149 - 2152, 2016.
22. A. Fernández, P. Peretyagin, W. Solís, R. Torrecillas, A. Borrell Functionalization of carbon nanofibres obtained by floating catalyst method // *Journal of Nanomaterials*, 2015, 146, 2015.
23. Díaz, LA, Solís, W, Peretyagin, P, Fernández, A, Morales, M, Pecharromán, C; Moya, JS; Torrecillas, R Spark Plasma Sintered Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiN Nanocomposites Obtained by a Colloidal Processing // *Route, Journal of Nanomaterials*, 2016.
24. Fernandez-Garcia, E; Gutierrez-Gonzalez, CF; Peretyagin, P; Solis, W; Lopez-Esteban, S; Torrecillas, R; Fernandez, A Effect of yttria–titanium shell–core structured powder on strength and ageing of zirconia/titanium composites // *Materials Science and Engineering: A*, 646, 96-100, 2015.
25. Novikov, SV; Peretyagin, P Yu; Dolzhikova, E Yu; Torrecillas, R Formation of Structure in Hard-Alloy Coatings from Powders Under Passage of a Powerful Pulse of Electric Current Metal // *Science and Heat Treatment.* 57. 9-10. 596-602. 2016.

## **Экспериментальное исследование плотности потока пучков быстрых нейтральных частиц методом пьезокварцевых резонаторов**

*Ю. П. Маишев, С. Л. Шевчук, В.П. Кудря*  
*ФГБУН Физико-технологический институт Российской академии наук,*  
*117218, Москва, Нахимовский проспект 36/1, e-mail:slshev@mail.ru*

*Разработана экспериментальная система измерения пространственного распределения плотности пучка быстрых нейтральных частиц (БНЧ), основанная на использовании метода пьезокварцевых датчиков. Получены кривые распределения плотности потока частиц пучка посредством программной обработки экспериментальных данных.*

*Experimental research of the fast atom beam density distribution by means of piezoelectric sensors method. Yu. P. Maishev, S. L. Shevchuk, V.P. Kudrya. Experimental system of the fast atom beam (FAB) density distribution measurement is developed. The system is based on the method of piezoelectric sensors. The FAB density distribution curves are obtained by means of Fourier spectrum consideration and software processing.*

Использование пьезокварцевых резонаторов для измерения скорости удаления/нанесения вещества (а также связанных с ней величин) основано на зависимости резонансной частоты пьезокварцевого кристалла от величины присоединенной массы на его



поверхности. Первая попытка теоретического объяснения такой зависимости в связи с методом подстройки резонансной частоты кварцевых резонаторов путем осаждения на их поверхности металлических контактных площадок была предпринята в работе [1]. Хотя предложенный в указанной статье подход не является корректным, он, тем не менее, получил широкое распространение в силу своей простоты и наглядности. Если преобразовать полученную в [1] формулу, связывающую изменение резонансной частоты  $\Delta f$  с изменением присоединенной массы  $\Delta m$  (массы осаждаемой на поверхность кристалла пленки или массы распыляемого с поверхности материала), то получим:

$$\Delta f = k \Delta m, \quad k = \frac{2f_0^2}{S_q \sqrt{\varepsilon \rho_q}} = \frac{f_0^2}{N \rho_q S_q} \quad (1)$$

где  $k$  - чувствительность пьезоэлектрического элемента (Гц/кг);  $f_0$  - его резонансная частота (Гц);  $S_q$  - площадь поверхности резонатора ( $m^2$ );  $\varepsilon$  - модуль упругости материала резонатора для колебаний соответствующего типа (Па);  $\rho_q$  - плотность материала резонатора ( $kg/m^3$ );  $N$  - частотная константа. В частности, для АТ-среза кварца  $N = 1670$  Гц·м.

Эксперименты проводились на вакуумной технологической установке "Каштан [2]. В качестве рабочего газа использовался кислород. На рис. 1 представлена схема измерительного блока, включающего в себя кварцевый измеритель толщины (КИТ). При воздействии пучка частиц на установленные внутри помещенного в пучок зонда кварцевые датчики (рис. 2) изменяется масса электродного покрытия датчиков и, как следствие, изменяется частота собственных внутренних колебаний кварцевой пластины, что и является мерой толщины. В качестве датчиков использовались резонаторы АТ-среза частотой 5000.0 кГц с диаметром электродного покрытия Ag 5 мм. Изменение частоты кварцевых датчиков измерялось при помощи контроллера Inficon IQM-233 [2] (рис. 3).

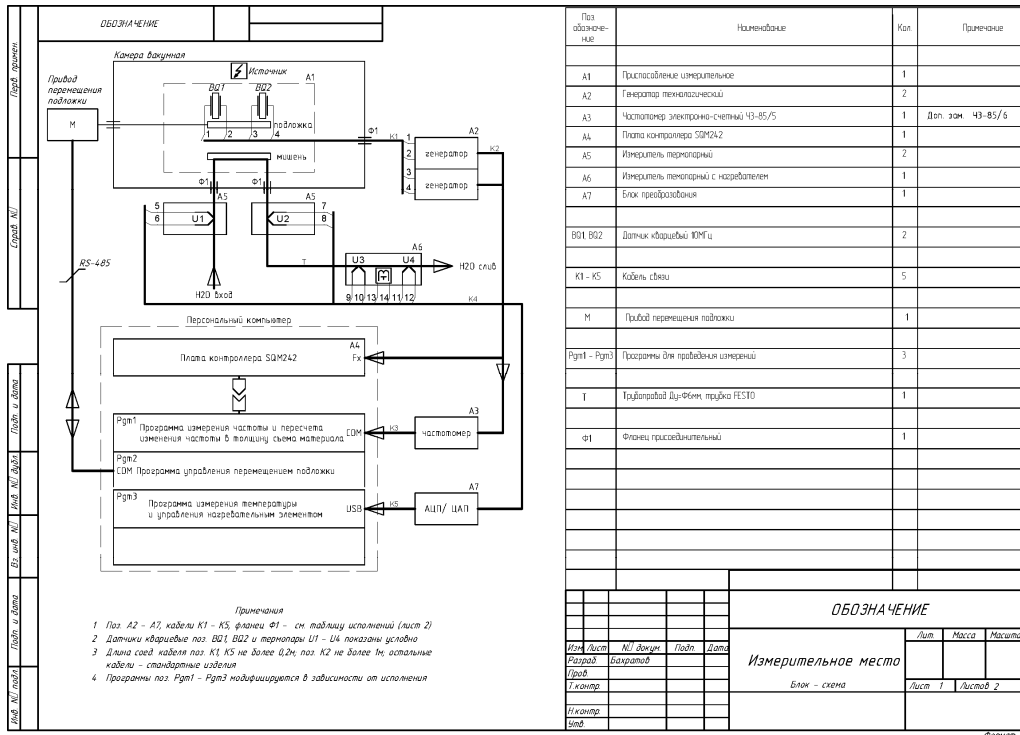
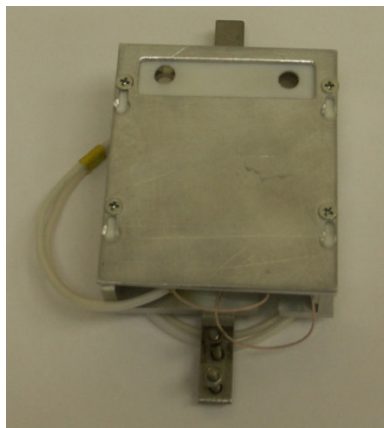
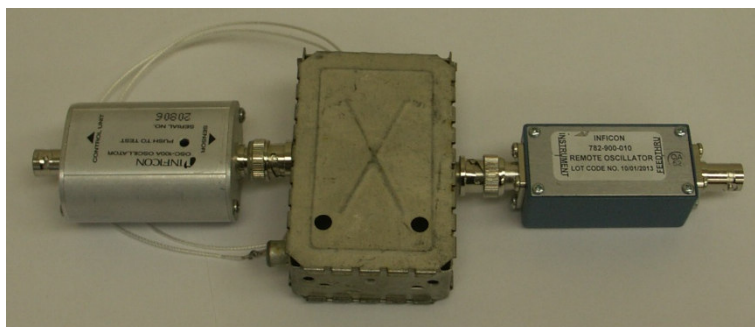


Рис. 1. Схема измерительного блока, содержащего кварцевый измеритель толщины.

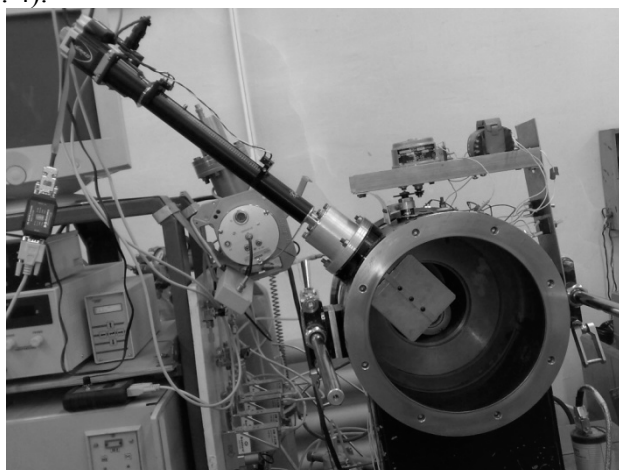


*Рис. 2. Фотография зонда со встроенными кварцевыми датчиками.*



*Рис. 3. Фотография блока контролеров Inficon IQM-233 с модулем согласования.*

Установка состоит из вакуумного откачного агрегата, рабочей вакуумной технологической камеры, стоек электропитания и управления и источника с ленточным пучком БНЧ «Нейтрал-Л» (рис. 4).

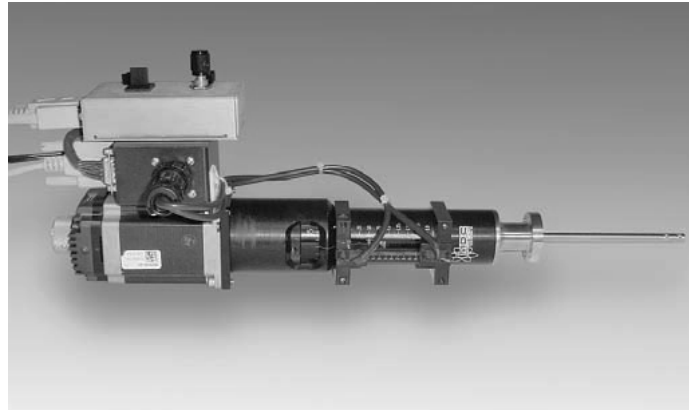


*Рис. 4. Вакуумная камера технологической установки, оснащенной источником быстрых нейтральных частиц «Нейтрал-Л» и подложкодержателем, соверщающим возвратно-поступательное движение в направлении перпендикулярном направлению пучка.*

Откачной агрегат обеспечивает безмасляную откачку рабочей камеры турбомолекулярным насосом с эффективной быстротой откачки 720 л/с в диапазоне давлений ( $2 \cdot 10^{-2}$ - $1.3 \cdot 10^{-4}$ ) Па.

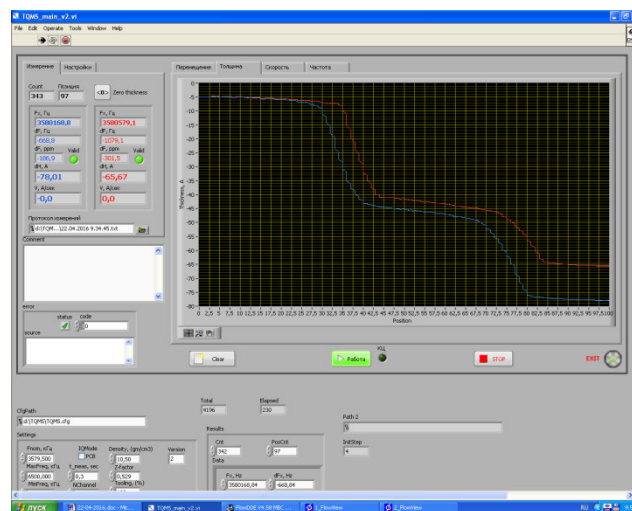
В технологическую камеру установки встроена система возвратно-поступательного перемещения подложкодержателя (рис. 5), выполненная на основе модифицированного высоковакуумного ввода типа ZBLM-275-8 SMMCS-MS и обеспечивающая линейное

перемещение подложкодержателя на 200 мм. Такой ввод применен на установке с целью повышения равномерности обработки подложек за счет возвратно-поступательного перемещения подложкодержателя, на котором располагается пьезокварцевый датчик.



*Рис. 5. Вакуумный ввод, обеспечивающий линейное возвратно-поступательное перемещение подложкодержателя на 200 мм перпендикулярно оси пучка.*

Данные об изменении частоты кварцевых резонаторов, скорости их перемещения и толщины удаленного слоя электродного покрытия, поступающие от контроллера, обрабатывались в программном модуле и визуализировались на экране монитора (рис. 6).

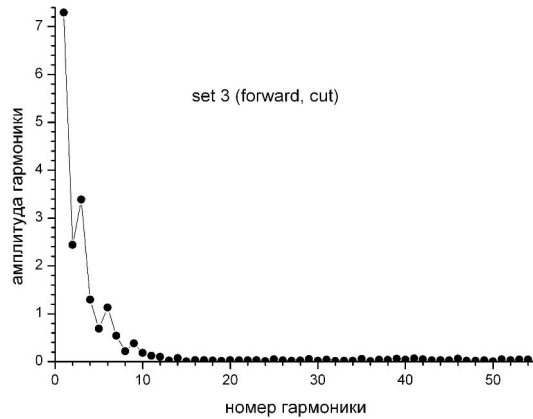


*Рис. 6. Изображение на экране монитора зависимости изменения толщины удаленного слоя двухканальной системы контроля на основе кварцевых резонаторов (1-ый канал – синий, 2-ой канал – красный). Параметры пучка: напряжение на разряде  $U_p = 1.4$  кВ, ток разряда  $I_p = 0.01$  А, поток газа  $5$  см<sup>3</sup>/мин, линейная скорость перемещения образца  $v = 1$  мм/с.*

Кварцевый измеритель толщины позволяет контролировать процесс травления материала пучком БНЧ с разрешением по толщине  $1 \text{ \AA}$ , по скорости изменения толщины - не менее  $0.2 \text{ \AA}/\text{сек}$ . Держатель с системой кварцевых датчиков перемещается перпендикулярно пучку БНЧ посредством устройства ввода возвратно-поступательного перемещения, выполненного на основе модифицированного высоковакуумного ввода типа ZBLM-275-8 SMMCS-MS. Информация об изменении частоты резонаторов и, соответственно, толщине удаленного слоя Ag резонатора регистрируется и далее обрабатывается программой, разработанной на основе изложенного ранее алгоритма обработки.

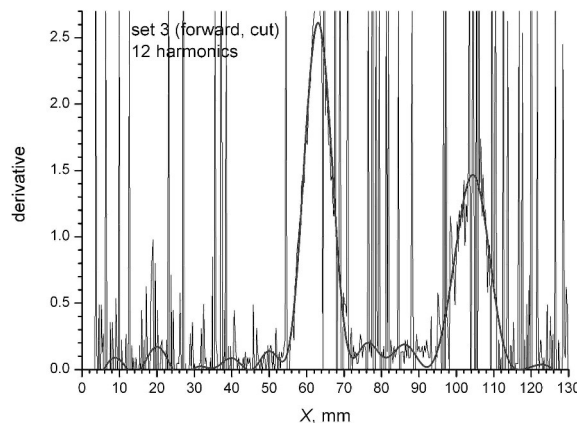
В качестве примера обработки результатов измерений рассмотрим данные, полученные во время прямого хода кварцевого датчика. На рис. 7 показан Фурье-спектр экспериментальных данных. Видно, что основной вклад в сигнал дают 10-12 первых гармоник,

тогда как амплитуды остальных гармоник пренебрежительно малы (заметим, что приблизительно такой же спектр был получен для набора экспериментальных данных, зарегистрированных при обратном ходе датчика). Таким образом, для воспроизведения только характерного поведения зависимости  $\Delta h$  от  $x$  достаточно ограничиться первыми 12-ю гармониками.



*Рис. 7. Фурье-спектр экспериментальных данных.*

На рис. 8 толстой линией показана зависимость производной  $-dh/dx$ , пропорциональной локальному значению потока БНЧ. Тонкая линия получена при дискретном дифференцировании исходных (несглаженных) данных. Видно, что максимумы потока от щелей источника пучков БНЧ хорошо идентифицируемы. Расстояние между положением максимумов соответствует конструктивному расстоянию между щелями. Исходные же данные совершенно непригодны для восстановления распределения плотности потока от поперечной координаты.



*Рис. 8. Распределение плотности потока БНЧ вдоль поперечной координаты (толстая линия).*

Видно, что предложенный метод позволяет получить пространственное распределение плотности потока пучка БНЧ. При этом ближайшей задачей является улучшение метода сглаживания экспериментальных данных. Создана экспериментальная система измерения пространственного распределения плотности потока пучков БНЧ, основанная на пьезокварцевом датчике. Программно реализован алгоритм обработки экспериментальных данных, основанный на фильтрации Фурье-спектра. Путем дифференцирования

отфильтрованных данных получены реалистические распределения плотности потока по координате перемещения датчика.

#### Литература

1. Spears R.A. "Gold film electrodes for high frequency quartz plates". Journal of the British Institution of Radio Engineers, 1946, Vol. 6, No. 2, pp. 50-59.
2. "Operation Manual. IQM-233 Thin Film Deposition Controller". Inficon, 2013.
3. Майшев Ю.П., Шевчук С.Л. "Установка для обработки материалов пучком быстрых нейтральных частиц". Труды ФТИАН, 2017, т. 26 (в печати).

### **Влияние легирования углеродного покрытия-ориентанта кремнием, молибденом и вольфрамом на антифрикционные свойства полиальфаолефинового масла ПАО-4**

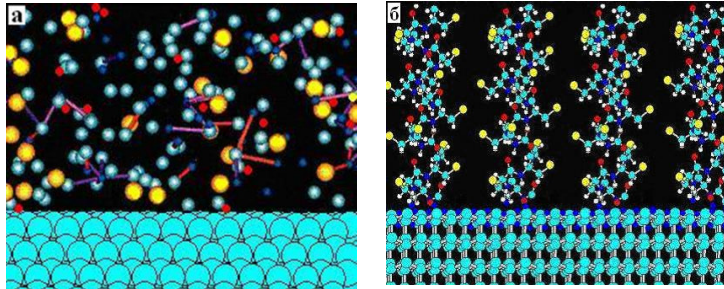
*Е.А. Митрофанов, С.Б. Симакин, \*А.Н.Большаков, \*И.А.Буяновский,  
\*\*В.Н.Матвеевко, \*\*В.А. Левченко  
Москва, ОАО «НИИВТ им. С.А. Векшинского»  
\*Москва, ИМАШ РАН, Малый Харитоньевский, 4  
\*\*Москва, Химфак МГУ имени Ломоносова  
E-mail:vladalev@yahoo.com*

*Экспериментально установлена возможность значительного повышения смазочной способности инактивного полиальфаолефинового масла ПАО-4 при нанесении на рабочие поверхности деталей узлов трения покрытий монокристаллическим углеродом. Показана также возможность управлять антифрикционными свойствами исследуемого масла путём легирования монокристаллического покрытия-ориентанта такими элементами, как вольфрам, молибден и кремний, а также введения в масло ПАО-4 поверхностно-активной и химически активной присадок.*

***Influence of alloying of a carbon coating-orientation silicon, molybdenum and tungsten on antifriction properties of the polyalphaolefin PAO-4 oil. E.A. Mitrofanov, S.B. Simakin, A. N. Bolshakov, I. A. Buyanovskii, V. N. Matveenko, V. A. Levchenko. The possibility of the substantial increase of lubricant ability of inactive polyalphaolefin PAO-4 oil was established experimentally when plotting on working surfaces of details of frictional units by monocrystalline carbon coatings. An opportunity to control antifriction properties of the researched oil is shown by alloying of a monocrystalline coating orientation with tungsten, molybdenum and silicon and by introductions of surface-active and chemically active additives to PAO-4 oil.***

Современные смазочные масла для обеспечения снижения энергетических потерь при эксплуатации узлов трения тяжелонагруженных объектов новой техники включают значительное число присадок, содержащих соединения серы, фосфора, хлора и т.д., которые дороги и во многих случаях неблагоприятно воздействуют на экологию. Борьба с этим явлением ведётся, главным образом, путём сокращения содержания в этих маслах химически активных присадок, включающих подобные вещества, или замена их на компоненты, представляющие меньшую опасность для экологии. Этот путь достаточно корректен, но не всегда эффективен. Авторы предлагают альтернативный путь обеспечения требуемого уровня антифрикционных свойств масел – нанести на рабочие поверхности контактирующих деталей узлов трения разработанные ранее углеродные покрытия-ориентанты, обеспечивающие требуемые смазочные свойства. Это позволит отказаться от дорогих и не всегда экологически

безопасных присадок (или, по крайней мере, уменьшить их содержание в смазочных маслах) путём использования известного явления: граничный слой повторяет ориентацию поверхности, на которой он образуется. Нанесение на поверхности трения тонкого (порядка 0,5 – 2,0 мкм) слоя монокристаллического углерода обеспечивает образование граничного слоя, обладающего высоким уровнем ориентации составляющих его молекул масла, который позволяет существенно расширить пределы работоспособности узлов трения по нагрузкам и температурам, а также при прочих равных условиях обеспечивает снижение трения и износа трущихся тел, как показано нами ранее [1, 2].



*Рис. 1. Конфигурация молекул инактивной смазочной среды у поверхности твёрдого тела: а – не обладающего свойствами ориентанта (аморфное покрытие); б – обладающего свойствами ориентанта (монокристаллическое углеродное покрытие).*

Аморфное покрытие не организует ориентированного граничного слоя (рис. 1,а) и молекулы масла легко выдавливаются из фрикционного контакта; монокристаллический углерод организует высокоупорядоченный слой молекул, имеющий гомеотропную ориентацию (рис.1,б), который надёжно разделяет трущиеся поверхности в достаточно широком интервале нагрузок и температур[3].

Целью настоящей работы является обеспечение оптимальной ориентации молекул смазочного масла в граничном слое, обеспечивая тем самым высокие противоизносные и антифрикционные характеристики смазываемому узлу трения, то есть, повышая его долговечность и снижая энергоёмкость, без введения в масло химически активных присадок, содержащих агрессивные элементы, либо ограничивая их содержание в масле. Оптимизацию ориентации граничного слоя достигалась путём изменения технологии получения монокристаллического покрытия и его состава и оценивали по изменению трибологических характеристик покрытий.

#### **Метод трибологических испытаний**

Исследование влияния покрытий на антифрикционные свойства смазочных сред проводили на разработанной в ИМАШ РАН модернизированной четырёхшариковой машине трения КТ-2 при схеме контакта шарик-три ролика, в которой зажатый в вертикальном шпинделе машины шар диаметром 12,7 мм при вращении под нагрузкой вытирает лунки на цилиндрических поверхностях трёх роликов диаметром 8 мм каждый, которые установлены в оправке треугольником симметрично вертикальной оси шпинделя (рис. 2).

На цилиндрические поверхности роликов наносят исследуемые покрытия. Поскольку исследование проводят в режиме граничной смазки, частота вращения шпинделя выбрана 1 мин<sup>-1</sup>. Для машины КТ-2 в качестве образцов применяют стандартные подшипниковые шары и ролики, поверхности которых имеют высокую однородность по твёрдости, по микроструктуре, и по чистоте обработки. Испытания проводят при нагрузке на шпиндель 110 Н (то есть реализация начального точечного контакта, которая выбрана исходя из соображений хорошей воспроизводимости и возможности сравнения с большим массивом литературных данных, выполненных по такой же или близким схемам трения [4-6]). Продолжительность испытаний при заданной нагрузке – 60 мин. (при испытаниях в смазочных средах) или 30 мин. (при испытаниях «всухую») Регистрируется величина момента трения, оцениваемая по деформации торсионного динамометра. Машины трения с начальным точечным контактом широко применяются при трибологических испытаниях.





Рис. 2. Узел трения машины КТ-2[6]:  
1 – шпиндель с установленным в нём шаром; 2 – масляная чаша; 3 – оправка с тремя роликами, установленными симметрично относительно оси шпинделя.

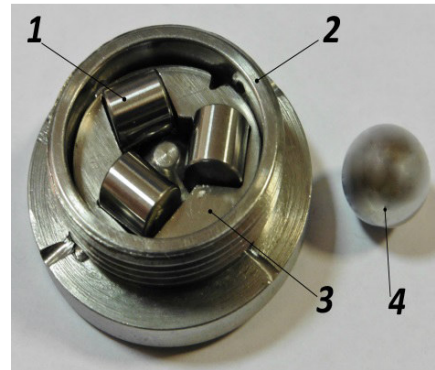


Рис. 3. Детали оправки (прижимная гайка снята):  
1- испытательный ролик;  
2 – корпус оправки;  
3 – сепаратор; 4 – шарик.

### Исследуемые материалы

Исследовали трибологические характеристики монокристаллического покрытия (МКУ), а также этого покрытия, легированного вольфрамом (МКУ-W), молибденом (МКУ-Mo) и кремнием (МКУ-Si), которые наносили на цилиндрические покрытия роликов диаметром 8 мм, при трении по ним шарика диаметром 12,7 мм из стали и керамики  $Si_3N_4$ . Для получения легированных наноструктурированных углеродных покрытий с монокристаллической структурой, использовался ранее усовершенствованный нами PVD метод осаждения, который претерпел ряд технологических изменений [7]. В качестве смазочных сред использовали полиальфаолефиновое масло ПАО-4 и это же масло с поверхностно-активной (олеиновая кислота ОК) и химически активной (диалкилдитиофосфат цинка ДФ-11) присадками. Экспериментально[6] установлено, что МКУ-покрытие даже в отсутствии смазочного материала резко снижает коэффициент трения по стали по сравнению с трением, стали по стали (рис. 4).

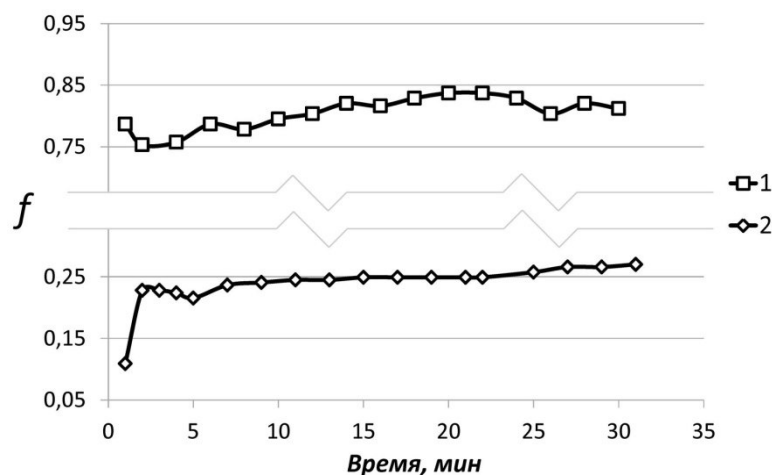


Рис. 4. Зависимость коэффициента трения  $f$  от продолжительности испытаний без смазочной среды: 1- пара сталь по стали, 2 – пара трения: сталь по МКУ-покрытию [6].

### Влияние смазочных сред и состава монокристаллического покрытия на антифрикционные свойства исследуемых смазочных сред.

Дальнейшие исследования показали, что монокристаллическое углеродное покрытие, как нелегированное, так и легированное вольфрамом, молибденом или кремнием, обеспечивает заметное снижение коэффициента трения в среде неактивного полиальфаолефинового масла



ПАО-4. Так, при трении стали по нелегированному покрытию коэффициент трения составил 0,16, по покрытию, легированному как вольфрамом, так и молибденом – 0,18, по покрытию, легированному молибденом – 0,18, в то время как коэффициент трения стали по стали в этой смазочной среде составляет 0,55. При трении по монокристаллическим покрытиям-ориентантам в присутствии смазочного материала, в который не включены серосодержащие продукты, хорошие антифрикционные свойства обеспечивают поверхностно-активные смазочные среды.

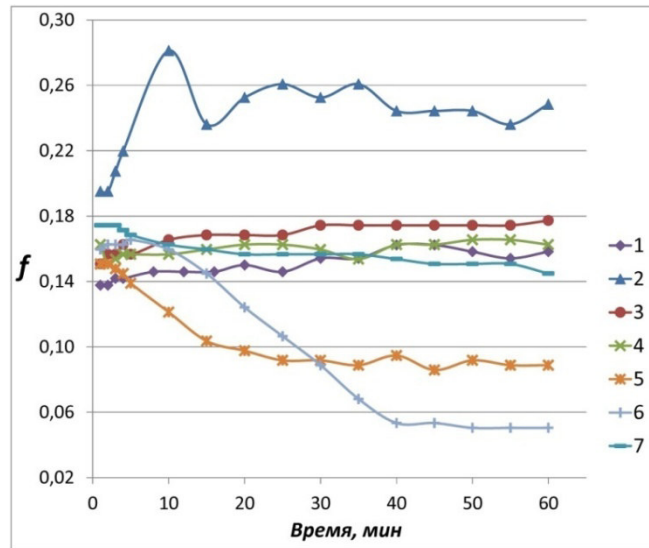


Рис. 5. Зависимости коэффициента трения от продолжительности испытаний для пар трения 1 – сталь-сталь при смазке ПАО-4+1%ОК; 2 – сталь-сталь при смазке ПАО-4+2%ДФ-11; 3 – сталь – МКУ-*W* при смазке ПАО-4; 4- Сталь – МКУ-*W* при смазке ПАО-4+1%ОК; 5 – сталь - МКУ-*W* при смазке ПАО-4+2%ДФ-11; 6 – Сталь-МКУ-Мо при смазке ПАО-4+2%ДФ-11; 7 – сталь – МКУ-Мо при смазке ПАО-4+1%ОК.

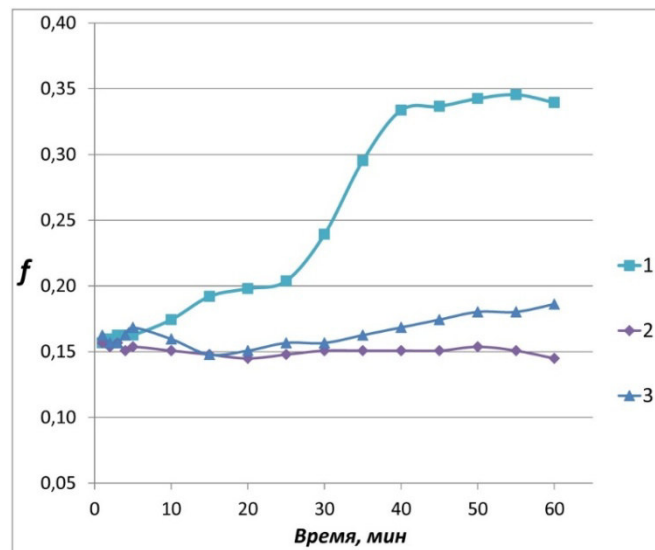


Рис. 6. Зависимости коэффициента трения от продолжительности испытаний пары трения стали по МКУ-покрытию, легированному кремнием, в среде масла ПАО-4 без присадок (1) и с присадками ОК (2) и ДФ-11 (3).

Так, в масле ПАО-4+1% олеиновой кислоты при трении стального шара по монокристаллическому углероду, как нелегированному, так и легированному соответственно вольфрамом, кремнием и молибденом, коэффициент трения составляет 0,15 – 0,16 (такой же,

как при трении стали по стали, то есть для антифрикционные эффекты от монокристаллического углерода и поверхностно-активной среды не суммируется) (рис. 5 и 6). В среде масла ПАО-4 с серосодержащей присадкой ДФ-11 при трении стального шара по монокристаллическому углероду, легированному вольфрамом или молибденом, коэффициенты трения составляли соответственно 0,09 и 0,05, что, по-видимому, объясняется образованием в процессе трения дисульфидов вольфрама и молибдена, смазочное действие которых хорошо известно (см. рис. 5).

Таблица. Результаты экспериментальной оценки трибологических характеристик трёх смазочных сред при трении стали по стали и по стали с покрытиями

Состав покрытий	Коэффициент трения/средний диаметр пятна износа, мм			
	безсмазки за 30 мин.	ПАОМ-4	ПАОМ-4 +1%ОК	ПАОМ-4+ 2% ДФ-11
нет	0,84/0,404	0,55/0,442	0,16/0,255	0,25/0,461
МКУ	0,25/0,275	0,24/0,298	0,15/0,271	0,16/0,275
МКУ-W	0,40/0,316	0,18/0,257	0,15/0,296	0,09/0,278
МКУ-Мо	0,72 /0,679	0,18 /0,330	0,15/0,307	0,05/0,304
МКУ- Si	0,77 /0,607	0,35 /0,342	0,15/0,297	0,18/0,303

**Обозначения:** ПАОМ-4 – полиальфаолефиновое масло ПАО-4; покрытие МКУ – покрытие монокристаллическим углеродом; ОК – олеиновая кислота; ДФ-11 – 50%-ный раствор диалкилдифитофосфата цинка в маловязком масле.  
**Примечание:** Продолжительность испытания в смазочной среде – 60 мин.

Результаты экспериментальной оценки трибологических характеристик трёх смазочных сред при трении стали по стали и по стали с покрытиями монокристаллическим углеродом приведены в сводной таблице. Как видно из таблицы, легирование исследуемого покрытия молибденом и кремнием приводит к повышению износа во всех трёх сравниваемых средах.

#### Литература

1. Буяновский И.А., Игнатъева З.В., Левченко В.А. и др. Ориентационная упорядоченность граничных слоёв и смазочная способность масел // Трение и износ, 2008, т. 29, № 4. С. 375-381.
2. Буяновский И.А., Левченко В.А., Большаков А.Н. и др. Влияние структуры и состава твёрдых углеродных покрытий стальных деталей на смазочную способность синтетического масла // Трение и износ, 2013, т. 34, № 5, с. 470-474.
3. Левченко В.А., Матвеев В.Н., Буяновский И.А. и др. К вопросу об эффективности углеродных покрытий-ориентантов для повышения смазочной способности масел. – В кн.: Методы упрочнения поверхностей деталей машин. - М.: КРАСАНД, 2008. – С. 219-235.
4. Большаков А.Н., Буяновский И.А., Игнатъева З.В. и др. Лабораторные трибологические испытания тонких углеродных покрытий в смазочных средах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2011 (77), № 11. С. 27-29.
5. Tribology of diamond-like films. Fundamentals and applications./Ed by C.Donet, A.Erdemir, - NY: Springer Sciences+Business Media, LLG, 2008, 662 p.
6. Буяновский И.А., Большаков А.Н., Самусенко В.Д., Левченко В.А. Методика трибологических исследований тонких твёрдых покрытий стальных деталей. - В кн.: Труды НИ РХТУ им. Д.И.Менделеева. Серия: Инженерная механика, материаловедение и надёжность оборудования Вып. № 11 (32) / ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И.Менделеева, Новомосковский институт (филиал). Новомосковск, 2016. – с. 3-6.
7. Левченко В.А., Буяновский И.А., Большаков А.Н., Митрофанов Е.А., Симакин С.Б., Матвеев В.Н. Синтез нанокomпозиционных покрытий, повышающих ресурс трибологических узлов машин и механизмов. "Вакуумная наука и техника" Материалы XXIII научно-технической конференции /под ред. С.Б. Нестерова – М.: НОБЕЛЛА 2016 - с. 192-194.

## Физические и физико-химические свойства металл-фуллереновых пленок, полученных вакуумными технологиями

Э.М. Шпилевский, С.А. Филатов, \*П. Тувшинтур, \*Г. Шилагард  
Институт тепло- и массообмена им. А.А. Лыкова НАН Беларуси, 220072, Минск,  
ул. П.Бровки, д.15, Беларусь, [eshpilevsky@rambler.ru](mailto:eshpilevsky@rambler.ru)  
\*Национальный университет Монголии, Улан-Батор, Монголия, [gshilagardi@yahoo.com](mailto:gshilagardi@yahoo.com)

Показано, что введение в пленки фуллеренов даже в небольших долях (до 1,0 мас.%) существенно (в некоторых случаях в разы) изменяет их физические и физико-химические свойства. Особо сильную зависимость испытывают трибологические, электрические и термоэлектрические свойства.

*Physical and physico-chemical properties of metal-fullerene films obtained by vacuum technology. E.M. Shpilevsky, P. Tuvshintur, G. Shilagardi, S.A. Filatov. It is shown that the introduction of fullerenes even in small proportions (up to 1.0 wt.%) significantly (in some cases by several times) alters their physical and physicochemical properties. Particularly strong effect is produced on tribological, electrical and thermoelectric properties.*

### Введение

Фуллерены являются уникальными углеродными наночастицами. С их открытием в конце прошлого века материаловеды получили принципиально новые инструменты для конструирования и управления свойствами материалов и структур [1-3].

Из всего семейства фуллеренов молекула  $C_{60}$  обладает наиболее высокой симметрией и наибольшей температурной устойчивостью. Атомы углерода в молекуле  $C_{60}$  размещаются на сферической поверхности в вершинах 20 неправильных гексагонов и 12 правильных пентагонов и связаны между собой ковалентной связью. Эта связь осуществляется обобществлением валентных электронов атомов. Валентные электроны каждого атома находятся в  $sp^2$ -гибридизованных состояниях, сходных с состояниями электронов в графите. Длина связи С-С в пентагоне составляет 1,43 Å, такая же длина стороны гексагона, являющейся общей для обеих фигур, но сторона, общая для двух гексагонов, имеет длину около 1,39 Å. Радиус молекулы  $C_{60}$  составляет 0,357 нм. [3].

Ранее [4], было установлено, что введение фуллеренов в металлическую матрицу приводит к ее структурированию и значительному повышению прочности материала, изменению других ее свойств. В настоящей работе исследовались физические и физико-химические свойства пленок разной толщины систем Al- $C_{60}$ , Cu- $C_{60}$  и Ti- $C_{60}$ .

### Особенности формирования металл-фуллереновых пленок разного состава

Пленки получали в вакууме на установке «ВУП-4» конденсацией совмещенных атомно-молекулярных потоков при давлении остаточных паров воздуха  $1 \cdot 10^{-4}$  Па. В качестве исходных материалов использовались особо чистые металлы (медь, алюминий, титан) и фуллеритовый порошок  $C_{60}$  чистоты 99,9 %, изготовленный по технологии, описанной в работе [5]. Поскольку фуллерены начинают сублимировать при температурах менее 700 К, а температура испарения металлов значительно выше, то для получения металл-фуллереновых плёнок использовались два испарителя (отдельно для металла и фуллеренов). Разогрев испарителей обеспечивался пропусканием электрического тока. В качестве испарителей для металлов использовались молибденовые лодочки, для  $C_{60}$  — танталовые. Подложками служили оксидированный кремний и ситал.

Получение пленок с различным содержанием фуллеренов обеспечивалось варьированием плотностями атомно-кластерных потоков компонентов, что в свою очередь достигалось регулированием температуры испарителей и изменением их расположения относительно подложки. Необходимая концентрация фуллеренов в плёнке обеспечивалась поддержанием определенного соотношения скоростей поступления фуллерена и металла.

Плотности потока молекул фуллерена и атомов металлов определялись с помощью экспериментально построенных номограмм температурной зависимости скоростей испарения металлов и фуллеренов.

Реальная концентрация фуллеренов в металл - фуллереновых пленках определялась методом рентгеновского микроанализа по интенсивности характеристического рентгеновского излучения атомов металлов в пленках заданной толщины. Фазовый состав пленок контролировался на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-3.0» в медном  $K_{\alpha}$ -излучении. Структура пленок исследовалась с помощью атомного силового микроскопа и растрового электронного микроскопа LEO 1420VP. Измерение электрических и термоэлектрических характеристик производилось четырех-зондовым методом. Износ при трении рассчитывался по глубине канавки трения, измеренной интерферометрическим методом (интерферометр Линники МИИ-4).

На структуру конденсированных в вакууме на подложке из совмещенного атомно-молекулярного потока металл-фуллереновых пленок влияют как концентрация компонентов, так и технологические параметры (температура подложки, плотность потоков и энергия поступающих на подложку атомов и молекул). Размер и форма зерен пленочных сплавов зависят от типа металла, концентрации компонентов и температуры подложки и толщины пленок. На рис. 1. показаны зависимости размера зерен композиционных пленок Al- $C_{60}$  и Cu- $C_{60}$ .

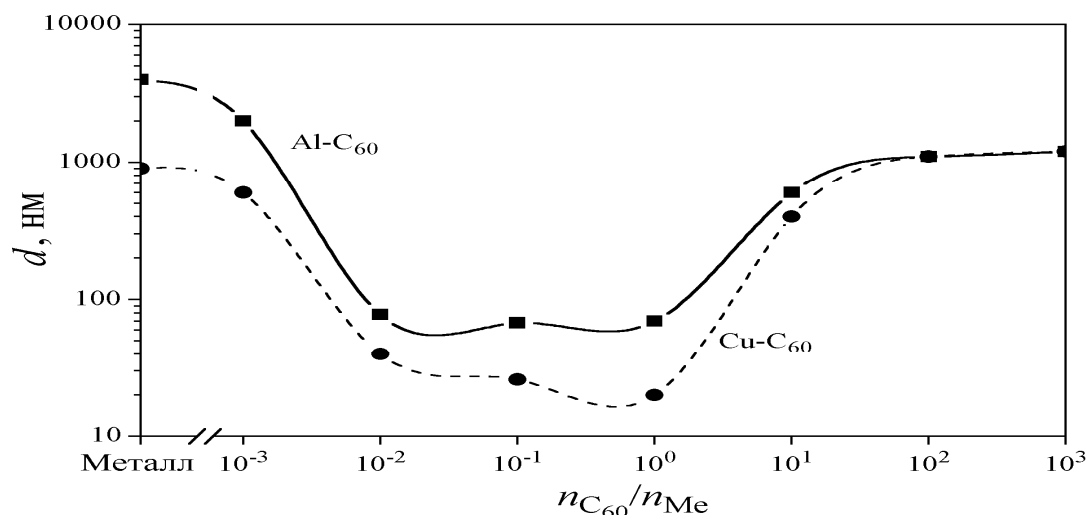


Рис.1. Зависимость среднего размера зёрен металл-фуллереновых плёнок от количества молекул фуллерена, приходящихся на 1 атом металла (толщина 100 нм).

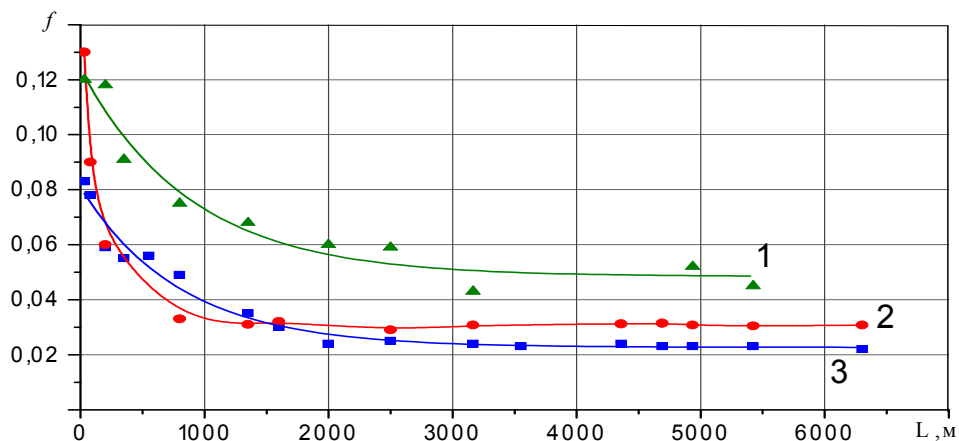
Для системы Al- $C_{60}$  зерна преимущественно имеют вид пирамид, для системы Cu- $C_{60}$  - вытянутых куполов, а для системы Ti- $C_{60}$  - полусфер. Их линейные размеры составляют 30...3000 нм.

Выявленная зависимость среднего размера зёрен металл-фуллереновых плёнок от состава компонентов (количества молекул фуллерена, приходящихся на 1 атом металла) объясняется следующим: имея меньшую подвижность на поверхности подложки фуллерены ограничивают длину диффузионных прыжков, тем самым выступая центрами кристаллизации для металлических атомов, кроме того, в совмещённом потоке атомы металла и молекулы  $C_{60}$  могут создавать устойчивые образования в пространстве на подлёте к подложке.

### Трибологические свойства металл-фуллереновых пленок

Экспериментально установлено, что коэффициент трения и износостойкость металл-фуллереновых пленок от типа металла, концентрации компонентов и температуры подложки и толщины пленок. Однако наиболее сильное изменение придает наличие молекул фуллеренов. При этом наибольший эффект достигается небольших долях (до 1,0 мас.%  $C_{60}$ ). Рис. 2 иллюстрирует зависимости коэффициента трения от продолжительности испытаний

трибопары (от пути трения) пленка Ti-C<sub>60</sub>-титан.

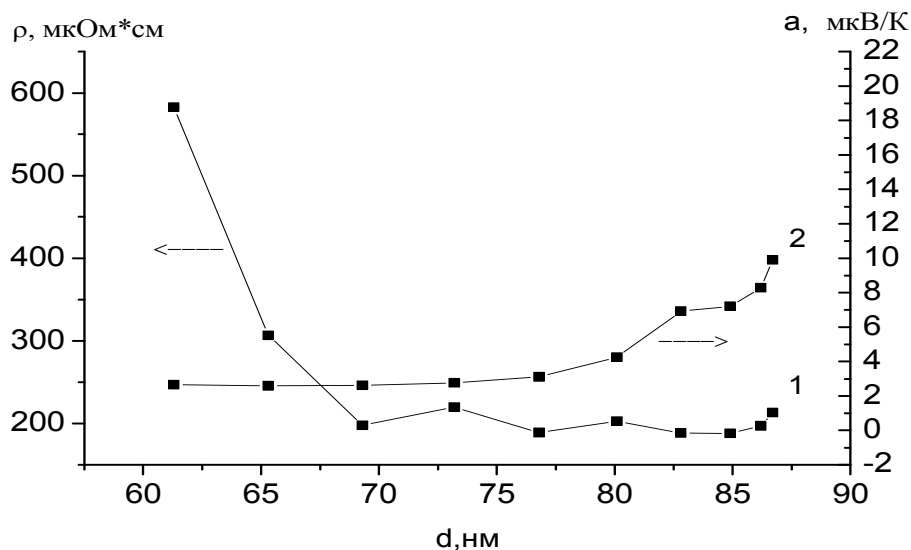


*Рис. 2. Зависимость коэффициента трения пары пленка Ti-C<sub>60</sub>-титан от пути трения:  
1 – Ti:C<sub>60</sub>= 20; 2 – Ti:C<sub>60</sub>= 120; 3– Ti:C<sub>60</sub>=260.*

Анализ данных показывает, что для значений износостойкости композиционных пленок имеют аналогичные зависимости.

#### **Электрические и термоэлектрические свойства металл-фуллереновых пленок**

Установлено, что удельное электрическое сопротивление и термоэдс плёнок Me-C<sub>60</sub> изменяется в широких пределах в зависимости от долевого состава компонентов и толщины слоев. Показано, что для металл-фуллереновых пленок характерно с возрастанием толщины удельное электросопротивление уменьшается, а термоэдс возрастает. Изменение удельного сопротивления и термоэдс от толщины для Ti/C<sub>60</sub>=120, показано на рис.3

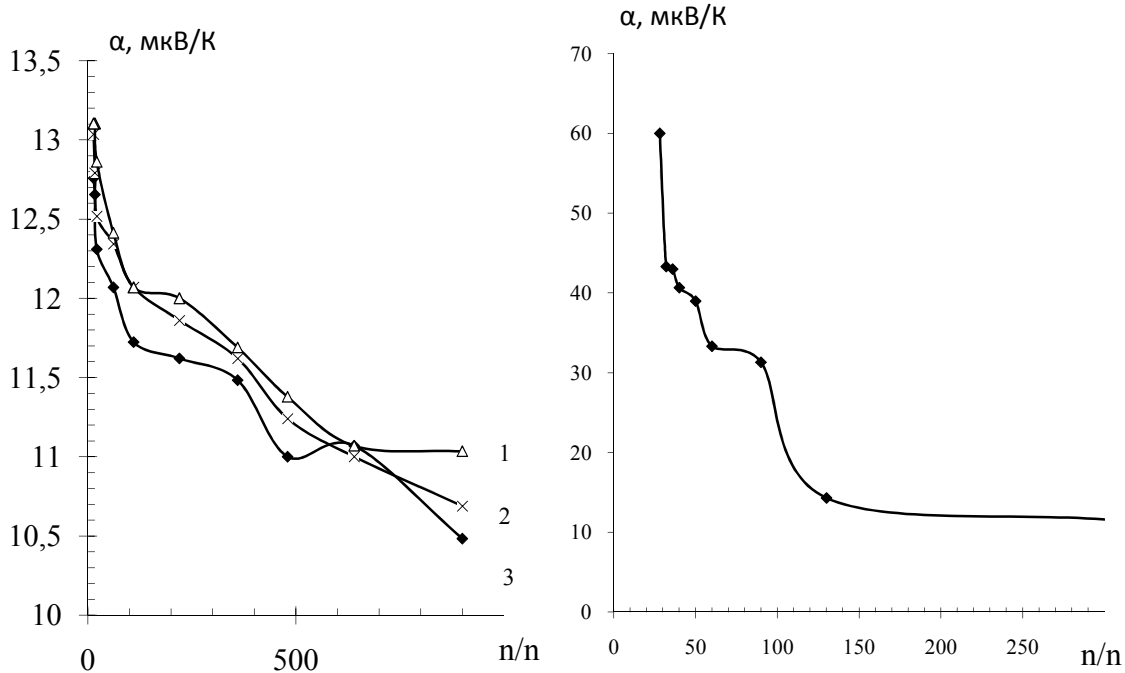


*Рис. 3. Зависимость удельного сопротивления (1) и термоэдс (2) от толщины для плёнок с долевым составом C<sub>60</sub>:Ti=120.*

Толщинные зависимости удельного электросопротивления и термоэдс проявляются для малых (до 70-80 нм. для удельного электросопротивления и 100-150 нм для термоэдс) толщин. Однако наиболее сильное изменение как удельного электросопротивления так и термоэдс обеспечивается наличием молекул и кластеров фуллерена. Удельное электросопротивление

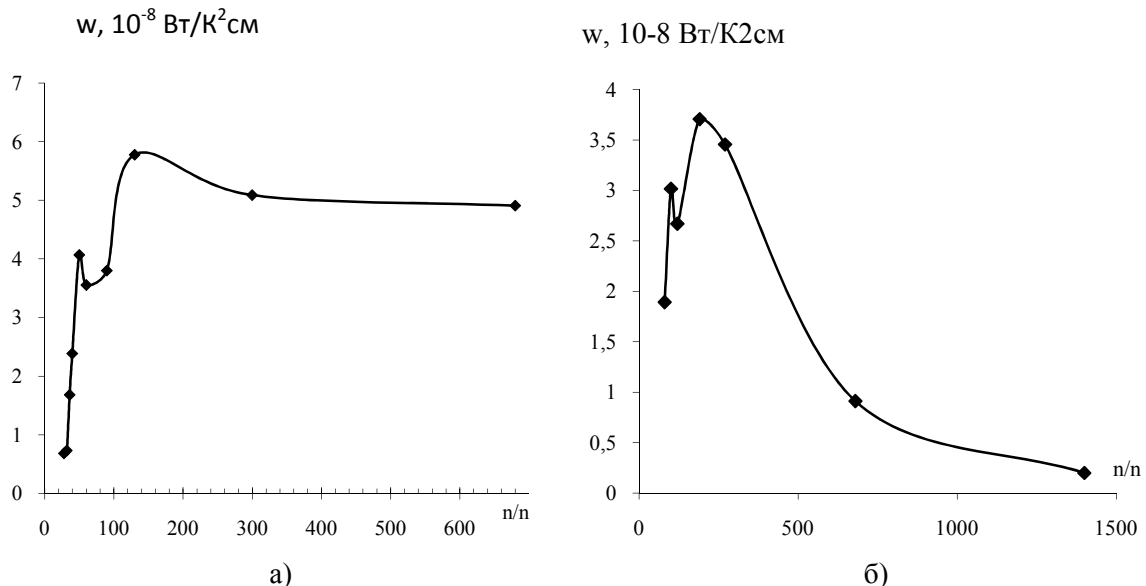
металл-фуллереновых пленок от концентрации фуллеренов изменяется на 14-15 порядков (от  $10^{-6}$  до  $10^{+9}$ ).

Зависимость термоэдс от долевого соотношения n/n для плёнок Ti/C<sub>60</sub> приведены на рис. 4.



*Рис. 4. Зависимость термоэдс от долевого отношения Ti/C<sub>60</sub> с различным толщинами  
1)  $d=150$  нм., 2).  $d=110$  нм., 3).  $d=86$  нм.*

Зависимость термоэлектрической эффективности от долевого соотношения атомов металла и молекул фуллерена C<sub>60</sub> в пленках системы Ti-C<sub>60</sub> приведена на рис. 5.



*Рис.5. Зависимость термоэлектрической эффективности плёнок Ti-C<sub>60</sub> от долевого состава компонентов (толщины : а).  $d_{cp} = 50$  нм.,  $d_{cp} = 110$  нм).*

При совместной конденсации металлов и фуллеренов образуются гетерогенные структуры, состоящие из фаз: металлической, фуллеритовой, твёрдых растворов атомов металла в фуллерите и молекул фуллерена в кристаллическом или аморфном состояниях.

Обладая широким спектром значений удельного электрического сопротивления сплавы Me-C<sub>60</sub> интересны как электротехнические материалы.

Для металлов имеется соответствие между удельным сопротивлением  $\rho$  и термоэдс  $\alpha$  равное  $\rho/\alpha = \text{const}$ . Полученные зависимости показывают, что это соотношение для плёнок Me-C<sub>60</sub> не выполняется, а имеет сложный характер.

С увеличением доли металла наблюдается рост термоэдс в несколько раз (в 5 раз для плёнок Ti-C<sub>60</sub>). Значение термоэдс плёнок Ti-C<sub>60</sub> может достигать 60 мкВ/К. Однако использование этого эффекта затруднено из-за малой термоэлектрической эффективности  $w = \alpha^2/\rho$ . Для зависимостей термоэлектрической эффективности от долевого состава имеется максимум соответствующий долевному отношению Me-C<sub>60</sub>  $n_{\text{Me}}/n_{\text{C}_{60}} \approx 120$ .

Уникальные свойства углеродных наночастиц и материалов их содержащие указывают на перспективы использования этих материалов в качестве покрытий в машиностроении, оптоэлектронике, биомедицине, авиационной, в других областях хозяйственной деятельности [6].

### **Заключение**

Добавление молекул C<sub>60</sub> в металлические пленки существенно уменьшает размер структурных элементов до нанометровых, что может быть использовано для получения наноструктурных материалов.

Показано, что введение фуллеренов даже в небольших долях (до 1,0 мас.%) существенно (в некоторых случаях в разы) изменяют их физические и физико-химические свойства. Особо сильную зависимость испытывают трибологические, электрические и термоэлектрические свойства.

Авторы благодарят за финансовую поддержку Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований (Проект T15MH-001)

### **Литература**

1. Шпилевский М.Э., Шпилевский Э.М., Стельмах В.Ф. Фуллерены и фуллереноподобные структуры – основа перспективных материалов // ИФЖ. 2001. № 6. С. 106–112.
2. Витязь П.А., Свидуневич Н.А. Основы нанотехнологий и наноматериалов. Мн.: Выш. шк., 2010. – 302 с.
3. Сидоров Л.Н., Юровская М.А. Фуллерены. М.: МГУ 2004. – 688 с.
4. Shpilevsky E.M., Zhdanok S.A., Schur D.V. Containing carbon nanoparticles materials in hydrogen energy. Hydrogen Carbon Nanomaterials in clean Energy Hydrogen Systems- II. Dordrecht: SpringerScience, 2011. P. 23-39.
5. Патент РБ, МПК 6 В 01J 19/00. Устройство для получения фуллеренов. С. В. Адашкевич, А. С. Дрозд, Э. М. Шпилевский и др.
6. Витязь, П.А. Фуллерены в матрицах различных веществ // Витязь П.А., Шпилевский Э.М. ИФЖ. -2012.-Т.85, №4. С. 718-724.



### СЕКЦИЯ 3 НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ

#### Осаждение пленок полимера на поверхности полипропиленовой трековой мембраны, полученных полимеризацией гексаметилдисилазана в плазме

*Л.И. Кравец, В.Ф. Загоненко, Н.Е. Лизунов, \*V. Satulu, \*B. Mitu, \*G. Dinescu*  
Дубна, ОИЯИ, ул. Жолио-Кюри, 6;  
\*Bucharest, NILPRP, Atomistilor Str., 111  
E-mail: [kravets@jinr.ru](mailto:kravets@jinr.ru)

*Исследованы морфология поверхности и структурные характеристики композитных мембран, образующихся при осаждении на поверхности полипропиленовой трековой мембраны слоя полимера, полученного полимеризацией гексаметилдисилазана в плазме.*

*Deposition of polymer films on the surface of polypropylene track membrane by plasma polymerization of hexamethyldisilazane. L.I. Kravets, V.F. Zagonenko, N.E. Lizunov, V. Satulu, B. Mitu, G. Dinescu. The morphology of surface and structural characteristics of polypropylene track membranes with a polymer layer obtained by plasma polymerization of hexamethyldisilazane has been studied.*

Изучению свойств композитных мембран, в частности, бислойных мембран, особенностью строения которых является наличие двух слоев с различными по химической структуре и свойствам функциональными группами, в последнее время уделяется значительное внимание. Это обусловлено широким распространением таких систем. Так, к бислойным мембранам относятся биологические мембраны, мембраны с модифицированной поверхностью, ионитовые мембраны, состоящие из двух катионитовых или двух анионитовых слоев различной природы, а также биполярные мембраны. Главной отличительной особенностью бислойных мембран является анизотропия их структуры и физико-химических свойств, что приводит к эффектам асимметрии транспортных свойств. Так, в работах [1, 2] наблюдали появление асимметрии проводимости у композитных мембран, образующихся при нанесении на одну из сторон трековых мембран из полиэтилентерефталата (ПЭТФ ТМ) наноразмерных полимерных пленок, синтезированных в плазме пиррола и тиофена. Обработка мембран в плазме указанных соединений приводила к образованию композитных мембран, особенностью строения которых является наличие двух слоев с противоположно заряженными функциональными группами. Если исходная трековая мембрана из ПЭТФ характеризуется присутствием на поверхности катионообменных карбоксильных групп, тогда как в слое, синтезированном путем полимеризации пиррола в плазме, присутствуют анионообменные азотсодержащие группы [1], то в слое, синтезированном на основе тиофена – серосодержащие группы [2]. Именно наличие функциональных групп как на поверхности исходной мембраны, так и на поверхности слоя полимера, осажденного в плазме, определяющих появление электрического заряда на них в растворах электролитов, приводит к появлению асимметрии проводимости.

Вместе с тем, большой интерес представляет разработка методов создания двухслойных композитных мембран, в которых хотя бы один из слоев или оба слоя имеют гидрофобную природу, а также изучение свойств таких систем. В данной работе исследованы свойства двухслойных композитных мембран, полученных нанесением слоя полимера, образующегося в плазме гексаметилдисилазана (ГМДСЗ), на поверхность полипропиленовой трековой мембраны (ПП ТМ), имеющей гидрофобные свойства. Гексаметилдисилазан был выбран в качестве мономера в связи с возможностью получения полимерного покрытия, обладающего гидрофобными свойствами.

В экспериментах использовали ПП ТМ с эффективным диаметром пор 300 нм, полученную на основе ПП-пленки Toyoufan T2372 производства фирмы “Тогау” (Япония) с номинальной толщиной 10.0 мкм. Для получения мембраны ПП-пленку облучали ускоренными на циклотроне ионами ксенона (с энергией ~1 МэВ/нуклон), флюенс ионов составлял  $10^8$  см<sup>-2</sup>. Химическое травление облученной пленки для получения сквозных пор производили при температуре 80° С в водном растворе хромового ангидрида с концентрацией 1000 г/л по методике [3]. Обработку образцов мембран в плазме ГМДСЗ проводили на плазмохимической установке, осуществляющей ВЧ-разряд с частотой 13.56 МГц, при давлении паров мономера 0.7 Па и мощности разряда 100 Вт. В качестве газа носителя использовали аргон. Воздействию плазмы подвергали одну сторону мембран. Время воздействия плазмы варьировали.

Топографию поверхности мембран изучали с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRA Spectra (NT-MDT, Россия). Сканирование проводили в бесконтактном режиме с использованием кремниевого кантилевера NSG10. Поле сканирования составляло 5×5 мкм<sup>2</sup> с разрешением в 256×256 линий на изображение. Основным определяемым параметром являлась шероховатость поверхности (среднеквадратичное отклонение профиля поверхности  $R_{ms}$ ), рассчитываемое по всем точкам скана. Для каждого образца были получены сканы поверхности в пяти различных точках, после чего значение величины  $R_{ms}$  усредняли. Определение диаметра пор на поверхности мембран проводили с помощью растрового электронного микроскопа высокого разрешения “НИТАСНІ” SU-8020 (Япония). Перед просмотром на образцы напыляли в вакууме тонкий слой золота. Структурные характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда методик, подробно описанных в [1, 2].

Таблица 1. Изменение характеристик ПП ТМ в процессе обработки в плазме

Параметры	Исходная ПП ТМ	Время обработки в плазме, мин			
		5	10	20	30
Увеличение массы образца, %	—	2.5	4.4	10.0	13.5
Толщина осажденного слоя полимера, нм	—	150	300	600	900
Поток воздуха при $\Delta P = 10^4$ Па, мл/мин·см <sup>2</sup>	280	255	240	195	15
Эффективный диаметр пор, нм	300	295	290	275	130
Краевой угол смачивания, град	120	100	98	97	96

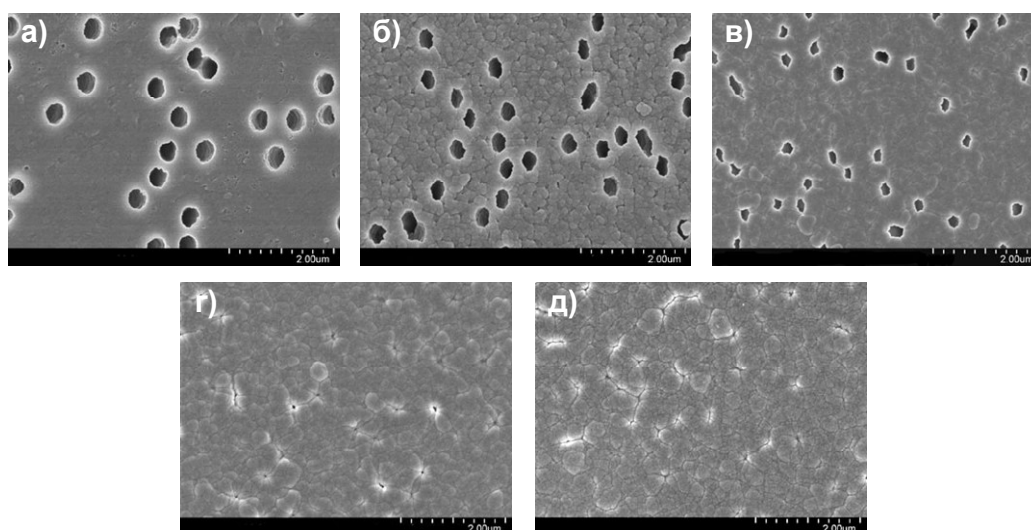


Рис. 1. Электронные микрофотографии поверхности исходной ПП ТМ (а) и образцов мембран с осажденным слоем ППГМДСЗ толщиной 150 (б), 300 (в), 600 (г) и 900 нм (д).

Исследование процесса модифицирования ПП ТМ в плазме гексаметилдисилазана показывает, что с ростом времени обработки наблюдается прирост массы образца, связанный с осаждением полимера, полученного полимеризацией ГМДСЗ (ППГМДСЗ). При этом толщина мембраны увеличивается, а эффективный диаметр пор уменьшается (табл. 1). Электронно-микроскопическое исследование модифицированных мембран (рис. 1) показывает, что у мембран с осажденным слоем ППГМДСЗ толщиной 150 нм (время обработки в плазме 5 мин) наблюдается лишь незначительное уменьшение диаметра пор на поверхности. Поры мембран в этом случае открыты (рис. 1б). По мере увеличения толщины слоя ППГМДСЗ происходит уменьшение диаметра пор на поверхности. Так, для мембраны с толщиной осажденного слоя 300 нм (время обработки в плазме 10 мин) уменьшение диаметра пор более существенное (рис. 1в). Однако в обоих случаях уменьшение эффективного диаметра пор композитных мембран сравнительно невелико (табл. 1). Для мембраны, обработанной в течение 20 мин, толщина осажденного слоя полимера равна 600 нм. Исследование сформированной в этом процессе композитной мембраны с помощью электронной микроскопии показывает, что на ее поверхности образуется слой полимера, который практически полностью закрывает поры (рис. 1г). Это вызывает более значительное уменьшение величины газопроницаемости (табл. 1). Дальнейшее увеличение длительности воздействия плазмы до 30 мин приводит к осаждению слоя полимера толщиной 900 нм. Осаждение слоя полимера такой толщины ведет к полному закрытию пор на поверхности мембраны (рис. 1д), газопроницаемость которой уменьшается при этом более чем в 15 раз. Проведенные расчеты показывают, что эффективный диаметр пор в этом случае существенно уменьшается (табл. 1). Это означает, что диаметр пор в осажденном слое полимера намного меньше диаметра пор исходной мембраны и составляет, по-видимому, всего несколько единиц нм. Из данных электронной микроскопии также следует, что диаметр пор на обратной стороне композитных мембран остается неизменным. Это свидетельствует о том, что осаждения полимера на поверхности части канала пор не происходит. Нанесение на поверхность ПП ТМ слоя ППГМДСЗ методом плазмохимической полимеризации приводит, таким образом, к формированию композитных мембран, имеющих асимметричную (коническую) форму пор – диаметр пор на необработанной стороне мембраны не изменяется, а на модифицированной стороне происходит его существенное уменьшение. Этот результат коррелирует с данными, полученными нами при исследовании модифицирования ПЭТФ ТМ методом полимеризации в плазме [1, 2].

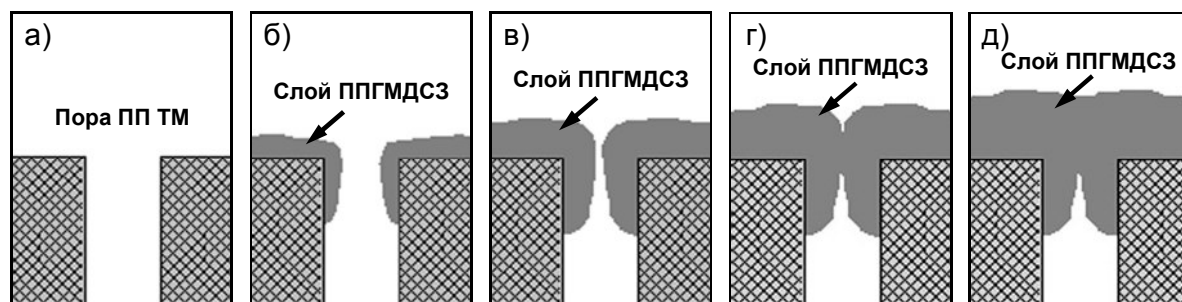


Рис. 2. Схематическое представление пор исходной ПП ТМ (а) и образцов мембран, обработанных в плазме ГМДСЗ в течение 5 (б), 10 (в), 20 (г) и 30 мин (д).

Из данных электронной микроскопии, представленных на рисунке 1, можно видеть, что полимерная пленка, образованная в плазме, увеличиваясь в толщине сравнительно быстро закрывает поры на поверхности исходной мембраны. Однако из этих данных трудно определить, как полимер, образованный в плазме, распределяется внутри пор мембраны. Также трудно определить геометрию пор в слое полимера, осажденного на мембранной поверхности. Мы можем только предполагать, как эти процессы происходят на самом деле. Дальнейшие исследования смогут давать более полную информацию. Здесь же мы бы хотели привести схематическое представление процесса заполнения пор трековой мембраны полимером, образованным полимеризацией ГМДСЗ в плазме. Мы полагаем, что полимер осаждается в каналах пор на некоторой глубине от входа, но это невозможно видеть на электронных микрофотографиях мембран. При обработке в течение короткого времени (5 мин) наблюдается

формирование тонкой пленки полимера на поверхности исходной мембраны и внутренней поверхности пор на некоторой глубине от входа, что приводит к некоторому сужению канала пор у входа (рис. 2б). Увеличение времени обработки (10 мин) ведет к возрастанию толщины пленки на поверхности ПП ТМ и внутри ее пор. Это вызывает дальнейшее уменьшение диаметра пор в осажденном слое полимера (рис. 2в). При более длительном времени обработки (20 мин) толщина слоя ППГМДСЗ на поверхности мембраны возрастает, что, по-видимому, приводит к закрытию каналов пор в осажденном слое полимера (рис. 2г). При дальнейшем увеличении времени обработки (30 мин) происходит сглаживание поверхности осажденного слоя полимера. Поверхность мембраны становится более ровной (рис. 2д).

Исследование топографии поверхности модифицированных мембран с помощью АСМ (рис. 3) подтверждает вывод о том, что в процессе осаждения покрытия на поверхности ПП ТМ происходит сглаживание неровностей ее поверхности. Проведенные исследования показывают, что для исходной мембраны среднеквадратичное отклонение профиля поверхности  $R_{ms}$ , рассчитанное по всем точкам скана площадью  $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ , равно 34.7 нм. Относительно высокое значение этой величины обусловлено как наличием пор на мембранной поверхности, так и способом изготовления трековой мембраны, включающем химическое травление в среде сильного окислителя. Причем наличие пор оказывает более заметное влияние на величину шероховатости. На это указывает определение таких параметров, как средней высоты пика шероховатости  $R_{pm}$  и средней глубины впадины шероховатости  $R_{vm}$  срединной линии профиля поверхности. Оценка данных параметров для исходной мембраны приводит к следующим результатам. Величина средней глубины впадины шероховатости составляет 25.4 нм в то время как значение средней высоты пика равно 18.9 нм, что несколько ниже (рис. 5). Чтобы избежать влияния пор при определении поверхностной шероховатости, для исследований были обработаны сканы меньшей площади ( $1 \times 1 \text{ мкм}^2$ ), не содержащие пор. Для исходной ПП ТМ величина  $R_{ms}$  в этом случае составляет 12.4 нм, что значительно меньше при выборе поля сканирования большей величины.

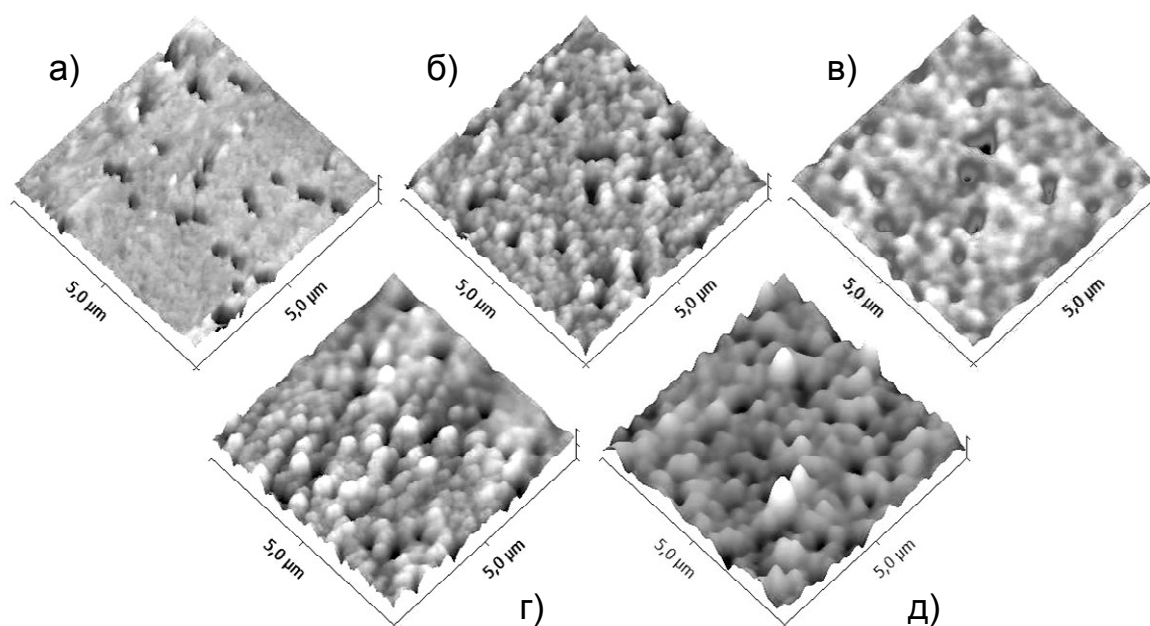


Рис. 3. Трехмерное АСМ-изображение поверхности исходной ПП ТМ (а) и образцов мембран с осажденным слоем ППГМДСЗ толщиной 150 (б), 300 (в), 600 (г) и 900 нм (д).

Осаждение пленки полимера, синтезированного в плазме ГМДСЗ, на поверхности ПП ТМ приводит к изменению ее поверхностной шероховатости. Для типичной площади сканирования  $5 \times 5 \text{ мкм}^2$  величина  $R_{ms}$  модифицированных образцов мембран (рис. 3б-д), рассчитанная по всем точкам скана, заметно уменьшается при увеличении времени осаждения (рис. 4, кривая 1). Данный результат объясняется формированием слоя полимера в каналах пор на некоторой глубине от входа и перекрытием пор на поверхности мембран. В то же время

осаждение пленки ППГМДСЗ на беспоровой поверхности ПП ТМ приводит к менее заметным изменениям величины  $R_{ms}$  (рис. 4, кривая 2). Так, например, осаждение пленки толщиной 150 нм вызывает более заметное изменение шероховатости при выборе поля сканирования большей величины. Величина  $R_{ms}$  в этом случае уменьшается до 21.9 нм, тогда как на беспоровой поверхности среднее квадратичное отклонение профиля поверхности уменьшается всего на 1 нм. Уменьшение величины  $R_{ms}$  на беспоровой поверхности в процессе осаждения свидетельствует о том, что пленка ППГМДСЗ имеет более гладкую поверхность по сравнению с поверхностью исходной ПП ТМ и величина ее поверхностной шероховатости мало зависит от продолжительности процесса осаждения. Об этом же свидетельствуют данные измерения параметров шероховатости поверхности мембран. Можно видеть (рис. 5), что значения величин  $R_{pm}$  и  $R_{vm}$  срединной линии профиля поверхности для модифицированных в плазме мембран уменьшаются при увеличении времени обработки.

Сравнение контактных свойств исходной и модифицированных мембран показывает, что осаждение на поверхности ПП ТМ пленки ППГМДСЗ приводит к получению композитных мембран, оба слоя которых имеют гидрофобную природу. Действительно, исходная ПП ТМ характеризуется величиной краевого угла смачивания ( $\theta$ ), равной  $120^\circ$ . Следует заметить, что данное значение было рассчитано по уравнению Юнга, применяемого для идеально гладкой и химически инертной поверхности по отношению к жидкости (вода), используемой для измерений. При выраженной шероховатости или пористости твердой поверхности наблюдаемый краевой угол не является истинным углом, характеризующим адгезию между твердым телом и жидкостью. Этот угол является кажущимся краевым углом. Шероховатость или пористость твердой поверхности увеличивает кажущийся краевой угол по сравнению с истинным, если последний превышает  $90^\circ$ . В противном случае кажущийся краевой угол становится меньше истинного [4]. Для исходной мембраны мы имеем пористую поверхность со значительной величиной шероховатости. Это означает, что истинное значение краевого угла смачивания для ПП ТМ несколько отличается от приведенного выше. Для ПП-пленки, используемой для изготовления мембраны,  $\theta = 97^\circ$ . Именно наличие пор и шероховатость поверхности исходной ПП ТМ приводит к повышению краевого угла смачивания до  $120^\circ$ . Для композитных мембран со слоем ППГМДСЗ величина  $\theta$  в среднем составляет  $98^\circ$ .

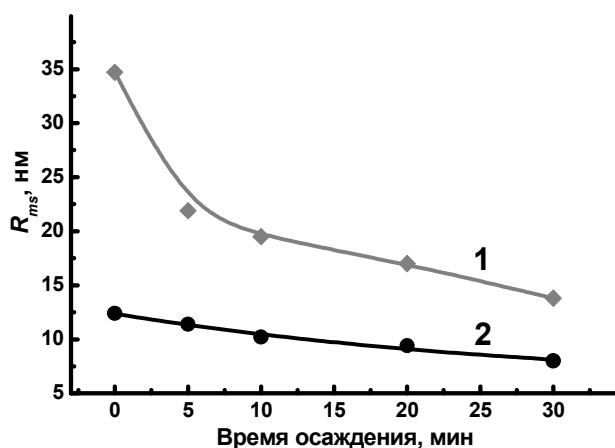


Рис. 4. Изменение величины  $R_{ms}$  в процессе нанесения пленки ППГМДСЗ на поверхность ПП ТМ: 1 – площадь сканирования  $5 \times 5$  мкм<sup>2</sup>, 2 – площадь сканирования  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup>.

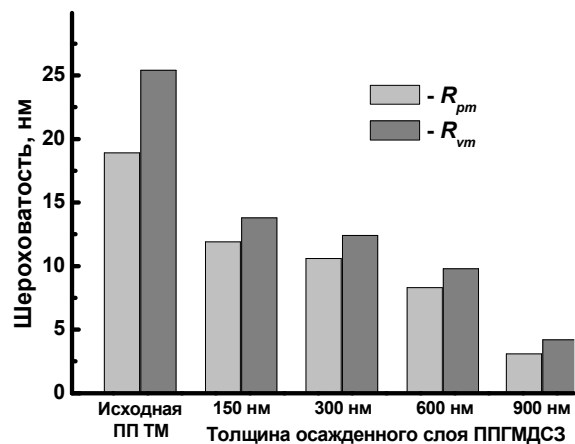


Рис. 5. Изменение параметров шероховатости ПП ТМ в процессе нанесения пленки ППГМДСЗ на ее поверхность.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 14-08-00896).

#### Литература

1. Kravets L., Dmitriev S., Lizunov N., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Properties of poly(ethylene terephthalate) track membranes with a polymer layer obtained by plasma polymerization of pyrrole vapors. // Nucl. Instr. and Meth. B. 2010. Vol. 268. № 5. P. 485-492.

2. Kravets L., Dmitriev S., Dinescu G., Satulu V., Gilman A., Yablokov M. Polymer composite nanomembranes with asymmetry of conductivity. // Materials Science Forum. 2010. Vol. 636–637. P. 812-818.
3. Кравец Л.И., Дмитриев С.Н., Апель П.Ю. Получение и свойства полипропиленовых трековых мембран. // Химия высоких энергий. 1997. Т. 31. № 2. С. 108-113.
4. Quere D. Wetting and roughness. // Annu. Rev. Mater. Res. 2008. Vol. 38. P. 71-99.

## **Получение “smart” полимерных мембран прививочной полимеризацией, инициируемой плазмой**

*Л.И. Кравец, \*В.М. Елинсон, \*\*А. Lazea-Stoyanova, \*\*G. Dinescu*  
*Дубна, ОИЯИ, ул. Жолио-Кюри, 6;*  
*\*Москва, МАИ, Волоколамское шоссе, 4;*  
*\*\*Bucharest, NILPRP, Atomistilor Str., 111*  
*E-mail: [kravets@jinr.ru](mailto:kravets@jinr.ru)*

*Исследованы поверхностные и гидродинамические свойства композитных мембран, состоящих из пористой подложки и полимерного слоя, полученного методом прививочной полимеризации, инициируемой плазмой. Показано, что наличие привитого слоя полимера на поверхности мембраны приводит к изменению ее транспортных свойств. Водопроницаемость композитных мембран в значительной степени зависит от pH раствора. Эти изменения обусловлены конформационными переходами макромолекул привитого слоя, которые в свою очередь связаны со степенью ионизации функциональных групп на его поверхности.*

***Formation of “smart” polymer membranes by plasma-induced graft polymerization method. L.I. Kravets, V.M. Elinson, A. Lazea-Stoyanova, G. Dinescu. The surface and transport properties of polymer composite membranes consisting of a porous substrate and a polymer layer obtained by plasma-induced graft polymerization method were studied. It is shown that the presence of the polymer layer on the surface of porous substrate changes its transport properties – the water permeability of the formed composite membranes substantially depends on the solution pH. These changes are caused by convertible conformational transitions of macromolecules of the grafted polymer layer which is in turn caused by the degree of ionization of the functional groups on the surface of this layer.***

Создание “smart” (“умных”) мембран, т.е. мембран, транспортные характеристики которых можно регулировать путем изменения внешних условий, например, температуры, состава и pH раствора, давления, электрического и магнитного полей, связано со способностью макромолекул поверхностного слоя к обратимым конформационным переходам из рыхлого гидратированного состояния в компактное дегидратированное состояние. Данные исследования имеют большое практическое и научное значение, так как позволяют не только получать широкий диапазон мембран с уникальными свойствами, но и открывают возможности синтеза мембран, имитирующих биологические. Одно из направлений в этой области – синтез гидрогелевых мембран, которые получают традиционными методами полимеризации или сополимеризации. Такие мембраны представляют собой сшитый полимер, проницаемость которого обратимо изменяется при изменении набухания материала матрицы. Причем степень набухания, обусловленная конформационными переходами макромолекул, зависит от природы сшитого полимера и его структуры (количества сшивок и расстояния между ними). Недостатком гидрогелевых мембран является наличие в них пор различного размера.

Другое направление в области создания мембран с контролируемыми транспортными свойствами заключается в модифицировании поверхности мембран, выпускаемых в промышленном масштабе. Оно является, на наш взгляд, более перспективным, поскольку позволяет регулировать диаметр пор образующихся в процессе модифицирования мембран.

Исследования в этой области связаны с целенаправленным формированием химической структуры поверхностного слоя мембран. Для этой цели используют различные физико-химические методы модифицирования: химическую [1, 2] или радиационно-химическую прививку полимеров [3, 4], осаждение полимерных слоев в плазме [5, 6]. Для улучшения адгезии осаждаемого полимера в последнем случае мембраны обычно предварительно обрабатывают в плазме неполимеризующихся газов (воздух, азот, кислород и т.п.). Связывание полимера с поверхностью мембран при этом происходит за счет макрорадикалов, образующихся в поверхностном слое при воздействии плазмы. Образование радикалов на поверхности мембран при обработке в плазме неполимеризующихся газов может быть использовано также для последующей прививки полимерных соединений обычными химическими методами полимеризации из жидкой или газовой фазы. В этом случае полимер на поверхности мембран образуется полимеризацией за счет химических превращений без участия плазмы. Роль плазмы при этом сводится лишь к созданию активных центров, инициирующих прививку полимера.

В данной работе исследованы поверхностные и гидродинамические свойства трековых мембран из полиэтилентерефталата (ПЭТФ ТМ), модифицированных прививочной полимеризацией 2-метил-5-винилпиридина (МВП) и акриловой кислоты (АК), инициируемой плазмой.

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ толщиной 10.0 мкм с эффективным диаметром пор 180 нм (плотность пор  $2.5 \times 10^8 \text{ см}^{-2}$ ). Обработку мембран в плазме проводили на плазмохимической установке, осуществляющей ВЧ-разряд на частоте 13.56 МГц, при давлении газа в вакуумной камере 13.5 Па и мощности разряда 60 Вт по методике [7]. В качестве плазмообразующего газа использовали воздух. Воздействию плазмы подвергали одну сторону мембран. Время обработки составило 2 мин. Прививочную полимеризацию акриловой кислоты проводили из газовой фазы. Для этой цели мембрану помещали над 25%-ным водным раствором акриловой кислоты, имеющим температуру 75° С. Прививочную полимеризацию 2-метил-5-винилпиридина проводили из 10%-ного водного раствора при температуре 70° С. Время прививки полимера в обоих случаях составляло 1 час. По окончании процесса мембраны отмывали экстракцией в воде до постоянства массы образцов. Для подавления процесса гомополимеризации в раствор вводили ионы двухвалентной меди.

Характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда взаимодополняющих методик, приведенных в [8]. Проницаемость водных растворов с различными значениями рН измеряли на стандартной фильтрационной установке при перепаде давления  $7 \times 10^4$  Па на образцах площадью 254 мм<sup>2</sup>. рН растворов варьировали введением соответствующего количества соляной кислоты или гидроксида натрия. До начала фильтрации мембраны выдерживали в соответствующем растворе в течение 20 мин.

Таблица 1. Изменение характеристик ПЭТФ ТМ в процессе обработки в плазме воздуха

Параметр	Исходная мембрана	Обработанная в плазме мембрана
Толщина, мкм	10.0	9.8
Эффективный диаметр пор, мкм	0.180	0.195
Пористость, %	6.0	7.0
Краевой угол смачивания, град	65	35
Водопроницаемость*, мл/мин·см <sup>2</sup>	1.65	2.35

\*Измерение проведено при рН = 6.0.

Результаты измерений параметров исходной и обработанной в плазме мембран приведены в таблице 1. Из представленных данных можно видеть, что при обработке исходной мембраны в плазме воздуха происходит уменьшение ее толщины и увеличение эффективного диаметра пор, что свидетельствует о протекании процесса газоразрядного травления.



Структура мембраны при этом изменяется. Поры мембраны, как было показано в [8], приобретают асимметричную форму. При выбранных параметрах разряда травление происходит в части канала пор, то есть часть слоя мембраны остается не затронутой в процессе травления. В подвергнутом плазменному травлению слое мембраны согласно данным электронной микроскопии формируются конусообразные углубления, увеличивающие объемную пористость (табл. 1). Увеличение пористости мембраны, вызывает возрастание ее производительности – водопроницаемость асимметричной мембраны выше в сравнении с исходной (табл. 1). Результаты измерений параметров мембран с привитым слоем полимера представлены в таблице 2. Анализ экспериментальных данных показывает, что в процессе прививочной полимеризации наблюдается увеличение толщины мембраны и уменьшение эффективного диаметра ее пор. Это означает, что формирование полимера происходит как на поверхности мембраны, так и на стенках пор. Исследование поверхностных свойств модифицированных мембран показывает, что прививка полимеров с использованием выбранных для полимеризации мономеров приводит к гидрофилизации поверхности мембран. Краевой угол смачивания поверхности композитных мембран ( $\theta$ ) уменьшается. Причем прививка на поверхность ПЭТФ ТМ полиакриловой кислоты приводит к более существенному изменению смачиваемости. Так, поверхность исходной мембраны имеет средний уровень гидрофильности. Краевой угол смачиваемости ее поверхности равен  $65^\circ$ . Прививка поли-2-метил-5-винилпиридина на ее поверхность приводит к уменьшению  $\theta$  до  $45^\circ$ , а прививка полиакриловой кислоты вызывает уменьшение  $\theta$  до  $20^\circ$ . Следует заметить, что активные свойства привитого полимерного слоя сохраняются в течение длительного времени – значения краевого угла смачивания не изменяются во времени, что является достоинством данного метода модифицирования. Не менее важным достоинством применяемого метода, по сравнению с радиационно-химическим методом прививочной полимеризации, является сравнительно малое время воздействия плазмы.

Таблица 2. Изменение характеристик ПЭТФ ТМ в процессе прививочной полимеризации полимеров на ее поверхность

Параметр	Исходная мембрана	Мембрана с привитым слоем полимера	
		ПМВП	ПАК
Степень прививки, %	—	7.2	7.4
Толщина, мкм	10.0	11.0	11.2
Эффективный диаметр пор, мкм	180	160	155
Краевой угол смачивания, град	65	45	20

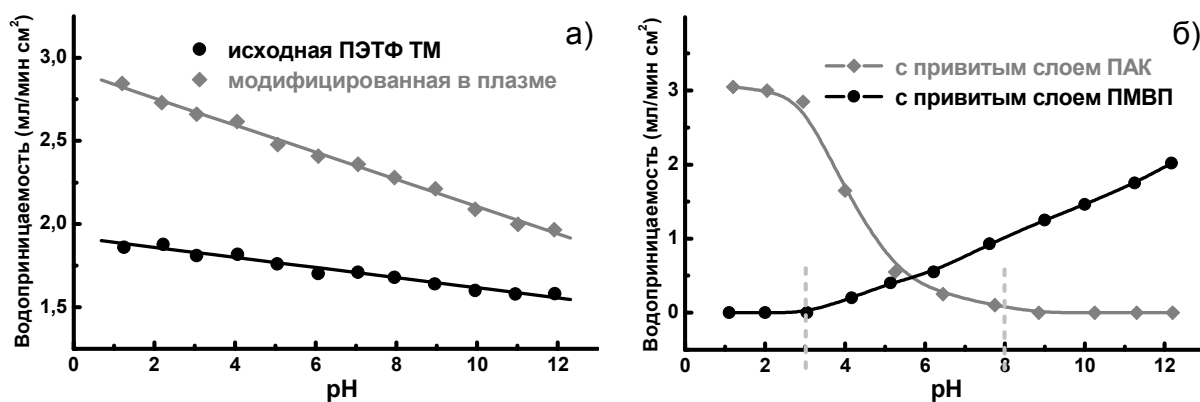


Рис. 1. pH-зависимое изменение водопроницаемости для исходной ПЭТФ ТМ и модифицированной в плазме воздуха мембраны (а); композитных мембран с привитым слоем поли-2-метил-5-винилпиридина и полиакриловой кислоты (б).

Хорошо известно, что основной вклад в задержку ионов мембранами вносит электрохимический механизм, связанный с присутствием на поверхности пор ионизированных функциональных групп. Взаимодействием данных групп полимерных цепей матрицы мембраны с потоком молекул подвижной фазы и изменением локальных состояний сегментов этих цепей, приводящих к различным конформационным и структурным перестройкам, объясняется изменение транспортных характеристик мембраны, и в первую очередь, ее проницаемости. Очевидно, эти изменения будут проявляться тем в большей степени, чем более существенны изменения в величине поверхностного заряда пор и конформационной подвижности макромолекул их поверхностного слоя. Так, обработка в плазме воздуха ПЭТФ ТМ, как было показано нами в [9], приводит к изменению ее гидродинамических характеристик. Водопроницаемость модифицированной мембраны в большей степени зависит от рН фильтруемого раствора (рис. 1а). Обусловлено это увеличением содержания карбоксильных групп в поверхностном слое мембраны и большей конформационной подвижностью макромолекул данного слоя. Повышение плотности отрицательного заряда за счет увеличения концентрации СООН-групп и повышение степени их ионизации при высоких значениях рН раствора как раз и определяет снижение величины водопроницаемости в щелочной среде.

Исследование водопроницаемости ПЭТФ ТМ с привитым слоем поли-2-метил-5-винил-пиридина (ПМВП) со степенью прививки  $Q_g = 7.2\%$  в зависимости от рН раствора показывает ее необычное поведение. Так, в области рН = 1-3 (рис. 1б) мембрана не проницаема для молекул раствора. При повышении рН наблюдается рост величины водопроницаемости. Такое поведение мембраны объясняется различным конформационным состоянием привитых макромолекул, которое вызывает изменение диаметра ее пор. При низких значениях рН раствора в результате протонирования атомов азота звенья макромолекул привитого слоя поли-2-метил-5-винилпиридина приобретают положительный заряд, что приводит к его набуханию – образованию геля [10], который полностью заполняет поры мембраны. Поры мембраны в таком состоянии “закрыты” (рис. 2а). Макромолекулы привитого полимера в этом случае имеют рыхлую конформацию “клубок”. Подобное конформационное состояние макромолекул в результате электростатического взаимодействия заряженных звеньев с молекулами воды является устойчивым. Повышение давления до  $1.5 \cdot 10^5$  Па не приводит к изменению поведения мембраны в процессе фильтрации.

Повышение рН раствора (уменьшение концентрации ионов водорода) ведет к потере заряда на атомах азота, т.е. переходу сегментов макромолекул ПМВП в нейтральное состояние, в результате чего электростатическое взаимодействие ослабевает. С уменьшением кулоновского взаимодействия увеличивается неэлектростатическое взаимодействие гидрофобных групп [10], в данном случае неполярных  $\text{CH}_3$ - и  $\text{CH}_2$ - групп, что вызывает коллапс геля – переход макромолекул привитого слоя в компактное конформационное состояние “глобула”. Данное состояние привитых цепей полимера приводит к увеличению диаметра пор мембраны, в результате чего ее водопроницаемость возрастает (рис. 1б). Поры мембраны в таком состоянии “открыты” (рис. 2б). Прививка поли-2-метил-5-винилпиридина на поверхность ПЭТФ ТМ, иницированная плазмой, таким образом, приводит к созданию механохимической мембраны, проницаемость которой регулируется изменением рН раствора. Для мембраны со степенью прививки 7.2% при рН = 3 наблюдается переход в режим работы “химического клапана” – при меньших значениях рН фильтрата мембрана непроницаема для молекул раствора. При больших же значениях рН мембрана становится проницаема.

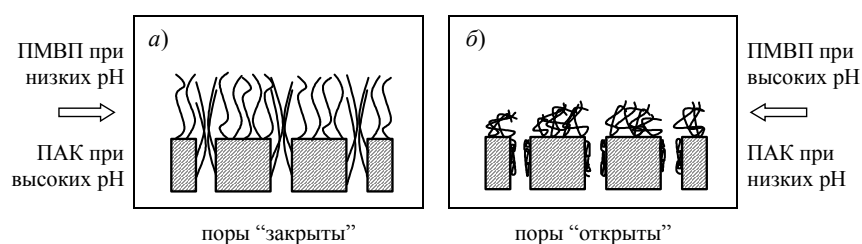


Рис. 2. Схематическая иллюстрация изменения конформационного состояния макромолекул привитого слоя полимера в растворах с различными значениями рН.

Напротив, полимерный слой, образующийся в процессе прививки полиакриловой кислоты (ПАК) на поверхности ПЭТФ ТМ, способен набухать в растворах с высокими значениями pH. Поэтому композитная мембрана со слоем ПАК обладает низкими значениями водопроницаемости в щелочной среде. Снижение водопроницаемости композитной мембраны вызвано уменьшением диаметра ее пор, которое также объясняется изменением конформационного состояния макромолекул привитого слоя ПАК. При низких значениях pH диссоциация карбоксильных групп подавлена, т.е. мономерные звенья макромолекул привитого слоя полимера находятся в нейтральном состоянии. Отсутствие заряда сопровождается ослаблением электростатического взаимодействия и усилением неэлектростатического взаимодействия гидрофобных групп (CH<sub>2</sub>– и CH–). Это ведет к коллапсу геля – переходу макромолекул ПАК в компактное состояние “глобула” (рис. 2б), которое не вызывает существенного уменьшения диаметра пор. Поэтому для модифицированных мембран наблюдаются высокие значения водного потока. Увеличение pH раствора приводит к изменению конформационного состояния макромолекул слоя ПАК. При pH > 4.28 наблюдается диссоциация карбоксильных групп (рK<sub>COOH</sub> в полиакриловой кислоте равен 4.28) и мономерные сегменты макромолекул привитого слоя полимера приобретают отрицательный заряд. Его наличие приводит к образованию геля на поверхности мембраны [10]. Макромолекулы ПАК в этом случае имеют рыхлую конформацию “клубок” (рис. 2а), что вызывает существенное уменьшение диаметра пор мембраны и соответственно снижение водопроницаемости. Для мембраны со степенью прививки полиакриловой кислоты 7.4% переход в режим работы “химического клапана” наблюдается при pH = 8. При значениях pH > 8 мембрана непроницаема, а при понижении pH раствора становилась проницаемой для молекул раствора. Появление такого свойства у мембран обусловлено существенным набуханием привитого слоя полимера вследствие наличия заряда на его макромолекулах.

Проведенные исследования позволяют сделать следующее заключение. Наличие привитого слоя поли-2-метил-5-винилпиридина или полиакриловой кислоты на поверхности ПЭТФ ТМ приводит к изменению ее транспортных свойств – водопроницаемость композитных мембран в значительной степени зависит от pH раствора. Эти изменения обусловлены конформационными переходами макромолекул привитого слоя, которые в свою очередь связаны с наличием заряда на его макромолекулах.

#### Литература

5. Liang L., Feng X., Peurrung L., Viswanathan V. Temperature-sensitive membranes prepared by UV photopolymerization of *N*-isopropylacrylamide on a surface of porous hydrophilic polypropylene membranes. // *J. Membr. Sci.* 1999. Vol. 162. P. 235-246.
6. Yang B., Yang W. Novel pore-covering membrane as a full open/close valve. // *J. Membr. Sci.* 2005. Vol.258. P. 133-139.
7. Reber N., Kuchel A., Spohr R., Wolf A., Yoshida M. Transport properties of thermo-responsive ion track membranes. // *J. Membr. Sci.* 2001. Vol. 193. P. 49-58.
8. Shtanko N.I., Kabanov V.Ya., Apel P.Yu., Yoshida M., Vilenskii A.I. Preparation of permeability-controlled track membranes on the basis of “smart” polymers. *J. Membr. Sci.* 2000. Vol. 179. P. 155-161.
9. Kravets L., Dmitriev S., Gilman A., Drachev A., Dinescu G. Water permeability of poly (ethylene terephthalate) track membranes modified by DC discharge plasma polymerization of dimethylaniline. // *J. Membr. Sci.* 2005. Vol. 263. № 1-2. P. 127-136.
10. Трофимов Д.А., Данилова Т.В., Шкинев В.М., Спиваков Б.Я., Мчедлишвили Б.В. Плазменная модификация трековых мембран *N*-изопропилакриламидом. // *Критические технологии. Мембраны.* 2009. № 3. С. 9-15.
11. Lazea A., Kravets L.I., Bujor A., Ghica C., Dinescu G. Modification of polyester track membranes by plasma treatments. // *Surf. Coat. Technol.* 2005. Vol. 200. № 1-4. P. 529-533.

12. Dmitriev S.N., Kravets L.I., Sleptsov V.V. Modification of track membranes structure by plasma etching. // Nucl. Instrum. and Meth. B. 1998. Vol. 142. P. 43-49.
13. Dmitriev S.N., Kravets L.I., Sleptsov V.V., Elinson V.M. Water permeability of modified poly(ethylene terephthalate) track membranes modified in plasma. // Desalination. 2002. Vol. 146. P. 279-286.
14. Хохлов А.Р., Дормидонтова Е.Е. Самоорганизация в ион-содержащих полимерных системах. // Успехи физических наук. 1997. Т. 167. № 2. С. 113-127.

## **Формирование переходного слоя в Si-металл омическом контакте при вакуумной ионно-плазменной обработке**

***В.В. Пицагин, М.В. Паиков, Б.А. Лысаковский, Д.А. Костромин***  
***АО «ГЗ «Пульсар», г. Москва, e-mail: openline@gz-pulsar.ru***

*Проведено исследование влияния ионно-плазменного ассистирования напыления Ni и Ti/Pt/Au контактных композиций на структуру тонких плёнок, формирование переходных слоёв SiTi<sub>2</sub> и SiNi и электрических характеристик контактов.*

***Formation of transmission layer in Si-metal ohmic contact under vacuum ion-plasma treatment. V.V. Pischagin, M.V. Pashkov, B.A. Lysakovskiy, D.A. Kostromin. The effect of ion-plasma assisted deposition of Ni and Ti/Pt/Au contact stacks on thin film structure, formation SiTi<sub>2</sub> and SiNi transmission layer, and electrical resistance of contact is investigated.***

Неотъемлемой частью любого полупроводникового прибора является омический контакт металл-полупроводник, в котором отсутствует или не проявляется потенциальный барьер на границе раздела.

В промышленной, бытовой и военной технике продолжают широко использоваться кремниевые полупроводниковые приборы. Ряд их характеристик, надёжность и стабильность в реальных условиях эксплуатации зависит от свойств омических контактов.

В системах Si-металл омический контакт образуется посредством формирования у границы раздела фаз силицидов при термической обработке напылённых плёнок металла. На параметры контакта влияют условия вжигания, структура напылённой плёнки, химический состав примесей, особенно кислорода. В системе Si-Ti лучшие свойства достигаются вжиганием напылённых плёнок Ti при температуре 600°C и времени 30 мин [1], в сверхвысоком вакууме с образованием фаз SiTi<sub>2</sub> путём диффузии Si в Ti по вакансионному механизму.

В работе [2] показано, что в системе SiNi силициды образуются уже в процессе напыления Ni на Si, и применение ионного ассистирования сильно меняет механические напряжения, размеры кристаллов и плотность плёнок, а так же количество фазы SiNi.

В настоящей работе исследовано влияние ионно-плазменного ассистирования при напылении Si/Ti/Pt/Au и Si/Ni на структуру и свойства контактов.

Работа проводилась на вакуумной установке PVD-250 (Kurt J. Lesker) с безмаслянной откачкой спиральным механическим и гелиевым криогенным насосами до давления остаточных газов 10<sup>-7</sup>-10<sup>-8</sup> Торр, электронно-лучевым испарителем KL-6 и ионно-плазменным источником холловского типа EH-400 фирмы «Кауфман и Робинсон» с регулируемой максимальной энергией ионов аргона от 50 до 240 эВ и ионным током от 0 до 0,75 А.

Отдельные образцы напылялись сильно разбалансированным магнетроном местного производства АО «ГЗ «Пульсар».

Металлические слои напылялись на подложки из применяемых в производстве монокристаллических пластин кремния КДБ (111) и КЭФ (100), ионно легированные соответственно As и В. Затем на образцах методом фотолитографии формировались тестовые

структуры для измерения контактного сопротивления методом длинны переноса (Transmissionlinemetod – TLM), в котором сопротивление контактов определяется из зависимости сопротивления от расстояния между контактами [3] (рис. 1).

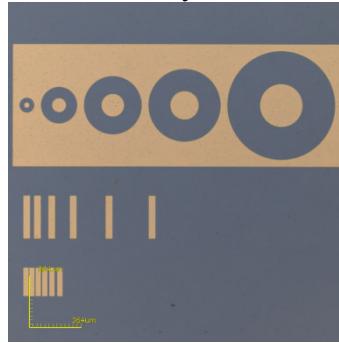


Рис. 1. Тестовая TLM структура.

Рентгеновские дифракционные исследования проводились на одном кристалльном дифрактометре XMD-300, оснащённом оптикой Кумахова. Измерялась зависимость интенсивности отраженного излучения ( $\lambda=1.54\text{\AA}$ ) от угла падения пучка при измерении по схеме Брэгговского отражения.

#### Результаты

Свойства плёнок Ti и Ni в зависимости от мощности ионного ассистирования имеют схожий вид [2]. Проходят стадию «десорбции» - уменьшения содержания газовых примесей. Перед стадией уплотнения, проходят стадию «разрыхления», достигая минимального размера кристаллитов и минимальных показателей оптического преломления и экстенции.

Минимальный размер областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (размер кристаллических зерен и субзерен) составляет  $171\text{\AA}$ . Он наблюдается при потоке ионов аргона  $v_{\text{ион}} = 2.92 \cdot 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup>с со средней энергией 70 эВ, отношением потока ионов к потоку напыляемых атомов  $v_{\text{ион}}/v_{\text{ат}} = 0,08$  и энергией воздействия 5,6 эВ/атом.

Количество фаз силицидов NiSi и SiTi<sub>2</sub> в этой «рыхлой» области максимально. Это объясняется увеличением площади межзёренных границ и диффузией Si по границам зёрен, коэффициент диффузии при низких температурах на пять порядков выше коэффициентов объёмной диффузии. На рис. 2 приведены рентгеновские дифрактограммы Si/Ni плёнки, выращенной с ионным ассистированием и без него.

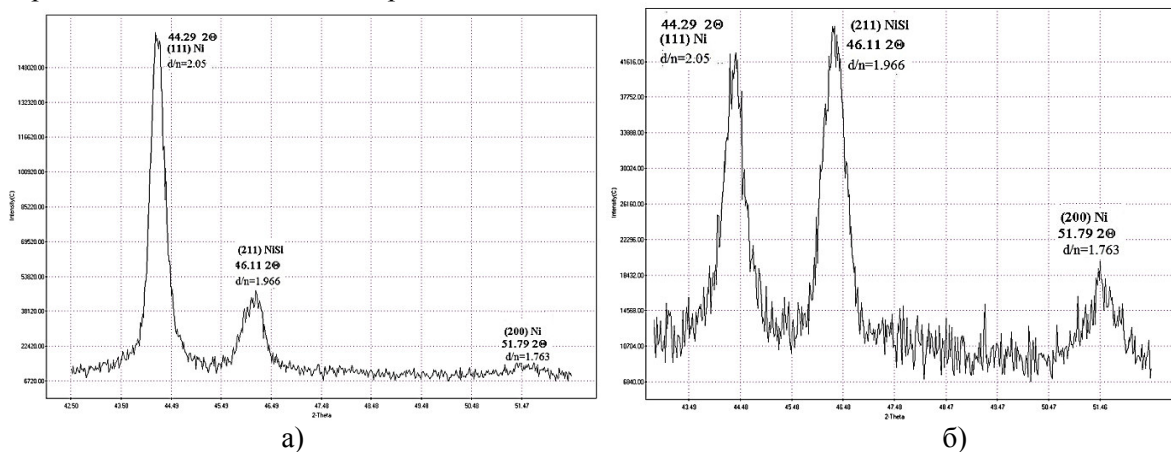
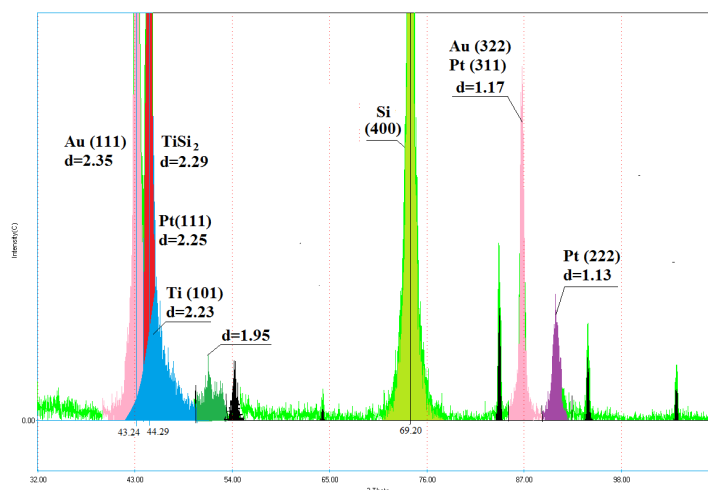


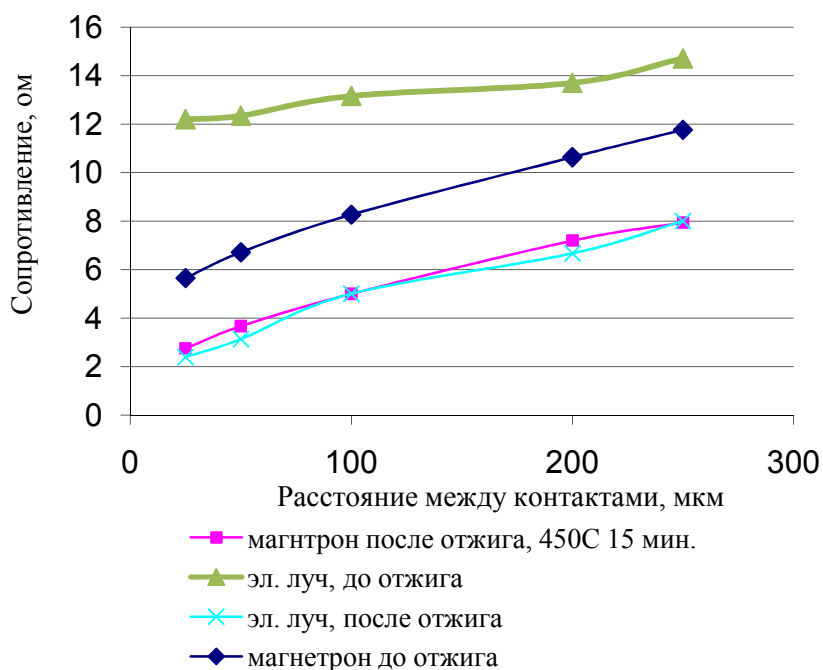
Рис. 2. Дифрактограммы SiNi а) без ионного ассистирования и б) с ионным ассистированием.

На рис. 3 показана рентгеновская дифрактограмма Si//Ti/Pt/Au, где наблюдается появление фазы SiTi<sub>2</sub>.



*Рис. 3. Дифрактограмма Si//Ti/Pt/Au/*

При температурной обработке 450°C в течении 15 минут количество силицидов увеличивается, но незначительно. При этом электрическое сопротивление контактов уменьшается приблизительно в 2 раза. На этой стадии возможны объёмные процессы, направленные от границ зёрен в их объём. «Рыхлость» структуры увеличивает вероятность встречного потока вакансий. Замеры контактного сопротивления представлены на рис. 4 .



*Рис. 4. Сопротивление между контактами, нанесенными различными методами, до и после термической обработки.*

Удвоенная величина контактного сопротивления определяется экстраполяцией зависимости контактного сопротивления от расстояния между ними к нулевому значению (пересечение с осью ординат). Результаты электронного-лучевого и магнетронного напыления в режиме ионного ассистирования после термической обработки имеют близкие величины.

#### Заключение

Применение оптимального ионно-плазменного ассистирования при напылении омических контактов электронно-лучевым и магнетронным напылением в системе Si-металл

облегчает формирование переходных силицидных фаз, уменьшает сопротивление контакта и снижает температуру и длительность вжигания.

#### Литература

1. Шевяков В. И. Физико-технологические основы создания выпрямляющих и омических контактов в кремниевых полупроводниковых приборах и интегральных схемах (ИС) с использованием титана и его соединений. Автореферат диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук, Москва, 1998.
2. В.В. Пищагин, М.В. Пашков, А.М. Коновалов К.Л. Енишерлова, А.В. Лютцау, С.В. Миллер, В.С. Куликаускис, «Исследование влияния ионной обработки в процессе электронно-лучевого напыления наноразмерных слоев металлов на гетероструктуры AlGaIn/GaN», 10 – ая Юбилейная международная специализированная конференция Вакуумная техника, материалы и технологии, 2015, стр. 128-136.
3. Новицкий С.В. Методологические аспекты удельного контактного сопротивления TLMметодом с линейной и радиальной геометрией контактов. Петербургский журнал электроники, март 2013, стр. 59.

## **PECVD установки поштучной обработки кремниевых пластин серии labhitiz для формирования гетеропереходов в структурах солнечных элементов HJT**

*А.А. Ясюнас, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец, С.М. Насточкин, В.Я. Ширипов,  
\*С.Ю. Герасименко, \*М.А. Региневич  
Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202, [yasunas@izovac.com](mailto:yasunas@izovac.com)  
\*Tempe AZ 85284, USA, Regher Solar LLC, 7700 South River Parkway*

*В работе представлена концепция построения вакуумного оборудования поштучной обработки кремниевых пластин для формирования гетеропереходов солнечных элементов. Показано как улучшение качества пассивирующих слоев и снижение дефектности текстурированной подложки, путем исключения любых механических взаимодействий с ее поверхностью и формированием гетероперехода в одном вакуумном цикле, увеличивают эффективность солнечного элемента.*

*PECVD processing machines of the HITiz series to form a heterojunction structures in solar cells (HJT). A.A. Yasunas, E.A. Khokhlov, A.S. Myslivets, S.M. Nastochkin, V.Ya. Shiripov, S.Yu. Herasimenka, M.A.Reginevich. The paper presents a concept of the vacuum equipment construction for processing of silicon wafers to form heterojunction solar cells. The ways to increase the solar cells efficiency are: to improve the quality of the passivation layers and to decrease defects in a textured substrate. This takes place due to elimination of any mechanical interaction with its surface and to formation of a heterojunction in the same vacuum cycle.*

#### Введение

Разработка технологии пассивации поверхности монокристаллической кремниевой пластины является одной из основных задач решаемых для увеличения эффективности солнечных элементов. Шмидт и др. показали, что максимально достижимая эффективность кремниевого солнечного элемента без слоя гидрогенизированного аморфного кремния a-Si:H не может быть более 19,8% [1]. В настоящее время для пассивации поверхностей монокристаллических кремниевых пластин в производстве гетероструктурных солнечных элементов используется метод стимулированного плазмой осаждения из парогазовой фазы. Данный метод позволяет формировать слои гидрогенизированного аморфного кремния хорошо



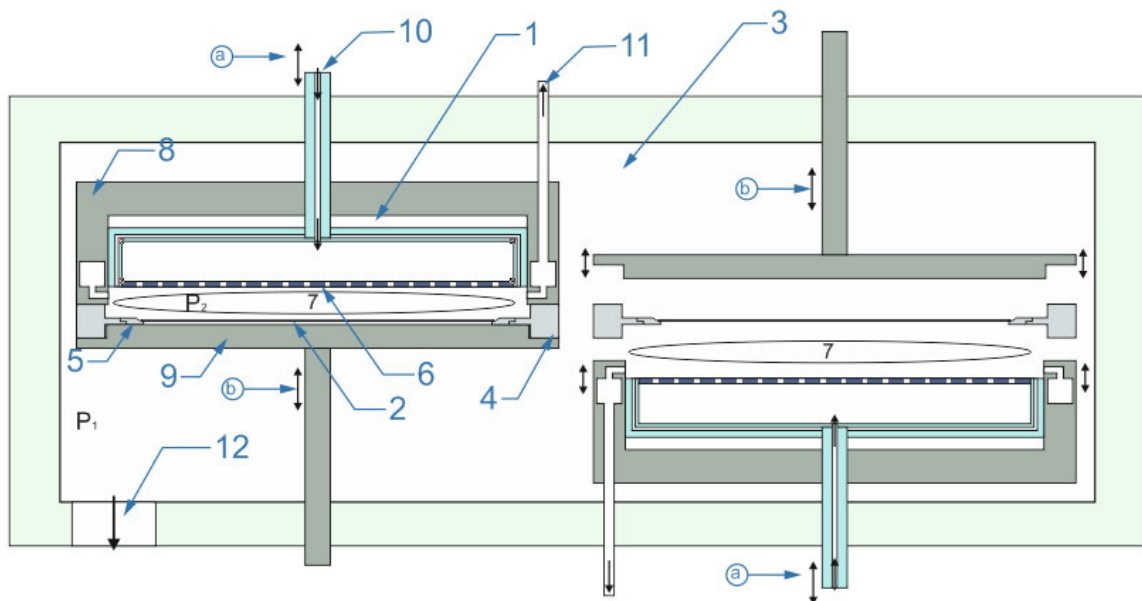
пассивирующие поверхность кремниевой пластины [2,3]. Такие слои предотвращают химические реакции и устраняют интерфейсные состояния в области пространственного заряда солнечного элемента, повышая его технические характеристики и долговечность. Так как в производстве гетероструктурных кремниевых солнечных элементов требуется пассивация обеих поверхностей кремниевой пластины, то при загрузке/выгрузке пластин, при их транспортировке между технологическими операциями и перевороте пластины подвергается механическим воздействиям, которые вносят дефекты не устраняемые, или устраняемые не полностью в процессе пассивации[4]. При нахождении пластины на атмосфере на ее поверхности образуется естественный окисел, который так же снижает качество последующей пассивации. Для снижения влияния этих факторов необходимо свести к минимуму площадь пластины, которая контактирует с транспортной системой, внутрикамерной оснасткой и другими механическими деталями оборудования, а так же сократить промежуток времени пребывания пластины на атмосфере до ее пассивации.

#### Описание концепции

При разработке установки плазмохимического осаждения гетеропереходов солнечных элементов было необходимо:

- 1) Свести к минимуму или исключить контакт поверхностей кремниевой пластины с механическими элементами конструкции установки и транспортной системы до завершения нанесения пассивирующих слоев;
- 2) Нанести пассивирующие слои в одном вакуумном цикле;
- 3) Исключить влияние технологических зон обработки друг на друга в процессе осаждения.

Для решения этих задач была предложена концепция реактора представленная на рис. 1. Установка должна включать как минимум два технологических реактора: в первом осаждаются слои на верхнюю поверхность пластины, а во втором на нижнюю поверхность.



*Рис. 1. Схема размещения технологических реакторов в вакуумном коридоре установки ПХО гетеропереходов.*

*1 - технологический реактор; 2 - образец; 3 - вакуумный коридор; 4 - каретка;  
5 - держатель; 6 –ВЧ электрод; 7 - зона обработки; 8 - запорный корпус; 9 - запорный электрод; 10 - канал подачи газа; 11 - канал откачки технологического реактора; 12 - канал откачки вакуумного коридора.*

Процесс ПХО (плазмохимического осаждения) пассивирующих слоев происходит в следующей последовательности: пластина загружается в шлюзовую камеру установки, откуда передается в вакуумный коридор, каретка перемещает держатель с образцом в реактор,

запорный корпус и запорный электрод прижимаются к держателю образца, запорный электрод приближается к образцу с минимальным зазором, но не касается его. Наличие зазора предотвращает механический контакт рабочей поверхности образца и частей устройства, тем самым, не допуская повреждения поверхности. Рабочий газ по каналу подачи газа поступает в реактор, давление в зоне обработки доводится до требуемого значения и на электрод подается ВЧ (13.56 МГц) напряжение. Активация рабочих вещества в процессе осаждения осуществляется плазмой емкостного разряда. По завершению процесса осаждения запорный корпус и запорный электрод перемещаются по вертикали в противоположные стороны освобождая держатель образца. Образец перемещается на следующую позицию обработки.

Настройка равномерности осаждения в реакторе осуществляется за счет управления расстоянием между электродом и образцом.

Наличие зазора между запорным электродом и образцом позволяет проводить технологический процесс, не воздействуя механически на поверхность пластины, атак как ширина этого зазора меньше расстояния, на котором может формироваться высокочастотный емкостной разряд при давлениях ниже 500 Па, и пленка осаждается только на лицевую поверхность пластины.

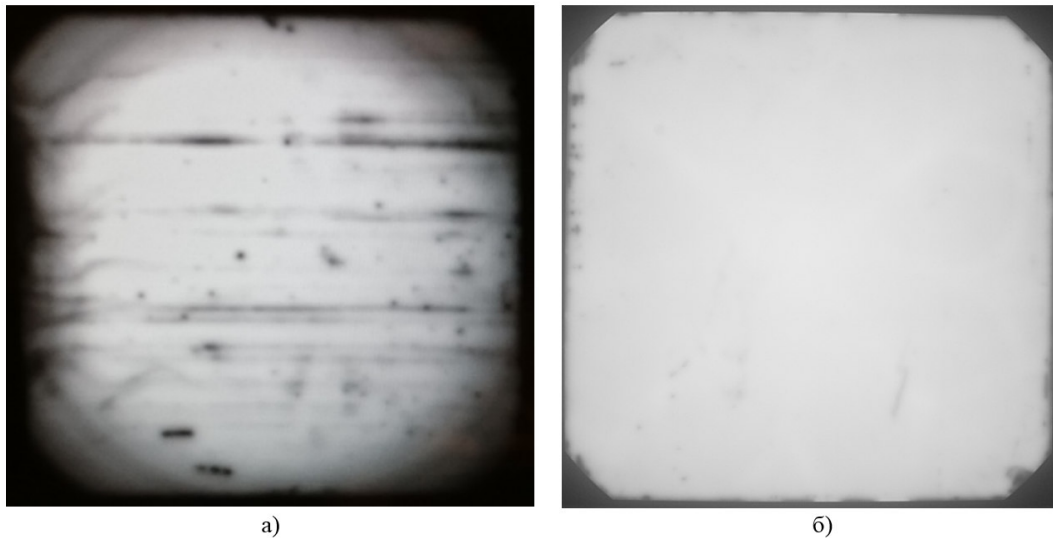
На рис. 2 представлена установка револьверного типа серии «LabHITIZ» с двумя реакторами, концепция которых изложена выше. Транспортная система установки представляет собой пятипозиционный барабан, вращением которого обеспечивается транспортировка образцов между технологическими операциями. В первой позиции происходит нагрев подложек, во второй ПХО слоев на верхнюю поверхность пластины, в четвертой на нижнюю, третья и пятая позиции могут быть использованы для размещения других технологических устройств.



*Рис. 2. Установка барабанного типа серии «LabHITIZ» - Изовак.*

На рис. 3 представлено сравнение спектров люминесценции кремниевых пластин после пассивации слоем собственного гидрогенизированного кремния i-Si: толщиной 20 нм, полученных на установках «PRECISION 5000»-Applied Materials и установке «LabHITIZ»-Изовак. На спектре люминесценции первого образца (рис. 3-а) видны темные «полосы», которые, скорее всего, свидетельствуют о повреждениях пластины манипулятором в процессе загрузки/выгрузки; так же можно видеть некоторые точечные дефекты, которые могли быть вызваны попаданием пылевых частиц между образцом и держателем. Время жизни неравновесных носителей заряда полученное на установке «LabHITIZ» в 3,5 раза выше, чем полученное в аналогичных условиях на установке «PRECISION 5000», что обеспечивает в

целом увеличение FF на 3-4%, и соответственно увеличение эффективности солнечного элемента на 1,1-1,5 %.



*Рис. 3. Спектры фотолюминесценции кремниевых пластин после пассивации слоем  $i\text{-Si:H}$   
а) «PRECISION 5000»; б) «LabHITIZ»-Изovac.*

#### Выводы

Используемая в установках серии «LabHITIZ» концепция формирования гетероперехода позволяет улучшить качество пассивации кремниевой пластины (время жизни неравновесных носителей заряда более 10 мс), и увеличить эффективность солнечного элемента на 1,1-1,5%, в сравнении со стандартными технологическими подходами к ПХО. Модульная конструкция реактора ПХО может быть приспособлена под требования заказчика и обеспечить производительность 10-900 пластин/час.

#### Литература

1. M. Schmidt, L. Korte, A. Laades, R. Stangl, C. Schubert, H. Angermann, E. Conrad, K. Maydell, Physical aspects of a-Si:H/c-Si hetero-junctionsolar cells, Thin Solid Films 515 (2007) 7475–7480.
2. A. Descoedres, L. Barraud, S. De Wolf, B. Strahm, D. Lachenal, C. Guérin, Z. C. Holman, F. Zicarelli, B. Demareux, J. Seif, J. Holovsky, C. Ballif, Improved amorphous/crystalline silicon interface passivation by hydrogen plasma treatment, Appl. Phys. Lett. 99 (2011) 123506.
3. T. F. Schulze, H. N. Beushausen, C. Leendertz, A. Dobrich, B. Rech, L. Korte, Interplay of amorphous silicon disorder and hydrogen content with interface defects in amorphous/crystalline silicon heterojunctions, Appl. Phys. Lett. 96 (2010) 252102.
4. Olibet S., Vallat-Sauvain E., Ballif C. Model for a-Si:H/c-Si interface recombination based on the amphoteric nature of silicon dangling bonds // Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 2007. Vol. 76.

## Системы автоматического оптического контроля для стабильного производства оптических структур с числом слоев до 150 в согласованном стеке

*А.А. Турбан, А.М. Артамонов, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец*  
Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202. [turban@izovac.com](mailto:turban@izovac.com)

Уже свыше 20 лет группа компаний «Изовак» работает в области создания высокоточных оптических покрытий. Накопленный опыт позволил создать уникальный по своим характеристикам комплекс оптического контроля и управления, который позволяет воспроизводимо получать сложные многослойные оптические стэки. 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. Программа управления анализирует реальный спектр покрытия в тесной связке с рассчитанным рецептом и определяет точку останова для каждого слоя. Интеграция с напылительными контроллерами вакуумной установки позволяет реализовать процесс напыления покрытия от начала и до конца полностью автоматически. Также, при необходимости, программа может проводить оптимизацию расчета последующих слоев и изменять рецепт в режиме «онлайн» для получения наилучшего совпадения финального покрытия с расчётным.

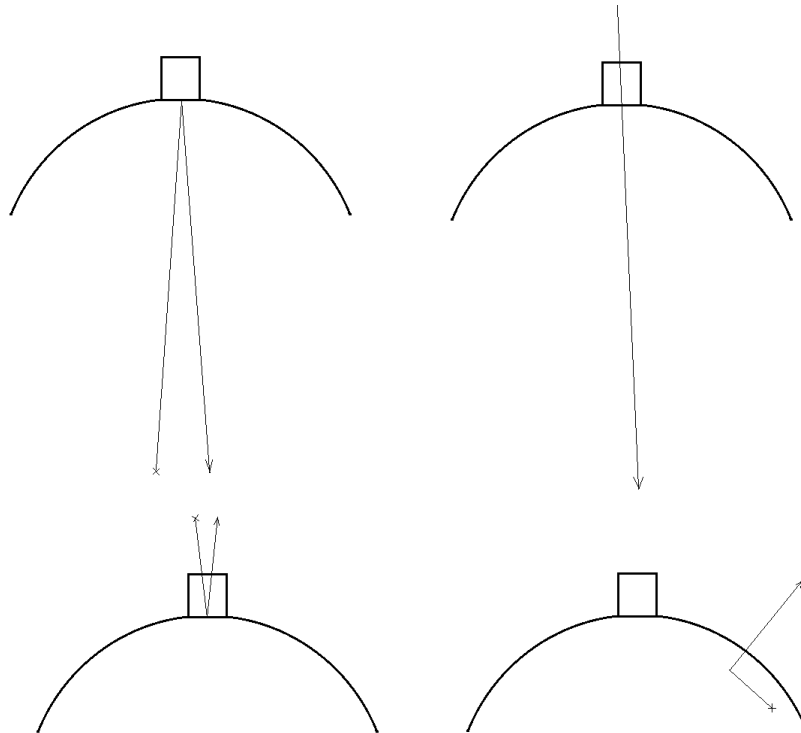
*Automatic optical control systems for stable production of optical structures with coherent stack up to 150 layers. A.A. Turban, A.M. Artamonov, E.A. Khokhlov, A.S. Myslivets. The IZOVAC group has been working in the area of precision thin film optical coatings deposition for more than 20 years. The accumulated experience allowed us to create optical monitoring complex with unique parameters to obtain sophisticated multilayer optical stacks. The developed OCP (Optical Coating Provider) Broadband is an easily integrated hardware and software solution which provides fully automatic control over all types of deposition of optical coatings for different vacuum equipment in a wide optical range with spectral resolution up to 0.3nm. Software algorithm analyzes measured spectrum based on the optical design of required coating and computes breakpoint for each layer. Close integration with various PLC and Deposition Controllers of vacuum equipment makes it possible to realize optical deposition process automatically from the beginning to the end. Moreover, OCP Broadband performs design optimization for all remaining layers and applies changes online if necessary to obtain high level quality and manufacturing yield of the desired coating.*

Системы оптического контроля применяются в вакуумном технологическом оборудовании для контроля процесса напыления тонких пленок уже более 40 лет [1]. В настоящее время разработано и внедрено в производство множество различных систем, отличающихся как принципом действия, так и степенью участия системы оптического контроля в процессе управления всем напылительным комплексом, или проще говоря, в автоматизации. Наряду с этим, множество вакуумных установок по прежнему используют методы кварцевого контроля [2] и контроля по времени. Точность таких методов значительно хуже, но этого бывает достаточно для создания простых структур. Когда поставленная задача требует напыления в одном процессе 20-30 и более слоев, неравнотолщинных слоев, слоев с переменным показателем преломления, оптический контроль становится неотъемлемой частью вакуумного напылительного комплекса [3] и от точности его работы зависит суммарная ошибка попадания в конечное целевое покрытие, а также воспроизводимость процесса от раза к разу.

В настоящей статье описывается принцип работы, некоторые технические характеристики и варианты исполнения новейшей полностью автоматизированной системы широкополосного контроля OCP (OpticalCoatingProvider) Broadband производства компании «Изовак». 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. OCP Broadband может 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 подложкодержателе. Спектрометры измеряют реальную спектральную характеристику тестового образца каждый оборот подложкодержателя. Таким образом, после каждого цикла из трёх измерений (пустое окно калибровки, окно с тестовым стеклом, измерение фона при перекрытии пучка) мы вычисляем реальную спектральную характеристику (спектр) тестового стекла в данный момент времени процесса напыления во всем диапазоне работы системы. Также возможны реализации классических методов контроля по неподвижному свидетелю: прямое отражение от свидетеля, пропускание по свидетелю, обратное отражение от свидетеля. На рис.1. схематически показаны все возможные методы контроля. 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. Также, при необходимости, программа может проводить оптимизацию расчета последующих слоев и изменять рецепт в режиме «онлайн» для получения наилучшего совпадения финального покрытия с расчётным.

Широкополосная система автоматизированного оптического контроля OCPBroadband 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.



*Рис.1. Возможные варианты исполнения контроля: прямое отражение от свидетеля, пропускание по свидетелю, обратное отражение от свидетеля, прямой контроль на пропускание по детали на подложкодержателе.*



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. Диапазон контроля можно расширить 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.

На рис.2 и 3 представлены результаты напылений узкополосного фильтра на длине волны 532 нм с полушириной не более 2 нм и пропусканием в максимуме больше 70%, а также лазерного зеркала с коэффициентом отражения более 99,9% в диапазоне 630-780 нм для перестраиваемых лазеров. Использовалась напылительная установка Лидиз производства «Изовак» и широкополосная система оптического контроля OCP Broadband 370-1050 нм, работающая в автоматическом режиме. Метод контроля – прямой на пропускание по движущемуся тестовому стеклу. Представленные графики получены непосредственно с монитора напылительной установки в конце напыления.

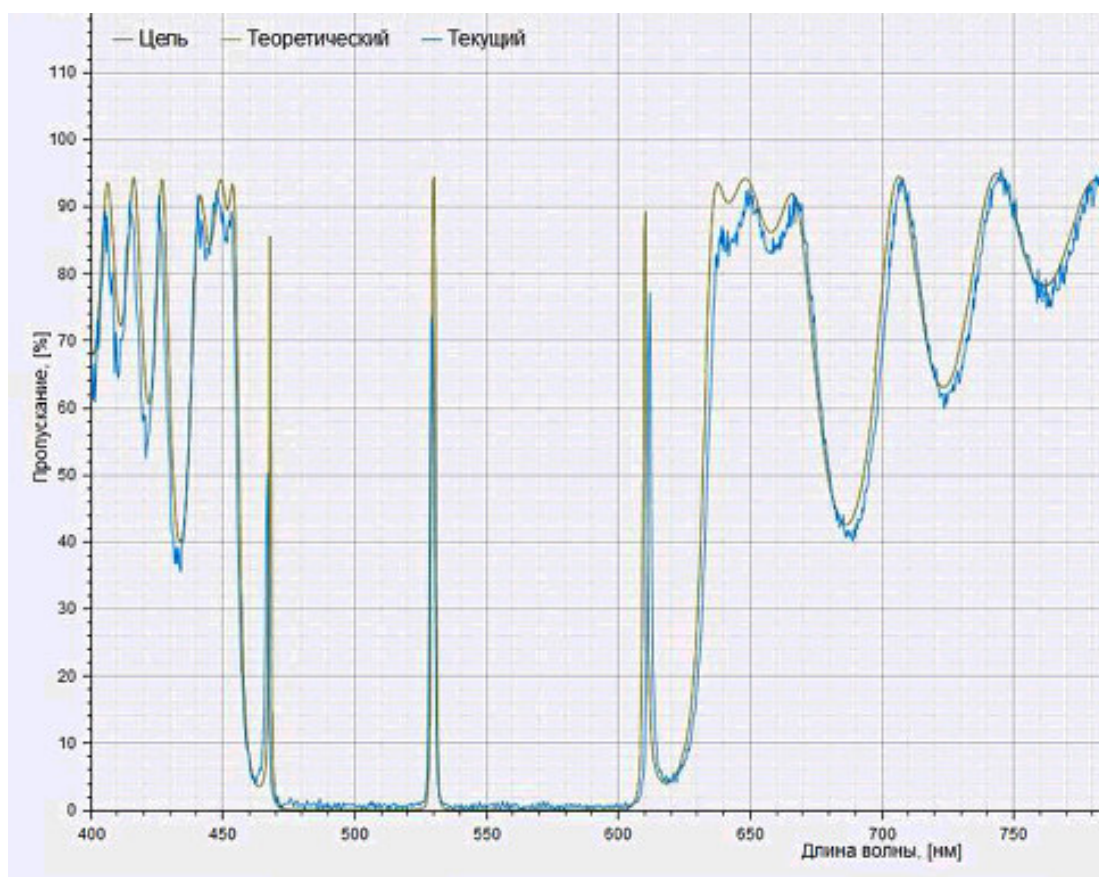


Рис.2. Узкополосный фильтр  $\lambda=532\text{нм}$ , Полуширина 2нм,  $T_{\text{max}}>70\%$ , Расчетный и реальный спектры пропускания, прямой контроль по детали.

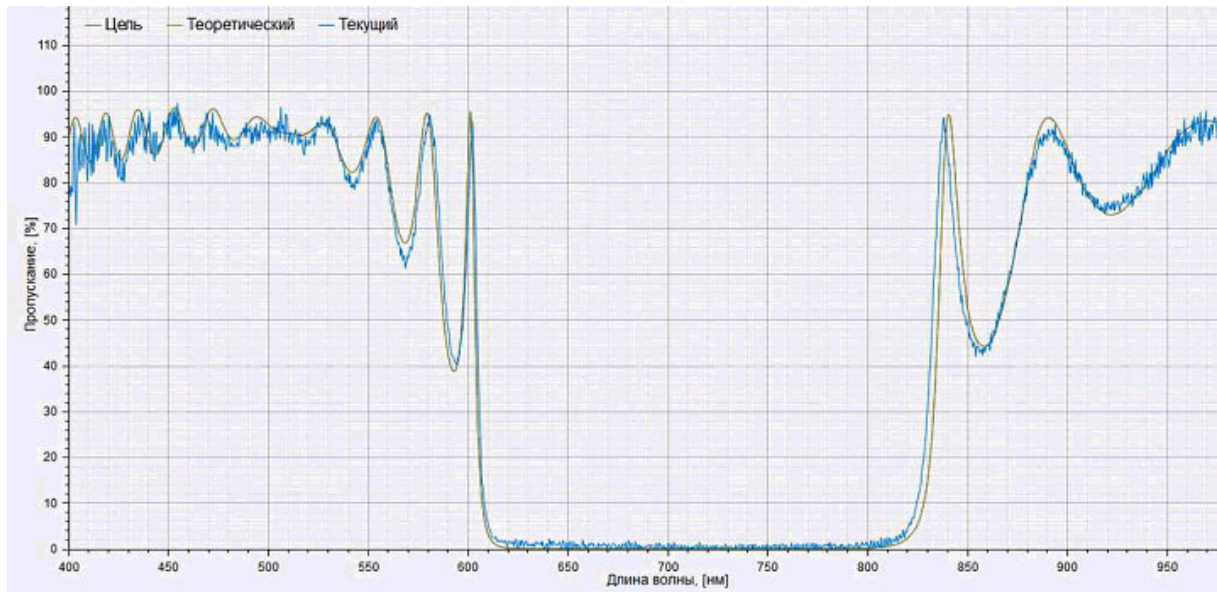


Рис.3. Интерференционное лазерное зеркало  $R>99,9\%$  в диапазоне 630-780 нм. Расчетный и реальный спектры пропускания, прямой контроль по детали.

#### Литература

1. Н. А. Macleod, Monitoring of optical coatings, Appl. Opt. 20 (1981) 82– 89.
2. С. Buzeal, K. Robbie, State of the art in thin film thickness and deposition rate monitoring sensors, Rep. Prog. Phys. 68 (2005) 385– 409.
3. K.Lewis, International Trends in Applied Optics, SPIE Press vol.5 (2002) 204-205 .

## Комбинированные технологии формирования массивов упорядоченных наноструктур

*Г.К. Жавнерко, В.Я. Ширипов*

*Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202, [znavnerko@izovac.com](mailto:znavnerko@izovac.com)*

*Описан метод формирования однородных монослоев из коллоидных растворов монодисперсных наносфер на широкоформатных подложках. Продемонстрирована возможность получения системы упорядоченных наностержней за счет напыления диэлектрических материалов на текстурированную поверхность. Показан управляемый характер роста наностержней на поверхности в вакууме и дана характеристика потенциальных областей применения.*

*The combined technologies to form ordered arrays of nanostructures. G.K.Zhavnerko, V.Ya.Shiripov. A method for deposition of uniform monolayers from monodisperse colloidal solutions on large substrates has been described. The possibility of formation of ordered nanorods by deposition of dielectric materials on a textured surface has been demonstrated. Controlled growth of nanorods on textured surface in vacuum and the characteristic of the potential areas of application have been shown.*

#### Введение

Использование периодических структур (фотонных кристаллов) с упорядоченной структурой, характеризующиеся строго периодическим изменением коэффициента преломления в масштабах, сопоставимых с длинами волн излучений в видимом и ближнем



инфракрасном диапазоне в настоящее время переходит в плоскость практических применений. Двухмерные (2D) периодические массивы наноструктур представляют интерес в качестве ловушки света при массовом производстве тонкопленочных (20-40 мкм) солнечных элементов на основе кристаллического кремния, что обусловлено экономией материала и снижением стоимости производства, при создании светодиодов с высоким КПД, в новых типах лазеров с низким порогом генерации, световых волноводов, оптических переключателей, фильтров, а также устройств цифровой вычислительной техники на основе фотоники. Такие покрытия могут найти применение также в качестве супергидрофобных покрытий, антибликовых покрытий в видимой и ИК-областях спектра.

Открытым остается вопрос, как формировать периодическую наноструктурированную поверхность на широкоформатных подложках, что необходимо для практических применений. Достаточно проблематично получить периодическую структуру с однородной морфологией на широкоформатных образцах. В этой связи было спроектировано и создано устройство для высокопроизводительного формирования двумерно-организованного слоя фотонного кристалла регулируемой периодичности на значительных площадях (рис. 1), предназначенное для формирования как единичных образцов, так и их большого количества в условиях непрерывного производственного процесса при выпуске, например, солнечных элементов.

Цель работы заключалась в поиске простых и эффективных решений создания функциональных тонкопленочных слоев для самых различных применений.



*Рис. 1. Установка для формирования двумерно-организованных структур.*

#### Экспериментальная часть

Монослой коллоидных кристаллов были сформированы с помощью установки GT-coater (Изовак, Беларусь), позволяющей модифицировать значительную поверхность вплоть до размеров подложки 550x650 мм. Скорость выделения образцов варьировали в пределах 0.1-10 мм/сек. Установка дает возможность формировать как сплошные пленки нанометровой толщины, так и упорядоченные наноструктуры из коллоидных растворов монодисперсных наносфер безвакуумным методом с границы раздела «жидкость-воздух».

Наностержни формировали за счет физических процессов испарения и конденсации оксидов в вакууме на поверхности стекла, модифицированного монослоем коллоидных кристаллов. Расстояние между источником напыления и подложкой составляло 25 см. Пленки диэлектрических материалов формировали магнетронным распылением в устройстве типа Atis (Изовак, Беларусь), используя мишени из оксидов кремния и ниобия, а также мишень из смешанных индий-олово оксидов. Исходное давление в камере было менее чем  $2 \cdot 10^{-4}$ , а рабочее - порядка  $1 \cdot 10^{-2}$  Па. Морфологию пленки оценивали с помощью сканирующей электронной микроскопии (Hitachi S-4700), а спектры отражения записывали с помощью спектрометра, также разработанного компанией Изовак (Беларусь).

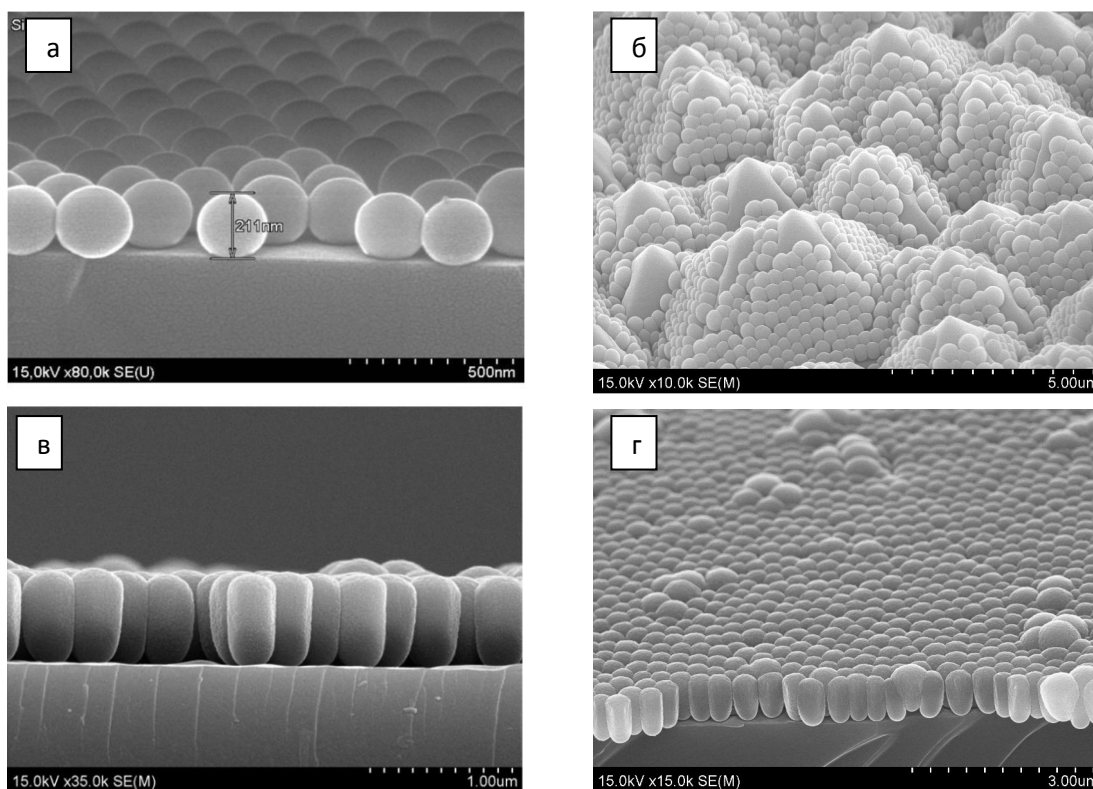
#### Результаты и их обсуждение

Монослой наносфер диоксида кремния диаметром  $\sim 210$  нм был организован на водной поверхности и перенесен на поверхность стекла с помощью установки, описанной в [1]. Как видно на рис. 2а, монослой достаточно однороден и наносферы находятся в плотной гексагональной упаковке. Аналогичным образом может быть модифицирована текстурированная поверхность, рис. 2б. Было установлено, что в вакууме при определенных

условиях из наносфер возможен рост наностержней, рис. 2в, причем эти наностержни не сливаются в единое целое с увеличением толщины пленки. Следует отметить, что наностержки растут перпендикулярно относительно горизонтально расположенной подложки и морфология поверхности существенно не изменяется при нанесении различных оксидов, включая проводящие пленки индий-олова оксида.

Столбчатые структуры формируются благодаря двум основным эффектам – (1) эффекту затенения, (2) ограниченной диффузии адатомов в пределах единичного элемента структуры, адсорбирующихся на поверхности определенной наносферы. Только при наличии единичных областей с неплотной упаковкой наносфер происходит уширение растущих структурных элементов (рис 2г), что обусловлено меньшим затенением элемента структуры. На рис. 3 продемонстрировано изменение оптических характеристик пленок при формировании наностержней из различных материалов.

Очевидно, что спектральные характеристики наноструктурированных периодических структур в значительной мере определяются показателем преломления используемого материала. Именно поэтому возможно формирование наностержней самых различных материалов высокой однородности. Следовательно, такие структуры очень перспективны при использовании в качестве полевых эмиторов, поскольку, как показано в [2] на примере периодических наностержней на основе  $TiO_2$ , возможна оптимизация геометрии и размера катода, приводящая к компактизации устройства, более быстрому включению, низкому операционному напряжению и стабильному току.



*Рис. 2. Монослой монодисперсных наносфер на основе диоксида кремния на планарной поверхности (а) и поверхности текстурированной кремниевой пластины (б), а также наностержней из диоксида кремния (в) и индий-олова-оксида (г).*

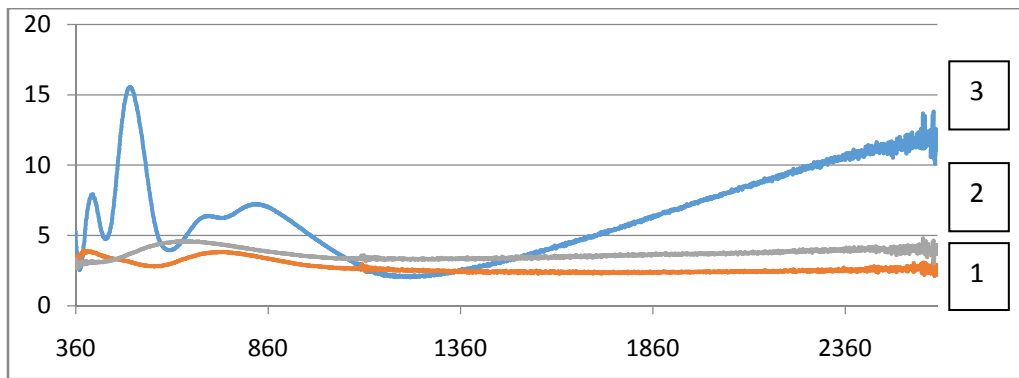


Рис. 3. Пример спектров отражения света от монослоя коллоидных кристаллов на основе  $\text{SiO}_2$  (1), а также пленок наностержней  $\text{SiO}_2$  (2) и  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ .

Недавно значительное внимание привлек метод выделения наноструктурированных пленок с различной морфологией и новыми свойствами под скользящим углом (glancing angle deposition, GLAD). На рис. 4 показана геометрия эксперимента при росте материала в таком скользящем пучке под углом  $\alpha$  относительно направления выделения материала.

Изменяя угол  $\alpha$ , можно менять ориентацию наностержней и увеличивать пористость пленки, как это видно на рис. 4б. Благодаря эффекту самозатенения и ускоренного роста материала на структурированной поверхности [3], образуются значительно более пористые структуры, по сравнению с традиционными вакуумными пленками. Как результат, эффективный показатель преломления структурированной поверхности много меньше, чем показатель преломления объемного материала, следовательно, наноструктурированные пленки можно использовать в качестве антиотражающих покрытий.

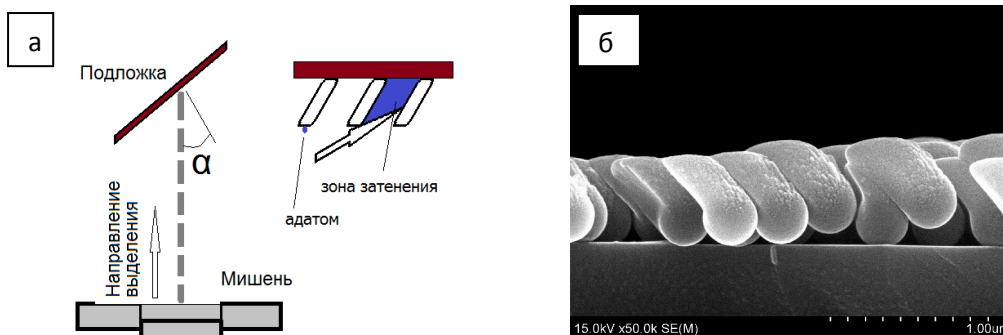


Рис. 4. Схема эксперимента методом GLAD (а) и результат нанесения диоксида кремния под углом 45 градусов относительно слоя коллоидных кристаллов.

Декорирование периодических столбчатых структур дополнительно наночастицами металла позволяет использовать такие поверхности в качестве подложек для Рамановской спектроскопии, поскольку такие периодические структуры существенно увеличивают интенсивность сигнала, делая возможным анализ соединений в диапазоне пико-фемтомолярных концентраций. Столбчатых структуры, декорированных наночастицами металлов, могут быть также использованы в качестве катализаторов благодаря большой удельной площади поверхности.

Таким образом, сконструированное устройство формирования периодических структур на поверхностях комбинации с вакуумными технологиями открывает новые, вполне очевидные перспективы создания функциональных слоев в комбинации с вакуумной техникой.

#### Литература

1. G.K. Zhavnerko, V.Ya. Shiripov. Device for formation of nanostructured coatings on solid surfaces. Taiwanese Patent No.: I542532 (2016).

2. X. S. Fang, Y. Bando, U. K. Gautam, C. H. Ye and D. Golberg, J. Mater. Chem., 2008, 18, 509.
3. L. Gonzalez-Garcia, G. Lozano, A. Barranco, H. Miguez and A.R. Gonzalez-Elipe. J. Mater. Chem., 2010, 20, 6408–6412.

## Технология формирования вертикально ориентированных углеродных нанотрубок и графеновых наностенок на металлических фольгах для производства суперконденсаторов

П.А. Розель, Е.А. Хохлов, В.Я. Ширипов

Минск, ООО ИЗОВАК Технологии, 220040, ул. М. Богдановича, 155-907, Беларусь,  
[rozel@izovac.com](mailto:rozel@izovac.com)

*Проведены экспериментальные исследования формирования углеродных наноструктур методом химического осаждения из газовой фазы активированной плазмой высокой плотности. Представлены результаты экспериментальных исследований технологических режимов формирования вертикально-ориентированных углеродных наноструктур и последующей модификации.*

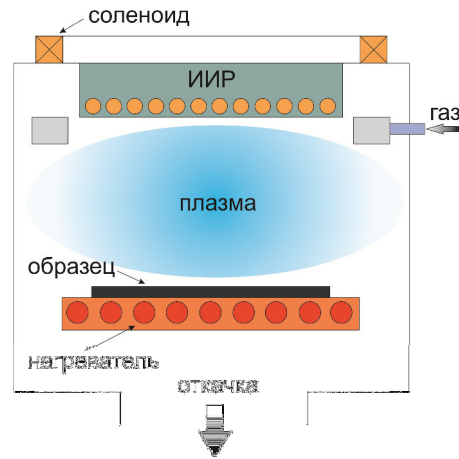
*Technology of vertically oriented carbon nanotubes and graphene nanowalls formation on metal foils for supercapacitors production. P.A. Rozel, V.Ya. Shiripov, A.E. Khokhlov. Experimental studies of the formation of carbon nanostructures by the method of chemical deposition from the gas phase activated by high-density plasma are made. The results of experimental studies of formation of vertically oriented carbon nanostructures and subsequent modification are presented.*

### Введение

Современные тенденции развития новейших источников питания, наноэлектронники, нанотехнологий и материаловедения обусловлены применением наноматериалов, обладающих уникальными свойствами. Перспективным видится использование наноматериалов, таких как углеродные нанотрубки, графеновые вертикальноориентированные наностенки в суперконденсаторах и литий-ионных аккумуляторах. Уникальные свойства углеродных наноструктур (УНС) позволяют выйти на качественно новый уровень развития накопителей энергии. Так же перспективным направлением использования является атомная и сканирующая зондовая микроскопия, наноэлектроника.

Целью работы является разработка технологии формирования углеродных наноструктур для применения в качестве электродов суперконденсаторов и литий-ионных аккумуляторов. При этом решается ряд задач, связанных с изучением механизмов роста углеродных наноструктур, определение влияния технологических режимов на формирование наноструктур, модификация поверхности углеродных наноструктур.

Методика исследований. Исследования формирования углеродных наноструктур проводились в реакторе плазмохимического осаждения, смонтированного в камере вакуумной установки УРМЗ 3.279.050. Для генерации плазмы использовался плоский источник индукционного разряда (ИИР) с диаметром антенны 220 мм, работающий на частоте 13,56 МГц. Высоковакуумная откачка осуществлялась турбомолекулярным насосом совместно с механическим агрегатом на базе пластинчато-роторного насоса. Остаточное давление в камере не хуже  $8 \cdot 10^{-4}$  Па. Рабочее давление при проведении экспериментов находилось в диапазоне от 1 до 20 Па. Газ в реактор подавался при помощи регуляторов расхода газа с максимальным расходом  $500 \text{ см}^3$ , и точностью не хуже  $\pm 1\%$ . Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 1. В качестве исходного образца использовались металлические фольги (Al, Cu, Ti) и кремниевая пластина. В качестве реакционного газа использовался пропан  $\text{C}_3\text{H}_8$  чистотой не хуже 99,6%. Исследование УНС производится с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ).



*Рис. 1. Схема экспериментальной установки плазмохимического осаждения.*

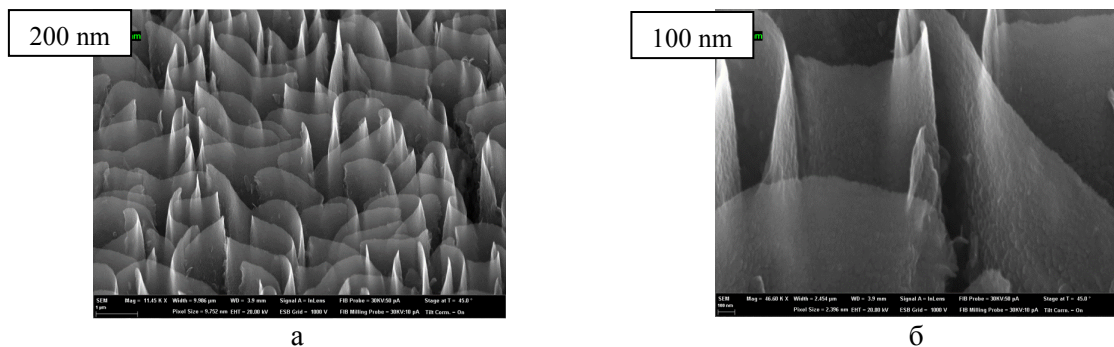
Было проведено выращивание УНС в реакторе ICPCVD, технологические режимы представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы осаждения УНС

Режим	Стадии	Время, мин	Температура подложки, °С	Газ, см <sup>3</sup> /мин		Рабочее давление, Па
				Ar	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	
1 (197)	Активация поверхности	5	500	200	-	7
	Рост	60		500	200	
2 (195)	Активация поверхности	5	550	200		7
	Рост		550-400	500	200	
3 (33)	Активация поверхности	5	350	200		3,5
	Рост	5	350	250	100	
4 (64)	Активация поверхности	5	400	200		
	Рост	60		400	200	

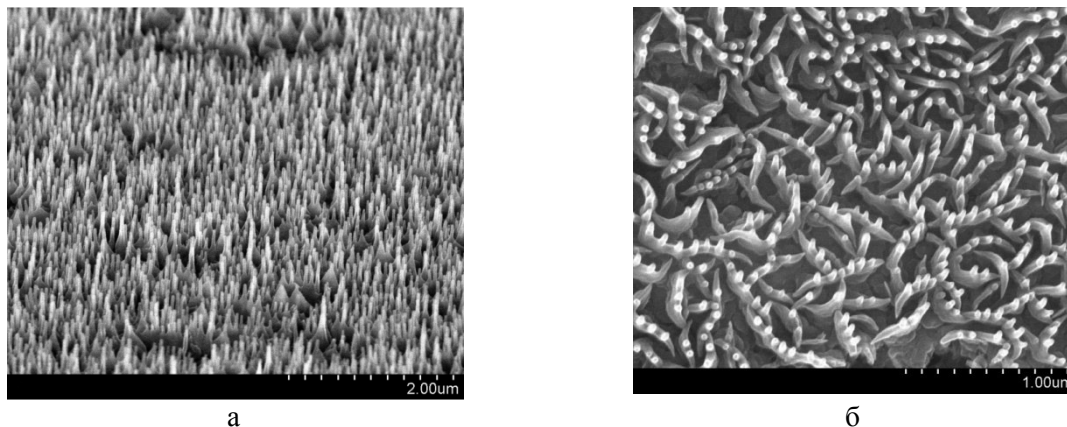
Стадии формирования структуры состоят из четырех этапов: нагрев образца, активация поверхности, рост структуры и охлаждение. Во время этапа «активация поверхности» в камере зажигается высокочастотная (ВЧ) аргоновая плазма и обработка поверхности длится в течение 5 минут. Во время этапа «рост» изменяемыми параметрами являются расходы газов, температура и мощность ВЧ разряда. Охлаждение образца осуществляется в камере с остаточным давлением  $5 \cdot 10^{-3}$  Па. Исследование формируемой структуры осуществлялось с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ).

Анализ результатов формирования УНС по режиму 1 (рис. 2) показал, что сформированная структура представляет собой вертикальноориентированные углеродные наностенки толщиной 15-20 нм. Данные наностенки состоят из нескольких вертикальноориентированных графеновых листов.



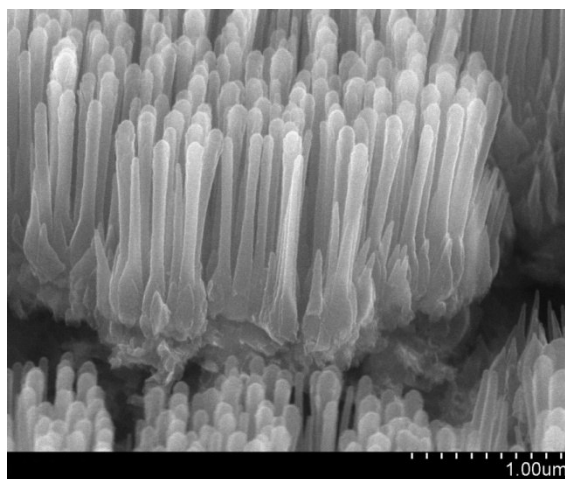
*Рис. 2. Результаты исследования режима 1 при различных увеличениях  
а – масштаб 200 нм, б – масштаб 100 нм.*

Изменив температурные параметры режима 1, была получена структура, представленная на рис. 3а и б под углом и вид сверху соответственно. Этапы формирования схожи с формированием углеродных наностен, на первом этапе на подложке растет наностенка, при уменьшении температуры подложки наностенки начинают сворачиваться в трубки, за счет этого формируются углеродные нанотрубки общим диаметром около 100 нм



а б  
*Рис. 3. Формирование углеродных нанотрубок методом ICPCVD  
а – вид под углом, б – вид сверху.*

Учитывая параметры предыдущего процесса, были внесены корректировки в режимы следующего процесса, для увеличения высоты трубок и уменьшения зародышевого слоя в виде наностен. На рис. 4 представлены результаты данного процесса. Как видно из РЭМ снимка, высота нанотрубок составляет около 1,5 мкм, зародышевая часть нанотрубок значительно меньше самих трубок. Использование разработанного метода позволило уменьшить температуру формирования нанотрубок до 350 градусов, что позволит использовать данный метод для нанесения такой структуры на более широкий спектр подложек.



*Рис. 4. Формирование углеродных нанотрубок при температуре 350°C.*

Во второй части работы проведено исследование возможности осаждения кремния на углеродные вертикально-ориентированные наностенки. Это сделано для исследования возможности использования такой структуры в литий-ионных аккумуляторах. Кремний часто рассматривается как альтернативный материал анодов литий-ионных аккумуляторов (ЛИА) благодаря его высокой теоретической емкости 4200 мАч/г (что намного больше теоретической емкости графита – 372 мАч/г, применяемого в коммерческих ЛИА). Однако при внедрении лития в структуру кремния происходит значительное изменение удельного объема материала (более 300%), что на практике означает быстрое разрушение анода и выход аккумулятора из строя. Для решения проблемы отслоения кремния от подложки, нами проведено осаждение



кремния на углеродные наностены для получения 3D структуры. Как предполагается такая структура позволит увеличить количество заряд-разрядных циклов электрода в сравнении с чистым кремнием, осажденным на медную фольгу. Режимы формирования данной структуры представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Формирование 3D структуры на основе углеродных наностен

Режим	Стадии	Время, мин	Температура, °С	Газ, см <sup>3</sup> /мин	
				Ar	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>
5 (376)	Активация поверхности	5	500	200	-
	Рост УНС	60	500	500	200
	Осаждение Si	60	400	400	200

Формирование структуры проводится в два этапа: на первом этапе на подложке формируются углеродные наностены, на втором этапе осуществляется подача SiH<sub>4</sub> в камеру и рост кремния (рис. 5 а). Анализируя данные РЭМ, установлено, что рост кремния происходит преимущественно на вертикальной составляющей наностен и заполнение происходит равномерно по всей площади листа. Предложенный метод изготовления тонкоплёночных электродов позволяет получать аноды ЛИА с удельной емкостью более 0.5 мА·ч/см<sup>2</sup>. Данный метод осаждения позволяет формировать многослойную структуру, чередуя осаждение углеродных наностен и кремния, для увеличения толщины электрода (рис. 5б).

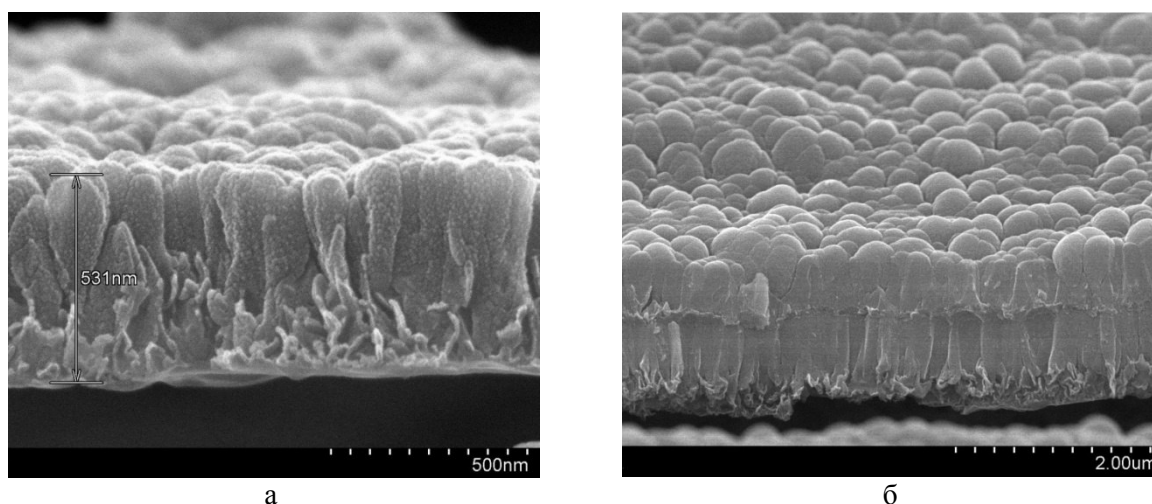


Рис. 5. Осаждение кремния на поверхности графеновых наностен  
а – однослойная структура, б – двухслойная структура.

В результате проделанной работы проведены исследования влияния технологических режимов на тип формируемой структуры. Отработаны режимы осаждения углеродных наноструктур. Показано, что использование метода позволяет формировать углеродные нанотрубки при температурах от 350 градусов. Описанная технология является достаточно гибкой и позволяет формировать углеродные наноструктуры требуемой геометрии. Исследована возможность модификации поверхности углеродных наностен кремнием для применения в разработке литий-ионных аккумуляторов.



## Адгезионные свойства клеевых соединений полимерных пленок, модифицированных в разряде постоянного тока

*М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.С. Кечекьян, А.А. Кузнецов*  
*Москва, ИСПМ им. Н.С. Ениколопова РАН, Профсоюзная, 70*  
*E-mail: [mikhailpiskarev@gmail.com](mailto:mikhailpiskarev@gmail.com)*

*Изучены адгезионные свойства полимерных пленок политетрафторэтилена и полиимида, модифицированных в разряде постоянного тока на аноде. Проведено измерение сопротивления отслаиванию методом Т-теста по ASTM 1876-2001 с использованием адгезивов различной химической природы.*

*The adhesion properties of the adhesive joints of some polymer films modified by direct-current discharge. M.S. Piskarev, A.B. Gilman, A.S. Kechk'yan, A.A. Kuznetsov. The adhesion properties of polytetrafluoroethylene and polyimide polymer films modified by the direct current discharge at the anode have been studied. The measurements of the peel resistance by T-test according to ASTM 1876-2001 using adhesives of different chemical nature were made experimentally.*

Ранее для количественного определения адгезионных характеристик пленок полимеров, модифицированных в низкотемпературной плазме, нами была разработана специальная методика Т-теста с использованием липкой ленты Scotch® 810 [1] на основе стандарта ASTM D3359-2002 [2]. Было показано, что эту методику можно использовать для количественного экспресс-определения адгезионных характеристик тонких пленок различных фторполимеров [3]. С практической точки зрения в настоящее время актуальной является задача изучения адгезионных свойств модифицированных в плазме полимеров в контакте с клеями различного химического состава [4]. В зависимости от толщины испытуемых образцов для проведения подобных исследований используют ряд методик. Например, для пластин и толстых пленок проводят испытания на сдвиг – “простой тест внахлест” с адгезивом MA300 (ITW Plexus, Великобритания) [5], отслаивание Т-типа с перфторированной полимерной смолой (Shin Etsu America, США) [6] и определение усилия сдвига с адгезивами Alkapren 50, Helmicar 17027, Loctite E 406 и активаторами Loctite 770 и E 406 [7]. Для тонких пленок наиболее подходящим является Т-тест согласно методике ASTM 1876-2001 [8]. Данные, полученные таким методом, приведены, например, в [9], где использовали полиуретановый адгезив DevThane 5 (Devcon, США) и в обзоре [10].

В наших исследованиях было показано, что воздействие разряда постоянного тока на пленки политетрафторэтилена (ПТФЭ) приводит к значительной и устойчивой во времени гидрофилизации поверхности, а данный метод является наиболее эффективным в плане гидрофилизации поверхности по сравнению с другими методами (ВЧ, СВЧ, диэлектрический барьерный разряд и т.п.) [1, 3].

### *Методика эксперимента*

В работе использовали пленки ПТФЭ производства ОАО «Пластполимер», г. Санкт-Петербург (толщина 60 мкм) и пленки полипиромеллитимида (ПИ) толщиной 50 мкм марки ПМ-1 ТУ 6-121-85. Процесс модификации в разряде постоянного тока проводили по методике и на установке, описанным в [11], образцы помещали на аноде, рабочим газом служил фильтрованный воздух, давление в системе составляло ~20 Па, ток разряда 50 мА и время обработки 60 с. Для проведения адгезионных испытаний использовали методику ASTM 1876-01[8]. На рисунке представлена схема образца для определения сопротивления отслаиванию клеевых соединений пленок методом Т-теста (а). Пленки склеивали по схеме (а), а затем нарезали на полоски шириной 10 мм. Испытания по определению сопротивления отслаиванию (А) (б) проводили на разрывной машине Hounsfield Н1К со скоростью 100 мм/мин. Результат измерений – усреднение по 10 тестам.

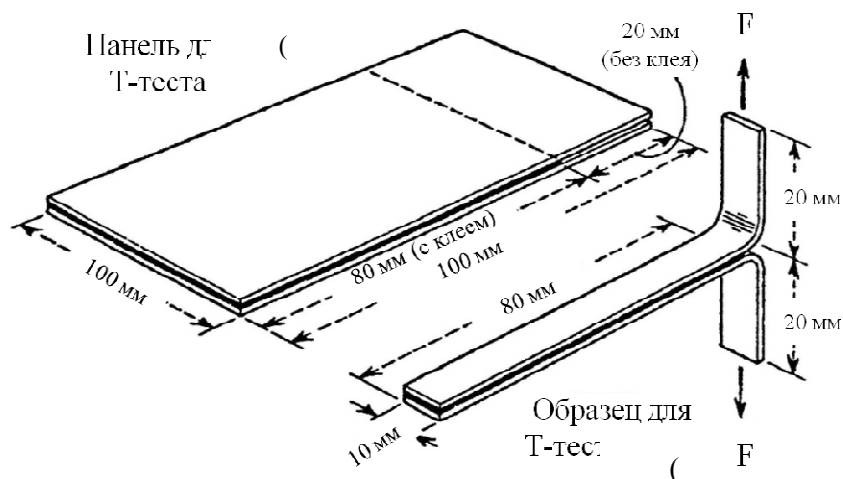


Рис. 1. Схема проведения испытаний по определению сопротивления отслаиванию (А) клеевых соединений пленок методом Т-теста – панель для испытаний (а) и схема Т-теста (б).

### Экспериментальные данные по адгезии клеевых соединений пленок ПТФЭ и ПИ

Для проведения испытаний использовали три типа пар образцов пленок – ПТФЭ/ПТФЭ, ПИ/ПИ и ПТФЭ/ПИ и 3 типа клеев:

1. Клей марки «Уран» (раствор полиуретанового каучука в ацетоне и этилацетате – ПУ), наносили на склеиваемые поверхности 2 образцов пленок, сушили при  $90^{\circ}\text{C}$  в течение 5 мин, затем поверхности соединяли и выдерживали под прессом при давлении  $3 \text{ кгс/см}^2$  и  $T=100^{\circ}\text{C}$  в течение 1 мин.
2. Модифицированную смолу ЭД-20 горячего отверждения смешивали с отвердителем полиэтиленполиамином, наносили на склеиваемые поверхности пленок, соединяли их и выдерживали при  $T=160^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч.
3. Циановый эфир (ЦЭ) – кристаллы 4,4-метилтен-бис(2,6-диметилфеницианата) – плавил при  $120^{\circ}\text{C}$ , расплав наносили на склеиваемые поверхности пленок, которые затем соединяли и выдерживали в термошкафу, постепенно повышая температуру, при следующих режимах:  $T=150^{\circ}\text{C}$  15 мин;  $T=170^{\circ}\text{C}$  15 мин;  $T=200^{\circ}\text{C}$  25 мин;  $T=230^{\circ}\text{C}$  10 мин;  $T=250^{\circ}\text{C}$  10 мин.

В таблице приведены данные по величине сопротивления (силы) отслаиванию (А), полученные методом Т-теста с использованием различных адгезивов для склеиваемых пар исходных образцов пленок ПТФЭ/ПТФЭ, ПИ/ПИ, ПТФЭ/ПИ и модифицированных на аноде в указанных выше условиях. Видно, что обработка в плазме приводит к многократному увеличению значений А при склеивании образцов ПТФЭ/ПТФЭ с помощью всех использованных адгезивов. Существенное увеличение А для модифицированных образцов наблюдалось и при склеивании клеем ПУ для пары ПТФЭ/ПИ. Несмотря на то, что использование клея ПУ для пары ПИ/ПИ показывало высокие значения А для исходного полимера, после обработки образцов в плазме имело место практически двукратное увеличение адгезии. Применение адгезивов ЭД-20 и ЦЭ для исходных образцов пары ПИ/ПИ показывало очень низкую адгезию, в то время как для модифицированных образцов наблюдалось ее примерно 10-кратное увеличение.

Проведенные нами ранее методами рентгенофотоэлектронной спектроскопии и Фурье-ИК-спектроскопии исследования химического состава и структуры пленок ПТФЭ, модифицированных в разряде постоянного тока в атмосфере воздуха, показали, что на поверхности наблюдается образование полярных кислородсодержащих групп различного строения и уменьшение содержания атомов фтора [3, 12]. Для пленок ПИ методом Фурье-ИК-спектроскопии было установлено, что воздействие разряда постоянного тока приводит к частичной расциклизации имидного цикла и образованию на поверхности полимера амино-групп и карбоксильных групп [13].

Таблица. Экспериментальные величины сопротивления отслаиванию  $A$  для пленок ПТФЭ и ПИ, модифицированных в разряде постоянного тока

Образец	Клей	Сопротивление отслаиванию $A$ , Н/м	
		Исходный образец	Обработан в плазме
ПТФЭ/ПТФЭ	ПУ	$10 \pm 1$	$290 \pm 26$
	ЭД-20	$10 \pm 1$	$160 \pm 19$
	ЦЭ	$5 \pm 0.5$	$190 \pm 14$
ПИ/ПИ	ПУ	$1360 \pm 120$	$2260 \pm 190$
	ЭД-20	$15 \pm 1.2$	$170 \pm 23$
	ЦЭ	$10 \pm 1$	$100 \pm 7$
ПТФЭ/ПИ	ПУ	$10 \pm 1$	$300 \pm 27$

Полученные данные свидетельствуют, что высокая адгезия между модифицированной в плазме поверхностью полимеров и адгезивами обеспечивается, по-видимому, за счет взаимодействия кислородсодержащих и аминогрупп поверхности с активными группами адгезива.

#### Литература

1. Яблоков М.Ю., Кечекьян А.С., Баженов С.Л., Гильман А.Б., Пискарев М.С., Кузнецов А.А. Адгезионные свойства пленок политетрафторэтилена, модифицированных в плазме. // Химия высоких энергий. 2009. Т. 43. № 6. С. 569.
2. ASTM D3359-2002 // Composite Adherend Specimen Machining Procedure.
3. Гильман А.Б., Пискарев М.С., Яблоков М.Ю., Кузнецов А.А. Модификация свойств и структуры поверхности пленок полифторолефинов под действием разряда постоянного тока. // Ж. Рос. Хим. об-ва им. Д.И. Менделеева (Рос. Хим. ж.). 2013. Т. 57. № 3. С. 99.
4. Wolf R. Plastic Surface Modification. / Surface treatment and adhesion. 2016. Munich: Carl Hanser Verlag. P. 61.
5. Oosterom R., Ahmed T.J., Poullis J.A., Bersee H.E.N. Adhesion performance of UHMWPE after different surface modification techniques. // Medic. Eng. Phys. 2006. V. 28. № 4. P. 323.
6. Adhesion Aspects of Polymeric Coatings / Ed. by K.L. Mittal / 2003. Ridderkerk: VSP BV. V. 2. P. 121.
7. Lapeikova B., Lapeik L.Jr., Smolka P., Dlabaja R., Hui D. Application of radio frequency glow discharge plasma for enhancing adhesion bonds in polymer/polymer joints. // J. Appl. Polym. Sci. 2006. V. 102. № 2. P. 1827.
8. ASTM 1876-2001 // Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test).
9. Rodriguez-Santiago V., Bujanda A. A., Stein B.E., Pappas D.D. Atmospheric plasma processing of polymer in helium-water vapor dielectric barrier discharge. // Plasma Proc. Polym. 2011. V. 8. № 7. P. 631.
10. Fluoroplastics / Ebnesajjad S. Surface Treatment of Polytetrafluoroethylene for Adhesion. / 2015. NY.: William Andrew. V. 1. P. 314.
11. Richkov D., Yablokov M., Richkov A. Chemical and physical surface modification of PTFE films—an approach to produce stable electrets. // Appl. Phys. A, Mater. Sci. & Proc. 2012. V. A 107. № 3. P. 589.
12. Gilman A., Piskarev M., Yablokov M., Kechek'yan A., Kuznetsov A. Adhesive properties of PTFE modified by DC discharge. // J. Physics: Conf. Ser. 2014. V. 516. P. 012012.
13. Гильман А.Б., Драчев А.И., Кузнецов А.А., Лопухова Г.В., Потапов В.К. Воздействие разряда постоянного тока на свойства и структуру полиимидных пленок. // Химия высоких энергий. 1997. Т. 31. № 2. С. 141.

## Модифицирование пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена в низкотемпературной плазме

*М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.А. Кузнецов, А.Н. Озерин*  
*Москва, ИСПМ им. Н.С. Ениколопова РАН, Профсоюзная, 70*  
*E-mail: [mikhailpiskarev@gmail.com](mailto:mikhailpiskarev@gmail.com)*

*Рассмотрены литературные данные по модифицированию пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) с использованием низкотемпературной плазмы, появившиеся за последнее десятилетие. Представлено описание установок для обработки образцов в разрядах различных типов и методов изучения изменений, происходящих на поверхности полимера. Приведены результаты исследования контактных и адгезионных свойств полимера. Показаны изменения химического состава и структуры пленок СВМПЭ. Представлены данные по метаболической активности модифицированных пленок.*

*Modification of the ultra-high molecular weight polyethylene films by the low-temperature plasma. M.S. Piskarev, A.B. Gilman, A.A. Kuznetsov, A.N. Ozerin. This manuscript presents the review of the literature data on the low temperature plasma modification of the ultra-high molecular weight polyethylene (UHMPE) films. The main techniques used for plasma processing and methods of studying of the changes occurring on the polymer surfaces are considered. The results of the study of contact and adhesion properties and the changes in chemical composition and structure of the modified UHMWPE are also presented. It is shown that the plasma modification leads to the essential improve on the metabolic activity of the modified films.*

Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) с молекулярной массой от  $1.5 \cdot 10^6$  до  $6 \cdot 10^6$  обладает высокими механическими свойствами, стойкостью к агрессивным химическим веществам, низким водопоглощением, низким коэффициентом трения и высокой устойчивостью к истиранию. Эти свойства определяют использование полимера во многих областях техники, а в последние годы в медицине и биологии, в том числе при изготовлении искусственных суставов и имплантатов в хирургии и ортодонтии. В настоящее время СВМПЭ выпускается под различными торговыми марками: Polymin SK (BASF, Германия), Polystone M (Roehling, Германия), Tivar (Quadrant, Бельгия), Tecafine PE10 (Ensinger, Германия), Okulen 2000 (SP-Plast, Финляндия), GUR (Ticona, Германия), Chirulen (Poly-Hi Solidur, Германия), компаниями Goodfellow (Великобритания), Braskem (Бразильская химия) и др.

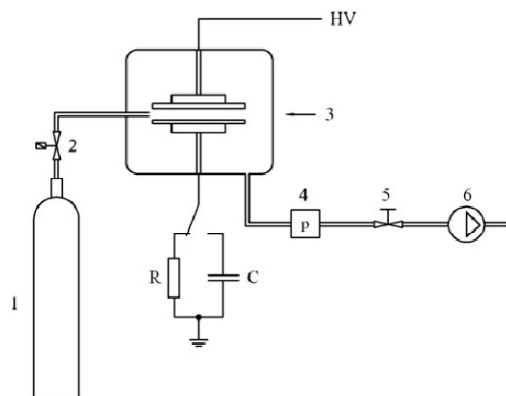
Так как поверхность полимера является гидрофобной, для многих областей применения его контактные и адгезионные свойства требуют существенного улучшения. В настоящее время одним из наиболее перспективных, технологичных и экологически чистых методов модифицирования поверхности полимерных материалов является воздействие низкотемпературной плазмы, позволяющее изменять свойства наноразмерного поверхностного слоя полимера, не меняя его объемных характеристик [1–3]. В работе рассмотрены наиболее интересные научные публикации последнего десятилетия, посвященные модифицированию пленок СВМПЭ под действием низкотемпературной плазмы и представлены основные современные методики модифицирования, методы изучения свойств обработанных пленок и их характеристики, важные для использования в различных областях науки и техники. Приведены экспериментальные данные, полученные авторами для пленок СВМПЭ, модифицированных в разряде постоянного тока.

### *Методики и установки для обработки пленок СВМПЭ в плазме*

Для модифицирования пленок, пластин, имплантатов и т.п. из СВМПЭ используют воздействие разряда пониженного и атмосферного давления с широким диапазоном частоты тока, включая промышленную (50 и 60 Гц), среднюю (20–90 кГц), высокую (ВЧ-, 13.56 МГц), микроволновую (СВЧ-, 2.45 ГГц) и постоянный ток. В качестве примеров на рис. 1 и 2

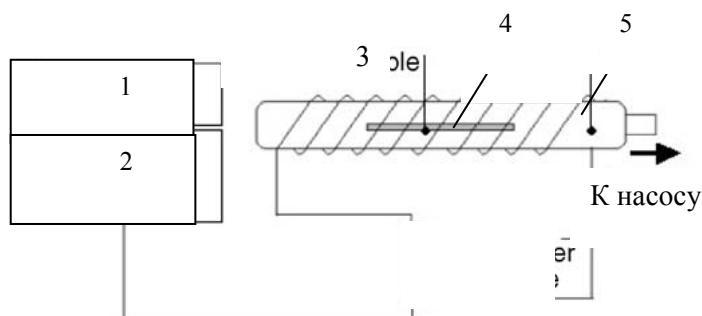
приведены схемы наиболее распространенных экспериментальных установок, используемых в научных исследованиях.

На рис. 1 представлена схема экспериментальной установки диэлектрического барьерного разряда (БР) с источником тока промышленной частоты [4]. Образец пленки СВМПЭ помещали на нижнем электроде, в качестве рабочих газов использовали Ag, He, N<sub>2</sub> и воздух, а при осаждении на поверхности образца тонкой пленки иной химической природы методом полимеризации в плазме прекурсором служил метилметакрилат. Рабочее давление составляло 90–100 кПа, время процесса варьировали от 1 до 5 мин.



*Рис. 1. Схема лабораторного реактора БР промышленной частоты: 1 – баллон с рабочим газом, 2 – дозирующий вентиль, 3 – рабочая камера, 4 – манометр, 5 – вакуумный вентиль, 6 – форвакуумный насос [4].*

На рис. 2 приведена схема лабораторной ВЧ-установки (13.56 МГц) с индуктивным зажиганием [5], образец модифицировали при оптимальной мощности источника 200 Вт в течение 10–120 с, в качестве рабочего газа использовали фильтрованный воздух (~1Па).



*Рис. 2. Схема лабораторной ВЧ-установки: 1 – источник питания разряда (13.56 МГц), 2 – импеданс, 3 – индукционная катушка, 4 – образец, 5 – реактор [5].*

Следует отметить, что для проведения научных исследований по модифицированию пленок, пластин и различных изделий из СВМПЭ (например, зубных имплантатов, суставов и т.п.) использовали ряд промышленных установок: Tigres Corona CKG, Stevard 100S, APC 2000, S.E.80 Barrel Plasma, Sigma Technology, Trion PCVD, Balzers SCD 050 и т.п.

### **Методы исследования модифицированных пленок СВМПЭ**

Для изучения свойств и химической структуры модифицированных в плазме пленок СВМПЭ используют различные физико-химические методики. Проводятся измерения краевых углов смачивания полярными и неполярными жидкостями с последующим расчетом поверхностной энергии, исследования адгезионных и трибологических характеристик, а также

механических свойств, таких как нанотвердость и устойчивость к образованию микроцарапин. Для изучения изменений химического состава используют методы рентгенофотоэлектронной спектроскопии, Фурье-ИК-, Раман- и оптической спектроскопии. С помощью атомно-силовой микроскопии и электронной микроскопии изучают морфологические изменения, происходящие на поверхности пленок, а методом рентгеновской диффракции – изменения кристаллической структуры. Специальные методики применяют для оценки и исследования адсорбции и роста клеточных и биологических структур в связи с использованием СВМПЭ в медицине и биологии.

Одним из наиболее важных результатов воздействия низкотемпературной плазмы на поверхность образцов СВМПЭ является существенное улучшение смачиваемости – рост гидрофильности. В таблице представлены экспериментальные величины краевого угла смачивания по воде  $\theta_v$  и рассчитанные значения поверхностной энергии ( $\gamma$ ), ее полярного ( $\gamma^p$ ) и дисперсионного ( $\gamma^d$ ) компонентов для пленок СВМПЭ (75 мкм, Goodfellow, Великобритания), модифицированных в БР на установке APC 2000 (90 кГц) в смеси He с парами воды в течение 0.43, 1.33 и 40 с [6].

Таблица. Экспериментальные величины  $\theta_v$  и рассчитанные значения поверхностной энергии ( $\gamma$ ), полярного ( $\gamma^p$ ) и дисперсионного ( $\gamma^d$ ) компонентов для пленок СВМПЭ, модифицированных в БР в атмосфере смеси He с парами воды [6]

Время обработки, с	$\theta_v$ , град	Поверхностная энергия $\gamma$ , мДж/м <sup>2</sup>		
		$\gamma$	$\gamma^p$	$\gamma^d$
–	97.5±0.6	34.3±2.0	4.4±1.8	29.9±0.2
0.43	61.5±1.2	48.2±0.8	16.3±0.7	31.9±0.1
1.33	57.0±1.0	53.8±0.2	20.7±0.2	33.1±0.1
40.0	40.3±0.7	59.4±0.1	32.0±0.1	27.3±0.1

Видно, что обработка в плазме приводит к уменьшению  $\theta_v$ , существенному увеличению  $\gamma$  и многократному возрастанию  $\gamma^p$ , а изменения указанных параметров зависят от времени воздействия разряда.

Многолетние исследования механизма процесса модифицирования поверхности полимерных материалов под воздействием низкотемпературной плазмы показали, что изменение контактных и адгезионных свойств обусловлены изменениями ее химического состава, а также морфологической структуры [1, 2].

Наиболее информативным и часто используемым при исследовании изменений химического состава поверхности является метод рентгенофотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), позволяющий определять химические элементы и группы на поверхности полимера. В качестве примера на рис. 3 приведен C1s спектр РФЭС исходной (а) и модифицированной в плазме БР в атмосфере смеси He и паров воды (б) пленки СВМПЭ [6]. Видно, что в исходном спектре представлен один пик, отвечающий энергии связи 285 эВ (C–C/C–H), в то время как после обработки в плазме при разложении C1s на компоненты выявлены 4 пика: 1 – 285 эВ (C–C/C–H), 2 – 286.5 эВ (C–O(H)), 3 – 287.5 эВ (C=O) и 4 – 289 эВ (O–C=O). Эти данные свидетельствуют о появлении на поверхности полимера новых кислородсодержащих групп – карбонильных и карбоксильных. Полученные данные были подтверждены результатами Фурье-ИК-спектроскопии.

Методом атомно-силовой микроскопии и сканирующей электронной микроскопии было показано, что воздействие плазмы приводит, как правило, к увеличению шероховатости поверхности пленок СВМПЭ и росту величинам средней квадратичной шероховатости ( $R_{ms}$ ).

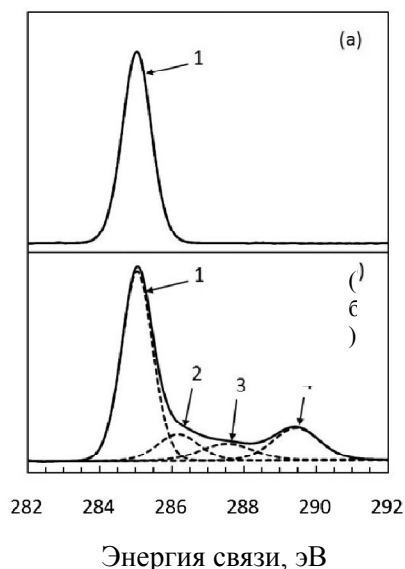


Рис. 3.  $C1s$  спектры РФЭС для исходной (а) и модифицированной в атмосфере смеси  $He$  и паров воды в плазме БР (б) пленки СВМПЭ. Энергии связи и группы: 1 – 285 эВ,  $C-C/C-H$ , 2 – 286.5 эВ,  $C-O(H)$ , 3 – 287.5 эВ,  $C=O$ , 4 – 289 эВ,  $O-C=O$  [6].

#### Адгезионные свойства модифицированных пленок СВМПЭ

Одной из основных целей модифицирования поверхности пленок СВМПЭ в низкотемпературной плазме является увеличение поверхностной энергии, в том числе существенный рост ее полярного компонента (таблица). Эти данные позволяют судить об улучшении адгезионных свойств полимера, однако в литературе представлены также работы, в которых использованы экспериментальные методики измерения адгезии модифицированных в плазме пленок СВМПЭ, как правило, определение сопротивления отслаиванию ( $A$ ) согласно методике ASTM 1876-2001 (Т-тест). На рис. 4 приведены панель для проведения Т-теста (а) и схема Т-теста (б).

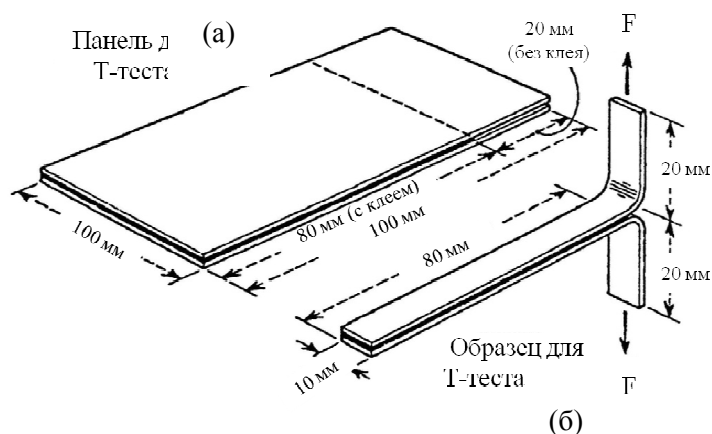


Рис. 4. Схема проведения испытаний по определению сопротивления отслаиванию ( $A$ ) клеевых соединений пленок СВМПЭ методом Т-теста – панель для испытаний (а) и схема Т-теста (б).

Авторами были проведены соответствующие измерения для образцов пленок СВМПЭ толщиной 100 мкм, модифицированных в разряде постоянного тока по методике, подробно описанной в [7]. Образец пленки помещали на аноде, рабочим газом служил фильтрованный воздух, обработку в плазме проводили при давлении  $\sim 20$  Па, токе разряда 50 мА и времени



воздействия от 60 с. Для склеивания образцов использовали клей марки «Уран» (раствор полиуретанового каучука в ацетоне и этилацетате – ПУ), который наносили на склеиваемые поверхности 2 пленок, сушили при 90°C в течение 5 мин, затем эти поверхности соединяли и выдерживали под прессом при давлении 3 кгс/см<sup>2</sup> и T=100°C в течение 1 мин. Для исходной пленки величина *A* в паре СВМПЭ/СВМПЭ составляла 12 ± 1 Н/м, однако после обработки в плазме она возрастала до 470 ± 30 Н/м. Для пары СВМПЭ/ПТФЭ значения *A* увеличивались от 10 ± 1 до 280 ± 24 Н/м.

### Взаимодействие СВМПЭ с биологическими объектами

Благодаря высокой химической инертности и биосовместимости СВМПЭ является перспективным материалом для создания матриц для тканевой инженерии, однако высокая гидрофобность поверхности и отсутствие специфических функциональных групп, обеспечивающих прикрепление и рост клеток, ограничивают его использование в регенеративной медицине. Так как воздействие плазмы приводит к гидрофилизации поверхности СВМПЭ и образованию полярных функциональных групп, значительный интерес представляют исследования, связанные с изменением взаимодействия поверхности модифицированного полимера с биологическими объектами – влияние на аффинность животных клеток (адгезию и рост). Показано, например, что модифицирование в низкотемпературной плазме оказывает влияние на адсорбцию остеобластов, прикрепление, рост и жизнеспособность фибробластов кожи человека (линии HFF-1 и NIH 3T3) [8], увеличивает антимикробную активность на примере *Escherichia coli* и *Staphylococcus aureus* и т.п. Эти данные свидетельствуют, что модифицирование в плазме поверхности СВМПЭ позволит формировать системы с оптимальными свойствами к иммобилизации биологически активных частиц и клеток для применения полимера в медицине и биологии, в частности, использовать модифицированные пленки, например, для заживления ран, а воздействие плазмы на хирургические инструменты и материалы – для их стерилизации.

### Литература

1. Энциклопедия низкотемпературной плазмы. Вводный том IV. / Под ред. Фортова В.Е. 2000. М.: Наука. 505с.
2. Friedrich J. The plasma chemistry of polymer surfaces: advanced techniques for surface design. 2012. Weinheim: Wiley. 473 p.
3. 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.
4. Aziz G., Cools P., De Geyter N., Declercq H., Cornelissen R., Morent R. Dielectric barrier discharge plasma treatment of ultrahigh molecular weight polyethylene in different discharge atmospheres at medium pressure: A cellbiomaterial interface study. // Biointerphases. 2015. V. 10. № 2. P. 029502.
5. Oosterom R., Ahmed T.J., Poulis J.A., Bersee H.E.N. Adhesion performance of UHMWPE after different surface modification techniques. // Medic. Eng. Phys. 2006. V. 28. № 4. P. 323.
6. Rodriguez-Santiago V., Bujanda A. A., Stein B.E., Pappas D.D. Atmospheric Plasma Processing of Polymers in Helium-Water Vapor Dielectric Barrier Discharges. // Plasma Proc. Polym. 2011. V. 8. № 7. P. 631.
7. Richkov D., Yablokov M., Richkov A. Chemical and physical surface modification of PTFE films—an approach to produce stable electrets. // Appl. Phys. A, Mater. Sci. & Proc. 2012. V. A 107. № 3. P. 589.
8. Kaklamani G., Bowen J., Mehrban N., Dong H., Grover L.M., Stamboulis A. Active screen plasma nitriding enhances cell attachment to polymer surfaces. // Appl. Surf. Sci. 2013. V. 273. P. 787.

## Оптимизация конфигурации мишени установки магнетронного напыления для синтеза тонкопленочного Pt/C композита для электродов электрохимических сенсоров

Е.А. Медведева, \*А.М. Баранов  
Смоленск, ФГУП «СПО «Аналитприбор», ул. Бабушкина, д.3  
e-mail: [elenamedvedeva78@mail.ru](mailto:elenamedvedeva78@mail.ru)  
\*МАИ (НИУ), Москва. Волоколамское шоссе, д. 4  
e-mail: [baranov\\_64@mail.ru](mailto:baranov_64@mail.ru)

Приведены результаты оптимизации конфигурации мишени установки магнетронного напыления для формирования тонких пленок Pt/C на фторопластовой подложке для дальнейшего использования данных пленок в качестве электродов в электрохимических сенсорах.

*Optimization of the configuration of the target magnetron sputtering installation for the synthesis of thin-film Pt/C composite for electrodes of electrochemical sensors. E.A. Medvedeva, A.M. Baranov. The optimization of target magnetron sputtering installation is described. This installation is used for the formation of thin films of Pt/C on a PTFE substrate for further application of these films as electrodes in electrochemical sensors.*

Измерение концентрации токсичных газов актуально в технологии производства материалов и приборов электронной техники. Наибольшему риску воздействия подвергаются работники предприятий по очистке сточных вод, шахтеры, металлурги, работники химических предприятий и др.

В связи с этим, идет постоянная разработка полноценных, недорогих, портативных датчиков, появилась потребность в новых типах химических датчиков с повышенной чувствительностью и селективностью. Из многообразия химических газовых сенсоров, таких как электрохимические, опико-абсорбционные, термокаталитические, фотоионизационные, полупроводниковые, достаточной точностью и селективностью обладают только электрохимические сенсоры.

Электрохимические сенсоры (ЭХС) (рис.1) – это специальные устройства, в которых аналитический сигнал обеспечивается протеканием электрохимического процесса [1].

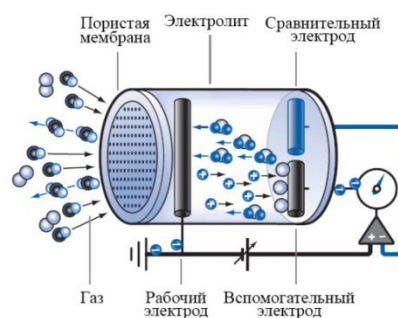


Рис. 1. Общая схема электрохимического сенсора.

Ток, вырабатываемый при электрохимической реакции детектируемого токсичного газа на катализаторе рабочего электрода, согласно закону Фарадея, прямо пропорционален концентрации газа. Поэтому концентрация этого газа может быть определена измерением величины тока.

В электрохимическом сенсоре определяемый компонент реагирует с чувствительным слоем непосредственно на рабочем электроде. Поэтому рабочий электрод должен одновременно выполнять несколько функций, обеспечивающих работу ЭХС: иметь

способность пропускать газ, играть роль катализатора, обладать высокой электропроводностью и не допускать вытекания жидкого электролита.

Рассмотрим вкратце процессы происходящие на рабочем электроде ЭХС. Газ проникает внутрь сенсора через газопроницаемую мембрану. На границе металлического электрода с раствором имеют место два связанных между собой явления: 1 - адсорбция, т.е. изменение концентрации компонентов раствора вблизи поверхности электрода; 2 – пространственное разделение зарядов, формирующее двойной электрический слой и создающее в нем электрическую разность потенциалов. Реакция взаимодействия газа с адсорбированным кислородом происходит на трехфазной границе раздела электролит-газ – катализатор. В результате прохождения электрохимической реакции в ячейке начинает протекать ток. Сила тока в ячейке будет пропорциональна его концентрации.

Несмотря на развитие различных подходов к технологии изготовления электродов, основными материалами по-прежнему остаются электроды на основе благородных металлов. Чаще всего - платина и золото. Выбор данных материалов основан на таких свойствах как, коррозионная стойкость и стабильность при поляризации. Платина, кроме того, является самым эффективным катализатором для сероводорода и угарного газа.

Недавно была разработана технология магнетронного нанесения тонкопленочных нанокompозитных катализаторов на основе платины и аморфного углерода (графита) для создания рабочих электродов ЭХС, которая обеспечивает улучшение воспроизводимости параметров электродов [2,3]. Добавление аморфного углерода в матрицу электродного композита, как высоко инертного материала с хорошей стабильностью во многих кислотах, растворителях и электролитах и обладающего высокой электрической проводимостью, обеспечивает развитие поверхности катализатора и пористости каталитического слоя, увеличивает способность к восстановлению кислорода и т.д. Отметим, что платина и графит не принимают участия в окислительно-восстановительном процессе, а являются лишь носителями атомарного кислорода.

Для нанесения нанокompозитных катализаторов на подложки помимо плазменного напыления, широко используются такие методы как трафаретная печать, химическое осаждение, микролитография и др. Эти методы нанесения катализатора не всегда подходят для массового производства, из-за высоких затрат на производство и стоимости каталитического агента-платины (т.к. толщина нанокompозитного слоя составляет десятки микрометров). Кроме того при использовании данных методов основной проблемой является чистота катализатора. В то же время, вакуумные методы нанесения нанокompозитных катализаторов позволяют уменьшить толщину каталитического слоя, что позволяет уменьшить расход платины до уровня меньше, чем  $1,0 \text{ мг/см}^2$  и обеспечить высокую чистоту слоев благодаря отсутствию в камере распыления посторонних примесей.

Преимуществом магнетронного распыления с точки зрения свойств нанокompозитных каталитических слоев является: возможность получать тонкопленочные покрытия из двух и более материалов в любых соотношениях, регулировать толщину напыляемого слоя, а значит, и его проводимость. Свойства материалов на основе аморфного углерода могут сильно изменяться в зависимости от соотношения между концентрацией sp-, sp<sup>2</sup>- и sp<sup>3</sup>- состояний атомов углерода [4]. Поэтому для получения графитоподобных слоев углерода методом магнетронного получения необходимо использовать графитовую мишень.

Тонкие пленки Pt/C композита получали на установке «Элато 600-Р» («Изовак») снабженной DC магнетроном и системой вращения подложкодержателя. Осаждение пленок производилось в атмосфере аргона при давлении  $\sim 10^{-1}$  Па. Режим распыления:  $U = 500\text{В}$ ,  $I = 200\text{мА}$ ,  $t = 20$  мин.

Интенсивность эрозии в зоне бомбардировки мишени ионами рабочего газа не равномерна – наибольший размер зоны наблюдается в месте увеличения удельного потока мощности. Как правило, зона эрозии мишени – канавка – образуется между полюсами магнитов.

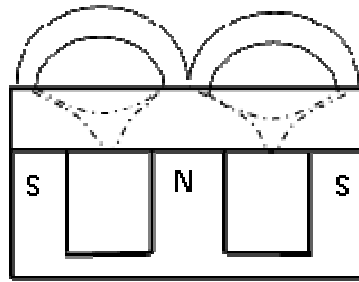


Рис. 2. Схематическое изображение конфигурации магнитного поля (сплошные линии) и формы эрозионной канавки (пунктирные линии) в сбалансированном магнетроне.

С целью оптимизации расхода дорогостоящей платины, в качестве мишени было решено применить составную платино-графитовую мишень, состоящую из графитовой проводящей подложки и нескольких полос платины расположенных непосредственно в центре зоны эрозии (рис.3). Центр и размер зоны эрозии определяли экспериментально, распыляя графитовую мишень в течение нескольких суток.

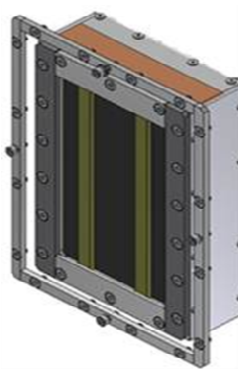


Рис. 3. Магнетрон, с установленной платино-графитовой мишенью.

Изменяя соотношение площадей Pt/C можно управлять концентрацией платины в составе композита. Так при соотношении площадей  $S_1/S_2 = 1,4$  процентное соотношение веса платины в композите составляет 90%, а при соотношении  $S_1/S_2 = 2,7$  – 70%.

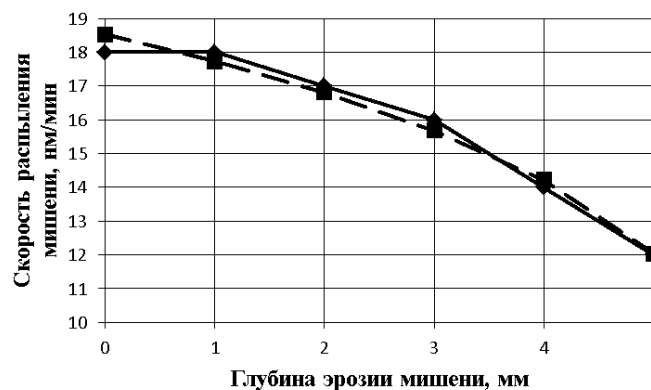


Рис. 4. Зависимость скорости распыления композитной мишени в зависимости от глубины её эрозии: сплошная линия – экспериментальные данные, пунктирная линия – расчетные.

На рис.4 приведена зависимость скорости распыления композитной мишени в зависимости от глубины её эрозии.

Исходя из полученной зависимости, можно заключить, что глубина эрозии мишени до 1 мм никак не сказывается на скорости распыления, однако последующее увеличение глубины

приводит к резкому снижению скорости распыления. Для автоматического управления процессом распыления была выведена зависимость скорости распыления мишени в зависимости от глубины эрозии мишени.

Рациональным решением для определения непосредственных взаимосвязей являлось построение регрессионных зависимостей скорости напыления от эрозии мишени на основании экспериментов и использование полученных уравнений регрессии в качестве необходимых математических моделей.

Величина эрозии мишени контролировалась в диапазоне от 0 до 5мм с шагом 1 мм. На каждом этапе эксперимента фактические значения эрозии и соответствующие им значения скорости распыления фиксировались троекратно.

Экспериментальные данные подверглись дальнейшей статистической обработке. Согласно данным эксперимента было получено уравнение регрессии, отражающее зависимость скорости распыления от толщины платиновой полосы, поскольку оценка данного параметра наиболее точна. Кроме того коэффициент распыления платины в 7-8 раз превышает коэффициент распыления углерода, в связи с чем логично оценивать именно уменьшение толщины платиновой полосы.

Результаты представлены на рисунке (пунктирная линия).

Уравнение регрессии:

$$v = 12.031 \cdot d^{0.241}$$

Таким образом, для каждой толщины полосы платины можно рассчитать свое время распыления в зависимости от требований к толщине пленки и внести изменения в технологический процесс.

На основании полученных результатов было сделано заключение, что толщина платиновой полосы должно быть не более 5 мм, так как при изменении глубины мишени при распылении на большую величину приводит к уменьшению скорости роста пленок на 35% по отношению к первоначальному значению. Поскольку данный параметр напрямую связан с толщиной получаемого пленки, пропорционально указанному значению возрастает и время распыления, что приводит к увеличению производственных расходов в связи с увеличением времени работы установки.

В результате исследования была проведена оптимизация формы платиновых вставок на составной мишени. Была выбрана мишень представляющая собой комбинацию платиновых полос(Пл-99,93) размерами 4x10x157 размещенных на графитовой плоской мишени МПГ-7 размером 157x95x6.

#### Литература

1. Ю. Г. Власов, Ю. Е. Ермоленко, А. В. Легин, А. М. Рудницкая, В. В. Колодников. Химические сенсоры и их системы. Журнал аналитической химии, 2010, том 65, № 9, с. 900–919
2. E. Medvedeva, A. Baranov, A. Somov, Design and investigation of thin film nanocomposite electrodes for electrochemical sensors. Sensors and Actuators B: Chemical. 236 (2016) 858–864.
3. Е.А.Медведева. Магнетронное напыление электродов электрохимических газовых датчиков. Датчики и системы, №10 (2014) 50-53.
4. V. V. Sleptsov, A. A. Kuzin, G. F. Ivanovsky, V. M. Elinson, S. S. Gerasimovich, P. E. Kondrashov, A. M. Baranov, Optical properties and phase composition of  $\alpha$ -C: H films, J. Non-Crystalline Solids. 136 (1991) 53-59.

## Обработка хитозансодержащих пленок в разряде постоянного тока: свойства поверхности и биосовместимость

Т.С. Демина, \*М.Г. Дроздова, \*Д.С. Зайцева-Зотова, М.Ю. Яблоков, А.Б. Гильман,  
\*Е.А. Марквичева, Т.А. Аكوпова, А.Н. Зеленецкий  
Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, Москва,  
ул. Профсоюзная, д. 70  
\* Институт биоорганической химии им. М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН,  
Москва, ул. Миклухо-Маклая, 16/10  
E-mail: detans@gmail.com

*Исследовано влияние обработки в разряде постоянного тока пленок из образцов хитозана с различной химической структурой, в т.ч. из его привитых сополимеров с поли(L,L-лактидом), на морфологию, химическую структуру и свойства поверхности методами сканирующей электронной микроскопии, рентгенофотоэлектронной спектроскопии и гониометрическими измерениями. Была исследована способность исходных и модифицированных в плазме пленок поддерживать адгезию, рост и пролиферацию различных животных клеток, включая мезенхимальные стволовые клетки человека.*

*DC discharge treatment of chitosan-containing films: surface properties and biocompatibility. T.S. Demina, M.G. Drozdova, D.S. Zaytseva-Zotova, M.Yu. Yablokov, A.B. Gilman, E.A. Markvicheva, T.A. Akopova, A.N. Zelenetskii. The effect of DC discharge plasma treatment of films of various chitosan samples on their morphology, surface properties and chemical structure was studied using scanning electron microscopy, X-ray photoelectron spectroscopy and contact angle measurements. An ability of non-treated and plasma-treated films to support adhesion, growth and proliferation of various animal cells including human mesenchymal stem cells was evaluated.*

Модифицирование поверхности материалов, предназначенных для использования в медицине и биотехнологии, является перспективным направлением изменения морфологии, химической структуры и свойств поверхности, в т.ч. ее способности обеспечивать адгезию, рост и дифференцировку различных клеточных линий. Перспективность воздействия плазмы определяется рядом факторов. Во-первых, плазмохимическая обработка позволяет модифицировать поверхностный слой, не изменяя объемных свойств материала. Во-вторых, этот метод является экологически чистым и не требует применения дополнительных химических веществ и растворителей, что особенно важно для материалов медицинского назначения. Третьим важным фактором является гибкость плазмохимического модифицирования с точки зрения параметров обработки, которые можно варьировать: тип разряда, природа рабочего газа и его давление, ток, время обработки и т.п. и, соответственно, регулировать структуру и свойства поверхности.

Хитозан – продукт деацетилирования природного полисахарида хитина – является одним из наиболее перспективных полимеров для применения в регенеративной медицине в форме пленок, волокон, гидрогелей, нано-/микрочастиц и т.д. [1]. Получение и модифицирование его структуры и свойств различными методами химии высоких энергий, в т.ч. плазмохимии рассмотрено нами в обзоре [2]. Благодаря природному происхождению хитина и различным условиям его деацетилирования, структура получаемого хитозана и его свойства варьируются в широких пределах и существуют значительные сложности со стандартизацией, которые, однако, не снижают интереса к этому полимеру. В работе [3] было показано, что различия в химической структуре полимера (молекулярная масса, степень деацетилирования и т.д.) влияют на эффект модифицирования в плазме. Изменение химической структуры путем получения производных и привитых сополимеров на основе хитозана позволяет, с одной стороны, существенно варьировать объемные и поверхностные свойства материалов и обеспечить возможность их получения с помощью новых технологий, но, с другой стороны, усложняет возможность предсказать эффект плазмохимической обработки [4, 5].

В данной работе суммированы основные факторы, влияющие на эффект обработки в разряде постоянного тока пониженного давления пленок из образцов хитозана с различной химической структурой, а также привитых сополимеров хитозана с поли(L,L-лактидом) (ПЛ), на морфологию поверхности, ее химическую структуру и свойства, в т.ч. способность обеспечивать адгезию, рост и дифференцировку различных клеточных линий.

В работе использовали хитозан, полученный суспензионным (Х-с) или твердофазным (Х-т) методом деацетилирования из хитина, выделенного из панциря крабов. Молекулярная масса (ММ) образцов хитозана составляла 60 и 350 кДа; степень деацетилирования (СД) 0.92 и 0.86 для Х-т и Х-с, соответственно [3]. Привитые сополимеры хитозана Х-т с поли(L,L-лактидом) (ММ 160 кДа), дополнительно модифицированные желатином (ХП-Жел), получали методом твердофазного реакционного смешения, представленного нами в [4]. Пленки получали формованием из растворов полимеров в  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (для Х-с и Х-т) или в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (для ХП-Жел или нативного поли(L,L-лактида)). Модифицирование пленок проводили в разряде постоянного тока пониженного давления по методике, описанной нами в [6]. Пленку помещали на аноде или катоде и обрабатывали при токе разряда 50 мА в течение 60 с, в качестве рабочего газа использовали остаточный воздух при давлении 10–20 Па.

Исследование морфологии, химической структуры и свойств поверхности показало, что исходные пленки из образцов хитозана с различными ММ и СД имеют разные параметры поверхности. Прививка на хитозан высокомолекулярного полилактида позволяет формировать пленки из его дисперсий в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , что для нативного хитозана нехарактерно, но приводит к обогащению поверхности сформованных таким образом пленок полилактидными фрагментами. Об этом свидетельствуют данные рентгенофотозлектронной спектроскопии (РФЭС), представленные в Таблице 1. Модифицирование в плазме во всех случаях характеризуется повышением гидрофильности поверхности, которая при обработке на аноде более выражена и приводит к полному растеканию воды.

Исследование химической структуры поверхностного слоя методом РФЭС показало, что обработка пленок из нативного хитозана в плазме приводит к окислению поверхности и увеличению количества азотсодержащих групп. Обработка пленок из привитого сополимера также сопровождалась увеличением содержания азота в поверхностном слое, однако количество кислородсодержащих групп уменьшалось. Такие изменения характерны для модифицирования нативного полилактида и свидетельствуют, что обработка в плазме пленок из сополимеров приводит к проявлению эффектов, характерных для его компонентов. Травление поверхности наблюдалось во всех случаях

Таблица 1. Влияние обработки в плазме на гидрофильность (угол смачивания по воде  $\theta_{\text{вода}}$ ) и химический состав поверхности исследованных образцов (атомные концентрации элементов по данным РФЭС).

Образец		$\theta_{\text{вода}}$ , град.	Атомные концентрации, %			
			С	О	N	
Х-с	исходный	89	68	25.9	6.1	
	обработан	на катоде	25	59.1	34.7	6.2
		на аноде	12	62.4	29.5	8.1
Х-т	исходный	68	76.6	19.9	3.5	
	обработан	на катоде	32	56.1	36.7	7.2
		на аноде	24	62.4	27.8	9.8
ХП-Жел	исходный	76	54.1	45.9	–	
	обработан	на катоде	22	60.8	34.4	4.8
		на аноде	10	74.8	21.9	3.3
Полилактид	исходный*	75	52.9	47.1	–	
	обработан	на катоде	11	57	39.1	3.9
		на аноде**	12	–	–	–

\* рассчитан исходя из химической структуры; \*\* нет данных



Исследование влияния модифицирования в плазме на адгезию и рост животных клеток проводили с использованием линии клеток фибробластов мыши (L929) и мезенхимальных стволовых клеток человека (МСК), выделенных из жировой ткани. Из рис. 1 видно, что обработка в плазме пленок влияла на жизнеспособность растущих на таких пленках клеток. Так, обработка пленок из нативного ПЛ, значительно улучшала адгезию и рост клеток L929, тогда как модифицирование пленок из сополимеров приводило к снижению количества жизнеспособных клеток в 3–4 раза [5]. В случае пленок из хитозана, влияние обработки в плазме зависело от типа хитозана [3]. В случае пленок X-с обработка на аноде и катоде приводила к небольшому снижению количества жизнеспособных клеток L929, причем это снижение было больше в случае обработки пленок на катоде. Обработка же пленок X-т на аноде способствовала небольшому увеличению количества клеток, а обработка на катоде не влияла на количество жизнеспособных клеток. Эти результаты можно объяснить сложным характером влияния плазмохимической модификации на биосовместимость обработанной поверхности.

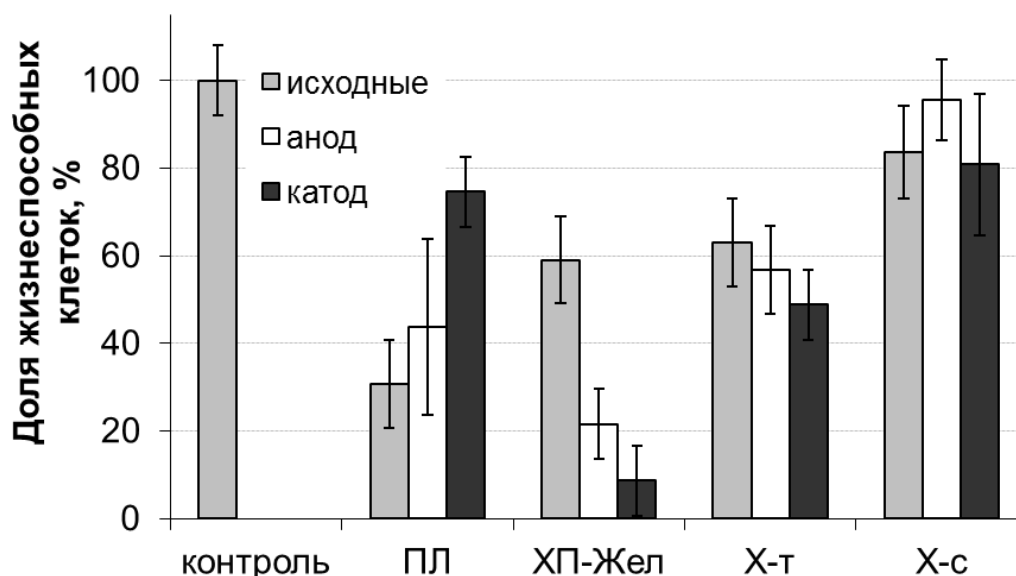
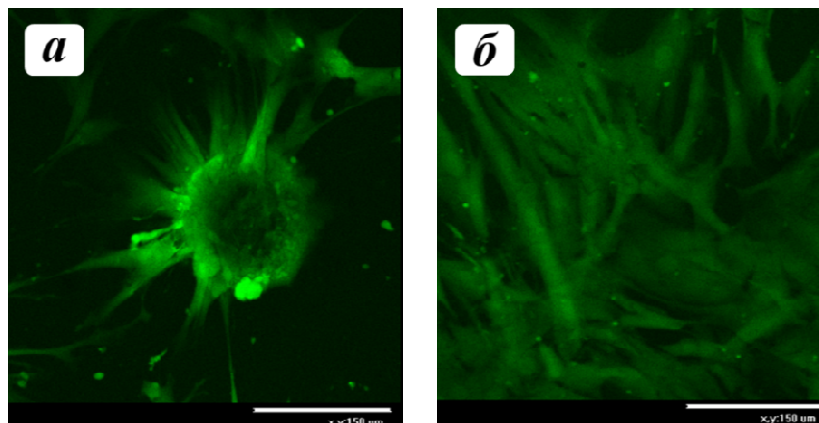


Рис. 1. Относительная жизнеспособность L929 фибробластов мыши, культивируемых на ПЛ, ХПЛ-Жел и хитозановых пленках в течение 1 недели. Результаты МТТ-теста выражены как среднее  $\pm$  стандартное отклонение для трех повторов. Жизнеспособность клеток, культивируемых на полистирольных планшетах, использовали в качестве контроля (100%).

Также изучали влияние модифицирования в плазме пленок из хитозана на адгезию, рост и пролиферацию МСК. В [7] было показано, что исходные характеристики макромолекул хитозана влияют на адгезию, пролиферацию и дифференцировку стволовых клеток в процессе их культивирования на пленках хитозана. С другой стороны, модифицирование в плазме пленок из ароматических полиэфиркетонов стимулирует остеогенную дифференцировку стволовых клеток [8]. Однако, литературных данных по влиянию обработки в плазме пленок хитозана на их способность поддерживать адгезию, рост и пролиферацию стволовых клеток найдено не было. Наши исследования показали, что на нативных X-с пленках МСК не распластаются и образуют клеточные агрегаты (рис.2). Модифицирование пленок на аноде способствовало распластыванию клеток и стимулировало их рост и пролиферацию.



*Рис.2. Микрофотографии мезенхимальных стволовых клеток человека через 72 часа культивирования на пленках без обработки (а) и обработанных на аноде (б).*

Таким образом, несмотря на то, что обработка в плазме существенно влияет на биосовместимость материалов, важным параметром, от которого зависит эффект этой обработки, являются исходные характеристики полимера, в т.ч. его химическая структура. Разница в структуре и свойствах поверхности исходных пленок приводит к различной интенсивности процессов, протекающих при обработке в плазме, и, соответственно, влияет на эффект плазмохимического модифицирования, в т.ч. с точки зрения биосовместимости поверхности.

#### Литература

1. Croisier F., Jerome Ch. Chitosan-based biomaterials for tissue engineering //European Polymer Journal. 2013.V. 49.P. 780–792.
2. Демина Т.С., Гильман А.Б., Акопова Т.А., Зеленецкий А.Н. Модифицирование структуры и свойств хитозана с использованием методов химии высоких энергий // Химия высоких энергий. 2014. Т. 48. №5.С. 339–349.
3. Demina T.S., Drozdova M.G., Yablokov M.Yu., Gaidar A.I., Gilman A.B., Zaytseva-Zotova D.S., Markvicheva E.A., Akopova T.A., Zelenetskii A. N. DC discharge plasma modification of chitosan films: an effect of chitosan chemical structure // Plasma Processing and Polymers. 2015. V. 12. № 8. P. 710–718.
4. Akopova T.A., Demina T.S., Shchegolikhin A.N., Kurkin T.S., Grandfils Ch., Perov N.S., Kechekyan A.S., Zelenetskii A.N. A novel approach to design chitosan-polyester materials for biomedical applications // International Journal of Polymer Science. 2012. doi:10.1155/2012/827967.
5. Demina T., Zaytseva-Zotova D., Yablokov M., Gilman A., Akopova T., Markvicheva E., Zelenetskii A. DC discharge plasma modification of chitosan/gelatin/PLLA films: surface properties, chemical structure and cell affinity // Surface & Coatings Technology. 2012. V. 207. P. 508–516.
6. Демина Т.С., Яблоков М.Ю., Гильман А.Б., Акопова Т.А., Зеленецкий А.Н. Влияние обработки в разряде постоянного тока на свойства поверхности композитных пленок хитозан/поли (L,L-лактид)/желатина // Химия высоких энергий.2012.Т. 46. №1.С. 64–69.
7. Ratanavaraporn J., Kanokpanont S., Tabata Y., Damrongsakkul S. Growth and osteogenic differentiation of a dipose-derived and bone marrow-derived stem cells on chitosan and chitooligosaccharide films // Carbohydrate Polymers. 2009. V. 78. P. 873–878.
8. Wasser-Althaus J., Salamon A., Waser M., Padeste C., Kreutzer M., Pielek M., Muller B., Peters K. Differentiation of human mesenchymal stem cells on plasma-treated polyetheretherketone// Journal of Materials Science: Materials in Medicine.2014. V. 25. P. 515–525.

## Оптические свойства наноструктурированных фторуглеродных пленок и многослойных пленочных структур

**С.В.Петрунин, В.М. Елинсон, В.И.Кузькин, О.А.Сильницкая**  
**МАИ (НИУ), Волоколамское ш.,4, г. Москва, 125993, [krotolov93@gmail.com](mailto:krotolov93@gmail.com)**

*Представлены типичные спектры оптического поглощения наноструктурированных фторуглеродных пленок и многослойных структур полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного плазмообразующей газовой смесью  $CF_4+C_6H_{12}$  с различной концентрацией  $CF_4$  и энергией ионов 1 – 3 кэВ. Рассчитана ширина запрещённой зоны  $E_g$  по краю оптического поглощения образцов. Построены зависимости  $E_g$  от концентрации  $CF_4$ . Предложен механизм структурных изменений поверхности ПЭТФ*

**Optical properties of nanostructured fluorocarbon films and multilayer film structures.**  
**S.V.Petrunin, V.M.Elinson, V.I.Kuzkin, O.A.Silnitskaya.** *Typical spectra of the optical absorption fluorocarbon nanostructured films and multilayer structures of polyethylene terephthalate (PET) are presented. Their surface is modified by plasma-forming gas mixture  $CF_4+C_6H_{12}$  with different concentrations  $CF_4$  and ion energy 1 – 3 keV. The width of the gap  $E_g$  on the edge of the optical absorption of samples is calculated. The dependence of  $E_g$  on the concentration of  $CF_4$  is shown. A mechanism of structural changes in PET surface is offered.*

Применение полимерных материалов, модифицированных фторсодержащими тонкими пленками, улучшает функциональные возможности приборов и устройств интегральной оптики, что многие специалисты связывают с более низким поглощением в различных диапазонах длин волн и с изменяющимися электрофизическими характеристиками [1]. Кроме того, 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 [2]. 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.

Особенностью плазмо-химического взаимодействия газового разряда с поверхностью полимера является то, что изменениям подвергается только поверхность полимерного материала на глубину слоя толщиной 10 – 1000 нм [3]. Структурная модификация приповерхностных слоев углеродными и фторуглеродными тонкими пленками приводит к формированию развитой топологии, морфологическим превращениям, что неизбежно влечёт за собой изменение спектров оптического поглощения и электрофизических параметров, в частности ширины запрещенной зоны [4].

В работе представлены спектры оптического поглощения многослойных структур модифицированного ПЭТФ с различными концентрациями  $CF_4$  в плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$  и при различных режимах нанесения. Исследуемые образцы наносились в несколько этапов, и представляют собой многослойные структуры. Рассмотренные спектры поглощения измерялись на каждом этапе формирования многослойных образцов. Проведено сравнение их характеристик по этапам.

Спектры поглощения образцов ПЭТФ исследовались с помощью спектрофотометра PhotoLab UV-VIS (WTW, Германия). По результатам измерений были вычислены значения ширины запрещенной зоны  $E_g$  образцов по краю поглощения и построены зависимости  $E_g$  от концентрации тетрафторметана  $CF_4$  в плазмообразующей смеси.

На первом этапе обработка исходного ПЭТФ проводилась в атмосфере  $CF_4$  с энергией ионов 2 кэВ в течение 30 минут (рис.1а). На втором этапе производилось нанесение углеводородной тонкой пленки в атмосфере циклогексана с энергией ионов 1кэВ (рис.1б), 2 кэВ (рис.1в) и 3 кэВ (рис.1г).

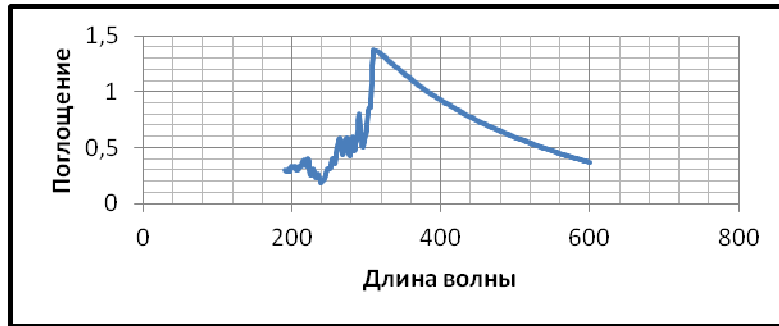


Рис.1а. Спектр поглощения ПЭТФ после обработки поверхности в атмосфере  $CF_4$  с энергией ионов 2 кэВ в течение 30 минут.

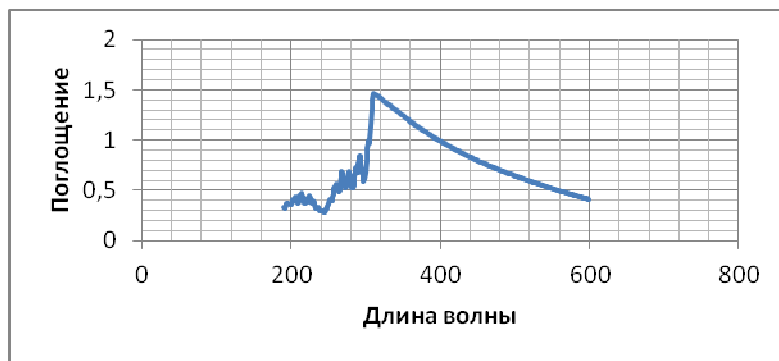


Рис.1б. Спектр поглощения ПЭТФ с обработанной поверхностью в атмосфере  $CF_4$  с энергией ионов 2 кэВ в течение 30 минут и после нанесения первого слоя в атмосфере  $C_6H_{12}$  с энергией ионов 1 кэВ.

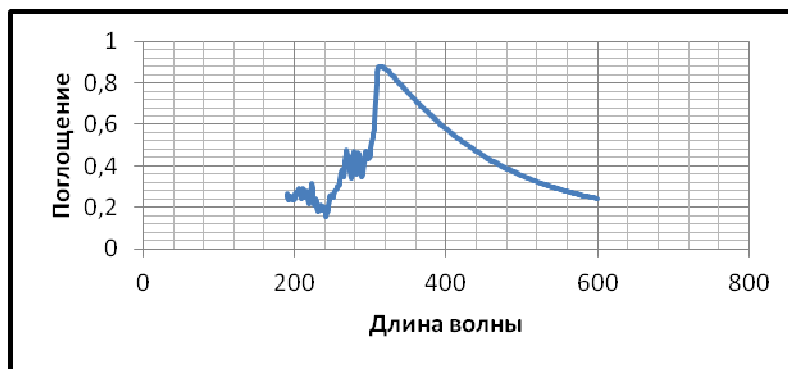


Рис.1в. Спектр поглощения ПЭТФ с обработанной поверхностью в атмосфере  $CF_4$  с энергией ионов 2 кэВ в течение 30 минут и после нанесения первого слоя в атмосфере  $C_6H_{12}$  с энергией ионов 2 кэВ.

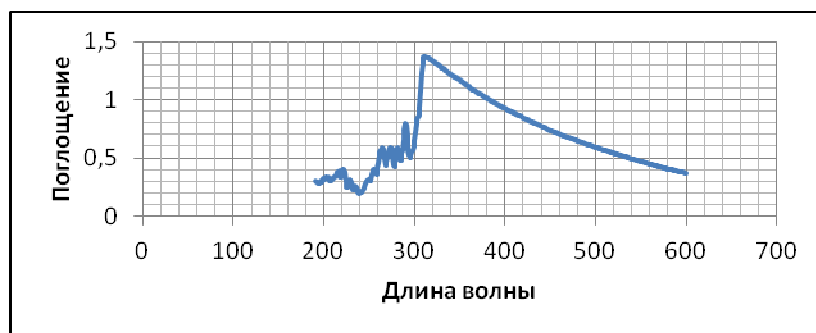


Рис.1г. Спектр поглощения ПЭТФ с обработанной поверхностью в атмосфере  $CF_4$  с энергией ионов 2 кэВ в течение 30 минут и после нанесения первого слоя в атмосфере  $C_6H_{12}$  с энергией ионов 3 кэВ.

Спектр поглощения заметно изменился при энергии ионов 2 кэВ.

На третьем этапе обработки на первый тонкий слой  $\alpha$ -СН, полученный осаждением из циклогексана при трёх различных условиях (1, 2 и 3 кэВ энергии пучка плазмы) напылялась тонкая фторуглеродная пленка из плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$  с концентрацией  $CF_4$  10%, 20%, 40%, 70% (всего 12 образцов).

Сравнительный анализ и результаты расчета ширины запрещенной зоны многослойных структур на основе полиэтилентерефталата приведены на рис. 2а, 2б, 2в.

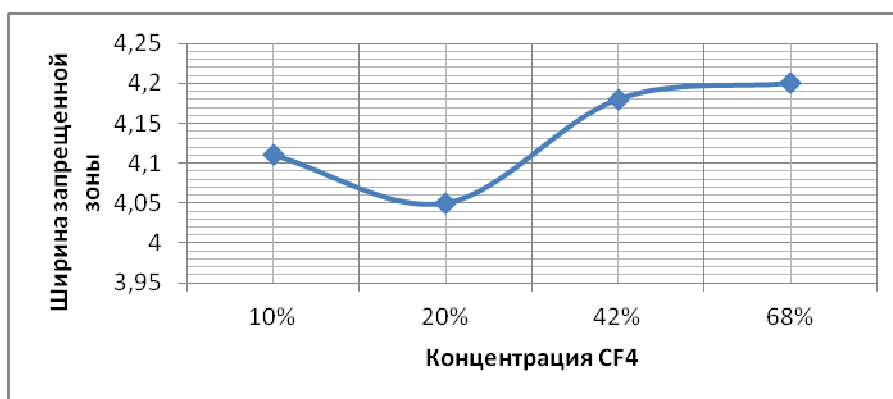


Рис.2а. Зависимость ширины запрещенной зоны от концентрации  $CF_4$  во втором слое для образцов с первым (нижним) слоем, полученным при энергии ионов  $C_6H_{12}$  1 кэВ.

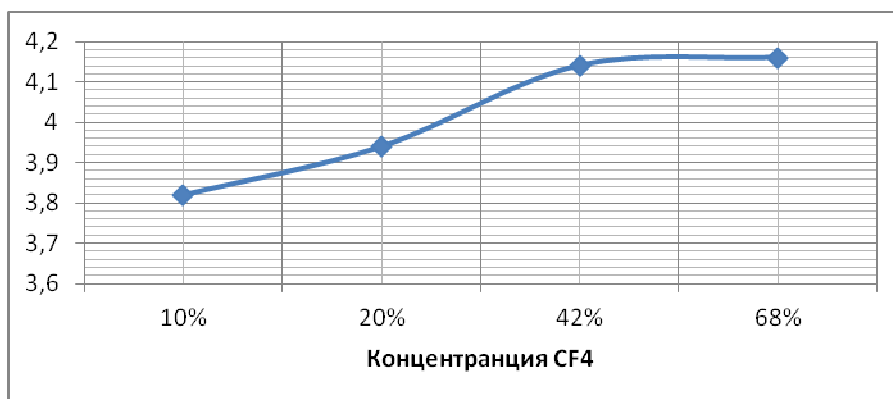


Рис.2б. Зависимость ширины запрещенной зоны от концентрации  $CF_4$  во втором слое для образцов с первым (нижним) слоем, полученным при энергии ионов  $C_6H_{12}$  2 кэВ

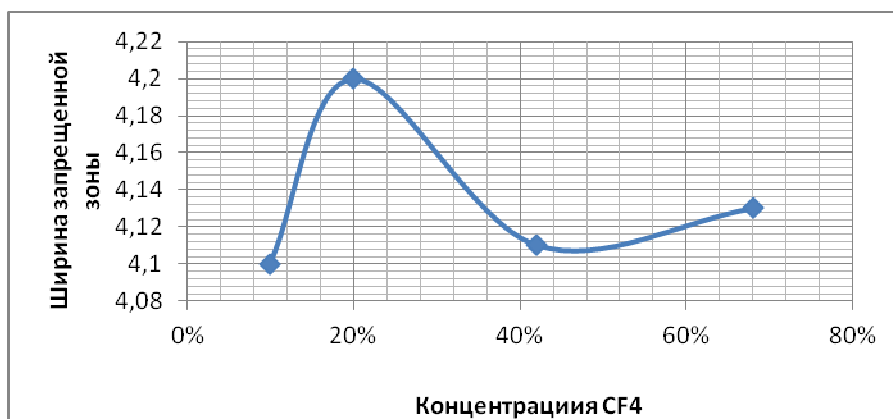


Рис.2в. Зависимость ширины запрещенной зоны от концентрации  $CF_4$  во втором слое для образцов с первым (нижним) слоем, полученным при энергии ионов  $C_6H_{12}$  3 кэВ.

В многослойных структурах зависимость величины ширины запрещенной зоны  $E_g$  (эВ) от концентрации тетрафторметана в плазмообразующей смеси при формировании верхнего слоя существенно зависит от технологических условий осаждения первого тонкого слоя. Если энергия ионных пучков, образуемых на основе циклогексана, равна 1 кэВ (нижний слой), наблюдается минимальное значение  $E_g = 4,05$  эВ при соотношении компонентов 20%  $CF_4$  + 80%  $C_6H_{12}$  во втором (верхнем) слое и дальнейшее увеличение доли тетрафторметана в плазмообразующей смеси приводит к возрастанию  $E_g$  до 4,2 эВ. Если энергия ионных пучков  $C_6H_{12}$  в первом слое 2 кэВ, то при изменении концентрации  $CF_4$  во втором слое происходит плавное возрастание величины ширины запрещенной зоны от 3,82 эВ до 4,14 эВ при соотношении компонентов 40%  $CF_4$  + 60%  $C_6H_{12}$  и дальнейшее увеличение процентного содержания  $CF_4$  практически не изменяет это значение. Наконец, если первый слой формировался при энергии ионных пучков  $C_6H_{12}$  3 кэВ, то наблюдается максимум  $E_g = 4,2$  эВ при 20%-тной концентрации  $CF_4$  во время осаждения второго слоя. Значительное влияние условий формирования нижнего слоя в многослойной структуре «подложка ПЭТФ, обработанная ионами  $CF_4$ /тонкая пленка  $\alpha$ -СН/фторуглеродная тонкая пленка» объясняется существенным влиянием энергии ионно-плазменных потоков на структуру и морфологию приповерхностных слоев ПЭТФ, модифицирующее действие которых проявляется в изменении топологии и величины встроенного заряда.

Выводы:

1. Изменение концентрации  $CF_4$  в плазмообразующей газовой смеси  $CF_4+C_6H_{12}$  приводит к изменению характера края поглощения на спектрах.
2. Характер изменения вида спектров поглощения ПЭТФ с модифицированной фторуглеродной смесью поверхностью коррелирует с величиной ширины запрещенной зоны  $E_g$ , рассчитанной по методу Таунса.
3. Относительная величина оптического поглощения уменьшается при модификации поверхности ПЭТФ углеродными и фторуглеродными тонкими пленками на всех образцах, кроме двухслойных, при формировании второго слоя в которых использовалось небольшое значение концентрации тетрафторметана 10%, что обусловлено большим количеством С-С и С=С связей в структуре приповерхностных слоев.
4. Характер зависимости величины  $E_g$  (эВ) в многослойных структурах от концентрации тетрафторметана в плазмообразующей смеси при формировании верхнего слоя существенно зависит от технологических условий осаждения первого тонкого слоя.
5. Влияние энергии ионных пучков при формировании нижнего слоя в двухслойных структурах на поведение зависимости  $E_g$  (% $CF_4$ ) связано с нарушениями структуры приповерхностных слоев и с образованием встроенного заряда.

Литература

1. С. М. Игумнов и др. Фторсодержащие мономеры и полимеры со специальными свойствами для интегральной оптики и фотоники. ДОКЛАДЫ АКАДЕМИИ НАУК, 2012, том 446, № 3, с. 288–293.
2. В.И. Соколов и др. Полимерная интегральная оптика на основе новых галогенизированных акрилатов. 10-я Всероссийская конференция «Химия фтора» 1-5 июня 2015, г. Томск Россия, с. 148-151.
3. Б.Б.Балданов, Ц.В.Ранжуров. Модифицирование поверхности пленок политетрафторэтилена в плазме слабоочного поверхностного разряда. Успехи прикладной физики, 2014, т. 2, № 2, стр. 112-116.
4. А.Н.Лямин, В.М.Елинсон, В.И.Кузькин, С.В.Петрунин, О.А.Сильнищкая. Определение ширины запрещенной зоны полиэтилентерефталата(ПЭТФ) модифицированного фторуглеродными тонкими пленками./Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, Крым, Судак,2016, с.256-259.

## **Алмазоподобные углеродные пленки в автоэмиссионных катодах**

*В.В. Борисов, \*С.А. Багдасарян, \*\*С.А. Налимов*

*Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова,  
РФ, 119991, Москва, Ленинские Горы 1, стр. 2, e-mail: borvv1947@mail.ru*

*\* Научно-производственное предприятие «Технологии радиочастотной идентификации и связи», РФ, 127051, Москва, Сухаревская пл. 4, стр. 1,  
e-mail: bagdassarian@mail.ru*

*\*\* АО Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш»,  
РФ, 121108, Москва, ул. Ивана Франко 4, e-mail: belyanin@cniititn.ru*

*Рассмотрены условия формирования алмазоподобных углеродных пленок (АУП) методами тонкопленочной технологии. Изучено строение АУП электронной микроскопией, спектроскопией комбинационного рассеяния света и рентгеновской дифрактометрией. Исследованы эмиссионные свойства АУП.*

***Diamond-like carbon films in the field emission cathodes V.V. Borisov, S.A. Bagdasaryan, S.A. Nalimov.** The conditions of diamond-like carbon (DLC) films formation by thin-film technology are considered. The structure of DLC films is studied with electron microscopy, Raman spectroscopy and X-ray diffraction methods. The emission properties of DLC films are investigated.*

### **Введение**

Различные углеродные материалы представляют практический интерес для использования в качестве эмитирующего слоя автоэмиссионных (ненакаливаемых) катодов, применяемых при создании плоских дисплеев, рентгеновских трубок и других устройств. Наряду с уникальными характеристиками автоэмиссионных катодов, имеется ряд трудностей для их применения. Основная эксплуатационная проблема – это стабилизация рабочего тока. Для его поддержания при продолжительной работе приходится увеличивать напряжение (старение катода). Для уменьшения скорости старения перспективно использовать в качестве эмиттера алмазоподобные углеродные пленки (АУП). В настоящей работе представлены результаты исследования состава и строения АУП, полученных методами распыления, и эмиссионные характеристики катодов на основе АУП.



### Методика эксперимента

Автоэмиссионные катоды (слоистые структуры Si/АУП) получали осаждением АУП на подложки из Si методами магнетронного и ионным пучком распыления графитовой мишени, а также диодным ВЧ-разрядом газовой смеси водорода (H<sub>2</sub>) и циклогексана (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>) (табл. 1). Использовали мишени из поликристаллического и монокристаллического графита. При формировании пленок диодным ВЧ-разрядом подложки охлаждались термоэлектрическими материалами.

Строение поверхности и состав мишеней и пленок исследовали с использованием атомно-силового микроскопа (АСМ) NOVA-873 (NT NDT); лазерного спектрометра комбинационного рассеяния (КР) света LabRAM HR 800 (HORIBA Jobin-Yvon) (линия 632,8 нм He-Ne лазера; мощность лазера < 300 мВт; площадь пятна луча ~4 мкм<sup>2</sup>, глубина анализируемого слоя ~3 мкм) и рентгеновского дифрактометра Rigaku D/MAX-2500/РС.

Таблица 1. Параметры процессов осаждения АУП.

Метод	Материал мишени	Рабочий газ	Давление газа, Па	Мощность разряда, Вт	Температура подложки, К	Скорость роста, мкм/ч
Магнетронное распыление	Графит	Ar	2	256,5 (ВЧ)	420–925	3
Распыление ионным пучком	Графит	Ar+H <sub>2</sub> (10:1)	6,6·10 <sup>-3</sup>	Энергия пучка 2–10 кЭВ	≤ 670	0,6
Диодный ВЧ-разряд	–	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> +H <sub>2</sub>	10 <sup>-1</sup>	~200–250	250–290	0,8–1

Вольт-амперные характеристики (ВАХ) измеряли с использованием импульсного источника напряжения, работающего в режиме стабилизации напряжения. Измерения проводились в диодной ячейке при давлении 10<sup>-3</sup>–10<sup>-5</sup> Па в импульсном режиме (частота – 50 Гц, длительность – 30 мкс). В качестве анода применялся цилиндр из нержавеющей стали диаметром 1 мм и высотой 2 мм. Зазор (Δ) между автоэмиссионным катодом и анодом составлял 200 мкм. ВАХ строились в координатах (E, J), где E – напряженность электрического поля (В/мкм) в зазоре между анодом и катодом (E=U/Δ), U – разность потенциалов между электродами, J – плотность тока (J=I<sub>C</sub>/S, где I<sub>C</sub> – ток катода, S – рабочая площадь поверхности анода).

### Результаты и их обсуждение

Удельное электрическое сопротивление сформированных АУП составляло 10<sup>2</sup>–10<sup>16</sup> Ом·см. Шероховатость ростовой поверхности АУП, имеющей глобулярное строение (рис. 1,а,б), (перепад высот рельефа слоя, R<sub>Z</sub>) составляла 1,1–5 нм и возрастала с увеличением толщины пленки.

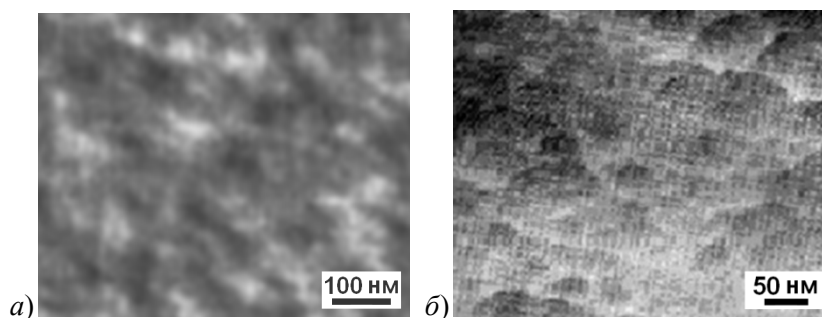


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности АУП, полученных методами диодного ВЧ-разряда (а) и распыления графита ионным пучком (б).

Спектры КР АУП показали наличие интенсивных ( $I$ ) полос  $D$  и  $G$ , которые расположены при сдвиге КР ( $\Delta\nu$ ) в области 1330–1360 и 1530–1580  $\text{см}^{-1}$  и относятся к валентным колебаниям углеродных пар [1]. Полоса  $G$  – характеристика упорядоченного графита (колебания пар атомов углерода с  $sp^2$ -гибридизацией связей). Положение полос и их уширение на спектрах КР АУП, сформированных плазменными методами, представлены в табл. 2.

Состав и строение АУП, сформированных методами распыления, не зависели от строения распыляемой графитовой мишени. На спектрах КР мишеней из монокристаллического графита (высокоориентированный пиролитический графит марки УПВ-1Т), в области  $\Delta\nu = 1000\text{--}2000 \text{ см}^{-1}$  наблюдается только полоса  $G$  при  $\Delta\nu 1580 \text{ см}^{-1}$  (полуширина полосы (ширина на половине высоты)  $\Delta\nu_{1/2} = 14 \text{ см}^{-1}$ ) (рис. 2,а, кривая 1). Разупорядочение графита (поликристаллическое строение) приводит к уширению полосы  $G$  и появлению полосы  $D$  (связана с  $sp^3$ -гибридизацией углерода), интенсивность которой пропорциональна уровню разупорядочения графита. У поликристаллического графита можно выделить четыре полосы – две интенсивные с максимумами в области 1329 и 1584  $\text{см}^{-1}$  (полосы  $D$  и  $G$ ), а также полосы при  $\Delta\nu 1609 \text{ см}^{-1}$  (полоса  $D'$ ) и 1480  $\text{см}^{-1}$  (рис. 2,а, кривая 2).

Таблица 2. Положение полос на спектрах КР АУП (в скобках –  $\Delta\nu_{1/2}$ )

Метод получения пленки		Полоса $D$ , $\Delta\nu$ , $\text{см}^{-1}$	Полоса $G$ , $\Delta\nu$ , $\text{см}^{-1}$	$I_D/I_G$	Другие полосы, $\Delta\nu$
Магнетронное распыление	420 К	1332–1339 (~180)	1581–1588 (~120)	1,1-1,2	1220–1227
	925 К	1330–1332 (~110)	1594–1601 (~80)	~1,4-1,6	~1150
Распыление ионным пучком		1331-1333 (~130)	1552-1558 (~120)	~0,9-1,0	~1200
Диодный ВЧ-разряд		1331-1334 (~105)	1543-1550 (~90)	0,6–0,7	–

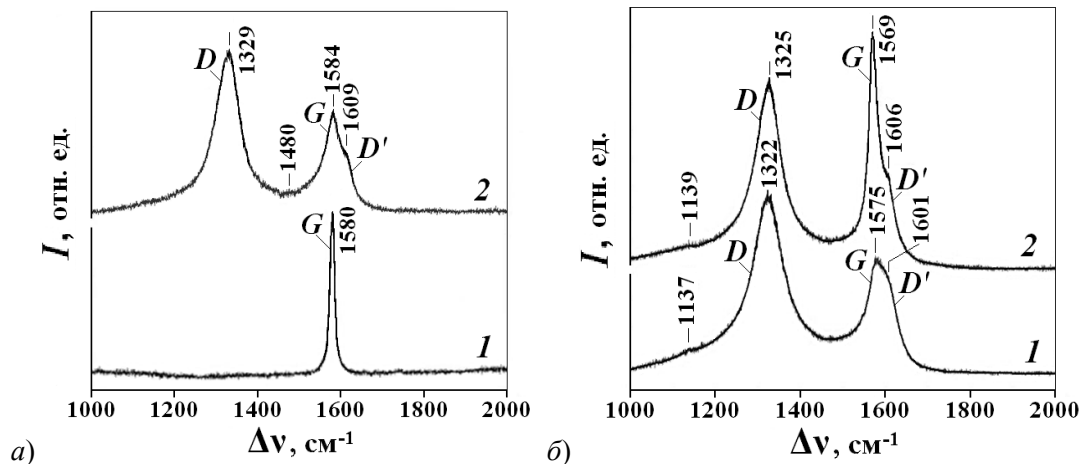


Рис. 2. Спектры КР мишеней из графита: а) монокристаллический (1) и поликристаллический (2) графит до распыления; б) монокристаллический графит в области сильного (1) и слабого (2) распыления.

Спектры КР области распыления мишени из монокристаллического графита, содержат 4 полосы (рис. 2,б). Значения максимумов полос  $D$  и  $G$  на спектрах КР, полученных от области сильного распыления, следующие:  $\Delta\nu 1322\text{--}1332 \text{ см}^{-1}$  ( $\Delta\nu_{1/2} = 76\text{--}82 \text{ см}^{-1}$ ) и  $1575\text{--}1584 \text{ см}^{-1}$  ( $\Delta\nu_{1/2} = 46\text{--}49 \text{ см}^{-1}$ ) ( $I_D/I_G = 1,17\text{--}1,5$ ), а слабого распыления –  $1325\text{--}1329 \text{ см}^{-1}$  ( $\Delta\nu_{1/2} = 66\text{--}67 \text{ см}^{-1}$ ) и  $1569\text{--}1570 \text{ см}^{-1}$  ( $\Delta\nu_{1/2} = 26\text{--}27 \text{ см}^{-1}$ ) ( $I_D/I_G = 0,80\text{--}0,85$ ).

При низких температурах подложки на спектрах КР АУП, полученных магнетронным распылением, помимо полос  $D$  и  $G$  ( $1340 \text{ см}^{-1}$  и  $1584 \text{ см}^{-1}$ ) проявляются слабые полосы при  $\Delta\nu 1227$  и  $1494 \text{ см}^{-1}$ , относящиеся к саже (рис. 3,а, кривая 1). Отсутствие полосы  $\Delta\nu \sim 1140 \text{ см}^{-1}$  и размытые полосы  $D$  и  $G$  указывают на аморфное строение пленок. Спектры КР образцов,

полученных с подогревом подложки в атмосфере Ag до 925 К (термическая стабильность АУП на воздухе – ~673 К, при этом происходит графитизация, потеря H<sub>2</sub>), содержат широкие полосы при  $\Delta\nu$  1331 см<sup>-1</sup> ( $\Delta\nu_{1/2} = 111$  см<sup>-1</sup>) и 1594 см<sup>-1</sup> ( $\Delta\nu_{1/2} = 81$  см<sup>-1</sup>) (рис. 3,а, кривая 2). Результаты анализа серии образцов приведены в табл. 2.

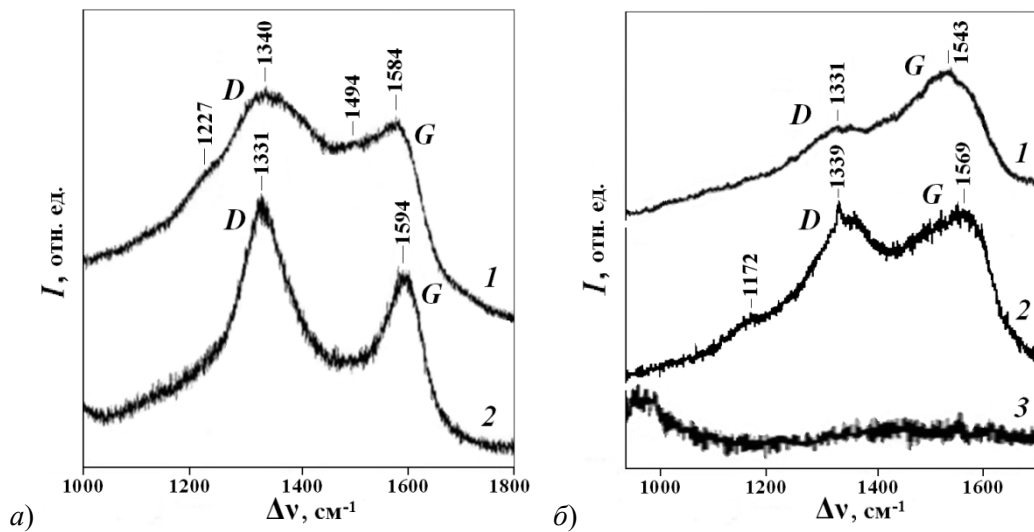


Рис. 3. Спектры КР АУП, полученных методами: а) магнетронного распыления при температурах 420 К (1) и 925 К (2); б) диодного ВЧ-разряда (1) и распыления графита ионным пучком (2, 3) (3 – после обработки АУП пучком электронов).

Спектры КР, полученные от пленок, сформированных диодным ВЧ-разрядом и распылением графитовой мишени ионным пучком, характерны для АУП, – имеют максимум вблизи ~1550 см<sup>-1</sup>, соответствующий некристаллической углеродной фазе, и широкую полосу при ~1330 см<sup>-1</sup>, соответствующий алмазу. На стадии аморфизации графита происходит существенное уширение полосы  $G$  и ее смещение до  $\Delta\nu$  ~1510 см<sup>-1</sup>, при этом интенсивность полосы  $D$  у аморфного графита уменьшается (рис. 3,б, кривая 1) или полоса исчезает. Спектр КР АУП, сформированных распылением графита ионным пучком, содержит слабую полосу при  $\Delta\nu$  1172 см<sup>-1</sup>, относящуюся непосредственно к атомам углерода с  $sp^3$ -связями (рис. 3,б, кривая 2). В результате бомбардировки сформированных пленок пучком электронов, на спектрах КР пропадали характерные для АУП полосы (рис. 3,б, кривая 3). При воздействии электронного пучка в углеродных пленках формируется карбин и снижается удельное электрическое сопротивление до значений  $< 10^2$  Ом·см.

АУП, формируемые методами диодного ВЧ-разряда и распыления графита магнетронным разрядом и ионным пучком, рентгеноаморфны. По данным рентгеновской дифрактометрии, концентрация алмазной фазы составляет  $< 5$  об.%, при этом размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей,  $L_{OKP}$ ) составляет  $< 1$  нм). Для рентгеноаморфных АУП сохраняется преимущественный тетракоординированный ( $sp^3$ ) характер гибридизации углеродных связей для первой и второй координационных сфер. По мере уменьшения  $L_{OKP}$  (формального размера кластера в пленке), нарушения трансляционной эквивалентности нарастают, вплоть до полной ее потери в рентгеноаморфных пленках. Существенным отличием АУП является появление химического взаимодействия между кластерами по мере уменьшения их исходных размеров (характеризующих особенности их образования в потоке пленкообразующих частиц) и, следовательно, увеличения относительной доли атомов углерода с некомпенсированными связями. Последнее, в свою очередь, приводит к уменьшению доли тетракоординированных связей в связи с ростом числа  $sp^2$  и других типов  $sp$ -гибридизации связей.

### Характеристики автоэмиссионных катодов

Автоэмиссионные испытания проводились на образцах, поверхность которых имела собственную проводимость. Для АУП, сформированных на подложках из Si распылением графита ионным пучком, пороговое значение  $E$ , при котором наблюдалась автоэлектронная эмиссия, составило 30 В/мкм (рис. 4,а). Плотность тока  $J$  равнялась  $1,2 \cdot 10^{-2}$  мА/см<sup>2</sup>. Эмиссия с поверхности происходит по границам наноглобул АУП [2]. Высокая крутизна характеристики делает указанные катоды перспективными для практического применения. Аналогичные результаты наблюдались для АУП, полученных методами магнетронного распыления и диодного ВЧ-разряда. Есть основания полагать (рис. 4,б), что для таких катодов, при небольших плотностях тока, скорости старения не будут превышать  $10^{-2}$  В/ч.

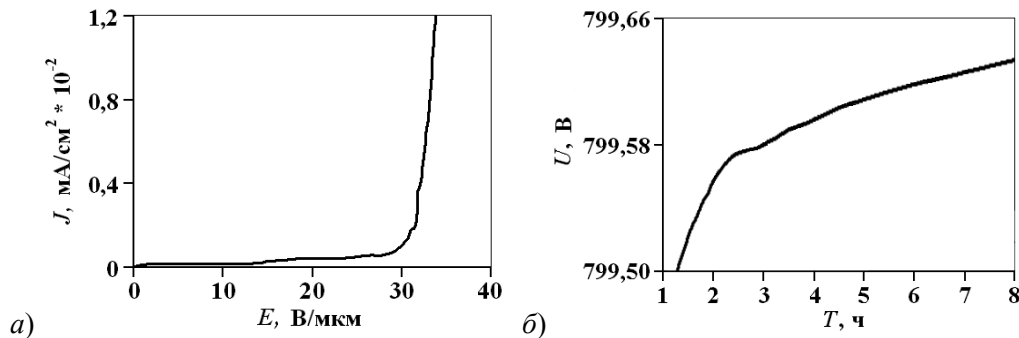


Рис. 4. Эмиссионные характеристики катодов Si/АУП (АУП получен распылением графита ионным пучком): а) ВАХ; б) скорость старения при  $J = 100$  мкА/см<sup>2</sup>

### Заключение

В настоящей работе представлены условия получения и проведен анализ строения АУП, сформированными методами магнетронного распыления, диодного ВЧ-разряда и распылением графита ионным пучком. Полученные пленки рентгеноаморфны, при концентрации алмазной фазы < 5 об.%. Методы распыления характеризуются неравновесными условиями формирования, при этом, варьируя условия осаждения можно менять фазовый состав и строение фаз пленок, оцениваемых по рентгеновским дифрактограммам и спектрам КР.

Показана возможность применения слоистой структуры Si/АУП при изготовлении устройств эмиссионной электроники. При использовании АУП эмиссия с поверхности происходит по границам наноглобул. Для АУП, сформированных на подложках Si распылением ионным пучком графита, пороговая напряженность электрического поля в зазоре катод – анод, при которой наблюдалась автоэлектронная эмиссия, составила 30 В/мкм.

### Литература

1. Collins J.L. Diamond-like carbon (DLC) – a review // Industrial diamond review. 1998. V. 58. № 578. P. 90–92.
2. Семенов А.П., Белянин А.Ф., Семенова И.А., Пашенко П.В., Барнаков Ю.А. Тонкие пленки углерода. II. Строение и свойства // Журнал технической физики. 2004. Т. 74. Вып. 5. С. 101–104.

## **Влияние условий предварительной ионной обработки полимерных материалов на адгезионные и механические свойства фторуглеродных наноструктур, сформированных на их поверхности**

**В.М. Елинсон, \*С.Г. Андреевская, П.А. Шур, \*\*Д.В. Кириллов, А.Н. Лямин**  
**Москва, «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, 4**  
**\*Москва, ФНИЦЭМ им Н.Ф. Гамалеи, ул. Гамалеи, 18**  
**\*\*Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-ая Бауманская ул., д. 5, стр.1**  
**E-mail: shur-pavel@mail.ru**

*В работе приводятся результаты исследования влияния предварительной ионной обработки поверхности полистирола и тефлона на адгезионные и механические свойства фторуглеродных наноструктур, сформированных в области переходных процессов на их поверхности. Микроорганизмы *S. Aureus* не адгезировались к поверхностям, подвергшимся более длительной обработке ионами  $CF_4$ . На исследуемых образцах при различной обработке и последующем нанесении фторуглеродной плёнки не обнаружены структуры, идентичные биоплёнке. Все значения модуля Юнга после предварительной обработки и дальнейшего нанесения фторуглеродного покрытия значительно превышают значения для необработанной поверхности полистирола, а значения нанотвердости практически не отличаются от значений для необработанного полистирола.*

***Effect of preliminary ion treatment on adhesion and mechanical properties of fluorocarbon nanostructures formed on polymeric materials surfaces. V.M. Elinson, S.G. Andreevskaya, P.A.Schur, D.V. Kirillov, A.N. Lyamin. The paper presents the research results of effect of preliminary ionic treatment of polystyrene and teflon surfaces on the adhesion and mechanical properties of fluorocarbon nanostructures formed in transient areas on their surfaces. Microorganisms *S. aureus* do not adhere to the surfaces subjected to a prolonged  $CF_4$  ionic treatment. Structures that are identical to the biofilm are not found on the studied materials. All the values of Young's modulus after pretreatment and further deposition of a fluorocarbon coating are significantly higher than values for untreated polystyrene surface. Nanohardness values do not differ from those for untreated polystyrene.***

В настоящее время чрезвычайно важной задачей является поиск путей модификации поверхности полимерных материалов, которые могут обеспечить стабильность поверхности к микробной колонизации. Адгезия микроорганизмов является ключевым этапом, определяющим перспективу последующих процессов биодеструкции и биокоррозии полимерных материалов [1-3]. Одним из наиболее перспективных способов борьбы с указанными эффектами является создание барьерных слоев на их поверхности. С этой точки зрения большой интерес привлекают фторуглеродные материалы, широко используемые в последние годы в различных областях науки и техники [3-8], а также фторуглеродные пленки, сформированные методами ионно-плазменной технологии [6,7], которые могут являться основой барьерных слоев. В работах [6,7] было показано, что при использовании плазмообразующей смеси  $CF_4+C_6H_{12}$  при ионно-стимулированном осаждении пленок из газовой фазы наблюдалась область переходных процессов (переход от нанесения пленок к их травлению). Наноструктурированные фторуглеродные пленки, сформированные в условиях переходных процессов, обладают антиадгезионными в отношении *S. aureus* свойствами. Однако для понимания механизма указанного явления и дальнейшего развития предложенного технологического подхода формирования наноструктурированных фторуглеродных пленок необходимо расширить технологический диапазон и исследовать антиадгезионные свойства полученных наноструктур, уделяя особенное внимание тем параметрам процесса, которые влияют на характер изменения рельефа. Кроме того, следует отметить необходимость исследования потребительских

характеристик сформированных наноматериалов, наиболее существенными из которых являются механические свойства. Таким образом, целью настоящей работы является исследование взаимодействия между *Staphylococcus aureus* и наноструктурированными барьерными слоями на основе фторуглеродных пленок, сформированными методами ионно-плазменной технологии в различных условиях, а также исследование механических характеристик полученных структур.

Формирование наноструктурированных поверхностей проводилось на вакуумной установке, оснащенной двумя источниками ионов, работающими в скрещенных электрическом и магнитном полях. На первом этапе производилась обработка направленными ионно-плазменными потоками частиц с целью формирования наноструктурированной поверхности с помощью тетрафторметана ( $CF_4$ ) в течение 30 и 20 минут. На втором этапе наносилась фторуглеродная пленка нанометровой толщины с различным соотношением  $CF_4$  и  $C_6H_{12}$  в газовой смеси в течение 20 минут.

В качестве модельных полимеров были выбраны полистирол (ПС) и тефлон (ПТФЭ), как одни из широко используемых полимерных материалов в различных областях науки и техники [6,9].

Для исследования адгезивных свойств наноматериалов в качестве микроорганизма-биодеструктора использовали музейный штамм *S. aureus* ATCC 29213, который, как известно [1-4], обладает мощным деструктивным потенциалом в отношении некоторых полимерных материалов. Описание использованной методики определения антимикробной активности подробно приведено в [10].

Таблица 1. Список образцов для исследования адгезионных свойств ПТФЭ

№ п/п	Условия формирования образца
0	Стекло покровное (контроль 1)
1	ПТФЭ (контроль 2)
2	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 30 мин
3	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 30 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (90% + 10%), 20 мин
4	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 30 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (60% + 40%), 20 мин
5	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 30 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (40% + 60%), 20 мин
6	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 20 мин
7	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 20 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (90% + 10%), 20 мин
8	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 20 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (60% + 40%), 20 мин
9	ПТФЭ, обработка $CF_4$ , 20 мин Нанесение ( $C_6H_{12} + CF_4$ ) (40% + 60%), 20 мин

Оценка структуры поверхности образцов проводилась в двухлучевом ионно-электронном сканирующем микроскопе Quanta2003D (FEI Company, USA) в режиме высокого вакуума при ускоряющем напряжении 5 и 10 кВ после напыления на их поверхность тонкой (5 нм) плёнки золота (999) в установке SPI-Module Sputter/Carbon Coater System (SPI Inc., USA).

Нанотвёрдость и модуль Юнга измерялись с помощью нанотвердомера Nanovea («MicroPhotonics Inc.», США) по методике Оливера-Фарра. Описание использованной методики описано в работе [11].

В качестве индентора использовался индентор Берковича. Индентирование проводилось при нагрузке на индентор 2,5 мН, время выдержки индентора при максимальной нагрузке 20 секунд. Для каждого образца было проведено не менее 12 испытаний. В процессе измерения строится диаграмма нагрузки-разгрузки, как функция величины силы, приложенной

к индентору, от глубины его вдавливания. Нанотвёрдость вычислялась, как отношение максимальной нагрузки к площади вдавливания  $H=P_{\max}/A$ . Все вычисления с некоторыми уточняющими коэффициентами делались автоматически с помощью программного обеспечения прибора.

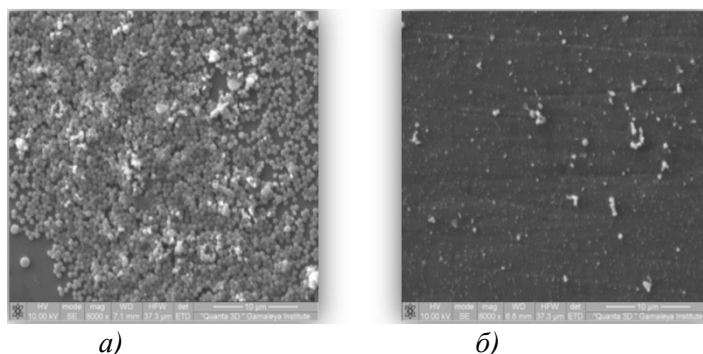


Рис.1. Адгезия микроорганизмов на контрольных поверхностях материалов:  
а) покрывное стекло (образец №0); б) ПТФЭ (образец №1).

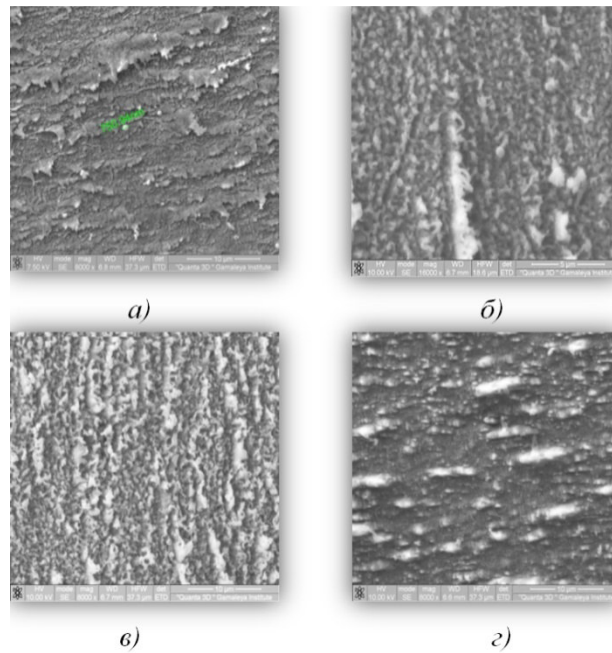
Выбор образцов для исследования адгезионных свойств произведен на основе данных работ [6,7,12], в которых показано, что при содержании  $CF_4$  в плазмообразующей смеси от 40 до 60% наблюдается область переходных процессов (от нанесения пленки к ее травлению). Образцы, сформированные в области переходных процессов обладают антиадгезионными в отношении *S. aureus* свойствами. В данной работе были расширены условия формирования образцов. Список образцов представлен в таблице 1.

На поверхности стекла были образованы массивные скопления микроорганизмов, местами многослойные, частично покрытые экзоматриксом (рис. 1а). На поверхности контрольного образца ПТФЭ не обнаружено плотных скоплений бактериальных клеток (рис. 1б). Они располагались на расстоянии друг от друга, иногда формируя цепочку делящихся клеток.

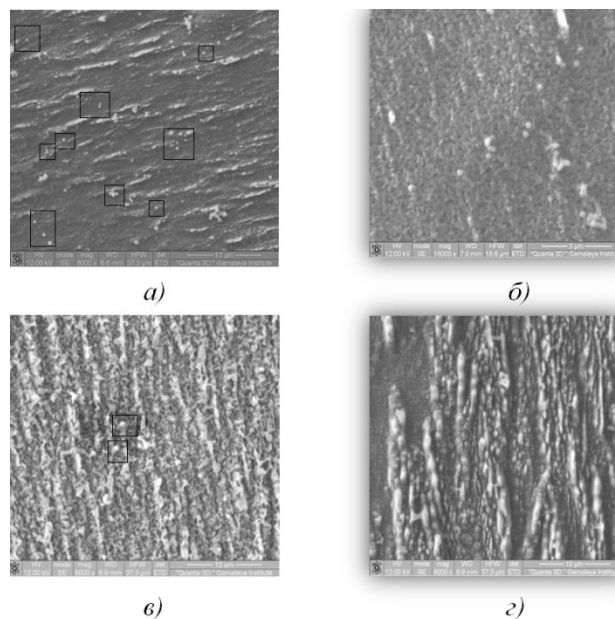
На поверхности образца № 2 (только обработка  $CF_4$ , 30 мин) (рис. 2а) и №3 (обработка+нанесение фторуглеродной плёнки (10%  $CF_4$ ) (рис. 2б) обнаружены единичные микробные клетки, отдельно расположенные, но признаков формирования биопленки и деления клеток выявлено не было. При этом на поверхности образцов №4 (рис.2в) и №5 (рис. 2г) бактериальных клеток выявлено не было, что свидетельствует о наличии у поверхности модифицированного полимера антиадгезионных свойств.

При времени первичной обработки поверхности ПТФЭ в течение 20 минут и всех фторуглеродных покрытий, сформированных на основе данной обработки характерны признаки деления бактериальных клеток и небольшие их скопления. Так при использовании только обработки поверхности (образец №6) (рис. 3а) в каждом поле зрения зафиксировано по 8-15 бактериальных клеток, биопленки не обнаружено, но есть пары делящихся клеток и небольшие скопления от 3 до 5 клеток. Для образца №7 (рис. 3б) в каждом поле зрения были зафиксированы по несколько клеток микроорганизмов, но явных признаков деления и формирования биопленки не выявлено. Для образцов № 8 и 9 в редких полях зрения зафиксированы единичные бактерии, что свидетельствует о важности времени первичной обработки полимера (рельефа поверхности) и слабых антиадгезионных свойств образцов полимера вне зависимости от условий формирования фторуглеродной плёнки.





*Рис.2. Адгезия микроорганизмов поверхности образцов ПТФЭ при времени первичной обработки 30 минут: а) образец №2; б) образец №3; в) образец №4; г) образец №5.*



*Рис. 3. Адгезия микроорганизмов поверхности образцов ПТФЭ при времени первичной обработки 20 минут: а) образец №6; б) образец № 7; в) образец №8; г) образец №9*

Данные о средних значениях нанотвердости и модуля Юнга образцов приведены в таблице 2. Приведенные данные показывают, что образцы с обработкой ионами  $CF_4$  в течение 10 минут имеют самое малое значение нанотвердости и модуля упругости Юнга. Все значения модуля Юнга после нанесения фторуглеродной пленки значительно превышают значения для необработанной поверхности полистирола (в 3 раза) и для поверхности после обработки ионами  $CF_4$  (в 200 раз). Значения нанотвердости после обработки  $CF_4$  в течение 10 минут также резко уменьшаются, но после дальнейшего нанесения фторуглеродной пленки практически не отличаются от значений необработанного полистирола.

Таблица 2. Значения нанотвёрдости и модуля упругости Юнга нанесённых покрытий на полистироле.

Параметры образца	Нанотвёрдость H, ГПа	Модуль упругости Юнга E, ГПа
Чистый ПС	0,68±0,06	1,34±0,06
CF <sub>4</sub> -10 мин	0,01±0,001	0,02±0,001
CF <sub>4</sub> -20 мин	0,322±0,09	4,53±0,16
CF <sub>4</sub> -30 мин	0,287±0,04	3,43±0,13
CF <sub>4</sub> -10 мин+CF <sub>4</sub> (10%)/C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> (90%)	0,27±0,03	1,58±0,08
CF <sub>4</sub> -10 мин+CF <sub>4</sub> (20%)/C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> (80%)	0,58±0,05	3,98±0,12
CF <sub>4</sub> -10 мин+CF <sub>4</sub> (30%)/C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> (70%)	0,61±0,04	4,09±0,17
CF <sub>4</sub> -10 мин+CF <sub>4</sub> (40%)/C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> (60%)	0,58±0,03	3,85±0,12
CF <sub>4</sub> -10 мин+CF <sub>4</sub> (50%)/C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> (50%)	0,56±0,05	3,35±0,15

Образцы с обработкой ионами CF<sub>4</sub> в течение 10 минут имеют самое малое значение твердости и модуля упругости Юнга. После нанесения фторуглеродной пленки нанотвёрдость образцов значительно возрастает от 0,01 ГПа (образец 0) и достигает максимума 0,61 ГПа при нанесении фторуглеродной пленки с 30% содержанием CF<sub>4</sub> (образец 3). Значения модуля упругости Юнга так же изменяются от 0,02 ГПа (образец 0) до 4,09 ГПа (образец 3).



Рис. 4. Гистограммы зависимости механических характеристик фторуглеродных покрытий от содержания CF<sub>4</sub> в плазмообразующей смеси CF<sub>4</sub> + C<sub>6</sub>H<sub>12</sub> и от времени предварительной обработки: а) нанотвердость; б) модуль упругости Юнга.

Было выявлено, что предварительная обработка с помощью ионов CF<sub>4</sub> играет значительную роль при формировании барьерных слоев. На ПС была произведена обработка в течение 10, 20 и 30 минут. Наибольшие значения механических характеристик достигаются при 20 минутах предварительной обработки, что возможно связано с максимальными значениями среднеквадратического отклонения шероховатости Rq для данного рельефа (Нанотвердость-0.32 ГПа, Модуль Юнга – 4.53ГПа) (Рис. 4).

#### Заключение.

1. Микроорганизмы (*S. aureus* 29213 ATCC) в меньшей степени адгезировались к поверхностям, подвергшимся обработке CF<sub>4</sub> в течение 30 мин, чем к образцам, которые были обработаны в течение 20 мин., где были обнаружены признаки деления бактериальных клеток и небольшие их скопления. При дальнейшем нанесении на образец с 30 минутной обработкой фторуглеродной пленки с 40% и 60% содержанием CF<sub>4</sub> в газовой смеси не выявлены

микроорганизмы на поверхности образцов, что свидетельствует об отсутствии адгезии микроорганизмов к поверхности.

2. На исследуемых образцах при различной обработке и последующем нанесении фторуглеродной плёнки не выявлено образования сплошной биопленки.

3. При оптимизации структуры с целью улучшения механических характеристик, а также уменьшения адгезии целесообразно использовать предварительную обработку. Наибольшие значения механических характеристик достигаются при 20 минутах предварительной обработки. При дальнейшем нанесении фторуглеродного покрытия с различным содержанием  $CF_4$  в газовой смеси возможно добиться больших значений механических характеристик, чем при другом времени обработки.

4. Все значения модуля Юнга после предварительной обработки ионами  $CF_4$  и нанесения фторуглеродного покрытия значительно превышают значения для необработанной поверхности полистирола. Значения нанотвердости после обработки  $CF_4$  в течение 10 минут резко уменьшаются, но после дальнейшего нанесения фторуглеродной пленки практически не отличаются от значений необработанного полистирола. Наибольшие значения механических характеристик достигаются при 20 минутах предварительной обработки, что возможно связано с максимальными значениями среднеквадратического отклонения шероховатости  $R_q$  для данного рельефа

#### Литература

1. Shah A.A., Hasan F., Hammed A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnol. Adv.*, 2008, 26(3), 246-265.
2. Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. *J. Biotechnol.*, 2005, 4, 186-193.
3. Donlan R.M. Biofilms: Microbial life on surface. *Emerg. Infect. Dis.*, 2002, 8, 1-20.
4. L.V. Didenko, G.A. Avtandilov, T.A. Smirnova, N.V. Shevlyagina, V.N. Tsarev, I. Yu. Lebedenko, V.M. Elinson, I.G. Tiganova, Yu.M. Romanova. Study of the processes for colonization and persistence of microorganisms on artificial materials of medical appointment. *Russian J. of Microbiology, epidemiology and immunobiology*, 2015, 5, с. 64-69.
5. Zaichenko O. Yu., Ilin V.K., Vologin A.I., Novikova N.D., Lebedenko I. Yu., Deshevaya E.A. Testing of acrylic plastics for resistance to artificial biodestruction in imitation model with the use of microbial association. *Russian Stomatologicheskii Journal*, 2002, 3, 19-24.
6. 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.
7. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Lyamin A.N., O.A. Silnitskaya. The chapter “Nanostructured fluorine-containing surfaces: physicochemical properties and resistance to biodestruction” in the book “Polymer science: research advances, practical applications and educational aspects”, Formatex Research Center, Madrid, Spain, 2016, pp. 342-347 (A. Mendez-Vilas, A. Solano Eds). ISBN-13: 978-84-942134-8-9.
8. Yanglood J.P., Andruzzi I., Senaratne W., Ober C.k., Callow M.E., Callow J.A., Finlay J.A. New materials for marine biofouling resistance and release: semi-fluorinated and pegylated block copolymer bilayer coating. *Polym Mater. Sci. Eng.*, 2003, 88, pp. 608-609.
9. Е.В. Русанова, В.М. Елинсон, П.А. Щур, Э.Э. Умпиерре. Исследование токсичности наноструктурированных фторуглеродных покрытий полимеров в отношении клеточных элементов крови, Материалы 11-ой международной конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, 2016, с. 220-224.
10. Елинсон В.М., Лямин А.Н., Щур П.А., Хазиев Б.С. Повышение стойкости к биодеструкции полимерных материалов и изделий при наноструктурировании их поверхности ионно-плазменными методами // Материалы Международной научно-технической конф. «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения», “INTERMATIC-2014”, 1-5 декабря 2014 г., МГТУ МИРЭА, Москва, с. 232-238.

11. W.C. Oliver, G.M. Pharr // Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, Journal of Material Research, Vol.19, No.1. 2004, pp. 2-20.
12. Е.В. Русанова, В.М. Елинсон, П.А. Щур, Э.Э. Умпиерре. Исследование токсичности наноструктурированных фторуглеродных покрытий полимеров в отношении клеточных элементов крови, Материалы 11-ой международной конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, 2016, с. 220-224.

## **Исследование состава и механических характеристик углеродных и фторуглеродных покрытий, сформированных ионно-плазменными методами при атмосферном давлении**

*А.Н. Лямин, А.В. Шведов, В.М. Елинсон*

*Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
125993, Российская федерация, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4  
E-mail: [seriousash@yandex.ru](mailto:seriousash@yandex.ru)*

*В настоящей работе представлены результаты исследований параметров углеродных и фторуглеродных покрытий, полученных при помощи низкотемпературного низкочастотного плазматрона при атмосферном давлении. Исследованы основные зависимости формирования углеродных и фторуглеродных покрытий. Определен химический состав полученных покрытий при помощи рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследована нанотвёрдость углеродных покрытий методом индентирования. Показана возможность локального формирования покрытий с заданными параметрами.*

*Study of composition and mechanical characteristics of carbon and fluorocarbon coatings formed by ion-plasma methods at atmospheric pressure. A.N. Lyamin, A.V. Shvedov, V.M. Elinson. The study of carbon and fluorocarbon coatings produced by low temperature and low frequency plasma arc at atmospheric pressure is made. The basic relations of carbon and fluorocarbon coatings forming are studied. The chemical composition of obtained coatings is revealed by X-ray photoelectron spectroscopy. The nano-hardness of carbon coatings is considered. The possibility of local forming of coatings with controlled parameters is shown.*

Сегодня, когда всё больше внимания уделяется таким передовым направлениям, как аддитивные технологии и модификация поверхностей, особое внимание уделяется применению ионно-плазменных методов при атмосферном давлении. Данный кластер методов имеет ряд отличительных преимуществ по сравнению с вакуумными ионно-плазменными методами: отсутствует необходимость в создании и поддержании вакуума, имеется возможность локальной обработки поверхности, а так же доступность необходимого оборудования и простая интеграция в уже существующие технологические процессы, например, в системы фильтрации и стерилизации [1–3]. В настоящее время наибольшее распространение получили диэлектрический барьерный газовый разряд (ДБР) и дуговой газовый разряд при атмосферном давлении. В виду ряда недостатков ДБР (значительной зависимости характеристик газового разряда от параметров окружающей среды, высокой степени деструкции диэлектрических материалов электродов), и дугового газового разряда (высокая степень термической деструкции, высокие напряжения), целесообразно исследовать тип газового разряда, который совмещал бы высокую воспроизводимость результатов без термодеструкции обрабатываемой поверхности. Особенно это важно для термолабильных материалов, в том числе и полимеров.

Низкотемпературный низкочастотный (НЧ) газовый разряд плазматрона соответствует этим требованиям, в то же время остаётся недостаточно изученным. Поэтому рассмотрение механизмов осаждения различных материалов из газовой фазы при помощи

низкотемпературного НЧ газового разряда плазматрона при атмосферном давлении является актуальной задачей. Среди множества типов материалов всё больше внимания уделяют углеродным и фторуглеродным материалам, а также тонкоплёночным структурам на их основе [4]. Обладая целым рядом качеств, среди которых возможность создавать тонкие покрытия с контролируемыми барьерными и изоляционными характеристиками, они подходят для нанесения методом осаждения из газовой фазы при помощи плазматрона атмосферного давления. Стоит отметить, что в научной литературе практически не описаны труды, посвящённые возможности нанесения углеродных или фторуглеродных покрытий НЧ плазматроном атмосферного давления и описанию их свойств.

В данной работе была использована экспериментальная установка на базе НЧ-плазматрона низкотемпературной плазмы мощностью до 100 Вт. Его модульная конструкция позволяет с относительной простотой производить настройку и подключение дополнительного оборудования для мониторинга процессов горения газового разряда. Также, среди его особенностей имеется возможность использовать несколько потоков газов.

Для формирования углеродных и фторуглеродных покрытий в качестве плазмообразующего газа использовался инертный газ – гелий (He). Основным плёнокообразующим газом для обоих типов покрытий были пары циклогексана ( $C_6H_{12}$ ) в количестве до 2,5% от суммарного газового потока. Использование разных типов транспортного газа определяло тип полученных покрытий: для углеродных покрытий использовался гелий, а для фторуглеродных покрытий – тетрафторметан ( $CF_4$ ), составляющий до 13% от суммарного газового потока. Суммарный поток газов составлял  $7,1 \pm 0,1$  л/мин.

В зависимости от проводимых исследований, в качестве материалов подложки использовались полиэтилентерефталат (ПЭТФ), пластины монокристаллического кремния (Si) и полистирол.

Для полученных углеродных и фторуглеродных покрытий были исследованы основные технологические характеристики. Скорость роста углеродных и фторуглеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка и времени нанесения. По всей видимости, это связано с увеличенным энерговкладом в газовый разряд между соплом плазматрона и заземлённой поверхностью, и увеличением диффузии частичек газа из плазменной струи в окружающую среду (рис. 1). Стоит отметить увеличенную скорость роста фторуглеродных покрытий по сравнению с углеродными покрытиями за счёт транспортного газа  $CF_4$ , который так же является плёнокообразующим газом.

Диаметр полученных покрытий незначительно зависит от расстояния «плазматрон-подложка», но в большей степени зависит от времени нанесения покрытия менее 10 с. Данный характер зависимости обусловлен особенностями горения газового разряда в атмосфере и его распространением по поверхности подложки, а также диаметра сопла плазматрона. После 10 с скорость роста диаметра покрытия резко снижается и имеет линейный характер.

Химический состав был исследован методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) при помощи прибора KratosAxisUltra DLD (KratosAnalyticalLimited, Великобритания).

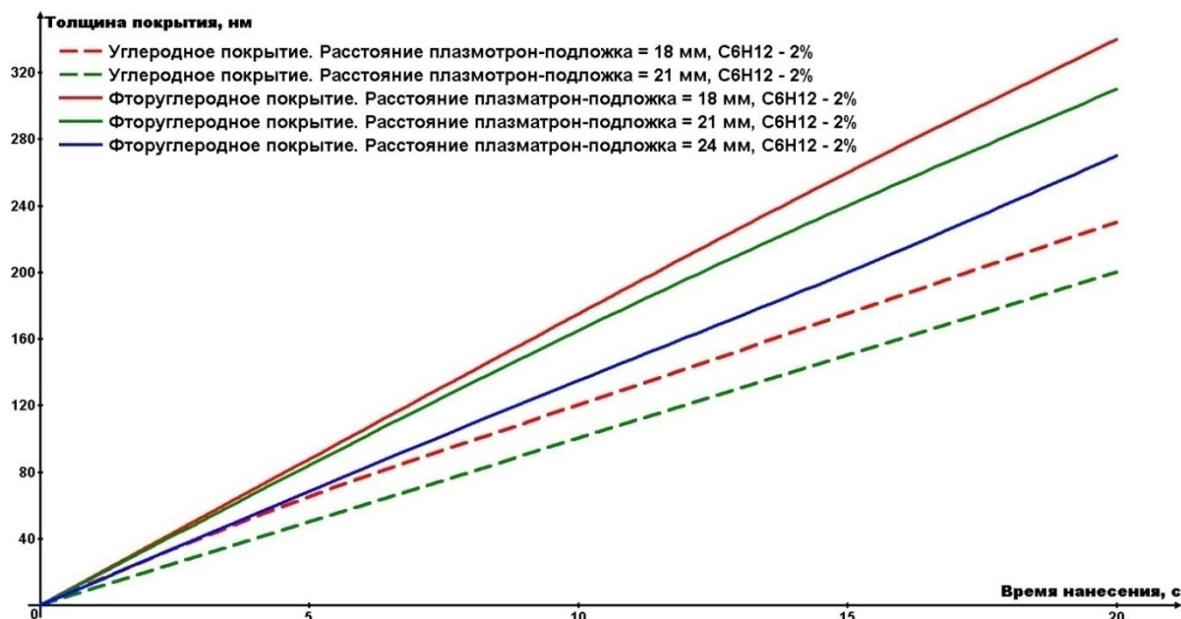


Рис. 1. Зависимость толщины углеродных и фторуглеродных покрытий от времени нанесения при различных расстояниях плазмотрон-подложка и одинаковых концентрациях плёнкообразующего газа.

Исследование проводилось при следующих параметрах: энергия пропускания – 160 эВ, съемка – АlKα<sub>1</sub> с нейтрализатором, калибровка – по C1s (285.0 эВ). Обзорные РФЭС спектры исследованных образцов приведены на рис. 2. В спектрах наблюдаются линии углерода, кислорода, фтора и азота. Соотношения концентраций углерода и фтора на поверхности исследованных образцов представлены в таблице 1. Состояние с энергией связи около 686 эВ соответствует ковалентной связи F–C, в то время как состояние с энергией связи около 685 эВ, характерно для ионной связи фтора во фторидах металлов.

По-видимому, наличие фторидов металлов связано с незначительным распылением электрода НЧ-плазмотрона во время ионизации газовой смеси с транспортным газом CF<sub>4</sub>.

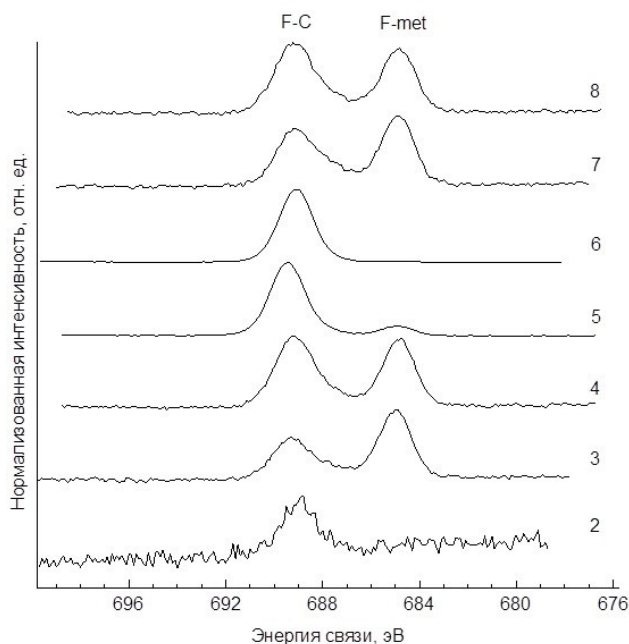


Рис. 2. Обзорные спектры исследованных образцов.

Проведённая серия тестов с использованием фото-спектрометра PhotoLab 6600(WTW, Германия) подтвердила различный химический состав углеродных и фторуглеродных покрытий. На рис. 3 показаны спектры полученных покрытий с одинаковыми параметрами нанесения: расстояние плазматрон-подложка, концентрация  $C_6H_{12}$  и время нанесения.

Таблица 1. Соотношение содержания фтора и углерода на поверхности исследованных образцов по данным РФЭС

№	Расстояние плазматрон-подложка, мм	Время нанесения, с	$C_6H_{12}$ , %	$CF_4$ , %	Толщина, нм	C/F
2	18	15	2,5	–	180	–
3	15	15		13	290	38,8
4	15	20			310	57,1
5	18	15			270	11,2
6	18	20			290	21
7	21	15			250	45,3
8	21	20			270	45,5

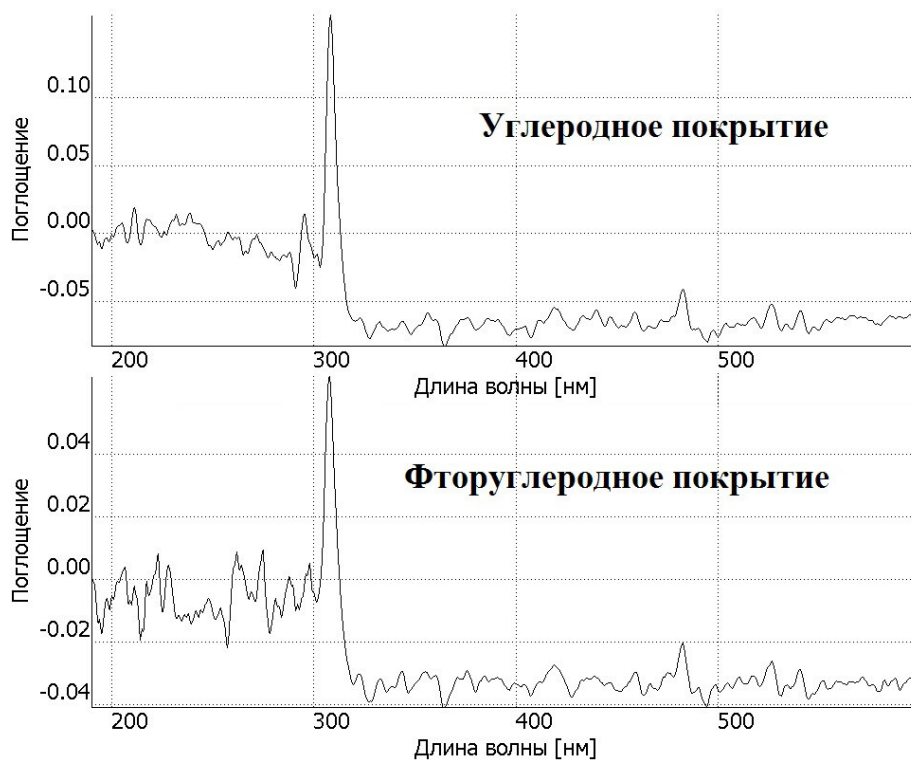


Рис. 3. Спектры фотопоглощения углеродного и фторуглеродного покрытия.

Как видно из показанных спектров, до 310 нм углеродные и фторуглеродный покрытия имеют разный набор пиков поглощения, что связано с различным химическим составом покрытий. В то же время после 310 нм спектры полученных покрытий имеют практически схожий характер, что говорит об одинаковой интенсивности пропускания видимого диапазона света для обоих типов покрытий.

Исследование нанотвёрдости было проведено на настольном нанотвердомере NHT2-TTX (CSM Instruments SA) в соответствии с ГОСТ Р 8.748, ISO 14577. Для определения нанотвёрдости углеродных покрытий, было сформировано несколько образцов. Данные параметров их формирования представлены в таблице 2.



Таблица 2. Параметры формирования образцов для исследования их твёрдости

	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
Расстояние плазмотрон-подложка, мм	18	18	21	21
Время нанесения, с	30	60	30	60
Расходы смеси газов, л/м	3,8	3,9	3,8	3,9

Таблица 3. Результаты исследования твёрдости образцов углеродных покрытий

№ п/п	Характеристика	Образец			
		№1	№2	№3	№4
1	Максимальная глубина индентирования $h_{max}$ , мкм	0,15	0,15	0,2	0,3
2	Твёрдость индентирования $H_{IT}$ , ГПа	2,0	2,6	1,4	0,5
3	Модуль упругости при индентировании $E_{IT}$ , ГПа	88	46	84	39
4	Приведенный модуль упругости $E^*$ , ГПа	97	51	92	43
5	Доля работы упругой деформации при индентировании $\eta_{IT}$ , %	13	37	8,7	9,9
6	Индекс пластичности (H/E)	0,023	0,057	0,017	0,013
7	Сопротивление пластической деформации ( $H^3/E^2$ )	0,0010	0,0083	0,0004	0,0001
8	Показатель упругого восстановления ( $H^2/E$ )	0,045	0,147	0,023	0,006

Примечание:  $E_{IT} = E^*(1-\nu_s^2)$ , где  $\nu_s$  - коэффициент Пуассона материала покрытия принят равным 0,3.

При проведении исследования, были выбраны следующие условия: максимальная нагрузка – 1 мН, время приложения нагрузки и ее снятия – 30 с, длительность выдержки под нагрузкой 10 с. В качестве индентора была выбрана алмазная пирамида Берковича. Для определения нанотвёрдости была использована методика расчета Оливера-Фарра.

Таким образом, в результате данной работы были показаны основные зависимости формирования углеродных и фторуглеродных покрытий при помощи НЧ-плазмотрона атмосферного давления. Было установлено влияние технологических параметров нанесения на физические свойства покрытий

Установлен химический состав полученных покрытий, а также установлено соотношение C/F для фторуглеродных покрытий, сформированных в различных технологических условиях.

Определена нанотвёрдость методом индентирования ( $H_{IT}$ ) углеродных покрытий (при максимальной нагрузке 1 мН), которая составила от 0,5 до 2,6 ГПа.

#### Литература

1. 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» // XVIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2012, С. 351 – 355.
2. P. Rehn, A. Wolkenhauer, M. Bente, S. Forster, W. Viol. Wood surface modification in dielectric barrier discharges at atmospheric pressure // Surface and Coatings Technology, Volumes 174–175, September–October 2003, Pages 515–518
3. M. Kaiser, R. Emmerich, M. Joos, H. Urban, P. Elsner. Bifocal plasma source for treatment of gaseous pollutants // Surface and Coatings Technology, Volumes 174–175, September–October 2003, Pages 498–502
4. И.П. Суздаев. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2006, 592 с.

## Полимерные электреты в пленках политетрафторэтилена, модифицированных в разряде постоянного тока

*М.Ю. Яблоков, А.Б. Гильман, А.А. Кузнецов*  
Москва, ИСПМ им. Н.С. Ениколопова РАН, Профсоюзная, 70  
E-mail: [mikhailpiskarev@gmail.com](mailto:mikhailpiskarev@gmail.com)

*Исследовано влияние обработки в плазме на свойства поверхности пленок политетрафторэтилена (ПТФЭ), модифицированных в разряде постоянного тока. В работе рассматривается соотношение между образованием электретных состояний и контактными свойствами обработанных в разряде пленок ПТФЭ.*

***Polymer electrets in polytetrafluoroethylene films modified by direct-current discharge.** M.Yu. Yablokov, A.B. Gilman, A.A. Kuznetsov. The effect of plasma treatment on the surface properties of polytetrafluoroethylene (PTFE) films modified by direct current glow discharge was investigated. The relationship between the formation of the electret charges and wettability of PTFE films treated by glow discharge plasma was viewed.*

Ранее нами было показано, что обработка в разряде постоянного тока является эффективным методом модифицирования поверхности политетрафторэтилена (ПТФЭ) [1, 2], который широко используется в качестве диэлектрического материала в различных областях техники. Модифицирование в плазме приводит к существенной и устойчивой во времени гидрофиллизации поверхности полимера и улучшению его адгезионных характеристик. Было также установлено, что под воздействием разряда постоянного тока в пленках ПТФЭ формируются устойчивые во времени электретные состояния [3–5] и существует корреляция между контактными, адгезионными и электретными свойствами модифицированных пленок [6]. Практически одновременно появились работы [7–9], посвященные воздействию ВЧ-разряда на пленки полиэтилена и полипропилена, представившие теоретическую модель, описывающую смачивание полимерной пленки, обладающей электретным зарядом после воздействия плазмы. Анализ данных, полученных нами в работе [6] с помощью модели [7] показал, что информации о релаксации электретного потенциала имеется недостаточно, и для оценки возможности использования указанных выше теоретических представлений для пленок ПТФЭ требуется проведение дополнительных исследований.

### **Методики и установки для модифицирования пленок ПТФЭ в плазме и измерения электретного заряда**

В работе использовали пленки ПТФЭ производства ОАО «Пластполимер», г. Санкт-Петербург (толщина 60 мкм). Процесс модифицирования в разряде постоянного тока проводили по методике и на установке, описанным нами в [3], образцы помещали на аноде и катоде, рабочим газом служил фильтрованный воздух, давление в системе составляло ~10 Па, ток разряда 50 мА и время обработки 60 с.

Величину краевого угла смачивания по деионизованной воде ( $\theta$ ) измеряли помощью прибора EasyDrop DSA100 (KRUSS, Германия) с точностью  $\pm 2^\circ$ . Значение  $\theta$  для исходной пленки ПТФЭ составляло  $110^\circ$ . Образцы обработанных в разряде постоянного тока пленок хранили на воздухе при температуре  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  и относительной влажности  $50 \pm 3\%$ . Температуру и влажность контролировали с помощью термогигрометра ИВА-6Б2 («Микрофор», Россия).

Электретные свойства пленок ПТФЭ изучали, измеряя величину электретного потенциала компенсационным методом с использованием динамического конденсатора на установке, описанной нами в [10]. Схема установки представлена на рис. 1.

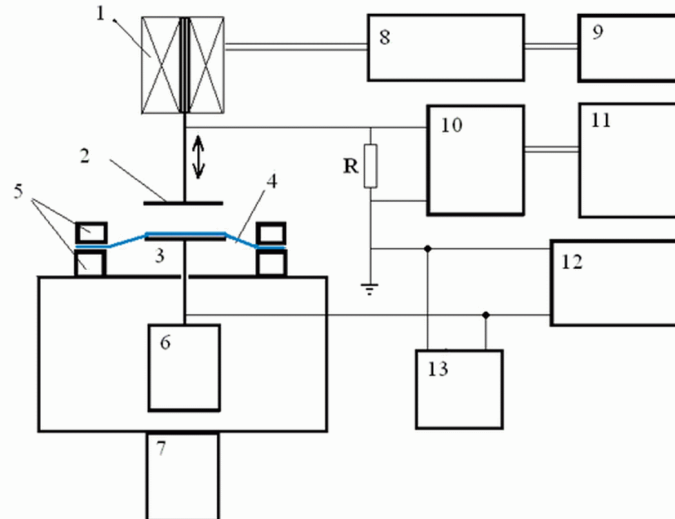


Рис. 1. Схема экспериментальной установки для измерения величины электретного потенциала методом динамического конденсатора : 1 – электромагнит, 2 – вибрирующий электрод, 3 – нижний электрод, 4 – измеряемая полимерная пленка, 5 – прижимные кольца, 6 – винт перемещения нижнего электрода, 7 – микровинт, 8 – усилитель, 9 – генератор, 10 – селективный усилитель, 11 – осциллограф, 12 – высоковольтный источник питания, 13 – цифровой вольтметр, R – измерительный резистор 10 кОм.

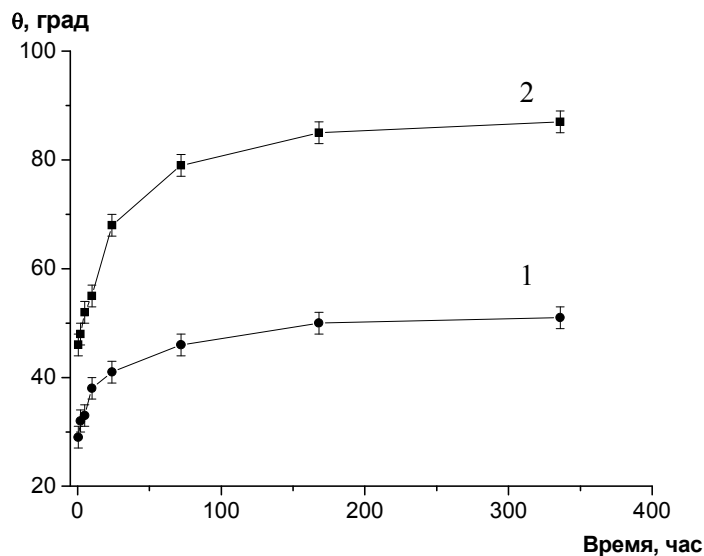
Эффективную плотность поверхностного заряда ( $\sigma$ ) вычисляли на основании измеренной величины электретного потенциала  $U$  по формуле:  $\sigma = \epsilon_0 \epsilon U/L$ , где  $\epsilon_0$  – диэлектрическая постоянная,  $L$  – толщина полимерной пленки. Диэлектрическая проницаемость образцов принята равной  $\epsilon = 2$ .

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

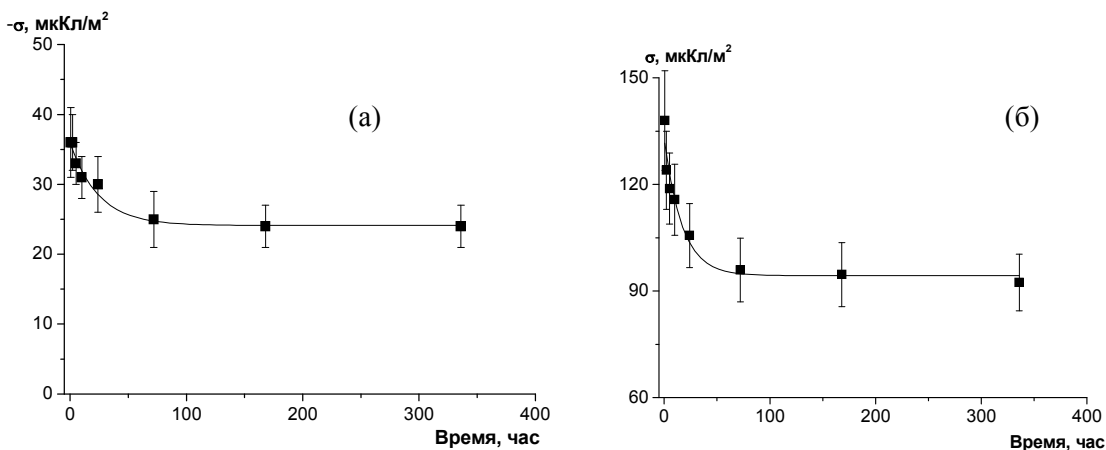
Ранее нами было установлено, что воздействие разряда постоянного тока на пленки ПТФЭ, обработанные на аноде и катоде, приводит к существенному уменьшению значений  $\theta$ . Пленки, модифицированные на аноде характеризуются более низкими значениями  $\theta=33^\circ$  при токе 50 мА и времени воздействия 60 с, чем пленки, обработанные на катоде  $\theta=49^\circ$  [11]. Изучение изменений величины  $\theta$  от времени хранения на воздухе при температуре  $23\pm 2^\circ\text{C}$  и относительной влажности  $50\pm 3\%$  показало, что в обоих случаях наблюдается постепенное увеличение краевого угла смачивания с выходом на плато при времени хранения  $\geq 200$  час. Полученные данные приведены на рис. 2, видно, что значения  $\theta$  для пленок, модифицированных на аноде (1) остаются более низкими, чем для пленок, модифицированных на катоде (2), а пленка обладает свойством гидрофильности.

Изучение образования электретных состояний в пленках ПТФЭ, модифицированных в разряде постоянного тока, показало, что при обработке на аноде пленки приобретают отрицательный заряд, а при обработке на катоде – положительный. Это может быть связано с различными механизмами накопления эффективного заряда в пленках при их обработке в плазме – присутствием носителей заряда различного знака в прикатодной и прианодной областях тлеющего разряда постоянного тока.

На рис. 3 приведены данные по релаксации эффективного электретного заряда пленок ПТФЭ ( $\sigma$ ), обработанных на аноде (а) и катоде (б), в зависимости от времени их хранения в указанных выше условиях. Данные, приведенные на рис. 2 и 3, получены синхронизованно.



*Рис. 2. Изменение  $\theta$  от времени хранения пленок ПТФЭ, обработанных на аноде (1) и катоде (2).*



*Рис. 3. Релаксация эффективного поверхностного заряда пленок ПТФЭ ( $\sigma$ ), модифицированных на аноде (а) и катоде (б) в зависимости от времени хранения.*

Таким образом, приведенные экспериментальные данные свидетельствуют о наличии несомненной антибатной корреляции между величинами эффективного поверхностного заряда модифицированных в плазме пленок ПТФЭ и краевого угла смачивания.

Авторы работ [7–9] предложили рассмотреть влияние электретенного заряда полимерной пленки на смачивание с помощью феноменологической модели в предположении, что релаксация электретенных зарядов, приобретенных пленкой при обработке в плазме, приводит к изменению ее смачиваемости. Из рассмотрения уравнения Дюпре-Юнга

$$\cos \theta(\sigma) = \frac{\gamma_{SA}(\sigma) - \gamma_{SL}(\sigma)}{\gamma} \quad (1)$$

где  $\gamma_{SA}$  – межфазная энергия поверхности раздела твердое тело/газ,  $\gamma_{SL}$  – межфазная энергия поверхности раздела твердое тело/жидкость,  $\gamma$  – межфазная энергия поверхности раздела жидкость/газ, т.е. коэффициент поверхностного натяжения жидкости,  $\theta$  – краевой угол смачивания,  $\sigma$  – плотность поверхностного заряда, следует, что межфазная энергия поверхностей раздела зависит от плотности поверхностного заряда, в этом случае величина краевого угла смачивания также будет зависеть от плотности поверхностного заряда.

Явное выражение для этой зависимости находится из разложения функций межфазной поверхностной энергии в ряд Тейлора по степеням  $\sigma$ . В этом ряду имеются только члены с четными степенями  $\sigma$ , поскольку поверхностная энергия не зависит от знака заряда. Оставляя в разложении только квадратичный член по  $\sigma$  и отбрасывая члены с высшими степенями, получим выражение:

$$\cos\theta(\sigma) = \cos\theta_\gamma + \frac{\sigma^2}{2\gamma C_0} \quad (2)$$

Здесь  $\theta_\gamma$  – равновесный (Юнговский) краевой угол смачивания,  $C_0$  – феноменологический параметр, имеющий размерность удельной электрической емкости ( $\Phi/\text{м}^2$ ):

$$C_0 = \left[ \left( \frac{\partial^2 \gamma_{SA}(\sigma)}{\partial \sigma^2} \right)_{\sigma=0} - \left( \frac{\partial^2 \gamma_{SL}(\sigma)}{\partial \sigma^2} \right)_{\sigma=0} \right]^{-1} \quad (3)$$

Выражение (2) позволяет сопоставить электретные свойства и смачивание материалов. Релаксация эффективного электретного заряда аппроксимируется выражением:

$$\sigma(t) = \sigma_{sat} + (\sigma_0 - \sigma_{sat})e^{-t/\tau} \quad (4)$$

где  $\tau$  – время релаксации поверхностной плотности эффективного заряда,  $\sigma_0$  – значение эффективной плотности электретного заряда непосредственно после обработки в тлеющем разряде,  $\sigma_{sat}$  – значение эффективной плотности электретного заряда после хранения.

Методами Фурье-ИК-спектроскопии и рентгенофотоэлектронной спектроскопии нами было показано, что под воздействием разряда на поверхности пленок ПТФЭ, обработанных на аноде и катоде, заметно возрастает количество кислородсодержащих групп, таких как перфторкетонные группы или группы –C(O)–F– [11].

Известно [5, 12], что определяемая экспериментально величина эффективной плотности поверхностного заряда является интегральной характеристикой электретного состояния и представляет собой сумму гомо- и гетерозарядов. При обработке полимеров в разряде постоянного тока гомозаряд образуется за счет инжекции электронов или ионов из плазмы в зависимости от режимов обработки и положения полимерной пленки относительно электродов. Образование гетерозаряда возможно за счет возникновения поляризованных состояний полярных групп, ориентированных в электрическом поле, создаваемом в разрядном промежутке. Эти полярные группы образуются в поверхностном слое полимера в результате химических превращений в процессе его модифицирования в плазме. Таким образом, природа электретного состояния, возникающего в полимерной пленке под воздействием разряда постоянного тока, может быть связана не только непосредственно с захваченными зарядами, но и с ориентированными диполями, находящимися на поверхности. В случае модифицирования пленок ПТФЭ в разряде постоянного тока существенную роль играет, по-видимому, поляризация образовавшихся кислородсодержащих полярных групп [11]. В этой связи релаксация поверхностного заряда связана, вероятно, с двумя процессами – релаксацией захваченных пленкой из плазмы электронов и ионов (в зависимости от знака заряда поверхности) и с релаксацией диполей поляризованных состояний кислородсодержащих групп.

Следует отметить, что авторы работ [7–9] не изучали изменение химического состава поверхности пленок полипропилена (ПП) и полиэтилена низкой плотности (ПЭ), модифицированных в ВЧ-разряде. Однако в литературе представлен ряд работ, в которых с

помощью методов Фурье-ИК-спектроскопии и рентгенофотоэлектронной спектроскопии было показано, что на поверхности пленок ПП и ПЭ под воздействием ВЧ-разряда образуется значительное количество кислородсодержащих полярных групп (карбоксильных, кетонных), а также двойных связей [13–16]. Эти изменения связаны, по-видимому, с процессами деструкции и окисления на поверхности полимера, которые происходят за счет сравнительно легкого отрыва атома водорода от третичного атома углерода и последующей эволюции образовавшихся свободных углеводородных радикалов, которая происходит путем реакций рекомбинации, диспропорционирования, фрагментации и взаимодействия с кислородом [13, 14].

Таким образом, на основании приведенных выше данных при рассмотрении и описании процесса релаксации поверхностного заряда следует учитывать релаксацию диполей поляризованных состояний кислородсодержащих групп.

#### Литература

1. Gilman A. B., Piskarev M. S., Yablokov M. Yu., Kuznetsov A. A. Surface modification of polyfluoroolefin films by glow discharge. // *Rus. J. General Chem.* 2015. V. 85. № 5. P. 1302
2. Gilman A., Piskarev M., Yablokov M., Kechek'yan A., Kuznetsov A. Adhesive properties of PTFE modified by DC discharge. // *J. Physics: Conf. Ser.* 2014. V. 516. P. 012012.
3. Richkov D., Yablokov M., Richkov A. Chemical and physical surface modification of PTFE films – an approach to produce stable electrets. // *Appl. Phys. A.* 2012. V. 107. № 3. P. 589.
4. Рычков А.А., Яблоков М.Ю., Кузнецов А.Е., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. Электретные свойства пленок сополимера тетрафторэтилена с гексафторпропиленом, модифицированных в тлеющем разряде. // *Химия высоких энергий.* 2010. Т. 44. № 4. С. 375.
5. Рычков Д.А., Кузнецов А.Е., Рычков А.А. Стабилизация заряда полимерных электретов. 2013. С-Пб.: Изд-во РГПУ им. А.И. Герцена. 159 с.
6. Яблоков М.Ю., Пискарев М.С., Гильман А.Б., Кечекьян А.С., Кузнецов А.А. Взаимосвязь адгезионных, контактных и электретных свойств пленок политетрафторэтилена, модифицированных в разряде постоянного тока. // *Химия высоких энергий.* 2015. Т. 49. № 3. С. 235.
7. Bormashenko E., Multanen V., Chaniel G., Gryniov R., Shulzinger E., Pogreb R., Whyman G. Phenomenological model of wetting charged dielectric surfaces and its testing with plasma-treated polymer films and inflatable balloons. // *Colloids & Surf. A: Physicochem. & Engin. Aspects.* 2015. V. 487. P. 162.
8. Bormashenko E., Pogreb R., Chaniel G., Multanen V., Malkin A. Y. Temporal electret behavior of polymer films exposed to cold radiofrequency plasma. // *Adv. Eng. Mater.* 2015. V. 17. № 8. P. 1175.
9. Bormashenko E., Whyman G., Multanen V., Shulzinger E., Chaniel G. Physical mechanisms of interaction of cold plasma with polymer surfaces. // *J Colloid Interface Sci.* 2015. V. 448. P. 175.
10. Яблоков М.Ю., Кечекьян А.С., Гильман А.Б., Озерин А.Н. Электретные свойства нанокпозиционных материалов на основе полипропилена. // *Нанотехника.* 2011. № 2 (26). P. 86.
11. Пискарев М.С., Гильман А.Б., Шмакова Н.А., Кузнецов А.А. Воздействие разряда постоянного тока на пленки ПТФЭ. // *Химия высоких энергий.* 2008. Т. 42. № 2. С. 169.
12. *Electrets.* // Ed by Sessler G.M. 1998. Morgan Hill: Laplacian Press, 472 p.
13. Bhat N.V., Upadhyay D.J. Plasma-induced surface modification and adhesion enhancement of polypropylene surface. // *J. Appl. Polym. Sci.* 2002. V. 86. № 4. P. 925.
14. Гильман А.Б., Пискарев М.С., Стариченко О.В., Шмакова Н.А., Яблоков М.Ю., Кузнецов А.А. Модификация пленок полипропилена в разряде постоянного тока. // *Химия высоких энергий.* 1997. Т. 31. № 2. С. 141.
15. López-García J., Lehocký M., Junkar I., Mozetič M., Sowe M. Enhanced printability of polyethylene through air plasma treatment. // *Vacuum.* 2013. V. 95. P. 43.
16. Van Deynse A., Cools P., Leys C., Morent R., De Geyter N. Surface modification of polyethylene in an argon atmospheric pressure plasma jet. // *Surf. & Coat. Techn.* 2015. V. 276. P. 384.

## Исследование геометрических характеристик многослойных антиадгезионных фторуглеродных наноструктур, сформированных на поверхности политетрафторэтилена и полиэтилентерефталата

А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, В.И. Кузькин, О.А. Сильницкая  
Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
125993, Российская федерация, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4  
E-mail: [ym\\_e@mail.ru](mailto:ym_e@mail.ru)

В настоящей работе приведены результаты исследований параметров шероховатости фторуглеродных покрытий, полученных при помощи вакуумных ионно-плазменных процессов. Подтверждено наличие области переходных процессов при формировании фторуглеродных пленок с использованием плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$  на различных модельных полимерных материалах. Образование указанной области сопровождается формированием рельефа особого типа, содержащего близко расположенные выступы. Энергия и рельеф поверхности многослойных структур зависят от условий формирования и геометрических характеристик используемых слоев, а также от последовательности их расположения, что позволяет конструировать барьерные слои для конкретных задач.

*Study of geometric characteristics of multilayer anti-adhesive fluorocarbon nanostructures formed on polytetrafluorethylene and polyethyleneterephthalate surfaces. A.N. Lyamin, V.M. Elinson, V.I. Kuzkin, O.A. Slynitskaya. The results of study of roughness parameters for fluorocarbon coatings obtained by vacuum ion-plasma processes are under discussion. The presence of the area of transient processes is confirmed during the formation of fluorocarbon films by means of plasma forming mixture  $CF_4 + C_6H_{12}$  on the surface of different model polymers. The formation of mentioned area was accompanied by organization of special type of relief. Energy and surface relief of multilayer structures depend upon formation conditions and geometric characteristics of the used layers as well as upon the sequence of their arrangement which allow to construct barrier layers for concrete problems.*

Длительность эксплуатации полимерных материалов определяется скоростью их деструкции. Значительную роль в этих процессах играет биодеструкция, т.е. разрушение материала при непосредственном воздействии микроорганизмов или продуктов их жизнедеятельности. Эта проблема наиболее актуальна при эксплуатации полимеров и изделий из них в закрытых экосистемах или в труднодоступных запанельных пространствах («чистых» комнатах, в политронике, отсеках космических и подводных аппаратов и др.).

Любой процесс биодеструкции и биокоррозии материалов начинается с адгезии на их поверхности различных микроорганизмов, приводящей в дальнейшем к образованию биоплёнок [1-2]. Основными факторами, определяющими формирование биоплёнки, являются материал подложки, рельеф поверхности, удельная поверхностная энергия и распределение свободной энергии по поверхности материала [3-4]. В работах [1, 5] доказано, что шероховатость поверхности материала имеет большее значение для уменьшения адгезии микроорганизмов, чем влияние свободной энергии поверхности и потенциально антибактериальные вещества (содержащие фтор или иные антибактериальные компоненты). Но использование в качестве подложки фторсодержащих материалов, которые широко используются в различных областях народного хозяйства, обеспечивает усиление антиадгезионных характеристик сформированных структур.

Значительной антимикробной активностью обладают материалы с наноструктурированной поверхностью, сформированные при помощи ионно-плазменной обработки, являющейся в настоящее время одной из базовых технологий производства микроэлектронной аппаратуры. Это обусловлено её высокой разрешающей способностью, четким контролем параметров процессов, способностью локально подводить высокую энергию



(от 100 и более эВ) и локализовать воздействие только в приповерхностном слое материала ( $2 \div 100$  нм). Возможность ионно-плазменного формирования наноструктурированных барьерных слоёв фторуглеродных материалов на поверхности различных полимерных материалов рассматривалась в работах [2, 6-7]. Формирование многослойных покрытий позволяет расширить возможности применения антиадгезионных фторуглеродных барьерных слоёв. Так многослойные покрытия используют, например, в тех случаях, когда требуется повышенная устойчивость к действию влажной агрессивной среды (химическая стойкость) в сочетании с высокой износостойкостью, увеличение светопропускания оптической системы и повышение контрастности изображения за счёт подавления бликов и т.д.

В данной работе для формирования фторуглеродных плёнок при пониженном давлении использовалась плазмообразующая смесь  $CF_4 + C_6H_{12}$  с различным объёмным содержанием компонентов. Выбор данной смеси обусловлен возможностью управлять содержанием фтора в растущей фторуглеродной плёнке, а также формировать покрытия в области переходных процессов – области концентраций плазмообразующих компонентов, обеспечивающих одновременное протекание процессов нанесения фторуглеродных плёнок и их травления [8-9]. В качестве модельных материалов использовали политетрафторэтилен (ПТФЭ) и полиэтилентерефталат (ПЭТФ), как одни из наиболее широко используемых полимеров в различных областях, науки и техники.

Первичное наноструктурирование поверхности модельных полимеров и нанесение однослойных фторуглеродных плёнок проводилось при помощи источника ионов ИИ-4-0,15, работающего в скрещённых электрическом и магнитном полях, при пониженном давлении ( $p \sim 10^{-1}$  Па), на лабораторной вакуумной установке, созданной на базе промышленной установки УВН-71П. Концентрация тетрафторметана ( $CF_4$ ) в плазмообразующей смеси, подаваемой в источник, варьировалась от 0 до 100 %. При создании многослойных структур в качестве первого (нижнего) слоя использовалось углеродное покрытие, сформированное при различных значениях ускоряющего напряжения, а в качестве второго (верхнего) защитного слоя – фторуглеродное покрытие.

Оценка структуры поверхности образцов проводилась в двухлучевом ионно-электронном сканирующем микроскопе Quanta 200 3D (FEI Company, USA) после напыления на их поверхность плёнки золота. Для определения параметров наноструктуры (рельефа) поверхности использовался атомно-силовой микроскоп «Veeco Dimension Icon» (США) с диаметром острия зонда  $R = 5$  нм. Одним из основных определяемых параметров являлась среднеквадратичная шероховатость поверхности ( $R_q$ ).

Характер зависимости изменения  $R_q$  ПЭТФ от соотношения газов плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$  (рис. 1) свидетельствует о сложных физико-химических процессах обработки поверхности – о наличии области переходных процессов при концентрации тетрафторметана ( $CF_4$ ) в плазмообразующей смеси от 30-40 до 70 %. При содержании  $CF_4$  в плазмообразующей смеси до 30-40%, протекают процессы сглаживания рельефа с одновременным увеличением полярной составляющей и уменьшением дисперсионной составляющей удельной полной поверхностной энергии [9]. В области переходных процессов сначала резко возрастает нанорельеф поверхности, а далее при увеличении  $CF_4$  от 60 до 70 % возрастает роль процессов травления, приводящих к разрушению наноструктур и достаточно резкому уменьшению нанощероховатости. Дальнейший рост концентрации тетрафторметана ( $CF_4$ ) в плазмообразующей смеси приводит к доминированию процессов травления поверхности ПЭТФ, развитию макрорельефа поверхности и росту удельной поверхностной энергии – согласно классической теории смачивания при обработке гидрофильных поверхностей.

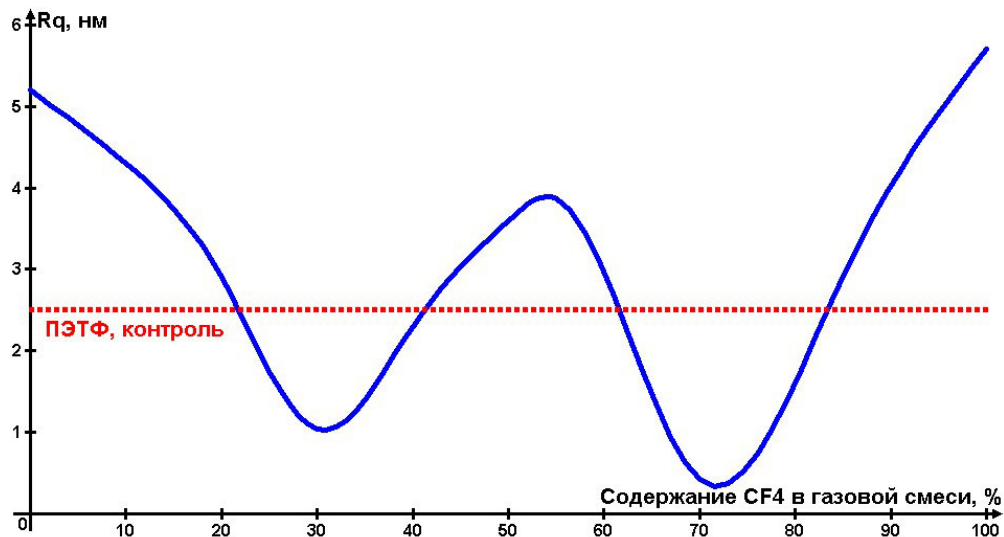


Рис. 1. Зависимость среднеквадратичной шероховатости поверхности  $R_q$  для ПЭТФ от соотношения газов плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$

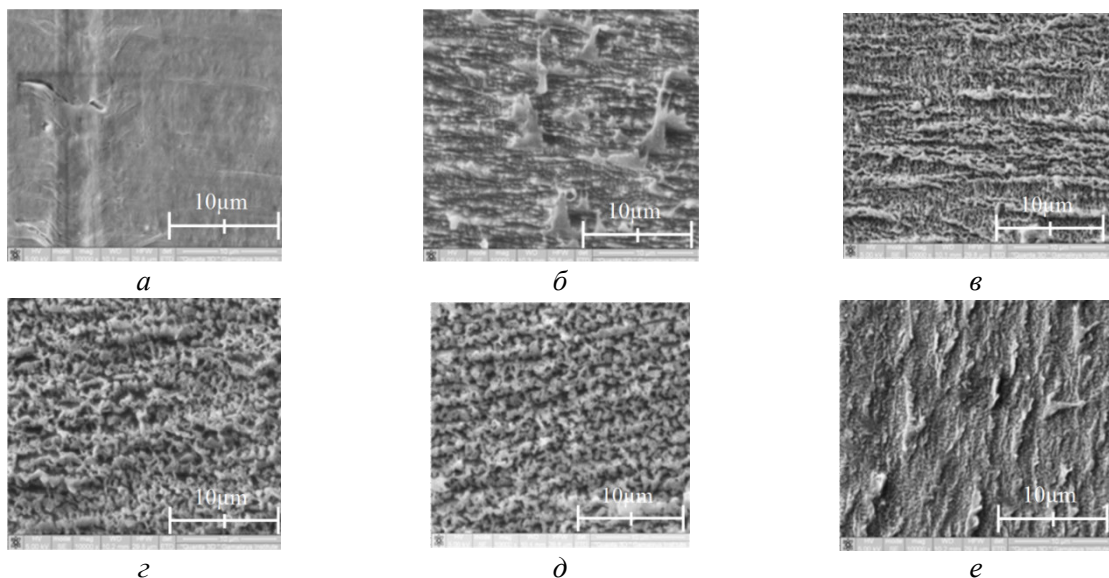


Рис. 2. Поверхность наноразмерных фторуглеродных пленок на основе ПТФЭ при разном содержании  $CF_4$  в плазмообразующей смеси (увеличение  $\times 10000$ ):  
а) контроль; б) обработка  $CF_4$  30 мин.; в) 10%  $CF_4 + 90\% C_6H_{12}$ ;  
г) 40%  $CF_4 + 60\% C_6H_{12}$ ; д) 60%  $CF_4 + 40\% C_6H_{12}$ ; е) 70%  $CF_4 + 30\% C_6H_{12}$

Исследование экспериментальных образцов ПТФЭ (рис. 2) показало аналогичный характер зависимости среднеквадратичной шероховатости поверхности ( $R_q$ ) от соотношения газов плазмообразующей смеси  $CF_4 + C_6H_{12}$ . Первичная обработка поверхности ПТФЭ потоком ионов  $CF_4$  в течение 30 мин (рис. 2б) приводят к резкому изменению рельефа. Дальнейшее модифицирование наноструктурированной поверхности нанесением фторуглеродной пленки, содержащей до 30%  $CF_4$  в газовой смеси (рис. 2в), приводит к сглаживанию рельефа в результате нанесения пленки с большим содержанием углерода. Далее рельеф радикально изменяется (рис. 2г и д) – наблюдается резкое увеличение высоты рельефа поверхности. По-видимому, область при 40-60% содержания  $CF_4$  в газовой смеси является также областью переходных процессов для ПТФЭ, т.е. не зависит от материала подложки для выбранной плазмообразующей смеси. Затем при содержании  $CF_4$  в газовой смеси более 60% происходит сначала сглаживание рельефа за счет конкурирующего с нанесением фторуглеродной пленки

процесса травления пиков рельефа (рис. 2е), а далее осуществляется развитие рельефа поверхности только за счёт её химического и физического травления.

Результаты исследования многослойных структур на подложке ПТФЭ представлены в таблице 1, а топология поверхности АСМ сканов поверхности структур – на рис. 3.

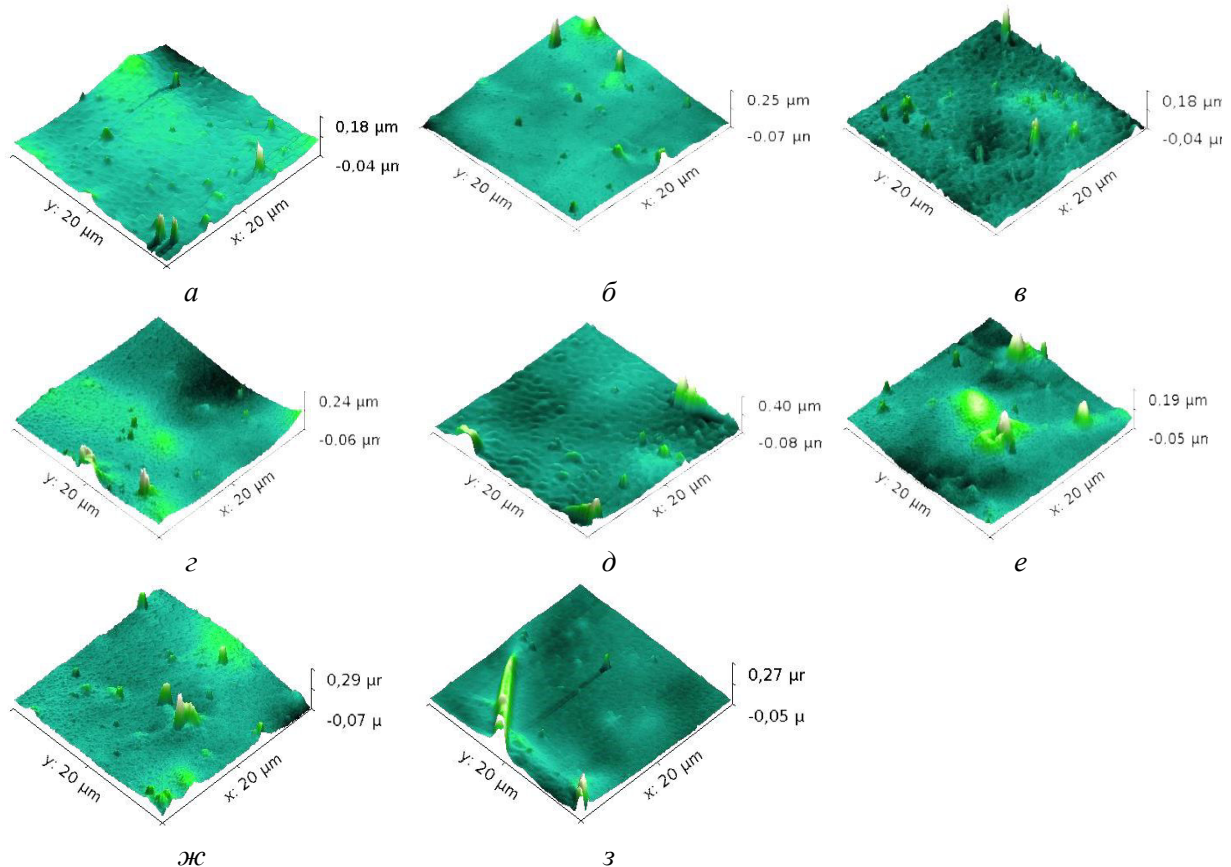
Таблица 1. Результаты исследования рельефа поверхности многослойных фторуглеродных структур на подложке ПТФЭ

№ п/п	№ слоя	Условия формирования структур	Среднеквадратичная шероховатость ( $R_q$ ), нм	Средняя максим. высота шероховатости ( $R_{tm}$ ), нм	Среднеквадратичная волнистость ( $W_q$ ), нм
Контроль			18,2	68,3	16,3
0	CF <sub>4</sub> , 30 мин		26,5	77,05	30,8
1	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	15,2	53,3	18,4
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 1 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (10%), 3 кВ			
2	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	23,9	73,0	34,7
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 2 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (10%), 3 кВ			
3	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	18,0	66,7	18,2
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 3 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (10%), 3 кВ			
4	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	23,7	70,7	39,4
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (10%), 3 кВ			
5	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	23,9	83,2	20,9
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 1 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (20%), 3 кВ			
6	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	17,4	59,2	56,5
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 2 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (20%), 3 кВ			
7	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	33,3	102,3	39,0
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> , 3 кВ			
	2	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (20%), 3 кВ			
8	0	CF <sub>4</sub> , 30 мин	16,5	56,7	23,7
	1	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> + CF <sub>4</sub> (20%), 3 кВ			

Создание многослойных структур, как правило, сопровождается уменьшением среднеквадратичной шероховатости ( $R_q$ ), относительно наноструктурированной поверхности (предварительной обработки). Это связано, по-видимому, с особенностью начала роста углеродных и фторуглеродных плёнок – с заполнением впадин рельефа поверхности частицами растущей плёнки. Каждый последующий слой «наследует» геометрические характеристики предыдущего. На геометрические характеристики многослойной структуры в целом преобладающее влияние оказывает первичное наноструктурирование подложки и энергозаклад в поток плёнкообразующих частиц первого слоя.

При формировании первого углеродного слоя большое значение имеет величина ускоряющего напряжения источника ионов, что связано с различным энергозакладом в направленный поток частиц, т.е. с формированием плёнок с различным содержанием  $sp^3$ -гибридизированной фазы. Чем меньше величина ускоряющего напряжения, тем меньше количество  $sp^3$ -гибридизированной фазы и тем структура становится менее твёрдой, но более пластичной. Последующее нанесение фторуглеродной плёнки в качестве защитного покрытия сопровождается наличием двух конкурирующих процессов (процессов травления и процессов нанесения), которые отражаются на высоте неровностей (пиков) рельефа, что хорошо прослеживается по изменению средней максимальной высоты шероховатости ( $R_{tm}$ ) и среднеквадратичной волнистости ( $W_q$ ) сканов (см. таблицу 1). У образцов № 5 и № 7 величина

максимальной высоты шероховатости превышает данное значение, как для контрольного образца, так и для образца с наноструктурированной поверхностью (образец №1). При этом величина среднеквадратичной шероховатости меньше данной величины у образца №0. По-видимому, это связано с процессами самоорганизации поверхности – получением рельефа особого конусного типа, величина шероховатость которого и расстояние между пиками играют одну из ключевых ролей в механизме антиадгезионных свойств полимерных материалов.



*Рис. 3. 3D топология поверхности АСМ сканов поверхности многослойных структур на подложке ПТФЭ (см. табл. 1): а) Образец № 1; б) Образец № 2; в) Образец № 3; г) Образец № 4; д) Образец № 5; е) Образец № 6; ж) Образец № 7; з) Образец № 8.*

В заключении можно сделать следующие выводы:

- Подтверждено наличие области переходных процессов с точки зрения шероховатости поверхности при формировании фторуглеродных пленок с использованием плазмообразующей смеси ( $CF_4 + C_6H_{12}$ ) на различных модельных полимерных материалах. Образование указанной области сопровождается формированием рельефа особого типа, содержащего близко расположенные остроконечные выступы.
- Энергия и рельеф поверхности многослойных структур зависит от предварительного наноструктурирования подложки, условий формирования и геометрических характеристик используемых слоев и последовательности их расположения, что позволяет конструировать барьерные слои для конкретных задач. Управляя условиями формирования отдельных слоёв и сочетанием слоёв в многослойных структурах возможно получение плёночных структур, обладающих заданным набором свойств.

#### Литература

5. Donlan R.M., Costerton J.W. Biofilms: survival mechanisms clinically relevant microorganisms // Clin. Microbiol. Rev, 2002, vol. 15, № 2, p. 167–193.

6. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Lyamin A.N., Silnitskaya O.A. A comparative study of Staphylococcus aureus adhesion to the fluorine-containing surfaces obtained by various methods of ion-plasma technology / «Microbes in the spotlight: recent progress in the understanding of beneficial and harmful microorganisms» / Editor: A. Méndez-Vilas / BrownWalker Press, 2016, 417-421.
7. Арутюнов С.Д., Ипполитов Е.В., Пивоваров А.А., Царёв В.Н. Взаимосвязь шероховатости и рельефа поверхности базисного стоматологического полиметилметакрилатного полимера и формирование микробной плёнки при разных способах полировки образцов // «Теоретическая и клиническая медицина», 2014 г., том 95, №2, с. 224-231.
8. Montville R., Schaffner D.W. Inoculum size influence on bacteria crosscontamination between surfaces // Applied and Env. Microbiology, 69 (12), 2003, p. 7188-7193.
9. Quirynen M., Bollen C.M. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man // J. Clin. Periodontol, 1995, v. 22, p. 1.
10. Г.П. Ямпольская, В.Д. Должикова. Модифицирование поверхности полистирола комплексом бычий сывороточный альбумин-твин-80 и прогнозирование биосовместимости // Вестник Московского Университета, Москва, 2007, т. 48, № 1, с. 33-37.
11. Л.В. Диденко, Г.А. Автандилов, Т.А. Смирнова, Н.В. Шевлягина, В.Н. Царев, И.Ю. Лебеденко, В.М. Елинсон, И.Г. Тиганова, Ю.М. Романова, О.В. Ипполитов. Исследование процессов колонизации и персистенции микроорганизмов на искусственных материалах медицинского назначения // Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунобиологии, 2015, с. 64-69.
12. Елинсон В.М., Лямин А.Н., Щур П.А., Хазиев Б.С. Наноструктурирование поверхности полимеров ионно-плазменными технологиями для повышения антибактериальных свойств // Журнал «Нanomатериалы и наноструктуры - XXI век», № 4, т. 5, 2014, с. 23-28.
13. Елинсон В.М., Лямин А.Н., Сильницкая О.А., Диденко Л.В., Шевлягина Н.В. Исследование физико-химических свойств фторсодержащих наноструктурированных поверхностей полимеров // Материалы XI международной научно-технической конференции. "Вакуумная техника, материалы и технология", Москва: Сокольники, 2016, с. 214-220.

## Тонкопленочные технологии формирования покрытий на поверхности высокопористых рулонных материалов для конденсаторных структур

*В.В. Слепцов, С.Н. Куликов, Д.Ю. Кукушкин, Ву Дык Хан, Р.А. Цырков*  
*Москва, 125993, МАИ (НИУ), Волоколамское шоссе, 4*

*Рассматривается рулонная технология получения электродного материала сверхъёмкой конденсаторной ячейки. Электродный материал является ключевым элементом суперконденсатора, определяющим его энергетические и эксплуатационные свойства. Противоречивость требований к электродному материалу: развитая удельная поверхность, высокая электропроводность, доступность пористой структуры смачиванию, химическая инертность к электролиту, механическая прочность, возможность интеграции с токоприёмником определяет наукоемкость технологического процесса его создания.*

*Thin film technology of covering formation on the surface of high porosity roll materials for condenser structures. V.V.Sleptsov, S.N.Kulikov, D.Y.Kukushkin, Wo Dyk Han, R.A. Tsirkov. The roll technology is viewed to obtain electrode material for supercondenser cell. Electrode material is the key material for a condenser because it determines its energy and functional properties. The requirements for the electrode material are controversial: big specific area, high conductivity, the accessibility of the porous structure to wetting, chemical inertness to electrolyte, mechanical strength, possibility to integrate with current collector.*

### **Введение.**

Известен закон Мура, согласно которому количество транзисторов, размещаемых на кристалле интегральной схемы, удваивается каждые 24 месяца, в то время как емкость питающих их батарей удваивается только каждые 10 лет.

В соответствии с этим законом, микроминиатюризация электроники привела к тому, что основной объем и массу устройства занимает источник питания, к которому предъявляются все возрастающие требования по длительности автономной работы, величине запасенной энергии, числу циклов перезарядки и, наконец, сроку службы, который должен равняться сроку службы самого электронного устройства. Таким образом, сегодня возникла необходимость резкого в 5-10 раз повышения энергетических характеристик источников тока, что может быть достигнуто созданием источников тока с удельными характеристиками  $5,5 \text{ Вт} \times \text{ч} / \text{см}^3$  и выше.

Одним из приоритетных направлений, связанным с обеспечением электропитанием электронной аппаратуры, является создание сверхъёмких интеллектуальных источников тока (СИИТ), в состав которых входят накопители энергии, например, литиевые батареи, суперконденсаторы и микропроцессорная система управления.

Важнейшим элементом СИИТ являются суперконденсаторы или ионисторы.

Уступая химическим источникам тока по удельной энергии, суперконденсаторы значительно превосходят их по удельной мощности и стабильности зарядно-разрядных характеристик в широком температурном диапазоне. Кроме того, по количеству циклов заряд-разряд ионисторы уже сегодня более чем на порядок превосходят химические источники тока.

Поэтому разработка базовых технологий создания нового поколения источников электропитания на основе сверхъёмких конденсаторных структур является актуальной и своевременной задачей.

Кроме того, рулонная технология формирования тонкопленочных структур на поверхности пористой основы обеспечивает создание перспективных катализаторов, радиопоглощающих покрытий, фильтрующих материалов.

Настоящая публикация открывает цикл статей, посвященных созданию тонкопленочных структур на высокопористой поверхности.

В статье рассматриваются вопросы создания на основе углеродистой ткани – бусофита рулонной технологии изготовления электродного материала, накапливающего на

высокоразвитой поверхности электрическую энергию.

#### **Обоснование электродных материалов.**

Электродные материалы должны удовлетворять нескольким критериям: развитая удельная поверхность, высокая электропроводность, доступность пористой структуры смачиванию, химическая инертность к конструктивным материалам и др. Наиболее полно перечисленным требованиям удовлетворяют углеродные материалы различных модификаций.

Емкость конденсатора зависит в первую очередь от величины поверхности, которая у углеродных материалов может увеличиваться по сравнению с геометрической поверхностью в  $10^3 \div 10^5$  раз.

В исследованиях, изложенных в данной статье, используется углеволокно бусофит Т-40, который серийно выпускается отечественной промышленностью и Белорусским объединением «Химволокно». Схожие результаты были получены и на углеродных материалах в виде тканей Бусофит Т-1, Бусофит - Т, Бусофит - ТМ-4.

Кроме высокоразвитой поверхности электродные материалы должны иметь низкое электрическое сопротивление, как вдоль слоя, так и поперек, так как высокая проводимость определяет такой параметр энергонакопительного элемента как внутреннее сопротивление источника, ограничивающее его токоотдачу.

Проведенные исследования показали, что наибольший вклад в этой цепи имеет сопротивление бусофита. При существующих соотношениях  $R_n$  и  $R_i$  установлено, что 25% энергии, накопленной в ячейке, расходуется на потери. Отсюда следует очевидная необходимость металлизации углеродного материала тем или иным способом [1-3].

Для снижения электрического сопротивления бусофита и создания конструкции электродного материала на его основе необходимо решить две задачи: во-первых нанести сплошной слой металла на поверхность бусофита, который будет являться токосъемником и снизит внутреннее сопротивление ячейки ( $R_i$ ) за счет снижения величины  $R_T$  и во-вторых нанести слой металла на каждую ниточку бусофита, который с одной стороны понизит его электрическое сопротивление (за счет снижения  $R_6$ ), а с другой стороны увеличит удельную поверхность.

#### **Разработка технологии и оборудования вакуумной металлизации бусофита.**

При нанесении металлических слоев на углеродный материал типа «Бусофит» решается несколько задач. Во-первых – это формирование токосъемных элементов, имеющих минимальное сопротивление контакта металлический слой- бусофит ( $R_k$ ). Вторая задача – это снижение сопротивления на контакте между слоями бусофита, которые определяют емкость электролитической ячейки. В этом случае слой металла кроме низкого электрического сопротивления должен обладать высокой пористостью, что обеспечивает проникновение электролита между слоями бусофита и увеличивает общую пористость [4-5].

Технологический комплекс состоит из двух технологических циклов. Вакуумная технология нанесения, которая осуществляет первичный этап металлизации. Второй технологический цикл – это электроимпульсная технология синтеза нанокластеров металла в жидкой среде с последующим позиционированием их на поверхность пористых носителя.

В связи с тем, что пористые слои металла как правило формируются в условиях более низкого вакуума ( $10^{-3} \div 8 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.), вакуумная рулонная установка должна обеспечивать рабочие режимы нанесения слоев в более широком диапазоне рабочих давлений ( $8 \cdot 10^{-2} \div 10^{-4}$  мм рт.ст.).

Кроме того, для обеспечения производительности промышленного оборудования и снижения цены, необходимо иметь источники формирования потока атомов металла, работающие в этом вакуумном диапазоне с высокой производительностью.

При создании вакуумного оборудования разработана вакуумная система, обеспечивающая работу с рулонным материалом типа бусофит в диапазоне  $8 \cdot 10^{-2} \div 10^{-4}$  мм рт.ст., разработаны источники формирования потока атомов металла, которые обеспечивают необходимую скорость охлаждения. Для данного случая были выбраны и апробированы магнетронные и дуговые источники, которые надежны и просты в эксплуатации и позволяют работать с широким диапазоном материалов [6].



На рис. 1 представлена вакуумная технологическая установка металлизации рулонных материалов.

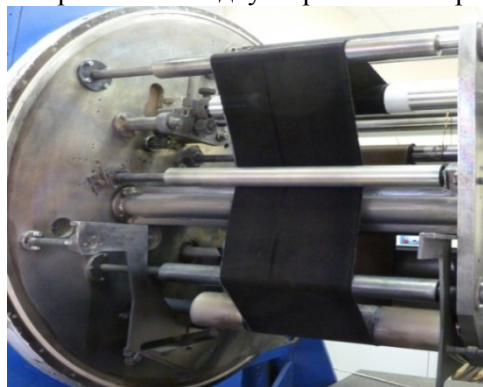


*Рис. 1. Установка вакуумной металлизации бусофита.*

Проведенные испытания показали, что наибольшую химическую стойкость к полимерному электролиту имеет титан, поэтому он и был выбран в качестве материала для первичной металлизации.

В основе работы оборудования лежит способ вакуумного распыления титана с помощью магнетронных источников и конденсации его паров на углеродную тканевую ленты (Бусофит Т-40), перематываемую в вакуумной камере модуля над тремя зонами испарения.

Устройство перемотки (рис.2) углеродной тканевой ленты через рабочую зону обеспечивает получение одностороннего или двустороннего покрытия.



*Рис. 2. Устройство перемотки рулонного материала.*

При разработке технологии был выбран и применен метод ионно-плазменного распыления, а именно, магнетронная распылительная система (МРС) и метод дугового распыления. Магнетронное распыление обеспечивает хорошую адгезию осаждаемых слоев, возможность осаждения многослойных покрытий, большие размеры обрабатываемых образцов, отсутствие высоких температур на обрабатываемой поверхности, капельной составляющей и невысокую скорость распыления материала, что позволяет контролировать процесс роста пленки и получать широкий спектр толщин покрытия – от долей до единиц микрометра.

Вся эта конструкция помещается в рабочий объем вакуумной камеры и откачивается до высокого вакуума ( $P_{\text{кам}} = 2 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст.).

Процесс нанесения покрытия осуществляется в среде рабочего газа. Для получения на подложке пленок чистых металлов или их сплавов в качестве рабочего газа используются инертные газы, чаще всего – аргон. При этом отмечается, что стехиометрический состав сплавов металлов сохраняется, а вот структурный состав чаще всего отличается от исходного состава мишени.

На титановой мишени магнетрона толщиной 12 мм были сняты важные для технологических процессов зависимости:

1. Зависимость скорости нанесения от тока разряда;
2. Зависимость скорости нанесения от давления аргона.

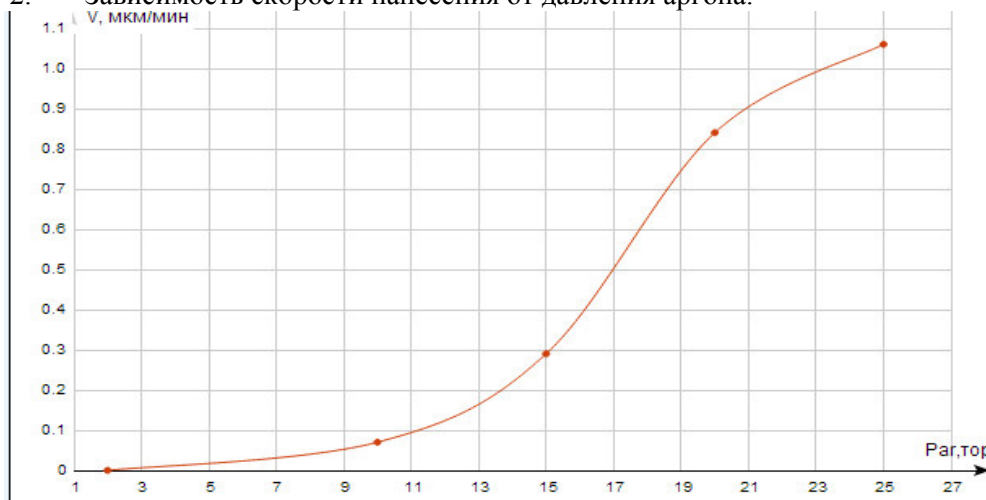


Рис. 3. Зависимость скорости нанесения титана от тока разряда при постоянном давлении аргона  $P_{\text{Ar}} = 2 \cdot 10^{-3}$  Торр.

В начале графика зависимости скорости нанесения титана от тока разряда (рисунок 3) наблюдается, что скорость нанесения не превышает 0,1 мкм/мин. На участке графика от 10 до 20 А скорость резко увеличивается от небольшого изменения тока. Только в диапазоне токов 20÷25 А наблюдается стабильная скорость нанесения. Она ограничивается предельными значениями параметров источника питания  $U_{\text{хх}} = 900$  В;  $I_{\text{кз}} = 30$  А.

На рис. 4 показана зависимость скорости нанесения титана от давления аргона при постоянном токе разряда  $I_{\text{раз}} = 25$  А.

На рисунке четко обозначилась область рабочих давлений аргона  $1 \cdot 10^{-3}$  Торр  $< P_{\text{раб}} < 5 \cdot 10^{-2}$  Торр.

В начале координат предел по давлению ограничивается неустойчивой работой магнетрона. Плазма загорается при давлении  $P = 8 \cdot 10^{-4}$  Торр и до давления  $P = 1,2 \cdot 10^{-3}$  Торр плазма мерцает, идут постоянные пробои и часто гаснет, т.е. работает неустойчиво. При более высоком давлении  $P_{\text{раб}} > 5 \cdot 10^{-3}$  Торр плазма устойчиво горит, но резко падает скорость нанесения и стремится к нулю уже при давлении  $P_{\text{раб}} \leq 5 \cdot 10^{-1}$  Торр.

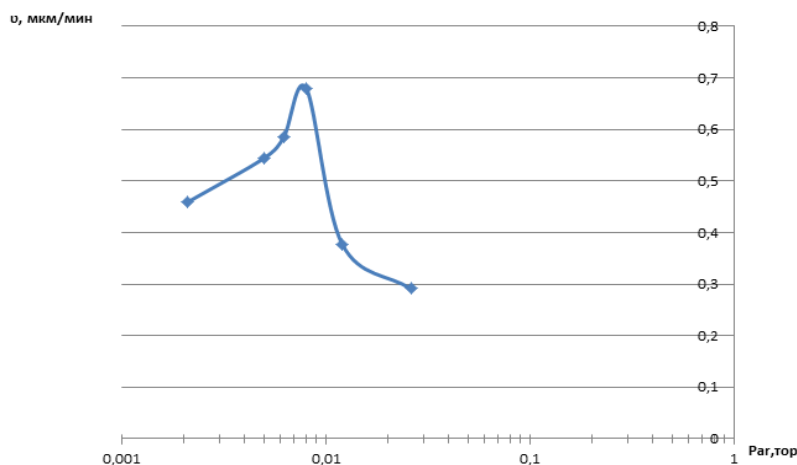


Рис. 4. Зависимость скорости нанесения титана от давления аргона при постоянном токе разряда  $I_{\text{раз}} = 25$  А.

Максимальная скорость нанесения находится в пределах давлений аргона  $5 \cdot 10^{-3}$  торр  $< P_{\text{раб}} < 9 \cdot 10^{-3}$  Торр. Экстремальные значения скорости нанесения титана достигают более 1 мкм/мин при движении подложки.

Магнетроном наносится покрытие чистого титана на подложку из бусофита.

Рулонный материал бусофит устанавливается между валками перемоточного механизма.

Закрывается фланец рабочей камеры и производится откачка до предельного вакуума  $P_{\text{кам}} = 3 \div 5 \cdot 10^{-5}$  Торр.

Подается вода охлаждения элементов установки.

Устанавливается рабочее давление аргона  $P_{\text{Ar}} = 2 \div 8 \cdot 10^{-3}$  Торр.

Включается магнетрон для отбивки мишени магнетрона на заслонку ( $\tau = 10$  мин).

Включается перемоточный механизм, отводится заслонка и включается секундомер.

Режим работы магнетрона:  $U_{\text{раз}} = 450$  В;  $I_{\text{раз}} = 22$  А;  $P_{\text{Ar}} = 6 \cdot 10^{-3}$  Торр.

Нанесение пленки титана продолжается в течении  $\tau = 1 \div 30$  мин в зависимости от требования по технологии удельного поверхностного сопротивления  $\rho_{\square}$  на бусофите.

Скорость нанесения пленки титана составляет  $v = 0,4 \div 1,0$  мкм/мин в зависимости от выработки глубины канавки на мишени. Чем глубже канавка, тем меньше скорость нанесения.

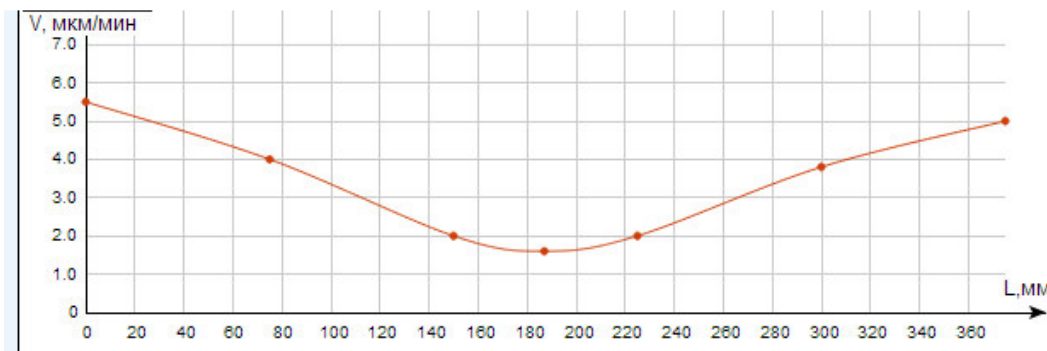


Рис. 5. График распределения скорости нанесения титана вдоль длины дугового источника.

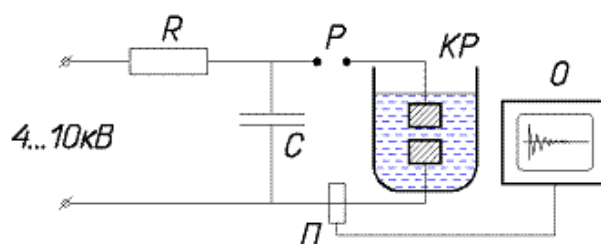
Скорость нанесения на торцах в три раза выше, чем скорость в средней части. Это связано с неравномерностью распределения магнитного поля. Это, конечно, существенный недостаток, но главное в том, что настоящая конструкция дугового источника устойчиво работает и перед разработчиками открывается поле деятельности по оптимизации конструкции.

### Нанесение наночастиц металлов на поверхность сверхпористого материала методом электрофореза.

Одним из перспективных направлений является технология осаждения нанокластеров металлов на поверхность пористых материалов методом электрофореза [7].

Как известно, частицы нанометрового размера обладают рядом уникальных свойств. Они несут положительный заряд, а их электрофизические и физико-химические свойства определяются размерами нанокластера. Поэтому основной задачей является получение частиц металла с заданным размерным диапазоном (обычно 2-10 нм) и последующее позиционирование их в поровое пространство методом электрофореза. При этом наночастицы должны иметь равномерное распределение по поверхности и узкое распределение по размеру.

Все гидрозолы получались методом импульсного электрического разряда между электродами, изготовленными из соответствующего металла, погруженными в дистиллированную воду. Так как в процессе формирования кластеров принимают участие только материалы коллоидного раствора – металл и растворитель, это означает отсутствие примеси исходных реагентов и продуктов реакции, что в свою очередь позволяет получать особо чистые материалы [8,9]. Принципиальная установка показана на рисунке 6.

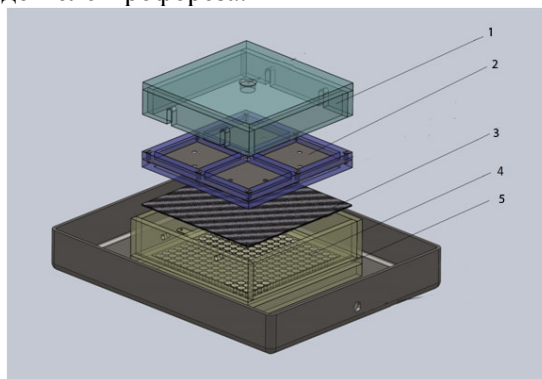


*Рис. 6. Принципиальная схема установки синтеза наночастиц металлов  
С – высоковольтный конденсатор 15 кВ, Р – разрядник, П – пояс Роговского,  
О – осциллограф, КР – камера разрядная.*

Дуга постоянного тока не рассматривается, т.к. в этом случае невозможна необходимая регулировка режимов. Импульсный режим позволяет более точно регулировать параметры разряда и получить заданное качество коллоидного раствора.

Токи разряда в импульсах достигают значений  $1 \div 2$  кА. При этом температура в дуге достигает  $(20 \div 30) \cdot 10^3$  К. Высокая температура катодного пятна обеспечивает переход части электрода из твердой в жидкую фазу, которая частично испаряется, а частично выбрасывается ударной волной расширяющейся парогазовой смеси и испаряется в горячей зоне разряда. Паровая компонента, продолжая расширяться, охлаждается с образованием зародышей докритического, а затем критического размера, которые стабилизируются (в смысле распада-роста) образуют НЧ сферической формы.

Таким образом, мы получаем коллоидные растворы металлов с заданным размерным диапазоном для последующего позиционирования их в поровое пространство. На рисунке 7 показана принципиальная схема установки для нанесения наночастиц металлов на поверхность пористого материала методом электрофореза.



*Рис. 7. Установка для нанесения наночастиц металлов, где  
1-верхняя прижимная крышка, 2-металлический электрод, закрепленный в рамку из оргстекла,  
3-углеродная ткань, 4-основание, 5-нижний электрод.*

Углеродный материал (3) помещается между электродами (2 и 5) и выполняет функцию катода. Установка заполняется коллоидным раствором и подключается потенциал к электродам. Коллоидные частицы имеют заряд, поэтому они могут двигаться в электрическом поле. Достигая электрода, частицы теряют заряд и слипаются — коллоидный раствор коагулирует на поверхности материала.

Система перематки УРМЭ-1 (см. рис. 8) обеспечивает нанесение на рулонные материалы, обеспечивая высокую производительность и низкую себестоимость продукта.



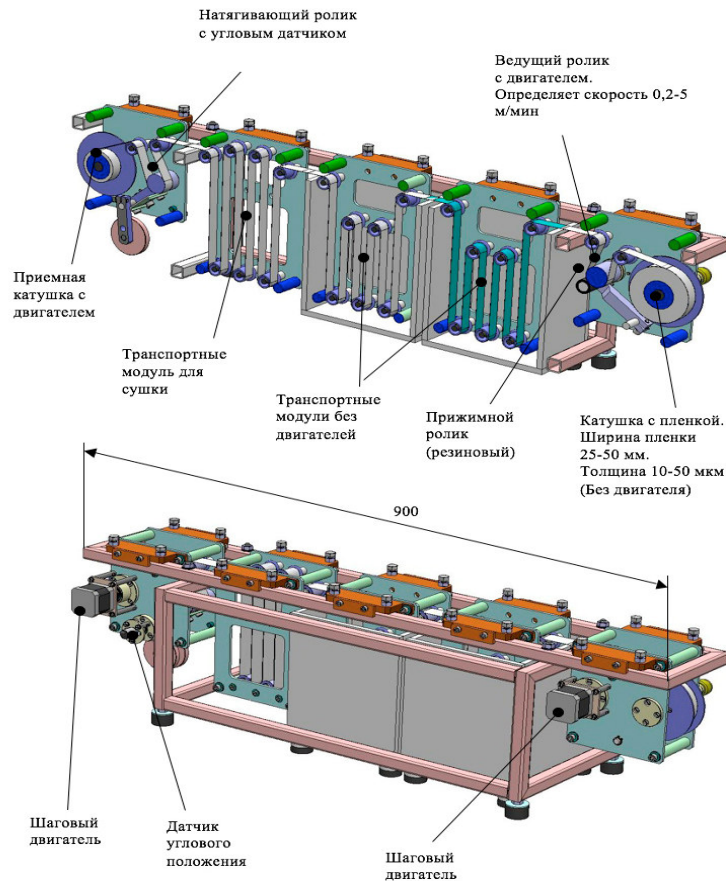


Рис. 8. Система переметки УРМЭ-1.

Система управления установкой УРМЭ-1 предназначена для протяжки плёнки с заданной постоянной скоростью и натяжением, измерением и отображением уровней сигнала с двух аналоговых датчиков от 1 до 10В и управления 3-мя исполнительными устройствами.

Система управления установкой УРМЭ-1, представленной на рис. 9, состоит из двух шаговых двигателей, датчика натяжения, блока реле, блока подключения аналоговых датчиков, микропроцессора с пультом ручного управления, а также персонального компьютера.

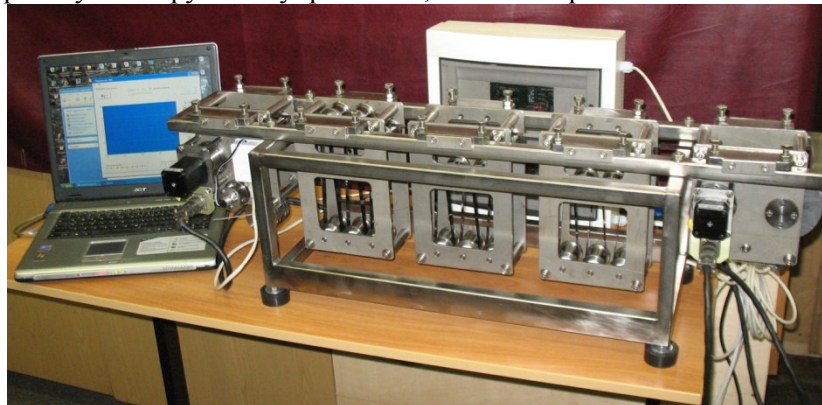


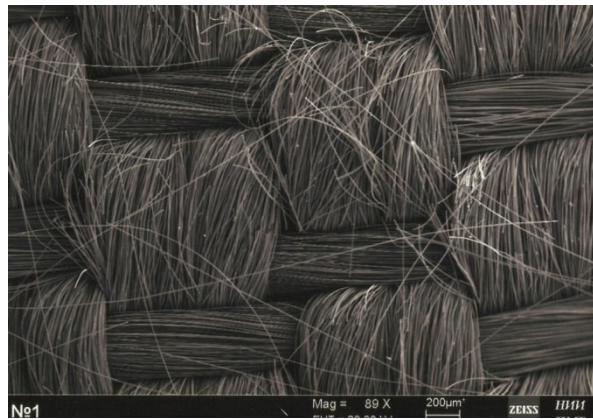
Рис. 9. Система управления установкой УРМЭ-1.

### Полученные результаты.

На рис. 10 представлены фотосъемки исходного материала бусофит без покрытия, а на рис. 11 - фотографии и электронные снимки с нанесенным слоем металла на поверхность бусофита. Слой металла выполняет функцию токосъемника.

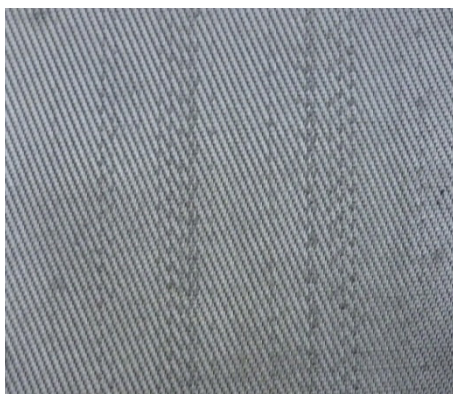


а)

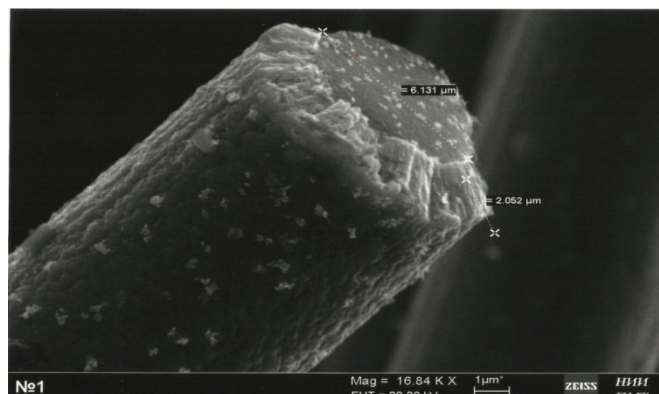


б)

Рис. 10. Фотография исходного бусофита без покрытия  
а) обычное фото; б) снимок с электронного микроскопа.



а)



б)

Рис. 11. Фотография бусофита с нанесенным слоем металла:  
а) обычное фото; б) снимок с электронного микроскопа.

На рис. 11 (б) отчетливо видна отдельно взятая нить бусофита с нанесенным слоем титана. На снимке указаны толщины нити и слоя металла.

Нанесение слоя металла на бусофит приводит к снижению внутреннего сопротивления  $R_i$  (ESR) и увеличению емкости электролитической ячейки. Вторая, существенно более сложная технологическая задача - нанесение слоя металла на каждую ниточку, решается за счет интеграции вакуумных технологий металлизации с электроимпульсными технологиями формирования нанокластеров в жидкой среде. При этом на осаждаемой поверхности выращивается пленка, имеющая столбчатую структуру с сильно развитой поверхностью. На рис. 12 представлены снимки, полученные с помощью электронно-лучевого микроскопа.

Никель осаждается на бусофит тонким слоем, а серебро на поверхности бусофита и на поверхности титана формируется в виде наночастиц и кристаллитов.

На рисунке 12 отчетливо видна столбчатая структура пленки Ti. Видно, что удается получить пористый титан на отдельно взятой нити бусофита (рис. 12 а). На рис. 12 (б) показано, что при совместном осаждении титана в вакууме и серебра из нанокластеров электрофорезом протекают два процесса.



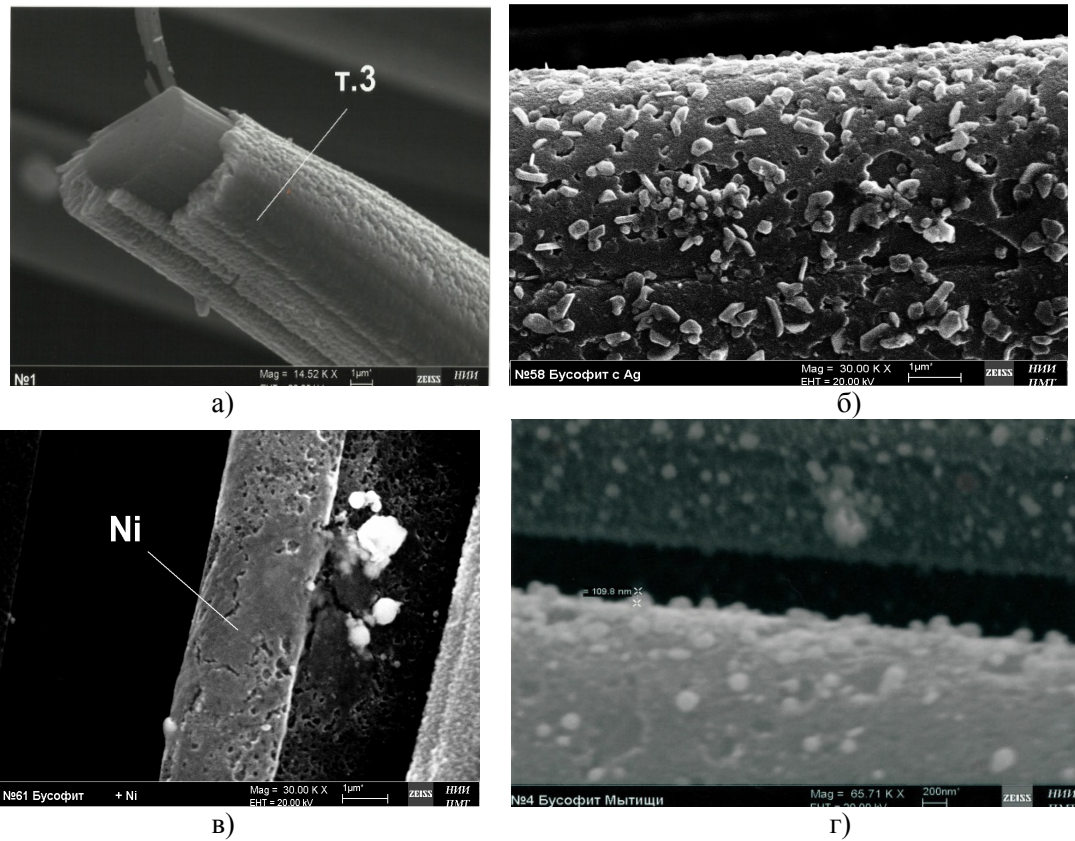


Рис. 12. Металлизация нити бусофита:

а) отдельно взятая нить бусофита с нанесенным слоем металла; б) модифицированная нанокластерами серебра нить бусофита; в, г) осажденные нанокластеры никеля на пористом углеродном материале.

В связи с тем, что в исходном гидрозоле серебра обнаружены две фракции, с размерами 5-10 нм и 50-100 нм (рис. 13), было сделано предположение, что тонкопленочные покрытия получаются из частиц с размерами в 5-10 нм, а наночастицы осаждаются из второй фракции.

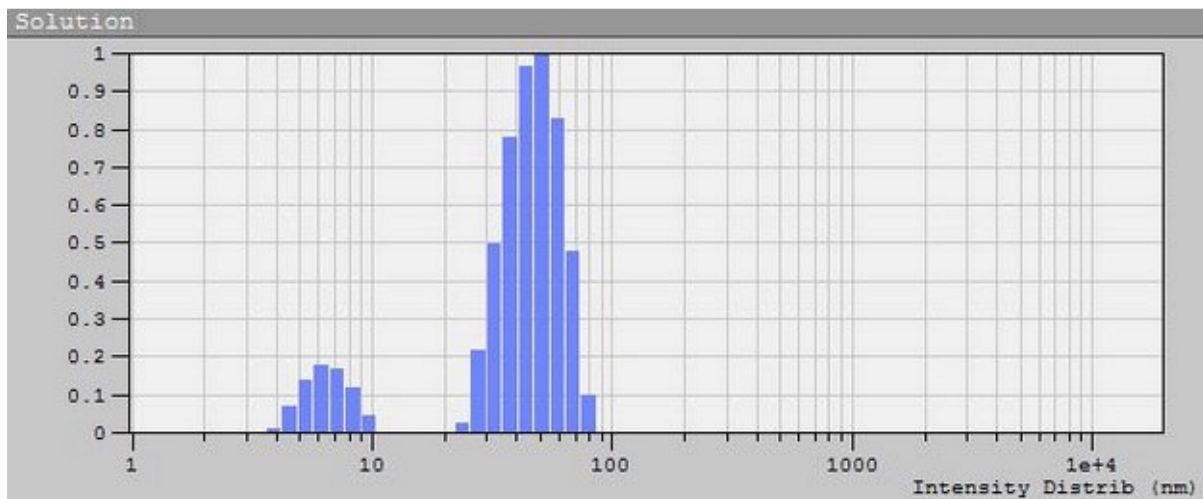


Рис. 13. Определение размеров наночастиц в гидрозоле методом динамического рассеивания света.

Для подтверждения этой гипотезы провели осаждение из коллоидного раствора никеля, в котором исходные размеры в основном лежат в диапазоне 2-5 нм (рис. 14). Видно, что в этом случае рост идет в виде тонкопленочного покрытия.



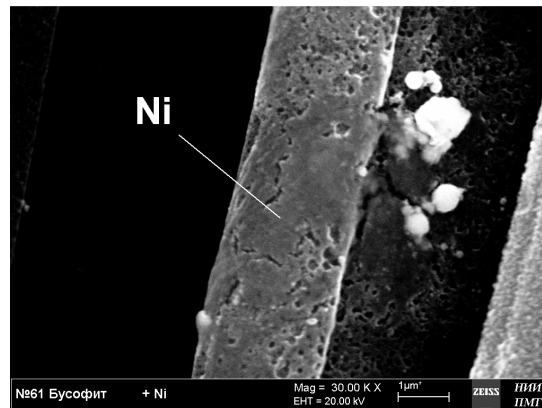


Рис. 14. Модифицированная нанокластерами никеля нить бусофита.

Проведенные испытания показали, что удельная емкость накопителей с напыленной пленкой Ti, TiN возросла с  $2 \text{ Ф/см}^2$  до  $4 - 4,5 \text{ Ф/см}^2$ , а внутреннее сопротивление R снижалось с 2 Ом до 0,2 Ом.

### Сборка конденсаторной ячейки

Электрическая емкость и рабочее напряжение определяют энерго-накопительные возможности электролитической ячейки, которые в первую очередь, определяются конструкцией электродных материалов и свойствами электролита.

Конструкция конденсаторной ячейки приведена на рис. 15.

Основными элементами конструкции СИИТ являются электродные материалы, которые имеют функцию накопления электрической энергии на высокоразвитой поверхности и за счет токосъемных элементов передачу этой энергии на нагрузку. Поэтому первой задачей конструирования СИИТ является выбор конструкции и технологии изготовления электродных материалов.

Вторым основополагающим элементом является электролит, обеспечивающий формирование двойного электрического слоя на высокоразвитой поверхности электродных материалов и перенос носителей электрического заряда внутри электролитической ячейки. Кроме состава электролита и технологии его изготовления параметры конденсаторной ячейки во многом определяются технологией пропитки электролитом электродных материалов, которая обеспечит максимальное использование высокоразвитой поверхности электродных материалов.

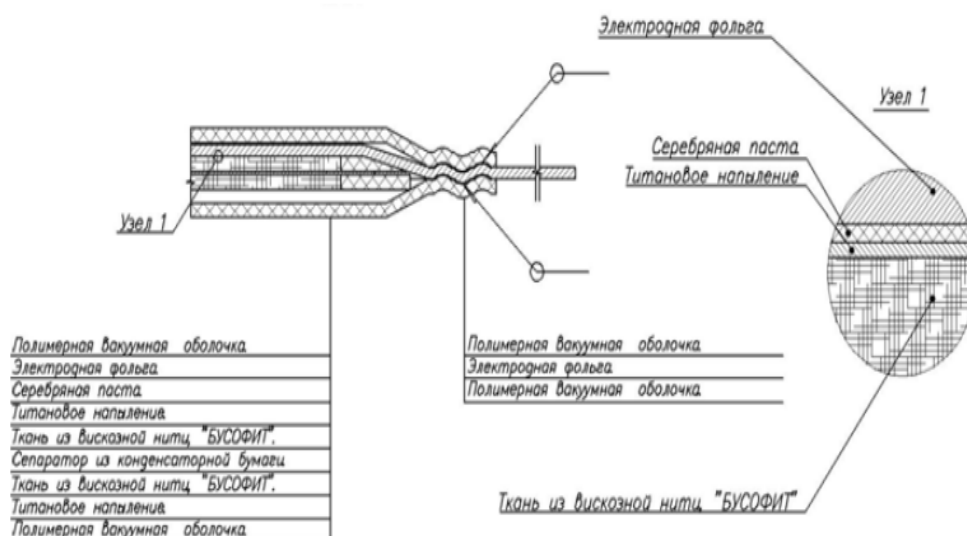


Рис. 15. Конструкция конденсаторной ячейки.

Свойства электролита, входящего в состав СИИТ, во многом определяют как технические параметры, так и эксплуатационные характеристики источника тока.

Важнейшими свойствами электролита для применения в накопителях энергии являются ионная проводимость, жизнеспособность, вязкость. Особенно свойство жизнеспособности электролита важно при пропитке больших пакетов элементов накопителей энергии.

Третьим элементом СИИТ является корпус и электрические контакты, обеспечивающие его коммутацию с другими функциональными узлами радиоэлектронной аппаратуры, включая систему управления СИИТ, которая выполняет функцию мониторинга и оптимизации его функционирования.

В качестве материалов токоотводов могут быть использованы: Al-фольга, Al-фольга с напылённым слоем TiN, металлическая ткань из нержавеющей стали, напылённый титан с последующей обработкой.

Технология сборки базовой ячейки определяется использованием перспективного полимерного корпуса, который хорошо зарекомендовал себя при создании литиевых батарей. Поэтому основные технологические операции сборки это запайка и герметизация полимерного корпуса, сборка пакетов из электродных материалов и вакуумная герметизация собранных пакетов в вакууме. Вакуумная герметизация обеспечивает не только высокое качество соединения сборочных единиц, но и экологическую безопасность конденсаторной ячейки. При вакуумной герметизации составляющие электролита не попадают в окружающую среду и изделие в целом является экологически безопасным.

Необходимо осуществить сжатие слоев бусофита и токоотводов с усилием не менее  $1 - 2 \frac{кг}{см^2}$ , что обеспечивает надежный электрический контакт между слоями.

Конструкция электролитической ячейки состоит из двух токоотводящих электродов и двух накопительных электродов на основе бусофита и в качестве конструктивных элементов основными являются:

- конструкция и материал токоотводов
- конструкция и материал накопительного электрода на основе бусофита
- итоговая конструкция элементарной электролитической ячейки

В качестве токоотводов использовались накладные токоотводы из титановой фольги, в последствии – из титановой фольги с напылением нитрида титана, а в качестве материала накопительного электрода применяли металлизированный бусофит 40.



Рис. 16. Опытный образец комбинированного СИИТ.

1.  $E = 10 - 15$  (Вт·час)/кг - в производстве
2.  $E = 15 - 30$  (Вт·час)/кг - в лаборатории
3. Показано, что фактор поверхности (S) реализован не менее чем на 50%  $C = \frac{\epsilon\epsilon_0 S}{d}$
4. В электролитической ячейке получено  $U = 3,0В$

#### Заключение

1. В результате проведенных исследований и разработок создана рулонная технологий изготовления электродных материалов, интегрируемых с токоприемниками. Суть интеграции состоит в том, что токоприемник наносится на рулонный углеродный материал в виде слоя металла в вакууме, что обеспечивает снижение внутреннего сопротивления электролитической ячейки и снижение массогабаритных характеристик в сравнении с накладными токоприемниками, которые традиционно используются при производстве ионисторов по порошковой технологии.

2. Важной составляющей технологии является электроимпульсная обработка исходного бусофита в жидкой среде, содержащей нанокластеры металла. Эта обработка обеспечивает принципиальную возможность формирования покрытия на всей поверхности высокопористого материала, что снижает электрическое сопротивление и стабилизирует параметры электродного материала.

3. Показано, что теоретический предел энергоемкости ХИТ и конденсаторных структур имеет соизмеримые величины.

Этот результат позволяет говорить об актуальности разработки базовой конструкции и технологии производства унифицированного электродного материала.

4. Показано, что комплекс вакуумной и электроимпульсной технологии металлизации позволяет покрывать суперпористый материал без снижения его исходной пористости.

5. Изготовленные образцы свидетельствуют о получении низкого внутреннего сопротивления ESR не выше 0,04 Ом, и удельной емкости  $3-4 \frac{\Phi}{\text{см}^2}$ .

6. Полученные результаты позволяют сделать заключение, что углеродный материал типа «Бусофит» является перспективным электродным материалом для ХИТ и конденсаторных структур.

#### Литература

1. Sleptsov V.V., Elinson V.M., Baranov A.M., Tereshin S.A. Optical and Electrical properties of quantum-dimensional Multilayer Structures Based on Carbon Films. Wide Band Gap Electronic Materials NATO ASI Series. 3 High Technology, 1995,1, P. 257-264.
2. Sleptsov V.V., Kyzin A.A., Baranov A.M., Elinson V.M. Optical absorption in -C:H multilayer periodic structures, Diamond and Related Materials, 1992, 1, P. 570-571.
3. Sleptsov V.V., Kyzin A.A., Baranov A.M., Elinson V.M. Electrical and optical properties of carbon films. In Book "Physics and Technology of Diamond Materials", Poland Publishers, Moscow, 1994, p.80-87.
4. В.В. Слепцов, И.И. Диесперова, А.А. Бизюков, С.Н. Дмитриев. Физико-химические аспекты формирования нанокompозитных структур. Ч.1. Микросистемная техника. №1, 2002, с. 16-27.
5. В.В. Слепцов, М. Данцигер. Наноструктура это новое качество. Наука в России, №2, 2005, с.55-59
6. В.В. Слепцов, И.И. Диесперова, А.А. Бизюков, С.Н. Дмитриев. Физико-химические аспекты формирования нанокompозитных структур. Нано- и микросистемная техника. От исследований к разработкам. Сборник статей под редакцией д.т.н. проф. Мальцева. Техносфера, Москва, 2005, с.138-146.
7. Голубев В.Н., Слепцов В.В., Тянгинский А.Ю. Способ приготовления гидрозоль. Патент РФ №2381829, заявка №2009141995 от 16.11.09.
8. Д.Ю.Кукушкин, Н.Н.Остроухов, А.Ю.Тянгинский, М.В.Церулев. Беспримесные гидрозоль металлов: концентрация одиночных гидратированных атомов металлов и формирование эпитаксиальных структур на поверхности кристаллов. ФХОМ, 2014, №3, с.85-92.
9. Остроухов Н.Н., Тянгинский А.Ю., Слепцов В.В., Церулев М.В. Электроразрядная технология получения, диагностики и биологическое применение гидрозоль металлов с частицами нанометрового размера. ФХОМ, 2013, №1, с.77-82.

## Формирование фотокатода на основе соединения $SbCs_3$ методом послойного нанесения

*А. В. Демиденко, Н. А. Пхайко, А.И. Арефьев, А.Г. Казаков, Ю.Л. Лыжина*  
Снежинск, ФГУП РФЯЦ-ВНИИТФ, Челябинская обл., г. Снежинск, ул. Васильева 13,  
*alexfoxref\_2@mail.ru*

*В докладе представлена работа по формированию сурьмяно-цезиевого фотокатода методом послойного нанесения. Определена временная зависимость фототока  $SbCs_3$  фотокатода в процессе его изготовления. Измерена чувствительность фотослоя при облучении его сфокусированным излучением светодиода BL-L522VC с длиной волны  $\lambda = 405$  нм. Квантовая эффективность изготовленного фотоэлемента составила  $Y = (11 \pm 1) \cdot 10^{-2}$  электрон/квант. Определена толщина напыленной сурьмы, соответствующая максимальной квантовой эффективности:  $h_{\Sigma} = 75$  нм.*

*Formation antimony-cesium photocathode by layering deposition method, A.V. Demidenko, N.A. Pkhayko, A.I. Arefyev, A.G. Kazakov, Y.L. Lyzhina. The report presents the work of formation antimony-cesium photocathode by layering deposition method. The time dependence of the photocurrent had been determined in the manufacturing process. The sensitivity of the photolayer irradiated by LED BL-L522VC focused radiation with a wavelength  $\lambda = 405$  nm had been measured. The quantum efficiency of manufactured photoelement was  $Y = (11 \pm 1) \cdot 10^{-2}$  electron/quantum. The thickness of the deposited antimony, corresponding to the maximum quantum efficiency, had been determined as  $h_{\Sigma} = 75$  nm.*

### Введение

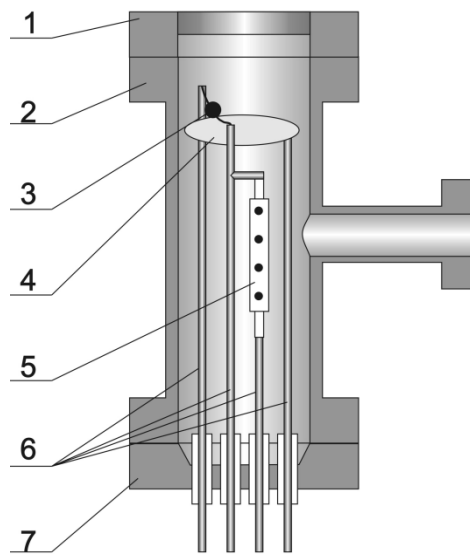
В настоящее время в РФЯЦ-ВНИИТФ проводятся работы по созданию высоковольтных вакуумных фотоэлементов, инициируемых ультракоротким лазерным импульсом. Фотокатоды для таких фотоэлементов должны, прежде всего, обладать высокой квантовой эффективностью (~10%) в видимом диапазоне. Поэтому одним из наиболее перспективных материалов для фотокатодов является соединение  $SbCs_3$ .

Квантовая эффективность сурьмяно-цезиевого фотокатода в значительной степени зависит от толщины первоначального слоя сурьмы. В связи с этим целью данной работы является определение толщины, соответствующей максимальной фоточувствительности катода.

В данной работе приводится описание и результаты эксперимента по формированию фотокатода на основе соединения  $SbCs_3$  методом послойного нанесения.

### Устройство фотоэлемента

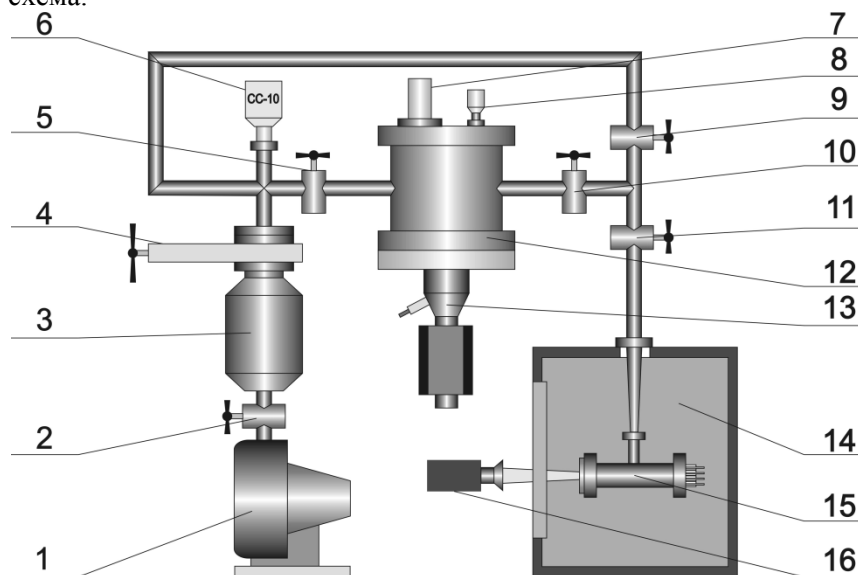
Для проведения послойного формирования сурьмяно-цезиевого фотокатода и исследования его свойств был изготовлен фотоэлемент, представленный на рис. 1. Он состоит из цилиндрического корпуса (2) длиной 150 мм и внутренним диаметром 35 мм. На обоих торцах корпуса изготовлены присоединительные фланцы типа CF40. Для откачки фотоэлемента использовался штуцер с присоединительным фланцем CF16 расположенным на боковой поверхности корпуса. Монтаж внутренней арматуры (6) фотоэлемента производился на вакуумном электрическом разъеме (7) компании MDC IFA20-C40. На внутренней арматуре закреплялся источник сурьмы ИС-1 (3). На расстоянии 30 мм от испарителя сурьмы на арматуре устанавливалась подложка фотокатода (4) диаметром 20 мм, изготовленная из нержавеющей стали. Также на арматуре закреплялись два источника цезия (5) ИЦО-34 (производство МЭЛЗ). Для защиты входного окна (1) от запыления сурьмой, испаритель закрывался экраном (на рисунке не показан). Для индикации распыления сурьмы в экране имелось стеклянное окно диаметром 5 мм.



*Рис. 1. Конструкция фотоэлемента:  
1 – Входное окно; 2 – Корпус фотоэлемента; 3 – Испаритель Sb;  
4 – Подложка фотокатода; 5 – Диспенсер Cs ИЦО-34; 6 – Внутренняя арматура фотоэлемента; 7 – Высоковакуумный электрический разъем.*

#### Вакуумный пост

Для создания внутри фотоэлемента сверхвысокого вакуума и проведения технологических операций по формированию фоточувствительного слоя, а также для обеспечения высокого ресурса работы сурьмяно-цезиевого фотокатода, чувствительного к составу и давлению остаточных газов, был создан пост активации фотокатода. На рис. 2 представлена его схема.



*Рис. 2 Схема поста активации фотокатода:  
1 – Форвакуумный насос; 2, 5, 9, 10, 11 – Вакуумный кран; 3 – Турбомолекулярный насос;  
4 – Шиббер; 6 – Вакуумметр СС-10; 7 – Ионизационный датчик измерения давления 7FCS;  
8 – Термопарный датчик измерения давления 4А; 12 – Технологическая камера;  
13 – Магнеторазрядный насос НМД-0,25; 14 – Печь фотоэлемента; 15 – Фотоэлемент;  
16 – Прибор для освещения фотокатода.*

Предварительная откачка производится форвакуумным насосом Adixen ACP15. Измерение остаточного давления при этом осуществляется с помощью вакуумметра СС-10. После создания необходимой степени разряжения внутри поста, с помощью турбомолекулярного насоса Varian 301 Navigator производительностью 300 л/с, дальнейшая откачка до сверхвысокого вакуума производится магниторазрядным насосом НМД-0,25 производительностью 25 л/с. Для измерения давления используются термпарный датчик 4А и ионизационный датчик 7FCS в паре с управляющим блоком Televac MM200. Минимальное остаточное давление, создаваемое внутри вакуумной системы, составляет  $2 \cdot 10^{-9}$  торр.

#### Формирование фоточувствительного слоя

Перед сборкой фотоэлемента проводилась предварительная очистка всех его составных частей. Эта очистка включала в себя несколько этапов:

- 1) Обработка в ультразвуковой ванне в течение 40 мин в 10 % растворе поверхностно-активного вещества (Zoom компании Amway);
- 2) Обработка в ультразвуковой ванне в течение 40 мин в 10 % растворе лимонной кислоты;
- 3) Обработка в ультразвуковой ванне в течение 40 мин в дистиллированной воде. Процедура повторялась дважды, вода каждый раз менялась на новую;
- 4) Обработка в камере плазмохимической очистки установки Nano (производитель Diener) в течение 60 мин в кислородной атмосфере при мощности разряда 300 Вт.

После монтажа на пост активации при постоянной откачке магниторазрядным насосом проводился обезгаживающий отжиг фотоэлемента. Для этого была изготовлена печь, с максимальной рабочей температурой  $\sim 300$  °С. Прогрев проводился при температуре 200 °С в течение 5-6 часов. Это позволило получить в фотоэлементе остаточное давление  $4 \cdot 10^{-9}$  торр.

После этого проводился процесс формирования фоточувствительного слоя. Он включал в себя несколько этапов, каждый из которых заключался в следующем.

Изначально на поверхность подложки фотокатода методом резистивного распыления наносился слой сурьмы. Контроль распыления осуществлялся по росту давления до  $\sim 3 \cdot 10^{-8}$  торр и запыленности стеклянного окна в экране испарителя. Распыление сурьмы проводилось в течение 1 мин при токе через испаритель 2 А. Скорость распыления составляла  $\sim 4$  Å/с, а слой наносимой сурьмы составлял  $h = 25$  нм. Параметры напыления определялись с помощью сенсора Inficon SL-A1E48 при распылении Sb в аналогичных условиях в камере установки УВН-2М-2, оснащенной безмасляной системой откачки.

Далее проводилась активация слоя сурьмы в парах цезия. В связи с гигроскопичностью веществ входящих в состав цезиевых диспенсеров на первом этапе необходимо проводить их обезгаживание. Для этого через диспенсеры пропускался ток, который постепенно повышался до 2 А, в течение 2 часов. При значении тока 2 А, диспенсеры «раскрывались», и начиналось выделение цезия из них, об этом можно было судить по резкому росту давления до  $\sim 2 \cdot 10^{-7}$  торр. По мере поступления цезия в фотоэлемент происходила активация слоя сурьмы. Этот процесс наблюдался по изменению фототока при освещении катода. После прекращения роста фоточувствительности, ток через цезиевые диспенсеры выключался. На этом этап завершался.

Для освещения фотокатода использовался светодиод BL-L522VC с длиной волны 405 нм, изображение которого проецировалось на поверхность фотокатода при помощи линзы. Фототок регистрировался с помощью пикоамперметра компании Keithley модель 6485 (погрешность измерений менее 0,1 %). На катод-анодный зазор подавалось напряжение  $U_{\text{пит}} = 0..100$  В.

На рис. 3 представлен график зависимости фототока от времени в процессе формирования фотокатода. Эксперимент проводился в 4 этапа. Их количество определялось тем, что после IV этапа значение фототока снизилось по сравнению со значением, полученным после III этапа. Максимальное значение фототока соответствует концу III этапа и было достигнуто при суммарной толщине слоя сурьмы  $h_{\Sigma} \sim 75$  нм.

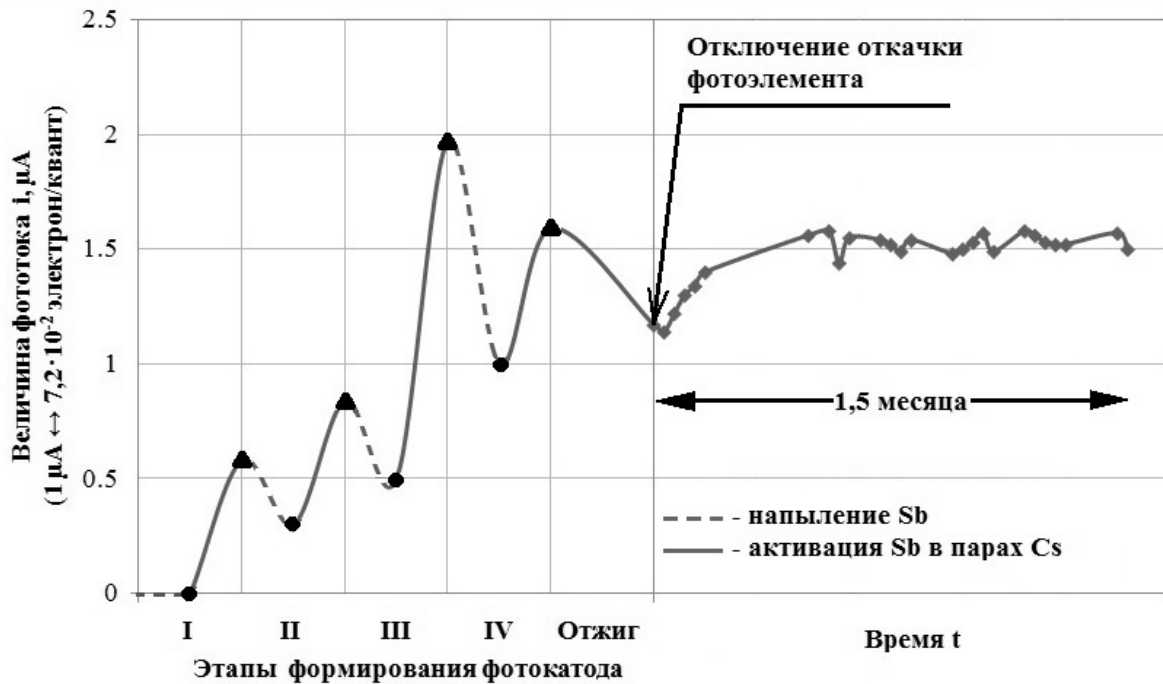


Рис. 3. Изменение фототока во времени в зависимости от этапа формирования фотокатода.

В конце работы проводился отжиг остатков цезия из фотоэлемента при температуре 80 °С в течение 3 ч. После этого откачка фотоэлемента была перекрыта и никаких операций с ним не совершалось.

Из рис. 3 видно, что величина фототока в течение нескольких дней после отключения откачки выросла на 20% и стабилизировалась. Значение квантовой эффективности определялось по формуле:

$$Y = I / (0.806 \cdot P_{\text{сд}} \cdot \lambda \cdot \xi), \quad (1)$$

где  $I$  – фототок электронов, выбитых с фотокатода [А],  $P_{\text{сд}}$  – мощность излучения светодиода в фокусном пятне [Вт],  $\lambda$  – длина волны излучения светодиода [мкм],  $\xi$  – коэффициент прозрачности стекла входного окна фотоэлемента.

Измерение мощности излучения в фокусном пятне проводилось с помощью калориметра Coherent Ultima LabMaster (погрешность измерений менее 7%), которая составила 47 мкВт. Фототок изготовленного фотоэлемента равен  $(15 \pm 1) \cdot 10^{-7}$  А, что соответствует квантовой эффективности  $Y = (11 \pm 1) \cdot 10^{-2}$  электрон/квант.

#### Выводы по работе

Разработан и изготовлен высоковакуумный пост активации фотокатода, позволяющий получать остаточное давление внутри фотоэлемента  $4 \cdot 10^{-9}$  Торр.

Проведена работа по формированию фотокатода на основе соединения  $\text{SbCs}_3$  методом послойного нанесения. Проведены исследования фоточувствительности такого катода в процессе его изготовления. Для длины волны  $\lambda = 405$  нм значение квантовой эффективности изготовленного фотоэлемента составило  $Y = (11 \pm 1) \cdot 10^{-2}$  электрон/квант. Максимальная квантовая эффективность наблюдалась при суммарной толщине напыленной сурьмы  $h_{\Sigma} = 7$  нм.



## **Применение СВЧ-технологий в лечении врожденных локальных пороков развития сосудов у детей**

*А.В. Буторина, \*Ю.И. Вельская*

*Российский национальный исследовательский медицинский университет им.  
Н.И.Пирогова*

*\*Детская городская клиническая больница № 13 им. Н.Ф. Филатова*

*Комбинированный метод лечения врожденных пороков развития сосудов у детей, в сочетании склерозирования образования и локальной СВЧ-деструкции позволяет добиться полного лечебного эффекта и получить хороший функциональный и косметический результат.*

*Application of UHF technologies to treat children's innate local vascular defects. A.V.Butorina, Yu.I. Velskaya. Combined method to treat innate vascular defects alongside with local UHF destruction allows us to completely cure children and to obtain good functional and cosmetic results.*

Проблема лечения сосудистых заболеваний остается актуальной до настоящего времени. Разработкой методов лечения врожденных флебэктазий у детей в нашей стране и за рубежом занимаются крайне мало, хотя спрос на него возрастает с каждым днем в связи с повышением требований к уровню результатов лечения.

Врожденные флебэктазии - порок развития поверхностных вен, по данным литературы, составляющий около 65% всех врожденных пороков развития сосудов у детей. Анатомически данная патология проявляется расширенными, извитыми сосудами и сосудистыми полостями, расположенными подкожно, в клетчатке, под фасцией, в межмышечных пространствах, мышцах, костях. Клинически заболевание проявляется с рождения. Течение его, как и других врожденных пороков развития вен прогрессирующее, может сопровождаться выраженными местными расстройствами, возникновением осложнений в виде язвенных процессов, кровотечений, образованием флеболитов, поэтому поиск новых, современных методов лечения актуален.

Сложный порок развития сосудов заставляет родителей с детьми многократно обращаться в различные клиники, где им, как правило, отказывают в помощи, со ссылкой на возможность спонтанной регрессии, в более старшем возрасте или пытаются лечить традиционными методами, но почти безрезультатно.

Склерозирующая терапия как самостоятельный метод не дает желаемого эффекта или становится неоправданно длительной. Лечение этой группы больных представляет значительные трудности, так как ни один из известных методов лечения самостоятельно не дает желаемого результата.

Эту группу больных с глубокими и обширными врожденными пороками развития вен сложной анатомической (критической) локализации, лечение которых представляет определенные трудности, составили 30 больных.

Комбинированное лечение врожденных пороков развития сосудов у детей применялось в тех случаях, когда какой-либо один из методов лечения не мог обеспечить желаемый лечебный или косметический эффект.

Комбинированное лечение - это комбинация из двух или более самостоятельных методов лечения. Задачей комбинированного лечения является достижение наиболее полного лечебного, функционального или косметического результата путём сочетания различных методов.

Комбинированное лечение врожденных пороков развития вен у детей применялось по строго индивидуальным показаниям, в зависимости от клинических характеристик патологического образования и обширности поражения.

Мы считаем, что если в процессе лечения будет выяснено, что выбранный метод лечения оказался неэффективным или исчерпал свои возможности, необходимо перейти к другому, более рациональному методу, или добавить его к лечению, которое проводилось

ранее. Опыт лечения показывает, что с помощью комбинированного метода можно добиться полного успеха в тех случаях, когда использование одного только метода оставалось безрезультатным.

При определении видов комбинированного лечения мы пользовались классификацией:

1. Одновременное комбинированное лечение - когда два или несколько методов лечения используются самостоятельно и одновременно, т.е. зоны патологического образования одновременно подвергаются различным методам лечения.

2. Последовательное комбинированное лечение - когда каждый самостоятельный метод лечения последовательно сменяется другим.

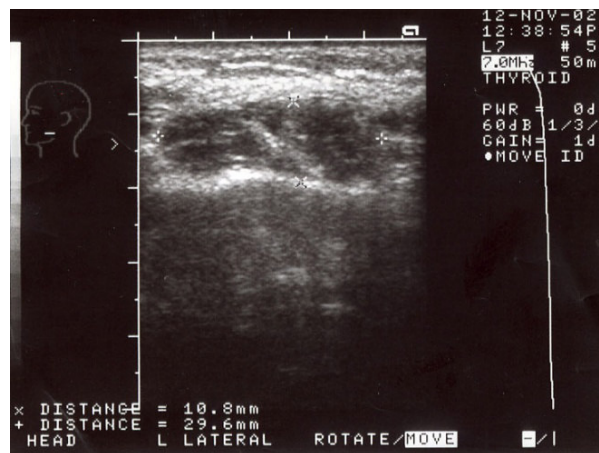
Следует отметить, что у 26 больных с врожденными флебэктазиями комбинированный метод лечения планировался заранее, так как вследствие сложности (критичности) анатомической локализации, распространенности образования и глубины патологического процесса только путем сочетания нескольких самостоятельных методов лечения можно было добиться благоприятного результата лечения.

Разработанная методика комбинированного склерозирующего лечения в сочетании с локальной СВЧ-деструкцией успешно выполнена у всех больных с флебэктазиями различной локализации.

При определении показаний комбинированному склерозирующему лечению в сочетании с локальной СВЧ-деструкцией учитывались все клинические характеристики образований. Во всех случаях флебэктазии имели сложную анатомическую локализацию, располагались глубоко в тканях и занимали большую площадь. Чаще всего они локализовались в области лица, область щеки, губы и кистей.

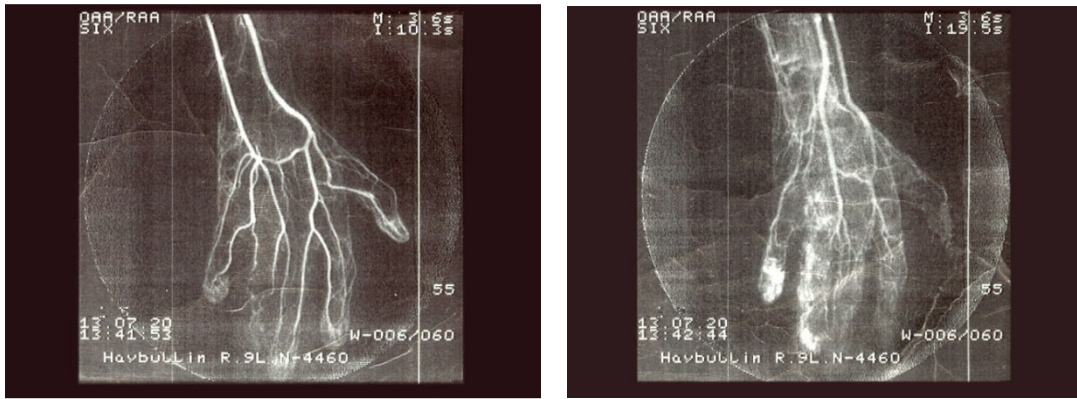
Для лечения обширных и глубоких флебэктазий необходим индивидуальный подход к диагностике и лечению, а в большинстве случаев необходима предварительная ангиография и ультразвуковое исследование.

С помощью ультразвукового исследования производили определение глубины образования, определение анатомо-топографических особенностей расположения патологического образования, структуры тканей. (Рис. 1)



*Рис. 1. Ультразвуковое исследование флебэктазии.*

При ангиографическом исследовании изучали источники и варианты кровоснабжения сосудистого образования, ангиоархитектонику образования, взаимоотношения с окружающими тканями и крупными сосудами, определяли скорость кровотока, а также проводили дифференциальную диагностику между другими сосудистыми аномалиями. (Рис. 2).



*Рис. 2. Ангиографическая картина локальных флебэктазий кисти.*

В 1988 году в клинике детской хирургии разработана методика локальной СВЧ-деструкции обширных и глубоких гемангиом сложной локализации. Эта методика применялась при лечении врожденных флебэктазий.

СВЧ-деструкция проводилась с помощью аппарата «Яхта», контактным излучателем, по форме и размерам, приближающегося к образованию (диаметр от 6 см до 10 см). Аппарат «Яхта» обладает большим диапазоном мощности (до 150 Вт), частотой СВЧ-поля 915 МГц, длиной волны 33 см, и набором контактных излучателей, имеющих систему охлаждения поверхности кожи, а также температурный датчик, цифровое табло которого, находится в одном блоке с аппаратом. Плотность потока мощности составляет - 1,4-1,5 Вт/см<sup>2</sup>, продолжительность 8 - 10 минут. Повышение температуры в сосудистом образовании, регистрируемое введением под образование игольчатым датчиком, доводится до температуры от 43° до 46° С и поддерживается на этом уровне указанное время. Стационарный режим температуры устанавливается достаточно быстро, так же быстро он и исчезает при выключении СВЧ-мощности. Для предотвращения эффекта перегревания, в аппаратах предусмотрено водяное охлаждение поверхности, подвергаемой гипертермии, для снятия избытка тепла.

Лечение проводилось под масочным наркозом. И, при необходимости, может быть повторено необходимое количество раз.

Первым этапом выполнялось склерозирование флебэктазий 3% р-ром препарата «Фибро-Вейн». Затем выполнялась локальная СВЧ-деструкция электромагнитным полем: выход на режим при мощности 50 Вт и температуре 44-46°С в течение 20 секунд, далее мощность 10 Вт при температуре 46°С в течение 5 минут с момента выхода на режим.

В течение 30 минут после воздействия у ребенка развивался локальный выраженный отек, который нарастал далее в течение 12 часов, а затем постепенно купировался самостоятельно в короткие сроки (от 3-х до 10 суток).

После последовательного комбинированного склерозирующего лечения в сочетании с локальной СВЧ деструкцией у 2 больных мы наблюдали нагноение послеоперационной раны и изъязвления раневой поверхности. Конечный косметический результат после лечения удовлетворил ребенка и родителей.

Среди основных преимуществ является возможность оказания помощи детям с пороками развития вен сложной локализации, когда применение других методов лечения неэффективно. Во всех случаях сочетание методов склерозирования и локальной СВЧ-гипертермии было направлено на взаимное усиление терапевтического эффекта лечения.

Опыт лечения детей с врожденными пороками развития сосудов свидетельствует о перспективности методики комплексного лечения флебэктазий. Удовлетворительный косметический результат после комбинированного лечения, при котором отмечалось полное исчезновение патологического сосудистого образования, а эстетически внешний вид полностью удовлетворял детей и родителей - был отмечен в 96% случаев (рис. 3).



*Рис. 3. Девочка с врожденными локальными флебэктазами в области лица до лечения и через 2 года после комбинированного лечения.*

Таким образом, биотехнологии, включающие сочетание склерозирования образования и локальной СВЧ-деструкции позволяет добиться полного лечебного эффекта и получить при этом хороший функциональный и косметический результат.

#### Литература

1. Терновский С.Д., Хирургия детского возраста. М., 1959, стр. 179-200.
2. Исаков Ю.Ф., Тихонов Ю.А., Врожденные пороки периферических сосудов у детей. М., 1963, 103 стр.
3. Феган Джордж, Варикозная болезнь-компрессионная склеротерапия. М. Изд-во НЦССХ им Бакулева РАМН, 1997, 83 с.
4. Sadick NS Sclerotherapy of varicose and Telangiectactic leg veins J Dermatol Surg 17: 65-70, 1991.

## **Возможность применения СВЧ аппаратуры для медицинских целей**

***В.Н.Митрохин, \*А.В. Буторина, А.М. Архаров, В.А. Матвеев**  
**Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана**  
**\*Российский национальный исследовательский медицинский университет им.**  
**Н.И. Пирогова***

*Достаточный уровень локализованной мощности облучения ткани при минимальном попадании СВЧ-энергии на здоровые ткани и минимальный уровень излучения в окружающее пространство важен для медицинских целей.*

***Possibility to apply the UHF apparatus in medicine. V.N. Mitrokhin, A.V. Butorina, A.M. Arkharov, V.A. Matveev. A sufficient level of localized power of tissue radiation at minimal penetration of the UHF energy into healthy tissues and minimal radiation level in the environment are very important for medical purposes.***

Электромагнитные волны широко применяются в клинической практике. Среди всего спектра электромагнитных излучений радиоволнового диапазона наибольшее применение в медицине нашли СВЧ электромагнитные поля, к которым практически относят весь диапазон волн, занимающий промежуточное положение между ультравысокочастотным и оптическим. При этом, наиболее хорошо изучен тепловой эффект СВЧ полей, связанный с повышением температуры облучаемой биологической ткани. Благодаря тепловому действию

электромагнитного поля дециметровых и сантиметровых волн средней и высокой интенсивности методы СВЧ терапии широко используются при лечении различных заболеваний. В частности, большой интерес проявляется к разработкам СВЧ аппаратуры для диагностики и лечения таких заболеваний, как злокачественные и качественные опухоли, пороки сердца, отёк лёгкого, утолщение стенок артерий [1].

Терапевтические применения СВЧ техники, связанные с повышением температуры облучаемой ткани включают: нагрев опухолевых тканей до температур, при которых наступает их разрушение (гипертермия), а также глубокий прогрев подкожных тканей и внутренних органов для снятия болевых ощущений и ускорения процессов заживления патологически измененных тканей (диатермия). Для повышения эффективности диагностики и лечения ряда заболеваний СВЧ техника может применяться в сочетании с другими средствами терапии и диагностики.

При диатермии обеспечивается эффективный прогрев глубоких биологических тканей без прогрева поверхностных тканей. Селективный нагрев отдельных участков тела осуществляется с помощью регулируемого по интенсивности источника СВЧ излучения. Диатермия оказывает благоприятное воздействие на больные ткани при лечении таких хронических заболеваний, как контрактура суставов, воспаление тазовых органов, артриты, фиброзы и т.п., способствует устранению последствий мышечных травм, растяжений и деформаций связок. Повышение температуры тканей приводит к увеличению скорости кровяного потока, улучшению проницаемости клеточных мембран и ускоряет обмен веществ в организме. Эти процессы способствуют заживлению больных и травмированных тканей, увеличению числа лейкоцитов и антител в органах, пораженных болезнью, расслаблению мышц и снятию болевых ощущений.

При гипертермии осуществляется локализованный нагрев опухолей до температур, при которых наступает разрушение клеток опухолевых тканей. Последние имеют более плотную консистенцию и характеризуются нарушением кровообращения. При облучении опухоли могут быть достигнуты температуры 42,5...43,5<sup>0</sup>С (в отдельных случаях до 45<sup>0</sup>С), при которых наблюдается максимальное разрушение и прекращение роста опухоли без существенного влияния на окружающие здоровые ткани. СВЧ прогрев опухолей до указанных выше температур, кроме того, приводит к повышению эффективности некоторых видов медикаментов и увеличению чувствительности опухолевых клеток к воздействию других видов терапии. В частности, для злокачественных опухолей увеличивается чувствительность клеток к воздействию радиоактивного и ионизирующего облучения, а также к химиотерапии.

Ткани человеческого тела представляют собой источник с заметным уровнем излучения в СВЧ и ИК диапазонах волн. Интенсивность собственного излучения тела на частотах СВЧ диапазона пропорциональна температуре тканей. Температура патологически измененных и опухолевых тканей превышает нормальную температуру тела примерно на 1<sup>0</sup>С. Аппаратура, измеряющая приращение температуры тканей, дает возможность диагностировать по термограмме некоторые виды опухолей, наличие травм, смещений позвонков и другие патологические состояния тканей, приводящие к повышению температуры. Собственное излучение тканей, наблюдаемое на различных частотах, позволяет определить точное местоположение опухолей.

Определение дисфункции стенок артерий и нарушений ритма сокращений желудочка сердца необходимы для своевременного лечения заболеваний сердца и органов кровообращения. Частота зондирующего СВЧ сигнала при обследовании движущихся объектов (желудочков сердца и стенок артерий, совершающих колебательные движения) изменяется. Сравнение наблюдаемого сдвига частоты с данными, соответствующими нормальной работе сердца, позволяет установить диагноз заболевания.

Скопление жидкости в легких вследствие бронхита, воспаления легких, отека легких крайне трудно своевременно обнаружить с помощью методов рентгенографии и радиографии. Метод бесконтактного исследования консистенции тканей путем измерения уровней падающей и отраженной волн СВЧ поля основан на изменении комплексной диэлектрической проницаемости патологических легочных тканей. Регистрация уровней отраженного СВЧ излучения позволяет получить СВЧ изображение тканей, характеризующее содержание жидкости в них. Этот метод используется для обнаружения отеков. Отечные ткани

характеризуются возрастанием модуля и уменьшением фазы коэффициента отражения по сравнению с модулем и фазой коэффициента отражений здоровых тканей.

В соответствии с изложенным выше разрабатываемые СВЧ установки для терапии, диагностики заболеваний и контроля за лечебными процедурами разделяются на следующие группы конкретного назначения [2]:

1. СВЧ установки нагрева живых тканей для целей даитермии и гипертермии.
2. СВЧ установки для измерения собственного излучения тела пациента при диагностике опухолей.
3. СВЧ установки для определения доплеровского сдвига частоты при контроле за работой сердца и движением стенок артерий.
4. СВЧ установки для измерения коэффициента отражений волн при наблюдении за состоянием отечных тканей.

Исходя из функционального назначения перечисленных групп СВЧ установок можно выделить общие основные элементы СВЧ аппаратуры (за исключением устройств регистрации и обработки информации): СВЧ генераторы с волноводным трактом, включающим функциональные СВЧ устройства (вентили, циркуляторы, направленные ответвители, аттенюаторы, фазовращатели, волноводные нагрузки, уголки и переходы); антенные устройства (передающие и приемные); радиометры с эталонным генератором шума.

Требования к элементам аппаратуры определяются, прежде всего, частотным диапазоном, электродинамическими параметрами живой ткани и необходимой структурой электромагнитного поля в области взаимодействия с облучаемой тканью. Международным союзом по радиосвязи в пределах СВЧ диапазона волн выделены определенные частоты  $f$  и соответствующие им длины волн  $\lambda$  для промышленных, научных и медицинских целей. В частности, для медицинского оборудования отведены частоты:  $f=915$  МГц ( $\lambda=32,7869$  см),  $2450$  МГц ( $\lambda=12,2449$  см),  $3300$  МГц ( $\lambda=9,0909$  см),  $5800$  МГц ( $\lambda=5,1724$  см),  $10525$  МГц ( $\lambda=2,8504$  см). Живые ткани для электромагнитного поля являются диэлектрической средой с большим уровнем потерь. Глубина проникновения СВЧ излучения в живую ткань является функцией содержания воды в облучаемой ткани и частоты излучения. В большинстве случаев глубина проникновения поля увеличивается для тканей с малым содержанием воды и при понижении частоты. Что касается структуры электромагнитного поля в области взаимодействия с облучаемой тканью, то следует учитывать, что источник электромагнитного поля и окружающее его пространство как целое представляют собой открытую динамическую диссипативную систему с присущей ей самоорганизацией, бифуркациями и катастрофами, а механизм формирования излучения – как неравновесный фазовый переход от квазистатического состояния поля к волновому [3]. Этот переход происходит на верхней границе ближней зоны источника излучения, на собственных критических сечениях неоднородных электродинамических структур, на каустиках, фокальных линиях и фокальных точках сфокусированного электромагнитного поля [4].

Рассмотрим свойства переходных полей на примере анализа неоднородных электродинамических структур со сферическими и цилиндрическими направляемыми волнами. Решение уравнений Максвелла в таких структурах представляется суперпозицией электрических  $E_{mn}$  и магнитных  $H_{mn}$  типов волн, компоненты которых выражаются через потенциальные функции Бромвича  $U$  и  $V$ .

Для структур со сферическими направляемыми волнами в системе координат  $r, \theta, \varphi$  при замене  $U = ru, V = rv$  потенциалы Дебая  $u$  и  $v$  удовлетворяют однородным уравнениям Гельмгольца

$$\Delta u + k^2 u = 0, \quad \Delta v + k^2 v = 0, \quad (1)$$

где  $\Delta$  – оператор Лапласа,  $k = \omega \sqrt{\epsilon_a \mu_a} = 2\pi / \lambda$  – волновое число свободного пространства в среде с параметрами  $\epsilon_a, \mu_a$ ,  $\omega$  – круговая частота,  $\lambda$  – длина волны.

В результате разделения переменных в уравнениях (1) для потенциалов  $U$  и  $V$  частные решения принимают вид:



$$\left. \begin{matrix} U \\ V \end{matrix} \right\} = \left\{ \begin{matrix} A \\ B \end{matrix} R_{\eta}(kr) L_{\eta}^{p_m}(\cos \theta) \frac{\cos}{\sin} p_m \varphi \right. \quad (2)$$

где А, В – постоянные коэффициенты;  $L_{\eta}^{p_m}(\cos \theta)$  - линейная комбинация присоединенных функций Лежандра первого и второго рода;  $\eta = \nu_{mn}, \mu_{mn}$  – собственные значения  $E_{mn}$  и  $H_{mn}$  типов волн соответственно, определяемые из граничных условий по координате  $\theta$ ;  $p_m$  – собственные значения, определяемые из граничных условий по координате  $\varphi$ ;  $R_{\eta}(kr)$  – радиальная зависимость, удовлетворяющая дифференциальному уравнению второго порядка

$$R_{\eta}''(kr) + \left[ 1 - \eta(\eta + 1)/(kr)^2 \right] R_{\eta}(kr) = 0, \quad (3)$$

где штрих означает производную по всему аргументу. Точки поворота уравнения (3) при  $\left[ 1 - \eta(\eta + 1)/(kr)^2 \right] = 0$  определяют критические сечения электродинамических структур, поскольку при  $kr < \sqrt{\eta(\eta + 1)}$  - запрещенная область (квазистатическое поле), а при  $kr > \sqrt{\eta(\eta + 1)}$  - область распространяющихся волн. С другой стороны, точки поворота уравнения (3) при геометрикооптическом подходе соответствуют каустикам. Это значит, что критическое сечение  $(kr)_{кр} = \sqrt{\eta(\eta + 1)}$  неоднородной электродинамической структуры есть каустика конгруенции лучей соответствующего типа волны с точки зрения концепции бриллюэновских лучей в неоднородных структурах.

Критическое сечение разграничивает области пространства с различным характером поведения поля собственной волны. Учитывая этот факт, частные решения уравнения (3), удовлетворяющие условиям: ограниченности поля при  $kr \rightarrow 0$ , непрерывности радиальной зависимости при  $kr = (kr)_{кр}$  и излучения при  $kr \rightarrow \infty$  представляются в виде

$$R_{\eta}(kr) = kr \begin{cases} j_{\eta}[(kr)_{кр}] h_{\eta}^{(2)}(kr), & kr \geq (kr)_{кр}, \\ h_{\eta}^{(2)}[(kr)_{кр}] j_{\eta}(kr), & kr \leq (kr)_{кр}, \end{cases} \quad (4)$$

где  $j_{\eta}(kr)$  – сферические функции Бесселя первого рода,  $h_{\eta}^{(2)}(kr)$  – сферические функции Ханкеля второго рода (временная зависимость  $e^{i\omega t}$ , рассматриваются прямые волны).

Подставляя выражения (2) с учетом (4) в уравнения Максвелла, получаем компоненты электромагнитного поля. Векторы поля  $E^{\eta}, H^{\eta}$  каждого  $\eta$ -го типа волны запишем, выделяя продольные и поперечные компоненты  $E^{\eta} = E_{\perp}^{\eta} + r^0 E_r^{\eta}, H^{\eta} = H_{\perp}^{\eta} + r^0 H_r^{\eta}$  где  $E_{\perp}^{\eta} = \theta^0 E_{\theta}^{\eta} + \varphi^0 E_{\varphi}^{\eta}, H_{\perp}^{\eta} = \theta^0 H_{\theta}^{\eta} + \varphi^0 H_{\varphi}^{\eta}, r^0, \theta^0, \varphi^0$  – единичные векторы – орты сферической системы координат.

При известных выражениях для компонент поля можно найти волновой импеданс каждого  $\eta$ -го типа волны. Для  $E_{mn}$  и  $H_{mn}$  типов волн получаем

$$Z_{\nu_{mn}} = iZ_0 R'_{\nu_{mn}}(kr) / R_{\nu_{mn}}(kr), \quad Z_{\mu_{mn}} = -iZ_0 R'_{\mu_{mn}}(kr) / R_{\mu_{mn}}(kr),$$

где  $Z_0 = \sqrt{\mu_a / \varepsilon_a}$  - волновой импеданс свободного пространства.

«Постоянная» распространения  $\eta$ -го собственного типа волны  $\Gamma_{\eta}$  определяется выражением  $\Gamma_{\eta} = -k R'_{\eta}(kr) / R_{\eta}(kr)$ . Как видим,  $\Gamma_{\eta}$  зависит от  $r$ , поэтому слово «постоянная» взято в кавычки. Фазовая скорость  $v_{\phi}$  и длина волны в системе  $\lambda_{\eta}$  собственного  $\eta$ -го типа волны определяются, соответственно, формулами

$$v_{\phi} = \omega / \text{Im } \Gamma_{\eta} = c \left| kr h_{\eta}^{(2)}(kr) \right|^2, \quad \lambda_{\eta} = 2\pi / \text{Im } \Gamma_{\eta} = \lambda \left| kr h_{\eta}^{(2)}(kr) \right|^2,$$

где  $c = 1 / \sqrt{\mu_a \varepsilon_a}$  - скорость распространения электромагнитных волн в свободном пространстве.

Из выражений для компонент поля с учётом представления радиальной зависимости в форме (4) следует, что для каждого собственного  $E_{mn}$  типа волны вектор  $H_{\perp}^{\eta}$  на собственном критическом сечении непрерывен, хотя и претерпевает излом, характерный для физических величин, испытывающих фазовый переход 2-го рода. В то же время вектор  $E_{\perp}^{\eta}$  на собственном критическом сечении претерпевает скачок, характерный для физических величин, испытывающих фазовый переход 1-го рода, определяющий эквивалентный магнитный



поверхностный ток плотностью  $\mathbf{I}_{V_{mn}}^M$ . Для каждого собственного  $H_{mn}$  – типа волны скачок на собственном критическом сечении претерпевает вектор  $\mathbf{H}_\perp^\mu$ , определяющий эквивалентный электрический поверхностный ток плотностью  $\mathbf{I}_{\mu_{mn}}^\mathfrak{E}$ . Выражения для этих токов имеют вид.

$$\mathbf{I}_{V_{mn}}^M = -[\mathbf{r}^0 \cdot \text{sign} \mathbf{E}_\perp^V] = \frac{ikA_{V_{mn}}}{(kr)_{\text{кр}}^2} \mathbf{h}_{V_{mn}}(\theta, \varphi),$$

$$\mathbf{I}_{\mu_{mn}}^\mathfrak{E} = [\mathbf{r}^0 \cdot \text{sign} \mathbf{H}_\perp^\mu] = \frac{ikB_{\mu_{mn}}}{(kr)_{\text{кр}}^2} \mathbf{e}_{\mu_{mn}}(\theta, \varphi).$$

Следуя и далее принципу эквивалентности, будем рассматривать собственный сферический лист эквивалентного магнитного тока на критическом сечении как источник  $E_{mn}$  – типа волны, а собственный сферический лист эквивалентного электрического тока – как источник  $H_{mn}$  – типа волны. Воспользовавшись теоремой Умова-Пойнтинга в комплексной форме для каждого собственного типа волны, получим выражения: для мощности, излучаемой с собственного критического сечения

$$P_\Sigma^{V_{mn}} = \frac{1}{2} |A_{mn}|^2 \frac{k^2}{Z_0} j_{V_{mn}}^2 [(kr)_{\text{кр}}]; \quad P_\Sigma^{\mu_{mn}} = \frac{1}{2} |B_{mn}|^2 k^2 Z_0^2 j_{\mu_{mn}}^2 [(kr)_{\text{кр}}]$$

- для проводимости излучения  $G_\Sigma^{V_{mn}}$  каждого  $E_{mn}$  типа волны и сопротивления излучения

$R_\Sigma^{\mu_{mn}}$  каждого  $H_{mn}$  – типа волны.

$$G_\Sigma^{V_{mn}} = (kr)_{\text{кр}}^2 \frac{1}{Z_0} j_{V_{mn}}^2 [(kr)_{\text{кр}}], \quad R_\Sigma^{\mu_{mn}} = (kr)_{\text{кр}}^2 Z_0 j_{\mu_{mn}}^2 [(kr)_{\text{кр}}].$$

Аналогичный анализ электромагнитного поля с учетом его поведения в окрестности собственных критических сечений проведен и для неоднородных электродинамических структур с цилиндрическими направляемыми волнами.

Каждому собственному типу волны поставим в соответствие модель пространственного осциллятора, описываемого уравнением типа

$$y''(x) + f(x)y(x) = 0, \tag{5}$$

здесь  $y(x) \equiv R_\eta(kr)$ ,  $x \equiv kr$ ,  $f(x) = 1 - x_0^2 / x^2$ ,  $x_0 \equiv (kr)_{\text{кр}} = \sqrt{\eta(\eta + 1)}$ .

Семейство потенциальных функций (потенциальных энергий  $W_n = W_n(y, \xi)$ , где  $\xi = x/x_0$  – управляющий параметр,  $0 < \xi < \infty$ ) представляет собой семейство парабол  $W_n(y, \xi) = 0,5(1 - 1/\xi^2)y^2$ . Трансформация потенциальной энергии, связанная со сменой минимума на максимум (или наоборот) при достижении единственного управляющего параметра своего критического значения называется катастрофой складки и характерно для динамических систем, испытывающих фазовые переходы 2-го рода. Так как значение  $\xi = \xi_0 = 1$  соответствует  $f(x) = 0$  в (5), то это значит, что в критическом сечении неоднородной электродинамической структуры происходит фазовый переход 2-го рода, сопровождающийся катастрофой складки. Анализ фазового портрета, соответствующего трансформации потенциальной функции  $W_n(y, \xi)$  показывает, что при  $\xi > 1$  фазовыми траекториями являются эллипсы, а при  $\xi < 1$  – сопряженные гиперболы. Сепаратриса  $y' = \pm \sqrt{C}$ , ( $C$  – постоянная величина) соответствует бифуркационному значению управляющего параметра  $\xi_0 = 1$ . При  $\xi \rightarrow \infty$  колебания осциллятора гармонические. С уменьшением  $\xi$  они все более отличаются от гармонических, их период непрерывно растет и при  $\xi \leq 1$  (переход через сепаратрису) движение неперриодическое. Если электродинамическая система имеет сепаратрисы отделяющие области с различным характером поведения поля, то в процессе его эволюции через них возможны структурные переходы. В этом случае система имеет локальные адиабатические инварианты, значения которых при пересечении сепаратрисы изменяются скачком. Локальный адиабатический инвариант в области  $x > x_0$  пропорционален излучаемой с критического сечения мощности.

Итак, сформулируем основные свойства переходных электромагнитных полей в неоднородных СВЧ – структурах с критическими сечениями:

- аналитические, определяемые точками бифуркации дифференциального уравнения радиальной зависимости поля собственной волны;
- топологические, определяемые характером сепаратрисы фазового пространства при скачкообразном изменении на ней локальных адиабатических инвариантов поля;
- волновые, определяемые неравновесным фазовым переходом электромагнитного поля от квазистатического состояния к волновому и обратно;
- лучевые, определяемые условиями формирования каустики конгруенцией лучей, соответствующих собственному типу волны;
- энергетические, определяемые эквивалентными поверхностными токами на собственных критических сечениях и излучаемой с них мощности.

В результате анализа интеграла излучения сфокусированных апертур

$$F(S) = \int_{S_0} f(S_0) e^{i\psi(S_0)} \frac{e^{-ikR(S,S_0)}}{R(S,S_0)} dS_0, \quad (6)$$

где  $f(S_0)$ ,  $\psi(S_0)$  – распределение амплитуд и фаз плотностей реальных или эквивалентных электрических (магнитных) токов на поверхности  $S_0$ ;  $R(S,S_0)$  – расстояние между точкой интегрирования  $Q(x_0, y_0, z_0) \in S_0$  и точкой наблюдения  $P(x, y, z) \in S$ ; получены точные аналитические выражения геометрических мест каустик, фокальных линий и точек.

Результаты этих исследований имеют практическое значение:

- при разработке устройств возбуждения зеркальных и линзовых антенн, а также фазированных антенных решеток в режиме сфокусированного поля, открытых СВЧ резонаторов со сферическими и цилиндрическими зеркалами;
- при определении размеров зоны локальной концентрации СВЧ поля на биологическом объекте;
- при разработке требований защиты от высококонцентрированных СВЧ полей обслуживающего СВЧ установки персонала.

Достаточный уровень локализованной мощности облучения ткани при минимальном попадании СВЧ-энергии на здоровые ткани и минимальный уровень излучения в окружающее пространство важен для защиты медицинского персонала.

#### Литература

1. Использование СВЧ техники для медицинских целей // Радиоэлектроника за рубежом. Информационный бюллетень. – 1982. – Вып. 8 (954). – М.: НИИЭИР.
2. Митрохин В.Н. СВЧ-установки для медицинских целей: Учебное пособие / Под ред. Н.А.Бея.– М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э.Баумана, 1998.– 19 с.
3. Митрохин В.Н. Исследование переходных полей в неоднородных СВЧ структурах с критическими сечениями // Радиотехника.– 1999.– № 4.– С.86–91.
4. Митрохин В.Н., Павлович А.Л. Каустики и катастрофы ближнего поля антенн // 165 лет МГТУ им.Н.Э.Баумана: Тез. докл. науч.-техн. конф.– М., 1995.– С.71.
5. Митрохин В.Н. Интеграл излучения и переходные состояния электромагнитного поля // Вестник МГТУ. Приборостроение.– 1995.– № 4.– С.24–33.
6. Митрохин В.Н. Структура сфокусированного электромагнитного поля // Вестник МГТУ. Приборостроение.– 1994.– № 4.– С.16–27.
7. Митрохин В.Н. Электромагнитное поле изолированного диэлектрическим шаром диполя // Вестник МГТУ. Приборостроение.– 1991.– № 3.– С.31–40.

## СЕКЦИЯ 4 ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС

### К вопросу проектирования оборудования для наземной тепловакуумной отработки космической техники

*Е.Н. Капустин, Н.В. Куксова, О.Р. Чернышев, \*С.Б. Нестеров, \*\*Е.В. Жировов*  
Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58; E-mail: kazan@uasta.ru;  
\* Москва, РНТВО им. академика С.А. Векшинского;  
\*\* Москва, ЗАО «Криогенмонтаж», Староваганьковский пер., д.23, стр.1

*В статье рассмотрен вопрос об актуальности задач по разработке новых подходов к проектированию систем имитации космического пространства, приведены некоторые требования к современному испытательному оборудованию и тенденции дальнейшего развития данной тематики как одного из важнейших направлений вакуумной и криогенной техники.*

*A few words about the design of equipment for ground heat-vacuum testing of space technics. E.N. Kapustin, N.V. Kuksova, O.R. Chernyshev, S.B. Nesterov, E.V. Zhirovov. The article discusses the relevance of tasks to develop new approaches to the design of space simulation systems, presents some requirements for modern test equipment and the trends of further development of this subject as one of the most important areas of vacuum and cryogenic technology.*

Наземная тепловакуумная отработка изделий космической техники является неотъемлемым и одним из ключевых этапов их создания, от проектирования макета до штатного запуска готового образца. Эффективность проводимых в рамках создания космических аппаратов (далее – КА) испытаний напрямую зависит не только от качества имитации каждого из факторов, оказывающих непосредственное влияние на КА при его эксплуатации в космосе, но и комплексность моделирования данных факторов. Поэтому для воспроизведения на Земле условий, максимально приближенных к условиям космоса, разрабатываются термобарокамеры, имеющие в своем составе не только средства создания высокого вакуума, но и системы имитации иных факторов космического пространства, в том числе пониженных температур, электромагнитного излучения Солнца, инфракрасного излучения теневой стороны Земли [1].

Ведущие предприятия, на протяжении многих лет работающие в области создания космической техники, среди которых АО «ИСС им. М.Ф. Решетнева», ФГУП «НПО им. С.А. Лавочкина», ОАО «РКК «Энергия» им. С.П. Королева», имеют собственную испытательную базу, в состав которой входят, в частности, и термовакuumные камеры различных объемов и модификаций [1]. Некоторые из действующих имитаторов космического пространства представлены в таблице.

п/п	Наименование параметра	ВК600/300[1]	ГВУ-600 [1]	ТБК-120 [2]
1	Пространственная ориентация термовакuumной камеры	вертикальная	горизонтальная	вертикальная
2	Полезный диаметр, м	5,5	6	не менее 4
3	Полезная длина (высота), м	8	10	не более 8
4	Полезный объем, м <sup>3</sup>	300	более 250	120
5	Предельное давление, мм рт.ст.	$5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
6	Наименьшая температура, К	130	100	88
7	Диаметр пятна ИСИ, м	3	4,5	4
8	Максимальная интенсивность солнечного излучения, Вт/м <sup>2</sup>	1400	1400	1500

Развитие технологий космического аппаратостроения и усложнение задач, решаемых средствами космонавтики, неотъемлемо ведет к изменению требований к испытательному оборудованию.

В связи с большими временными и финансовыми затратами на разработку и монтаж средств имитации космического пространства, одним из важных требований к оборудованию такого рода является его универсальность. Под универсальностью понимается обеспечение возможности проведения термовакуумной отработки космических аппаратов с различными массогабаритными характеристиками [3] и конструктивными особенностями, в том числе требующими строго горизонтального расположения КА при проведении испытаний [4]. Конструктивно она может быть достигнута увеличением полезного внутреннего объема термовакуумной камеры (до 1000 м<sup>3</sup> и более) и выполнением требования по горизонтальной ориентации корпуса камеры.

С технологической точки зрения обеспечение универсальности тепловакуумного испытательного оборудования может достигаться использованием средств безмасляной откачки для вакуумирования рабочего объема. В частности, использование турбомолекулярных и криогенных насосов при проектировании систем вакуумирования термобарокамер позволяет достигать давление до 10<sup>-6</sup> Па при безмасляной высоковакуумной откачке [5, 6].

Увеличение и усложнение структуры тепловых нагрузок, возникающих в ходе тепловакуумной отработки современных КА, также приводит к ужесточению требований к системам теплоотвода и имитации «холодного» космического пространства. Среди них обеспечение на поверхности криоэкранов (далее – КЭ) термовакуумных камер температурного поля до 93 К и ниже, максимально равномерного по всей площади КЭ [1, 7,8], что при проектировании имитаторов космического пространства также является многоуровневой задачей, которая может быть решена лишь при совместном использовании богатого опыта создания криогенных систем для нужд космической отрасли [9], но и комплексной теоретической проработки [1, 8].

В связи с тем, что большая часть существующих и эксплуатируемых в России имитаторов космического пространства создавалась в 70-е – 90-е годы прошлого столетия [9], на сегодняшний день они перестают удовлетворять ужесточающимся в процессе развития отрасли космического аппаратостроения требованиям как по эффективности и надежности, так и по технологическому обеспечению испытаний, предъявляемым к ним, и возникает необходимость либо создавать новое современное испытательное оборудование, либо идти по пути глобальной модернизации существующих термобарокамер. В любом случае, разработка новых подходов к проектированию систем имитации космического пространства, наряду с теоретическими и опытно-конструкторскими изысканиями в данной области, сегодня являются важными и актуальными задачами вакуумной и криогенной техники.

## **Выводы**

Повышение требований к испытательному оборудованию для проведения наземной термовакуумной отработки КА неизменно должно привести к серьезным изменениям его облика по сравнению с уже существующим оборудованием. Это делает актуальными на сегодняшний день задачи как по созданию новых современных термовакуумных камер, так и по усовершенствованию действующих средств проведения испытаний.

Наличие необходимости комплексного подхода как к вопросам создания новых имитаторов космического пространства, так и к переоснащению существующего испытательного оборудования, требует не только детальной проработки большого количества систем, крайне отличающихся между собой по функциональности и технологиям проектирования, но и слаженной работы специалистов в различных областях науки и техники, обладающих соответствующими знаниями и опытом в ведении разработок и изготовлении изделий подобного рода.

## **Литература**

1. Расчет и конструирование криоэкранов стендов для тепловой отработки и испытания космических аппаратов. / С.В. Кравченко, С.Б. Нестеров, Н.А. Тестоедов и др.; Под ред. проф., д.т.н. С.Б. Нестерова. – М.: НОБЕЛЛА, 2013. – 89 с.

2. Комплексные испытания космических аппаратов [Электронный ресурс] // Информационный спутниковые системы. – 2010. – №11. – С. 16 – 21. – Режим доступа: <https://www.iss-reshetnev.ru/media/journal/journal-11-2010.pdf>. – (Дата обращения: 07.02.2017).
3. О.В. Капралов, Н.В. Куксова, С.Б. Нестеров, В.В. Путырский, О.Р. Чернышев. Особенности создания испытательного комплекса для проведения проверок герметичности современных космических аппаратов в рамках их предстартовой подготовки // «Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под ред. доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. – 2016. – с. 246 – 250.
4. Ю. Вшивков, Ф.В. Танащенко, Е.Н. Головенкин, Е.В. Юртаев. Разработка и термовакуумные испытания тепловых экранов для защиты электропривода механического блока от эффекта «Солнечная ловушка» // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени акад. М.Ф. Решетнева. – 2012. – Выпуск 5(45). – С.117 – 122.
5. Е.Н. Капустин, Dr. Stefan Lausberg, М.В. Мурашкин, М.В. Абраев. Вакуумные технологии в имитации космического пространства // «Вакуумная наука и техника». Материалы XXII научно-технической конференции. Под. ред. академика А.С. Бугаева. М.: ~, 2015. – с.174–179.
6. Е.Н. Капустин, Р.Р. Зиганшин, М.В. Абраев, А.Е. Капустин. Разработка и производство термовакуумных установок (термобарокамер) в АО «Вакууммаш» // «Вакуумная наука и техника». Материалы XXII научно-технической конференции. Под. ред. академика А.С. Бугаева. М.: ~, 2015. – с.105–111.
7. Малоземов В.В. Тепловой режим космических аппаратов / В.В. Малоземов. – М.: Машиностроение, 1980. – 232 с., ил.
8. Н.В. Куксова, И.В. Петров, С.Б. Нестеров. Выбор режима работы криогенных экранов для имитаторов космического пространства больших объемов // Всероссийская конференция молодых ученых и специалистов «Будущее машиностроения России»: сборник докладов / Союз машиностроителей России, Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана. – Москва: Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2015. – с. 766–768.
9. Е.В. Жировов. Опыт изготовления, монтажа, наладки и эксплуатации криовакуумных установок, оснащенных отечественным вакуумным и криогенным оборудованием за период с 1972 по 2014 г. // Вакуумная техника и технология. – 2015. – Т.25, №2. – с.64 – 65.

## **Влияние методов обезжиривания поверхностей конструкционных материалов на скорость газовыделения в вакууме**

*В.Г. Самоделов, А.К. Дедков, О.Е. Чубаров*  
*ООО «Криомаш- БЗКМ», г. Балашиха, Московская обл., пр. Ленина, вл.65, стр.1.*  
*E-mail: [samodelov vg@cryobzkm.ru](mailto:samodelov_vg@cryobzkm.ru)*

*В статье представлено сравнение соотношений скоростей газовыделений с поверхности образцов из нержавеющей стали, обращенных в вакуум, предварительно подвергнутых различным методам обезжиривания.*

*Methods to degrease surfaces – their effect on the gas emission speed in vacuum. V.G. Samodelov, A.K. Dedkov, O.E. Chubarov. The ratios of the gas emission speed from the surface samples of stainless steel are compared. These surfaces are facing vacuum and previously have been subjected to various methods of degreasing.*

Необходимость проведения тщательной очистки поверхностей конструкционных материалов, обращенных в вакуум, связана с тем, что жировые и масляные загрязнения, источником которых являются чаще всего смазочно-охлаждающие жидкости и смазочные материалы, имеют высокое давление насыщенных паров, что препятствует достижению

требуемых рабочих давлений.

Часто обезжиривание производится водными моющими растворами, которые не разрушают молекул загрязнений, а благодаря сорбционной активности вытесняют их с поверхностей в растворы, при этом в растворе образуется однородная стабильная молекулярно-дисперсная среда.

Обезжиривание водными моющими растворами и растворителями в зависимости от конструктивных особенностей и размеров изделий проводится следующими методами:

1. Погружением изделий деталей последовательно в две ванны с горячим водным моющим раствором и двукратной промывкой в горячей воде.
2. Двукратным заполнением изделий моющим раствором и промывкой горячей водой.
3. Протиранием поверхностей изделий щеткой или салфетками, смоченными горячим моющим раствором, с последующим протиранием салфетками, смоченными водой.
4. Подачей струи горячего моющего раствора на обезжириваемые поверхности.
5. Циркуляцией моющего раствора в изделии.
6. Ультразвуковой очисткой изделий, погруженных в моющий раствор.
7. Двукратным протиранием поверхности изделий бязевыми салфетками, смоченными детаналом ТУ 2381-001-58996909.

После обезжиривания поверхности обезвоживают спиртом. При обезвоживании вода растворяется в спирте и на поверхности остается некоторое количество водно-спиртовой смеси. В последнее время все шире применяются такие методы сушки поверхностей, как обдув воздухом ГОСТ 9.010, прогрев при атмосферном давлении.

С целью выяснения эффективности перечисленных технологий обработки поверхности материалов различными методами обезжиривания и установления количественных соотношений между скоростями газовой выделенности, были проведены экспериментальные исследования. Экспериментальные исследования влияния методов обезжиривания поверхностей, обращенных в вакуум, на время обезгаживания материалов производились на установке, состоящей из вакуумной камеры, средств откачки, средств измерения вакуума и контроля герметичности. В установке использовались безмасляные средства откачки, широкодиапазонные датчики измерения остаточного давления и гелиевый масс-спектрометрический течеискатель. Определение зависимости суммарного газового потока с образцов, поверхности которых предварительно обезжирены различными методами, от времени вакуумирования проводилось методом измерения потока с помощью диафрагмы известной проводимости.

Установка предварительно обезжиривалась, обезгаживалась и проверялась на герметичность. Перед проведением экспериментов определялось фоновое газовыделение установки (без образца). В качестве образцов для исследования использовались пластины из стали 12Х18Н10Т площадью поверхности 0,25 м<sup>2</sup>. После размещения образцов в вакуумной камере, производилась высоковакуумная откачка до  $P=1,33 \cdot 10^{-5}$  Па. Измеряя перепад давлений на диафрагме в различные периоды времени, получали зависимость газового потока с образцов и внутренних поверхностей элементов установки от времени вакуумирования. Расчет суммарного газового потока от образца, находящегося в камере, производили по формуле:

$$Q = U \times (P_1 - P_2) - Q_y,$$

где  $P_1$  и  $P_2$  – давление до и после диафрагмы, Па;

$U$  – проводимость диафрагмы, м<sup>3</sup>/с;

$Q_y$  – фоновое газовыделение установки, Па·м<sup>3</sup>/с.

Результаты экспериментальных исследований и их анализ.

Результаты экспериментальных исследований влияния методов обезжиривания поверхностей материалов, обращенных в вакуум, на скорость газовой выделенности представлены в таблице 1 и на рис.1 и 2.

Таблица 1. Зависимость скорости газовой выделения материала от методов обработки поверхности материала и времени их вакуумирования.

Скорость газовой выделения, Па·м/с							
Время, ч	Водно-моющий раствор, обезжиривания спиртом (ГОСТ 5962)	Водно-моющий раствор, обезжиривания спиртом (ГОСТ 18300)	Водно-моющий раствор, протирка бязью	Водно-моющий раствор, сушка обдувом воздуха ГОСТ 9.010 при T=(288-293)K	Водно-моющий раствор, сушка, обдув в воздухе по ГОСТ 9.010 при T=(373-393)K	Водно-моющий раствор, прогрев при T=(353-373)K в течение 1ч	Детанал ТУ 2381-001-58996909 Двукратное протираание бязевыми салфетками
1,0	$5,3 \cdot 10^{-7}$	$1,6 \cdot 10^{-6}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$3,5 \cdot 10^{-6}$	$4,2 \cdot 10^{-6}$	$7,0 \cdot 10^{-6}$
3,0	$4,0 \cdot 10^{-7}$	$1,1 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$1,7 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-6}$	$9,3 \cdot 10^{-6}$	$3,7 \cdot 10^{-6}$
5,0	$3,4 \cdot 10^{-7}$	$7,0 \cdot 10^{-7}$	$7,3 \cdot 10^{-7}$	$9,3 \cdot 10^{-7}$	$7,3 \cdot 10^{-7}$	$4,6 \cdot 10^{-7}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$
7,0	$2,7 \cdot 10^{-7}$	$5,2 \cdot 10^{-7}$	$6,0 \cdot 10^{-7}$	$7,3 \cdot 10^{-7}$	$4,0 \cdot 10^{-7}$	$2,7 \cdot 10^{-7}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$

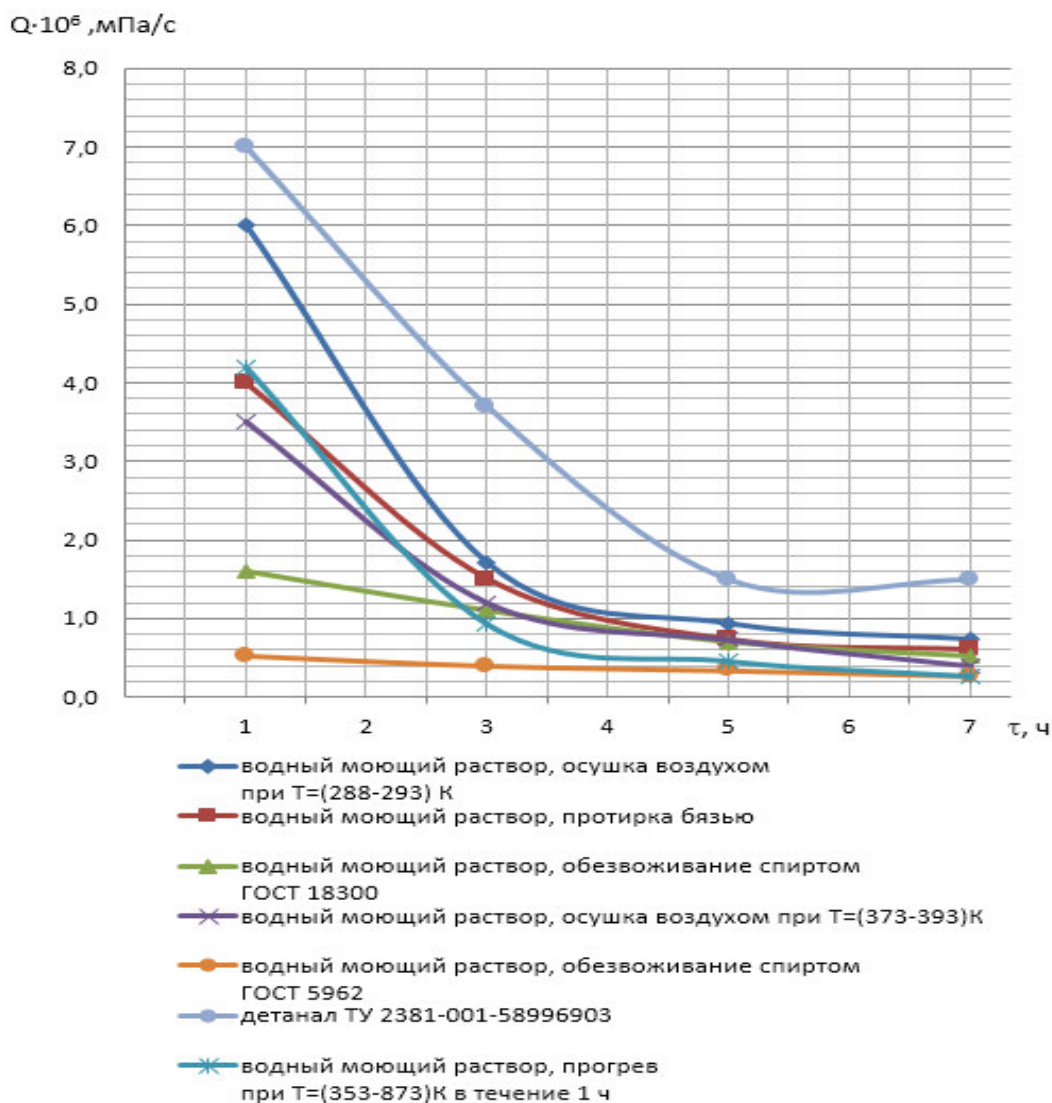


Рис. 1. Зависимость скорости газовой выделения от методов обезжиривания поверхности материалов и времени вакуумирования.



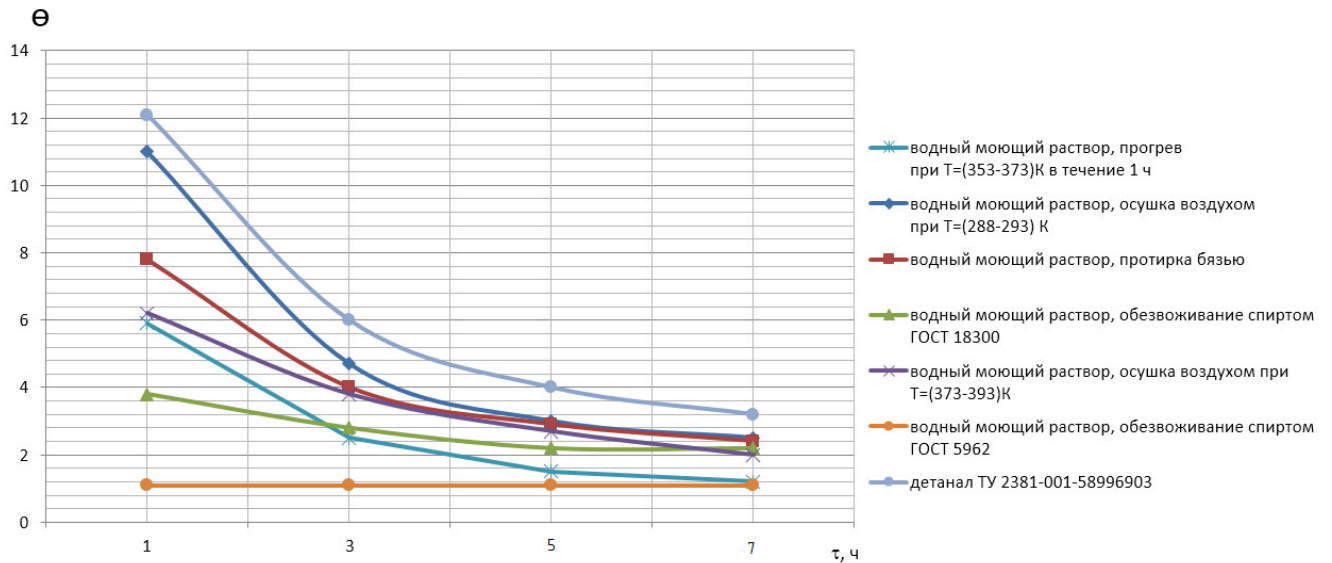


Рис. 2. Зависимость  $\theta=Q/Q_0$  от времени при различных способах обезжиривания поверхности материала.

Крутой наклон кривых газовыделения (рис.1) свидетельствует о том, что в основном откачиваются молекулы, адсорбированные на поверхности. Из сравнения скоростей газовыделения с образцов, подвергнутых различным методам обработки поверхности, после одного часа вакуумирования (рис. 2) следует, что скорость газовыделения с образца, обезжиренного водным моющим раствором с последующим обдувом воздухом высокого давления при  $T=293\text{K}$  в 11 раз больше, а с образцов, обезжиренных водным моющим раствором с последующим обдувом воздуха при  $T=(373-393)\text{K}$  или прогревом в печи при  $T=(353-373)\text{K}$ , в 5 раз больше, чем с образца, обезжиренного водным моющим раствором с последующим обезвоживанием спиртом по ГОСТ 5962. Это соотношение скоростей газовыделения уменьшается с увеличением времени вакуумирования и через 7 часов составляет не более 1,5-2,5 раза.

Поэтому технологические процессы обезжиривания поверхностей водными моющими растворами с последующим обдувом воздухом (лучше горячим) в сочетании с вакуумированием в течение 6-7 часов могут использоваться как альтернативные варианты методам обезжиривания поверхностей с использованием спирта.

Полученные результаты экспериментальных исследований позволяют выбирать методы обезжиривания поверхностей материалов в зависимости от конструктивных особенностей и размеров изделий, возможностей производства и имеющихся технических средств обезжиривания.

## Опыт создания криотермовакuumных установок и имитационных комплексов для тепловакуумной отработки и испытаний аэрокосмической техники

*В.Г.Самоделов, А.К.Дедков, Г.Н. Левдик, Г.Ю. Цфасман, Е.В.Чубаров*  
ООО «Криомаш-БЗКМ», г. Балашиха, Московская обл., пр. Ленина вл.65 стр.1.  
E-mail: [info@criobzkm.ru](mailto:info@criobzkm.ru)

*В статье приведены данные о криотермовакuumных установках (КТВУ) и имитационных комплексах, используемых при отработке изделий авиационной и космической техники. В зависимости от назначения они разделены на группы, приведены их основные характеристики и требования к конструкции и материалам, применяемым для их производства.*

*Cryo-thermovacuum installations and simulation systems for thermal and vacuum testing and aerospace technology testing. V.G.Samodelov, A.K. Dedkov, G.N. Ledvik, G.U. Tsfasman, E.V. Chubarov. The article presents the data on the developed cryothermovacuum installations (KTVU) and simulation installations used in testing the products of aviation and space technology. According to the purpose they are divided into groups, their main characteristics, design requirements, materials used for their production are given.*

ООО «Криомаш-БЗКМ» в кооперации с научными и производственными организациями создаёт для научно – исследовательских и испытательных центров России криотермовакuumные установки и испытательные комплексы для тепло- вакуумной отработки и испытаний аэрокосмической техники. КТВУ и испытательные комплексы позволяют осуществлять наземную экспериментальную отработку и испытания КА (космических аппаратов) их систем и элементов и определять их теплофизические характеристики, как-то:

- холодопроизводительность радиационных поверхностей;
- тепловые потери;
- время вывода на рабочий тепловой режим;
- время сохранения и поддержания рабочего теплового режима при нарушении работоспособности системы терморегулирования.

При отработке КА исследуется способность системы терморегулирования, поддержания аппаратом заданного теплового режима, проведения исследований по определению динамики натекания, степени герметичности и уровня газовыделения элементов конструкций КА, возникающих при изменении освещенности в условиях глубокого разрежения и значительного перепада температур. При этом определяется не только качество сварных и разъёмных соединений, но и пригодность материалов, из которых изготовлен аппарат.

Основу испытательных комплексов составляют вакуумные камеры с автономными встроенными или выносными безмасляными системами откачки и системами азотообеспечения криогенных экранов. имитирующих «черный» космос, автоматизированными системами контроля и управления. В процессе испытаний контролируется герметичность, измеряется вакуум, температура и другие параметры КА.

Каждый тип испытательного комплекса является уникальным, с присущими только ему основными конструкторскими решениями, что объясняется спецификой проводимых в нём экспериментов, особенностями испытываемых объектов и технологических процессов. Габариты вакуумных камер определяют исходя из размеров космического аппарата. В зависимости от назначения КТВУ и имитационные комплексы целесообразно разделить на группы.

1. Комплексы тепловакуумных испытаний и отработки космических аппаратов, систем и их агрегатов в условиях высокого вакуума и в диапазоне температур 500-77К.

К этой группе относятся установки:

- КВИ – камера вертикальная, вместимостью 8500 м<sup>3</sup> и рабочим давлением 10<sup>-3</sup>Па, предназначена для натуральных полномасштабных испытаний космических кораблей и

аппаратов. КВИ позволяет одновременно испытывать изделие на герметичность и исследовать процессы теплообмена космического корабля, а также функционирования его различных систем (жизнеобеспечения, энергопитания и т.п.) в условиях космоса. Камера имеет стерильную систему вакуумирования с быстротой откачки по азоту порядка  $1000 \text{ м}^3/\text{с}$ , достигаемой при помощи встроенных криопанелей, охлаждаемых гелием до температуры  $10 \dots 20 \text{ К}$ . Для откачки в диапазоне давлений от  $100$  до  $10^{-1} \text{ Па}$  используется 2 криoadсорбционных насоса с суммарной быстротой откачки  $200 \text{ м}^3/\text{с}$ ;

- - ГВУ- 600, вместимостью  $1000 \text{ м}^3$ , система откачки обеспечивает предельное давление  $10^{-4} \text{ Па}$ ;
- 11Г 335, вместимостью  $650 \text{ м}^3$ , предельное давление  $10^{-3} \text{ Па}$ ;
- КВУ-90 вместимостью  $90 \text{ м}^3$ . Система откачки с гелиевыми крионасосами обеспечивает быстроту действия  $100 \text{ м}^3/\text{с}$  при давлении  $10^{-4} \text{ Па}$ ;
- Установка HoustonA NASA- MSFC – крупнейшая в мире, имитирующая космическое пространство, высота камеры  $40 \text{ м}$ , диаметр  $22 \text{ м}$ , объем  $15000 \text{ м}^3$ , быстрота откачки крионасоса  $S = 7 \cdot 10^3 \text{ м}^3/\text{с}$  (по азоту). На ней проводились исследования лунников по программе «Аполлон». В камере имитировалось Солнце и вращающаяся модель Луны. Их температуры варьировались от  $90$  до  $400 \text{ К}$ . Криоперехваты охлаждаются гелиевыми рефрижераторами холодопроизводительностью  $7 \text{ кВт}$  при температуре  $13 \text{ К}$ , рабочее давление  $10^{-3} \text{ Па}$ .

## 2. Криогенно-вакуумные установки для научных целей.

Установки предназначены для исследования механических, теплофизических и оптических свойств металлов и материалов, возникновения зарядов на поверхности в установках сверхвысокого вакуума ( $1 \cdot 10^{-5} \div 1 \cdot 10^{-6} \text{ Па}$ ), проведения фундаментальных исследований в области физики плазмы и строения материала в условиях сверхвысокого вакуума ( $1 \cdot 10^{-7} \div 1 \cdot 10^{-8} \text{ Па}$ ) и сверхнизких температур (до  $4 \text{ К}$ ). На установках исследуется влияние солнечной радиации на тепловой баланс спутников. По результатам исследований рассчитывается температурное распределение в спутниках для различных положений на орбите.

К этой группе установок в частности относятся следующие:

- Вакуумная установка ВУ-170/3,8-06 для проведения фундаментальных исследований процессов взаимодействия электромагнитных волн с холодной плазмой в условиях безмасляного высокого вакуума
- Сверхвысоковакуумная установка ВВУ-3, для проведения научных исследований по широкому кругу вопросов космического материаловедения, сухого трения, адсорбционно-десорбционного взаимодействия, испарения и акклюзии и других физико-химических процессов на твердой поверхности, а также отработки приборов и агрегатов КА в условиях космического пространства. В этой установке достигнут вакуум  $1 \cdot 10^{-8} \text{ Па}$  в объеме  $3 \text{ м}^3$ , быстрота откачки встроенного крионасоса составляет  $1000 \text{ м}^3/\text{с}$ .
- Вакуумная установка ВУ-400Г/3,8-0,6 предназначена для физических исследований воздействия «жестких» космических излучений на различные металлические и неметаллические материалы, используемые в конструкциях объектов
- Установка КТВУ – 100Г/3,8-0,7 предназначена для исследования и отработки научных приборов и агрегатов. Конструкция камеры позволяет в ходе работ с минимальной перенастройкой расширить программу исследований. Для этих целей в ней предусмотрены дополнительные патрубки «гелиевое пятно», устройство для улавливания ионов и т. п. Камера представляет собой горизонтальный цилиндр диаметром  $3,8 \text{ м}$  длиной  $13 \text{ м}$  с быстросъемной крышкой. К задней крышке через затвор ДУ-900 пристыкована форкамера, в которой размещена аппаратура для физических исследований. Внутренняя поверхность камеры закрыта оптически непроницаемыми криогенными панелями, имитирующими «холодное и черное» окружение. Предельный вакуум в камере при проведении исследований  $1 \cdot 10^{-6} \text{ Па}$  обеспечивается с помощью 2-х криoadсорбционных, 4-х турбомолекулярных и встроенного криоконденсационного насосов. Установка оснащена системами азото- и гелиеснабжения, которые обеспечивают криостатирование азотных экранов и крионасоса на уровне  $100,15$  и  $4,5 \text{ К}$ . Управление установкой – дистанционное,

предусмотрен автоматический режим управления. Установка эксплуатируется в Институте космических исследований (г. Москва)

### 3. Специальные установки

В эту группу установок входят: установки ВУ-550, КВУ – 100Г/3,8-0,5, камера КС-5406. Тренажеры ВУТ-50, ПБК-70, СБК-72, ТРБК-73.

Установка ВУ-550 предназначена для комплексных исследований и длительных испытаний систем натуральных космических аппаратов СОЖ, средств спасения экипажей, систем шлюзования и выхода человека в открытый космос для предполетной подготовки и тренировки экипажа КА в условиях окружающего вакуума.

Установка ВУ-550 состоит из двух камер – вертикальной и горизонтальной. Горизонтальная камера диаметром 5 м и длиной 24 м соединена с торцевой камерой высотой 11 м, что позволяет испытать горизонтальные объекты диаметром 4,5 м, длиной 24 м и массой до 35 т, а также вертикальные объекты диаметром 4,5 м, высотой 10 м и массой 15 т. Отдельно стоящая вертикальная камера диаметром 5 м и высотой 7 м обеспечивает испытание изделий в вакууме при температурном диапазоне от 200 до 500 К. Установка комплектуется системами: азотных экранов с азотоснабжением, вакуумирования камер и систем КА, аварийной разгерметизации, шлюзами, системой управления и контроля.

Вакуумные камеры – тренажеры предназначены для проведения предполетной подготовки и тренировки экипажей КА и летного состава ВВС и ГВФ в целях определения пригодности к полетам, а также для исследования аварийных ситуаций при мгновенной разгерметизации кабины.

В эту группу установок входят камеры для тренировки летного состава ПБК-70, СБК-72, ТРБК-73. Последние предназначены для работы в полевых стационарных условиях при высотной подготовке экипажей. Максимальная техническая высота подъема – 34 км.

Упомянутые криотермовакuumные установки и имитационные комплексы, анализ задач, решаемых при комплексной термовакuumной обработке, исследования процессов теплообмена и функционирования различных систем космического корабля позволили сформулировать обобщенные технические характеристики и требования к конструкциям камер [1] и применяемым материалам для их изготовления [2,3,4], и приведены ниже в таблицах 1 и 2.

Таблица 1. Значения оптических коэффициентов.

Материал	Метод обработки	Оптические коэффициенты при T=300 К, не более	
		Полусферическая интегральная степень черноты поверхности «Е»	Полусферический интегральный коэффициент поглощения поверхности в спектре излучения Солнца «As»
Сталь марки 12Х18Н10Т	Электрополирование	0,25	0,35
	Механическое полирование	0,3	0,45
Алюминиевые сплавы	Химическое полирование	0,1	0,2
	Механическое полирование	0,15	0,3

Таблица 2. Основные технические характеристики испытательных камер и требования к материалам, применяемым для их изготовления.

Назначение камеры	Основные характеристики		Соотношение газовых нагрузок от объекта ( $Q_{об}$ ) и от поверхностей, обращенных в вакуумную полость ( $Q_{п}$ )	Марка стали	Требования к поверхностям материалов, обращенных в вакуумную полость			
	Рабочее давление (мм рт. ст.)	Вместимость камеры, м <sup>3</sup>			Поверхности	Сварного шва	Остаточное содержание масла на поверхности, мг/м <sup>2</sup> , не более	
<b>Комплексы тепловакуумных испытаний и отработки космических аппаратов, систем и их агрегатов</b>								
Камера для проведения экспериментальной тепловакуумной отработки и испытаний на герметичность космических аппаратов, их систем и элементов	6,65·10 <sup>-3</sup> - 1,33·10 <sup>-4</sup> (5·10 <sup>-5</sup> - 10 <sup>-6</sup> )	До 1000	$Q_{об} \leq 5 Q_{п}$ $Q_{об} > 5 Q_{п}$	12X18H10T M36 ГОСТ 7350, 12X18H10T M36 ТУ108-930	3,2	12,5	200	
		Свыше 1000	$Q_{об} < 2 Q_{п}$ $Q_{об} \geq 2 Q_{п}$		6,3			3,2
<b>Криогенно-вакуумные установки для научных целей</b>								
Камера для изучения поверхностных свойств материалов и коэффициентов трения в вакууме	1,33·10 <sup>-6</sup> - 1,33·10 <sup>-10</sup> (1·10 <sup>-8</sup> - 1·10 <sup>-12</sup> )	До 1	$Q_{об} \leq Q_{п}$	12X18H10T M2a ГОСТ 5582	0,4			6,3
			$Q_{об} > Q_{п}$			200		
Камера для испытания космического аппарата на механическую прочность и вибрацию	1,33·10 <sup>-3</sup> - 13,3 (10 <sup>-1</sup> ·10 <sup>-1</sup> )	Не ограничена	Не ограничено	12X18H10T M36 ГОСТ 7350, 12X18H10T M36 ТУ108-930	12,5	12,5	500	
							Не ограничена	500
<b>Специальные установки</b>								
Камера для предполетной подготовки и тренировки экипажей КА и летного состава авиации	1,33·10 <sup>-5</sup> - 1,33·10 <sup>-3</sup> (1·10 <sup>-3</sup> - 10)	Не ограничена	Не ограничено	12X18H10T M36 ГОСТ 7350, 12X18H10T M36 ТУ108-930	12,5	12,5	500	
							Не ограничена	500
Камера для комплексных исследований и длительных испытаний натурных аппаратов СОЖ, средств спасения экипажей, систем шлюзования	1,33·10 <sup>-3</sup> - 1,33·10 <sup>-1</sup> (1·10 <sup>-1</sup> - 10 <sup>-3</sup> )	Не ограничена	Не ограничено	12X18H10T M36 ГОСТ 7350, 12X18H10T M36 ТУ108-930	6,3	12,5	500	
							Не ограничена	500

Заключение:

ООО «Криомаш-БЗКМ» располагает собственной современной производственной базой и мощным научно-техническим потенциалом, позволяющим создавать криотермовакuumные установки и комплексы различного назначения для имитации космического пространства. Разработанные и изготовленные на его базе КТВУ и комплексы отличаются высокими эксплуатационными параметрами и надежностью.

Литература

1. Влияние деформационного упрочнения поверхности нержавеющей стали 12X18H10T на скорость газовой выделености / В.Г. Самоделов [и др.] /Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XI Международной научно-технической конференции, - Москва, 2016 г. С. 17-20.
2. Технология локальных низкотемпературных испытаний на герметичность сварных соединений криогенных трубопроводов / В.Г. Самоделов [и др.] / Вакуумная техника и технология, том 26 №1, 2016 г, с 1-10.
3. Влияние методов обезжиривания поверхности конструкционных материалов на газовой выделености в вакууме / В.Г. Самоделов [и др.] / Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XII Международной научно-технической конференции, - Москва, 2017 г.
4. СТО БЗКМ-052-2016 «Система стандартов безопасности труда. оборудование криогенное. общие требования безопасности к конструкции».

## **Повышение чувствительности масс-спектрометрического метода течеисскания способом «щупа»**

*Е.В. Жировов, В.А. Кобзев, О.Е. Чубаров, \*А.В. Ципун*

*ЗАО «Криогенмонтаж» Россия, 119019, г. Москва, Староваганьковский пер., д. 23, стр. 1*

*\*МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, 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.*

*Increasing of the leak detection mass-spectral sensitivity by means of probe. E.V.Zhirovov, V.A.Kobzev, O.L.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 of the "probe" method. The studies are conducted at the facility equipped by a mass spectrometer leak detector, a cryosorption pump with a spherical module, a capillary tubing, a probe, a gas veil and a gauge transducer.*

### **Введение**

Проблема оценки суммарной негерметичности изделий решена достаточно успешно (чувствительности испытаний достигает  $1,33 \cdot 10^{-10}$  Па·м<sup>3</sup>/с), однако оценка локальной негерметичности остается невысокой. Так, в изделиях, работающих под избыточным давлением, утечки через микронеплотности, фиксируемые щупом-натекателем (способом «щупа») не превышают  $6,65 \cdot 10^{-8}$  Па·м<sup>3</sup>/с). Щуп-натекатель представляет собой «искусственную 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 [1] конструкции применяемых щупов-натекателей не позволяют пропускать поток газа больше, чем  $2,66 \cdot 10^{-4} \div 4 \cdot 10^{-4}$  Па·м<sup>3</sup>/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  $4 \cdot 10^{-4}$  Па·м<sup>3</sup>/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.

Для повышения чувствительности способа «щупа» механический насос был заменен на криоадсорбционный [2] с быстротой действия порядка  $s = 0,05 \cdot 10^3$  м<sup>3</sup>/с., что позволит увеличить газовый поток через щуп от  $2,66 \cdot 10^{-2}$  до  $6,65 \cdot 10^{-2}$  Па·м<sup>3</sup>/с.

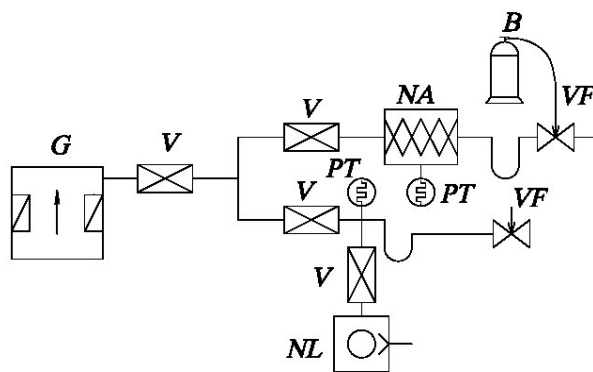


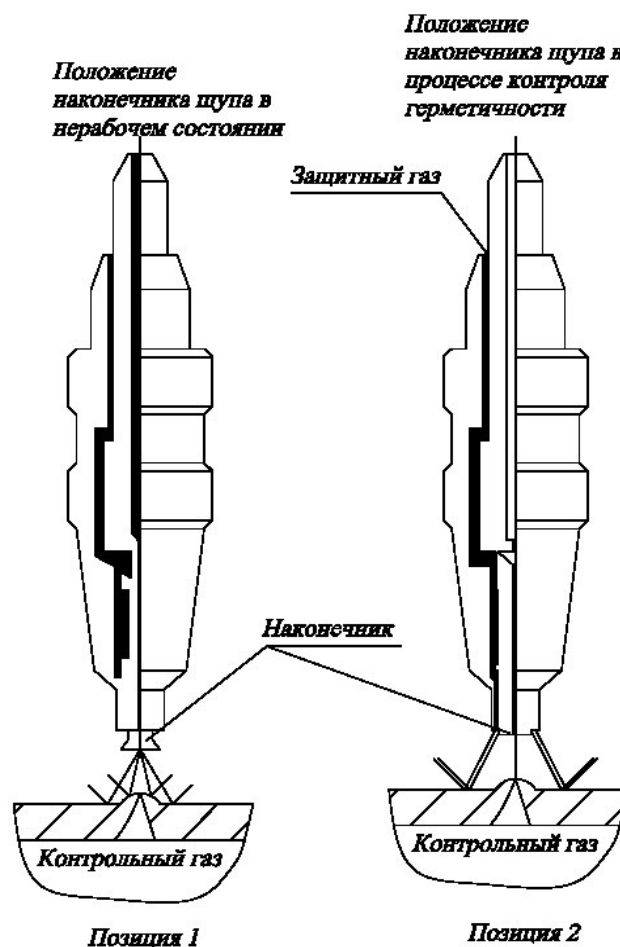
Рис. 1. Схема установки для проведения испытаний на герметичность способом «щупа»  
G – течеискатель; NA – криоадсорбционный насос; NL – механический насос; B – баллон с защитным газом; PT – преобразователи манометрические тепловые; VF – щуп-натекающий; V – клапан; T – капиллярный шланг

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<sup>3</sup>/с, чувствительность испытаний возросла в  $10 \pm 15$  раз. Конструкция насоса технологична в изготовлении, непрерывный ресурс работы при газовом потоке  $2,66 \cdot 10^{-2} \div 4 \cdot 10^{-2}$  Па·м<sup>3</sup>/с,  $\tau = 50$  часов. Регенерация насоса осуществляется вакуумированием при  $T = 293$  К 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-напекатель была изготовлена насадка рис. 2, через которую подавали газообразный азот.



*Рис. 2. Щуп-напекатель 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  $2,66 \cdot 10^{-2} \pm 6,65 \cdot 10^{-2} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ .

Возможность увеличения расхода объясняется тем, что основная часть потока через щуп представляет собой используемый для создания завесы газообразный азот, который хорошо поглощается криoadсорбционным насосом, не оказывая 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  $10^{-2} \text{ Па}$ , соответствующего показателям 150-200 мка «Вакуумметра магнитного» течеискателя, часть газообразного азота поглощается криoadсорбционным 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 (Рисунок 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, осуществленного 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-накателем с газовой завесой и криoadсорбционным насосом, в качестве дополнительного насоса позволила определить преимущества схемы щупа новой конструкции перед ранее используемой. Проведенные сравнительные испытания по определению чувствительности системы (течискатель-щуп) представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты испытаний.

Применяемый щуп	Поток газа от контрольной течи, Па·м <sup>3</sup> /с				
	6,65·10 <sup>-8</sup>	1,4·10 <sup>-8</sup>	5,7·10 <sup>-9</sup>	1,9·10 <sup>-9</sup>	1,2·10 <sup>-9</sup>
Старая конструкция, α <sub>т</sub> , в	0,5	0,25	0,1	0	0
Новая конструкция, α <sub>т</sub> , в	4,5	3	2,1	1,0	0,5

Лабораторная отработка схемы конструкции щупа с газовой завесой и криoadсорбционным насосом, в качестве дополнительного насоса, показала, что чувствительность способа «щупа» возрастает до величины 1,33·10<sup>-9</sup> Па·м<sup>3</sup>/с.

Выводы:

- Применение новой схемы течеискания и щупа с газовой завесой позволяет увеличить суммарный газовый поток через щуп до 2,66·10<sup>-2</sup> Па·м<sup>3</sup>/с (в 50 раз превышает максимальный расход газа через щуп применяемой конструкции и тем самым повысить чувствительность испытаний способом «щупа» до 1,33·10<sup>-9</sup> Па·м<sup>3</sup>/с)
- Применение щупа с газовой завесой позволяет стабильно фиксировать течи в диапазоне 1,33·10<sup>-9</sup> до 1,33·10<sup>-5</sup> Па·м<sup>3</sup>/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 течискатель 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.

#### Литература

1. ГОСТ 28517 Контроль неразрушающий. Масс-спектрометрический метод течеискания. Общие требования.
2. Криoadсорбционный насос НКС-50Т / О.Е. Чубаров [и др.] // Химическое и нефтегазовое машиностроение. 2012. №5 с. 23-24.

## Применение метода трассировки лучей при моделировании тепловакуумных испытаний космического аппарата с использованием имитатора солнечного излучения

А.А.Филатов, С.Б. Нестеров

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

[anthonyfilatov@gmail.com](mailto:anthonyfilatov@gmail.com)

Обсуждается возможность применения метода трассировки лучей для моделирования эффектов лучевого теплопереноса при проведении тепловакуумных испытаний с использованием имитатора солнечного излучения. Предположение строится на возможности импортирования 3D-модели вакуумной установки и упрощенной 3D-модели испытуемого космического аппарата в лучевую модель. Учет оптических свойств поверхностей вакуумной установки и КА (поглощение, рассеяние, зеркальное отражение) позволяет с хорошей точностью смоделировать лучистые потоки на интересующих поверхностях. Данный подход позволяет оптимизировать проведение ТВИ с точки зрения расположения КА внутри ВУ, режимов испытаний и предъявления требований к точности воспроизведения факторов космического пространства.

**Ray tracing approach applied to the modelling of the thermal vacuum test of a spacecraft using Solar Simulator A.A. Filatov, S.B. Nesterov.** This research considers application of the ray tracing method for the modelling of radiation heat transfer effects in thermal vacuum testing experiments using Sun Simulator. The proposed approach is based on importing 3D model of the vacuum chamber and (simplified) 3D model of the spacecraft under test into the ray model. Consideration of the optical properties of the vacuum chamber surface and the spacecraft surface (absorption, dispersion, mirror reflection) enables to simulate radiation flux on the spacecraft surfaces with good precision. This approach enables optimization of spacecraft Thermal Vacuum Testing experiments relating to the spacecraft positioning within the vacuum chamber, testing modes, and Space condition simulation accuracy.

Увеличение срока активного существования КА приводит к необходимости широкого использования негерметичных платформ. Теплофизические особенности негерметичных КА предъявляют специфические требования к стендам для их испытаний, в частности к криоэкранам и имитаторам солнечного излучения [1,2]. Данный вопрос детально рассмотрен в статье [3]. Одним из требований к имитатору солнечного излучения является возможность формирования на испытуемом изделии зон с различными значениями плотности мощности солнечной радиации. Неоднозначность формирования полей освещенности на поверхности негерметичного КА со сложной топологией и многочисленными затенениями одними герметичными объемами других заставляет искать способ взаимной верификации расчетной модели имитатора солнечного излучения и модели термовакуумных испытаний.

Имитатор солнечного излучения предназначен для создания в объеме вакуумной камеры параллельного пучка лучей с равномерным распределением энергетической освещенности в его поперечном сечении, с минимальной расходимостью (непараллельностью) и со спектром, близким к внеатмосферному спектру солнечного излучения. Таким образом, к параметрам, определяющим точность воздействия факторов космического пространства, применительно к имитатору солнечного излучения, следует отнести следующие параметры:

- величина энергетической освещенности (плотности мощности);
- неравномерность энергетической освещенности в плоскости;
- неравномерность энергетической освещенности в объеме;
- непараллельность;
- отклонение от спектра внеатмосферного солнца.

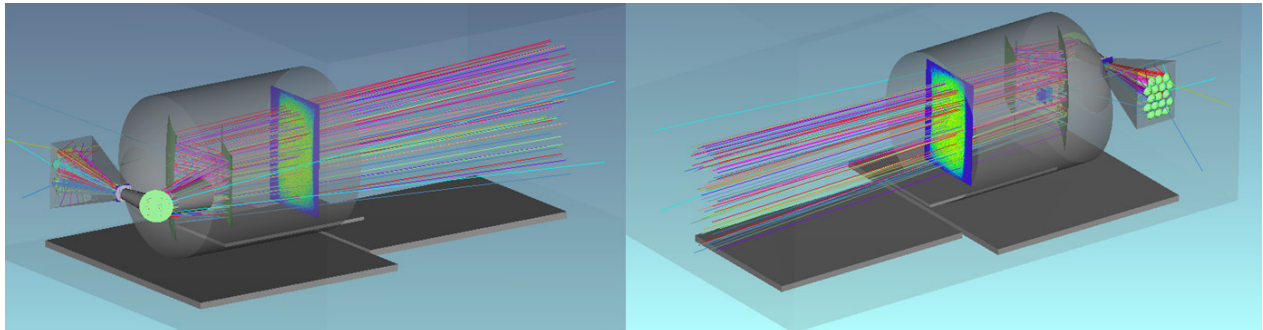
Типичными значениями приведенных параметров, принятыми в практике тепловакуумных испытаний, являются следующие:

- величина энергетической освещенности (плотности мощности) 1440...2880 Вт/м<sup>2</sup>;
- неравномерность энергетической освещенности в плоскости 5...10%;
- неравномерность энергетической освещенности в объеме 10...20%;
- непараллельность 2...4 град. (полный угол);
- отклонение от спектра внеатмосферного солнца 5...10%;

Современные программные средства для расчета хода лучей являются не только мощным инструментом для проектирования и моделирования оптических систем, в частности имитаторов солнечного излучения, но могут быть использованы для моделирования некоторых аспектов термовакуумных испытаний.

Поясним сказанное, рассмотрев типичные стадии проектирования имитатора солнечного излучения для термовакуумных испытаний космических аппаратов:

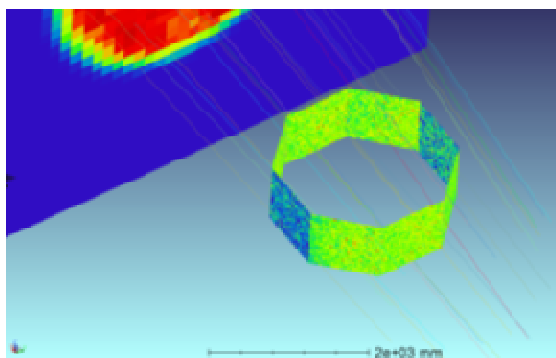
- выбор типа светооптической схемы (осевая или внеосевая) в зависимости от компоновки вакуумной установки;
- габаритный расчет светооптической схемы с учетом компоновки вакуумной установки и компоновки имитатора солнечного излучения относительно нее;
- упрощенная лучевая модель светооптической схемы (точечные источники излучения, оптические поверхности заданы встроенными в программу проектирования примитивами, минимальный набор детекторов, основные компоненты вакуумной установки также могут быть заданы встроенными примитивами);
- уточненная лучевая модель (модель источника, основанная на измерениях реальной ксеноновой лампы, учет спектральных характеристик покрытий, учет френелевских потерь на преломляющих поверхностях, задание коллимирующего зеркала составляющими его сегментами);
- полная лучевая модель (добавление в предыдущую модель 3D-моделей корпуса вакуумной установки, криозкранов, элементов поворотных механизмов и задание на них оптических свойств – спектральных коэффициентов зеркального/диффузного рассеяния и поглощения, учет рассеянного света на зеркальных покрытиях).



*Рис. 1. Лучевая модель имитатора солнечного излучения, предусматриваемого в составе комплекса ГВУ-100.*

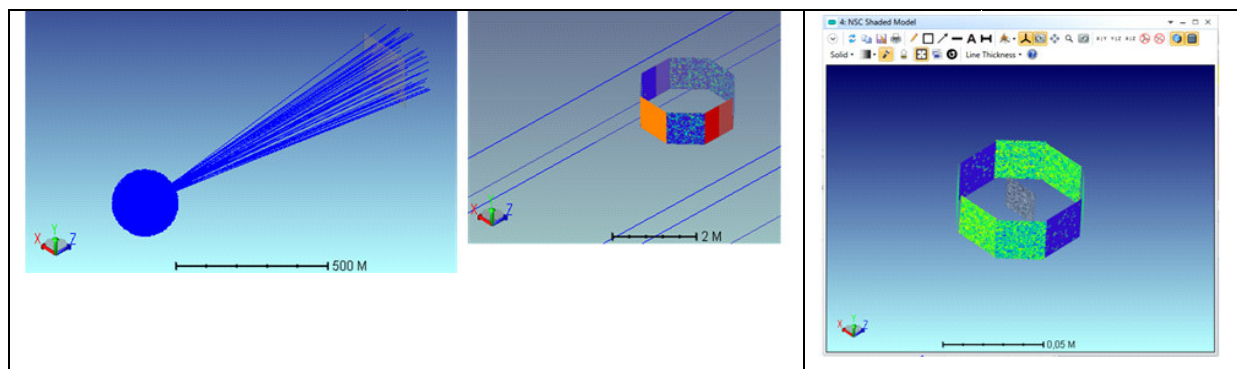
Фактором, требующим отдельного рассмотрения, является величина непараллельности светового потока. Во-первых, имитаторы, как правило, не оснащаются средствами для измерения непараллельности светового потока, поэтому оперировать приходится лишь данными модели трассировки лучей через светооптическую модель имитатора. Во-вторых, практически невозможно построить крупногабаритный имитатор, который обеспечивал бы непараллельность в 32 угл.мин., соответствующую угловому размеру Солнца; при самой рациональной светооптической схеме эту величину удастся сохранить в диапазоне 2-4 град. (полный угол). В-третьих, учесть характер взаимодействия непараллельного пучка с реальной поверхностью КА (особенно, негерметичного, с многочисленными участками затенения одного герметичного объема другим) можно только путем предварительного моделирования, когда 3D-модель КА импортируется в модель трассировки лучей солнечного имитатора и на интересующих поверхностях КА вычисляется угловое и линейное распределения энергетической освещенности, а также суммарный лучистый поток.

Эффект влияния непараллельности пучка излучения в имитаторе солнечного излучения на тепловой тест можно проиллюстрировать при помощи вычислительного эксперимента, в котором определяются значения лучистого потока на некоторых поверхностях космического аппарата в случае испытаний его с имитатором солнца и в случае облучения непосредственно Солнцем. В качестве примера примем космический аппарат в форме восьмиугольной призмы, как показано на рис. 2. Модель КА облучается пучком от имитатора солнечного излучения со значением  $1378 \text{ Вт/м}^2$  и углом непараллельности  $\pm 4$  град.



*Рис.2. Лучевая модель облучения КА с использованием имитатора солнечного излучения.*

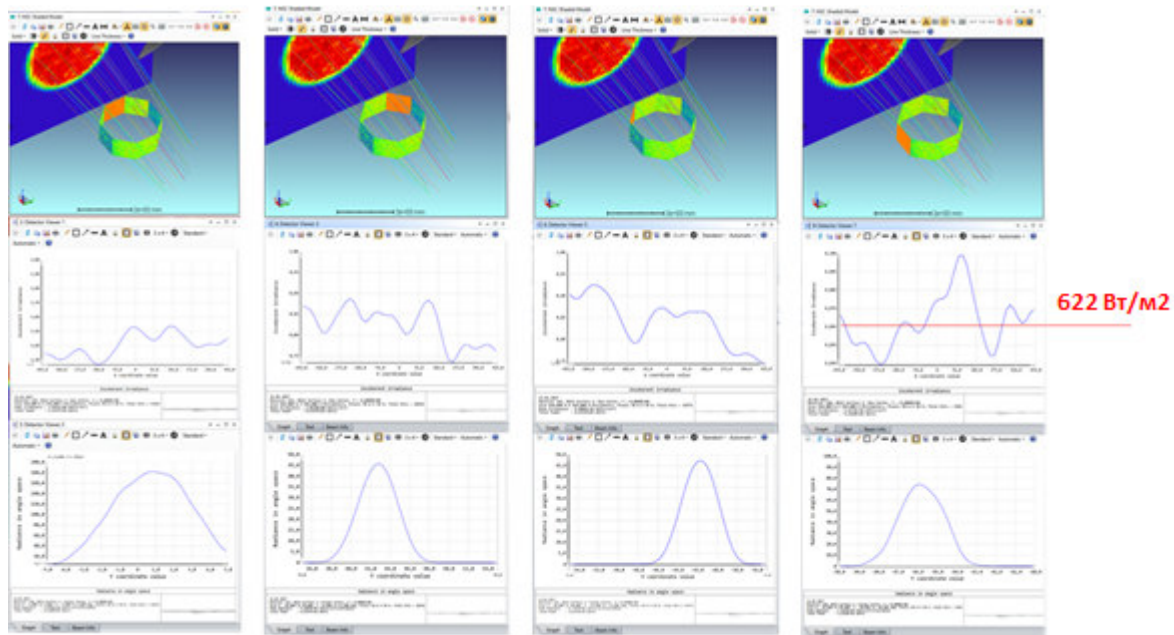
Представленная на рисунке модель космического аппарата состоит из восьми прямоугольных детекторов-плоскостей, для которых рассчитывается количество лучей, их пересекающих. В следующей модели (см. рис. 3) модель космического аппарата облучается источником, моделирующим реальное Солнце.



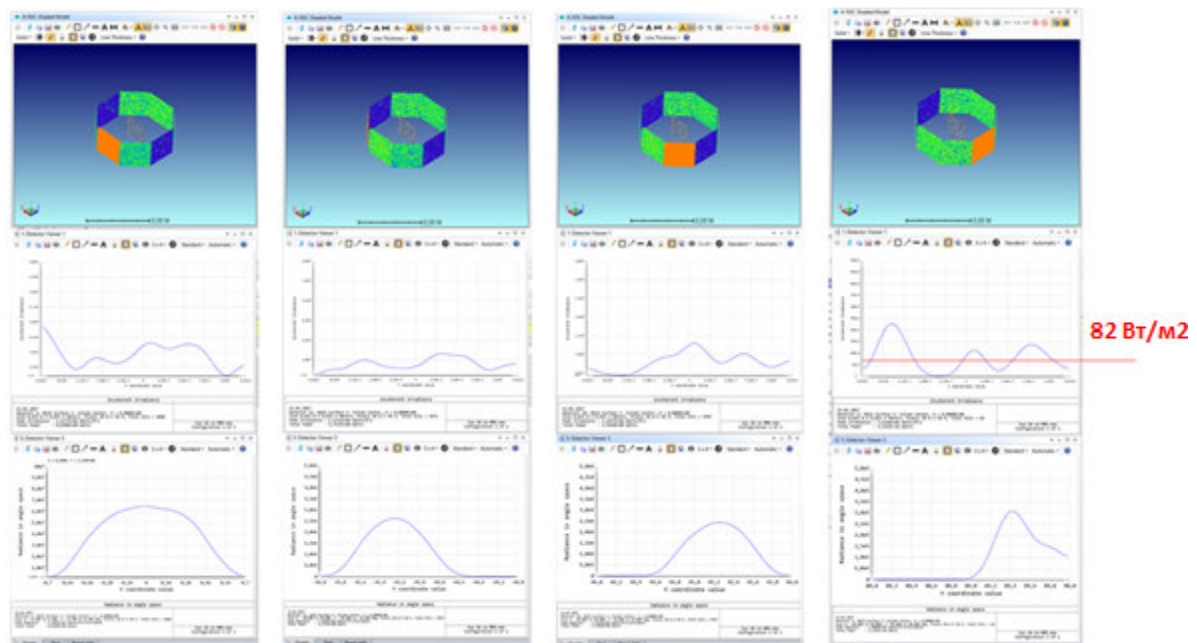
*Рис.3. Лучевая модель облучения КА источником, моделирующим реальное Солнце.*

Однако, такая модель требует масштабирования для получения достаточного количества лучей от источника излучения на тестируемой поверхности. При попытке задать источник, моделирующий реальное Солнце, с диаметром  $1,39 \cdot 10^6 \text{ км}$ , расположенный на расстоянии  $1,496 \cdot 10^8 \text{ км}$ , ни один луч от источника не достигнет детектора с размерами, например  $2 \times 2 \text{ м}$ . Это обусловлено ограничениями на количество лучей, задаваемых в модели из-за ограничений на быстродействие компьютера и объема оперативной памяти.

На рис. 4 и 5 приведены результаты моделирования распределений энергетической освещенности на четырех передних (обращенных в сторону источника излучения) поверхностях КА. Для трех поверхностей, расположенных перпендикулярно к направлению на источник, либо под углом к нему, моделирование приводит к одинаковым величинам средней энергетической освещенности на этих поверхностях. Однако, для поверхности, расположенной параллельно направлению на источник, т.е. находящейся в тени, освещенность, создаваемая имитатором солнечного излучения, почти в восемь раз превышает значение освещенности от реального Солнца.



*Рис.4. Результаты моделирования распределения энергетической освещенности на различных поверхностях КА при облучении его пучком от имитатора солнечного излучения.*



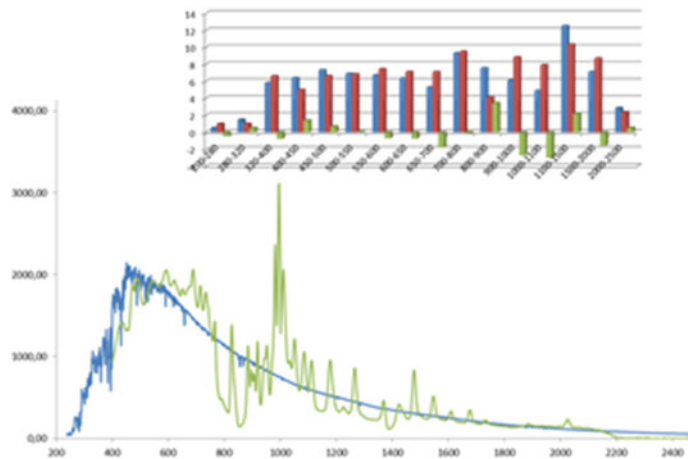
*Рис.5. Результаты моделирования распределения энергетической освещенности на различных поверхностях КА при облучении его пучком от источника, моделирующего реальное Солнце.*

Следующим соображением в пользу объединения лучевой модели имитатора и вакуумной установки с теплофизической моделью КА является возможность учета слабых световых полей, детектирование которых в реальных испытаниях напрямую невозможно из-за их крайне малых значений. Представим ситуацию, когда фронтальная часть КА облучается пучком излучения от имитатора. При диаметре пятна, например, в 6 метров, суммарная мощность светового потока, выделяемая в пределах этого пятна на мишени, составляет  $(6\text{ м})^2 \cdot 0.785 \cdot 1378 \text{ Вт/м}^2 \approx 39 \text{ кВт}$ . Из-за эффектов рассеяния излучения на стенках вакуумной камеры, криоэкранах, зеркальном покрытии коллимирующего зеркала, френелевских отражений от преломляющих поверхностей элементов светооптической схемы, отражения от экрано-вакуумной изоляции интегральные фоновые засветки на боковых поверхностях КА,



находящихся в тени прямого пучка, могут достигать величин в единицы и десятки Вт. В случае необходимости поддержания на этих поверхностях температур близких к температуре кипения азота, теплоприток даже в единицы Вт может существенно влиять на температуру этих поверхностей. Очевидно, что экспериментальное измерение интегрального лучистого потока величиной даже в десятки Вт на поверхности площадью в несколько квадратных метров возможно представляет собой нетривиальную задачу. Можно представить эксперимент, при котором проводятся измерения температуры в нескольких точках поверхности. В первом случае измерения проводятся при выключенном имитаторе, во втором – при включенном. Затем из разности температур определяется величина лучистого теплопритока на заданную поверхность. Однако, гораздо проще определить величину такого фонового лучистого потока при помощи модели трассировки лучей. Для корректного расчета такой модели требуется задание в ней оптических свойств поверхностей объектов, находящихся внутри вакуумной установки.

Лучевая модель позволяет также оценить влияние точности воспроизведения спектра Солнца. Используемые в имитаторах Солнца короткодуговые ксеноновые лампы являются наиболее близкими к реальному Солнцу с точки зрения спектра излучения источниками. Рисунок 6 показывает сравнение спектра ксеноновой лампы со спектром реального Солнца.



*Рис. 6. Сравнение спектров ксеноновой лампы со спектром внеатмосферного Солнца.*

Для такого сравнения достаточно задать спектр источника в рассмотренных выше моделях и вычислить долю мощности, сосредоточенной в заданном спектральном диапазоне, попадающей на рассматриваемую поверхность КА.

В случае успешного преодоления вычислительных проблем при создании лучевой модели КА в вакуумной камере с имитатором солнечного излучения, следующим шагом могло бы стать создание еще более сложной модели, включающей в себя тепловые и газодинамические аспекты ТВИ. Для объединения лучевой и тепловой моделей должен быть отлажен интерфейс передачи данных из лучевой модели (например, из ZEMAX® или LightTools®) о величинах и распределениях теплопритоков, обусловленных излучением имитатора солнца и излучением нагретых тел в вакуумной установке, дающих вклад в радиационный теплообмен, в тепловую модель (например, ANSYS®) для расчета и моделирования эффектов тепло- и массопереноса.

## **Выводы**

Современные программные средства для расчета хода лучей являются не только мощным инструментом для проектирования и моделирования оптических систем, в частности имитаторов солнечного излучения, но могут быть использованы для моделирования некоторых аспектов термовакuumных испытаний. Импорт модели КА в лучевую модель имитатора солнечного излучения совместно с моделью вакуумной установки открывает путь к построению еще более общей модели тепловакuumных испытаний, охватывающей не только



возможность моделирования полей освещенности на испытуемом КА, но и моделирование эффектов тепло- и массопереноса внутри вакуумной установки.

#### Литература

1. С.В.Кравченко, С.Б. Нестеров, В.А.Романько, Н.А.Тестоедов, В.И.Халиманович, В.В.Христинич. Подходы к созданию комплексных систем для отработки и испытания космических аппаратов. М.: НОБЕЛЛА, 2012. – 31 с.
2. С.В.Кравченко, С.Б. Нестеров, В.А.Романько, Н.А.Тестоедов, В.И.Халиманович, В.В.Христинич. / Под редакцией профессора, д.т.н. Нестерова С.Б. Расчет и конструирование криоэкранов стенов для тепловой отработки и испытания космических аппаратов. – М.: НОБЕЛЛА, 2013. 89 с.
3. А.Ю.Вшивков, С.В. Кравченко, С.А.Крат, С.Б.Нестеров, А.А.Филатов, В.И.Халиманович, В.В.Христинич.Тепловакуумные испытания современных космических аппаратов. Вакуумная техника и технология. «Унивак», 2011. Том 21. №3.С.171-176.

## **Экспериментальные исследования воздухозаборника в высокоскоростном потоке газа**

*А.И.Ерофеев, А.П.Никифоров, В.В.Плугин  
г. Жуковский, МО, ФГУП ЦАГИ, ул. Жуковского, 1.  
E-mail: alex.ivan.erofeev@gmail.com*

*Представлены результаты экспериментальных исследований моделей воздухозаборников в вакуумной установке ВАТ-103 ЦАГИ. Измерялась плотность газа в накопителе в свободномолекулярных потоках азота и гелия. Показано, что схема диффузного отражения молекул от поверхности хорошо описывает экспериментальные результаты.*

*Experimental studies of air intake in high-speed gas flow. A. I. Erofeev, A. P. Nikiforov, V.V. Plugin. The results of experimental studies of air intakes models in a vacuum wind tunnel are presented. The density of the gas at the storage was measured in the free-molecular flow of nitrogen and helium. It is shown that the model of diffuse reflection of molecules from the surface gives a good description of the experimental results.*

Изучение процессов в воздухозаборниках базируется на следующем представлении об отборе воздуха из атмосферы [1-4]. Рассматривается стационарный режим обтекания при полете КА по круговой орбите в условиях свободномолекулярного обтекания в одно- или многокомпонентной атмосфере. Общая схема возможного устройства забора атмосферных газов (УЗАГ) приведена на рис. 1.

Входящий в воздухозаборник газ (на схеме - в конфузоре, площадь входного отверстия –  $A_1$ ), имеющий скорость  $V_\infty$ , плотность  $n_\infty$  и температуру  $T_\infty$ , попадает в накопитель. В результате столкновений молекул со стенками в накопителе газ замедляется и приходит в равновесное состояние с температурой  $T_2$ , равной температуре стенок. Газ из накопителя через отверстие  $A_2$  вылетает обратно в атмосферу, а через отверстие  $A_3$  может быть отобран для использования в двигательной установке.

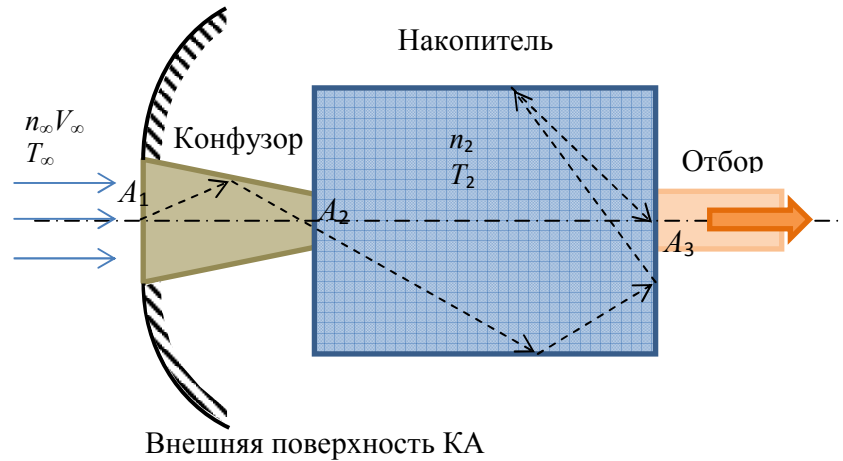


Рис. 1. Общая схема УЗАГ с каналом воздухозаборника, накопителем и каналом отбора газа.

Параметры газа в накопителе определяются из условия сохранения потоков, которое в свободномолекулярном режиме течения имеют вид

$$p_{1S} n_{\infty} V_{\infty} A_1 - p_{2d} n_2 \frac{u_2}{2\sqrt{\pi}} A_2 - p_{3d} n_2 \frac{u_2}{2\sqrt{\pi}} A_3 = 0 \quad (1)$$

Плотность газа в накопителе равна

$$n_2 = n_{\infty} 2\sqrt{\pi} \frac{V_{\infty}}{u_2} \frac{p_{1S} A_1}{p_{2d} A_2 + p_{3d} A_3} \quad (2)$$

В соотношениях (1, 2)  $p_{1S}$  – вероятность пролета молекул из набегающего потока в накопитель. Она зависит от формы воздухозаборника, скорости и угла падения потока газа на входное сечение (или угла атаки) и граничных условий на поверхности. Величины  $p_{2d}$  и  $p_{3d}$  определяют вероятности пролета молекул из накопителя в атмосферу и в устройства отбора газа, соответственно. Вероятности  $p_{2d}$  и  $p_{3d}$  определяются для равновесного газа, находящегося в накопителе при температуре  $T_2$ , при условии диффузного отражения молекул от стенок. Они зависят от геометрической формы канала и определяются теоретически (в результате численных расчетов). Наиболее вероятная скорость газа в накопителе равна  $u_2 = \sqrt{2kT_2/m}$ ,  $k$  – постоянная Больцмана,  $m$  – масса молекулы газа. В отсутствии отбора газа плотность газа в накопителе будет максимальной:

$$n_{2max} = n_{\infty} 2\sqrt{\pi} \frac{V_{\infty}}{u_2} B_n, \quad B_n = \frac{p_{1S} A_1}{p_{2d} A_2} \quad (3)$$

и отношение максимальной плотности газа  $n_{2max}$  в накопителе к плотности  $n_{\infty}$  в набегающем потоке

$$Q_n = \frac{n_{2max}}{n_{\infty}} = 2\sqrt{\pi} \frac{V_{\infty}}{u_2} B_n \quad (4)$$

Основной целью работы является экспериментальное обоснование физической модели процессов, происходящих в УЗАГ при больших скоростях потока. Исследование проводилось в вакуумной аэродинамической трубе ВАТ-103 ЦАГИ (рис. 2).

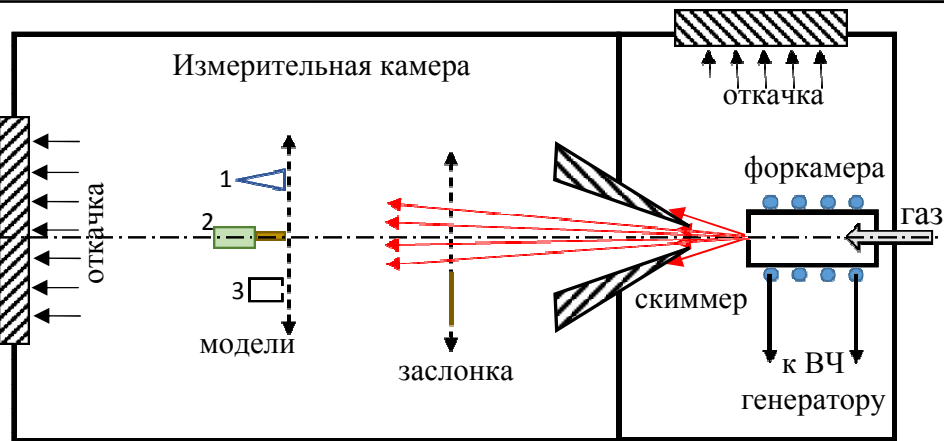


Рис.2. Схема вакуумной аэродинамической трубы VAT-103.

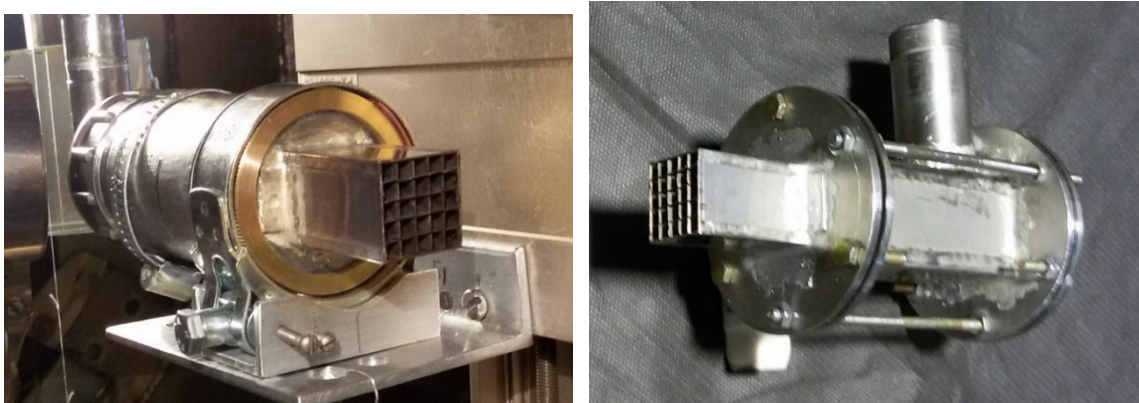
В экспериментах определялась зависимость от скорости потока газа величины  $Q_n(V)$ . Эксперименты проводились с единичными заборниками (рис. 3а: 1, 2 – цилиндрические трубки из титана и нержавеющей стали, 3 – трубка квадратного сечения из латуни, 4 – конфузор из сплава Д16Т) и заборниками сотовой конструкции из нержавеющей стали (рис. 4) с различными по форме накопителями.



а)

б)

Рис. 3. Единичные заборники (а), заборник-конфузор с шаровым накопителем (б).



а)

б)

Рис. 4. Сотовый заборник с цилиндрическим (а) и коробчатым накопителями из нержавеющей стали.

Основными особенностями экспериментальных условий, отличающихся от натуральных условий полета, являются:

- меньшая скорость свободномолекулярного потока (примерно в два раза для азота);

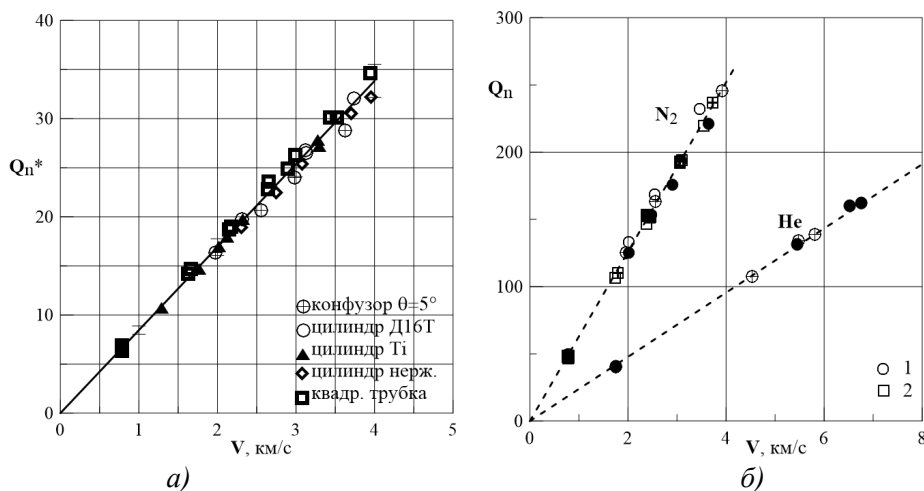
- расходящийся поток газа в экспериментальной установке вместо однородного потока в атмосфере.

Это обстоятельство определяет необходимость проведения экспериментов при различных скоростях потока и привлечения расчетных методов для анализа экспериментальных результатов. Расчеты вероятностей пролета молекул из набегающего потока в накопитель  $p_{1S}$  и из накопителя в окружающую атмосферу  $p_{2d}$  проводились методом Монте-Карло для всех испытываемых заборников для экспериментальных условий в расходящемся потоке газа.

Экспериментальные данные представлены на рис. 5. Здесь же пунктирной линией приведены данные численных расчетов для диффузной модели отражения молекул от поверхности. По оси ординат отложена величина

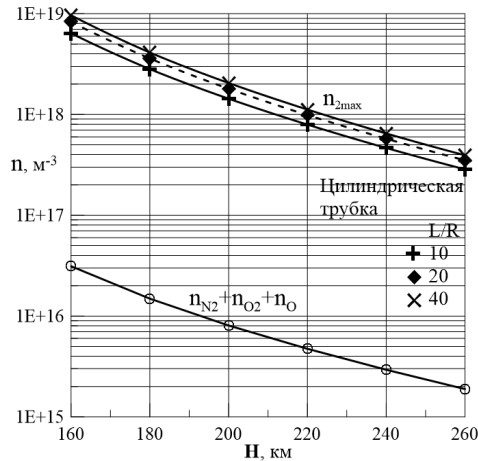
$$Q_n^* = 2\sqrt{\pi} \frac{V_\infty}{u_2} \frac{B_{n,экс}}{B_{n,расч}}$$

Введение отношения экспериментальных и расчетных значений параметра  $B_n$  дает возможность нормировки результатов, полученных при разных геометрических формах единичных заборников, и определения отклонения опытных данных от модели диффузного отражения (рис. 5а). Как следует из приведенных данных, эта модель хорошо согласуется с экспериментальными результатами. Отличие расчетных и опытных данных не превышает  $\pm 5\%$ .



*Рис. 5. Повышение плотности в накопителе для единичных заборников в потоке азота (а) и для сотового заборника в потоках азота и гелия (б).*

На рис. 5б приведены данные для сотового заборника с различными накопителями: 1 – цилиндрический, 2 – коробчатый накопителя. Отметим, что сотовый заборник имеет входное сечение равное поперечному сечению накопителя. В качестве термализатора в коробчатом накопителе применен элемент из наклонных пластин типа «жалюзи», обычно применяемый в вакуумной технике в качестве ловушек. Данные рис. 5б показывают, что увеличение плотности в накопителях не зависит от геометрии накопителя, но зависит от вида газа. Как следует из формулы (4), это обусловлено величиной тепловой скорости газа  $u_2$ , зависящей от массы молекулы, которая для гелия примерно в 2.5 раза выше, чем для азота. Соответствие экспериментальных данных и результатов расчетов (пунктирные линии) показывает, что для обоих газов модель диффузного отражения молекул от поверхности хорошо описывает происходящие при заборе газа процессы.



*Рис. 6. Увеличение плотности газа в накопителе в зависимости от высоты полета КА.*

Применение модели диффузного отражения молекул от внутренних поверхностей воздухозаборника позволяет достаточно просто расчетным путем определить возможное повышение плотности газа в накопителе по сравнению с плотностью атмосферы. На рисунке 6 приведена зависимость от высоты полета КА максимальной (без отбора газа) плотности газа в накопителе. Расчет проводился с учетом компонентного состава газа в атмосфере, суммарная плотность которого ( $n_{N_2}+n_{O_2}+n_O$ ) приведена внизу рисунка. Предполагается, что вылетающий в атмосферу газ состоит из молекулярного азота и молекулярного кислорода, т. е. предполагается полная рекомбинация атомов кислорода на поверхностях. Данные по параметрам атмосферы взяты из CIRA-2012 при среднем уровне солнечной активности. Как видно, плотность газа в накопителе может быть увеличена примерно в 300 раз по сравнению с плотностью газа в атмосфере.

Работа выполнена в рамках Федеральной целевой программы “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы” (Соглашение о субсидии №14.577.21.0101 от 16.09.2014 г.).

#### Литература

1. Боровков И.С., Вершинин И.Д. О коэффициенте расхода воздухозаборника при свободномолекулярном режиме течения // Ученые записки ЦАГИ. 1970. Т. I, №5, с. 72-77.
2. Кузнецов Ю.Е., Флакман Я.Ш. Влияние формы поперечного сечения канала на характеристики свободномолекулярных воздухозаборников. Труды ЦАГИ. Вып. 1863. 1977.
3. Fujita K. Air intake performance of air breathing ion engines // Journal of Japan society for aeronautical and space science. Vol.52, No.610, pp.514-521, 2004.
4. Romano F., Binder T., Herdrich G., Fasoulas S., Schonherr T. Air-Intake Design Investigation for an Air-Breathing Electric Propulsion System// Presented at Joint Conference of 30th International Symposium on Space Technology and Science, 34th International Electric Propulsion Conference and 6th Nano-satellite Symposium, Hyogo-Kobe, Japan, July 4 - 10, 2015.

## Новая продукция компании ТЕРЛА

**Ю. К. Васильев**  
**ООО «ТЕРЛА»**

*В данной работе показаны новые продукты компании ТЕРЛА, которые с успехом используются в ряде современных приложений вакуумной техники и высокотехнологичных производств.*

*The new products of TERLA LLC. Yu. K. Vassiliev. The new products of TERLA LLC successfully used in many applications of vacuum technology are shown.*

В связи с наметившимися в настоящее время тенденциями импортозамещения все более актуальной становится задача реализации на рынке продукции и оборудования частично или полностью изготавливаемого в РФ. При этом, разработка данного оборудования, как правило, полностью производится в России.

В данной работе показаны новые продукты компании ТЕРЛА [1, 2], которые с успехом используются в ряде современных приложений вакуумной техники и высокотехнологичных производств.

Криовакуумные насосы высокой производительности [3] для обеспечения высоковакуумной безмасляной откачки больших вакуумных камер:

- диаметр условного прохода от 550 до 1250 мм;
- быстрота действия от 15000 до 65000 л/с;
- предельное остаточное давление до  $10^{-7} \sim 10^{-8}$  Торр;
- возможность изготовления крионасоса с любым типом и размером фланца от 500 до 1250 мм, в том числе пользовательским;
- высокая надежность работы обеспечивается использованием криорефрижераторов Гиффорда-МакМагона SHI Cryogeincs;
- данные крионасосы спроектированы в компании ТЕРЛА с использованием наработок, сделанных ее сотрудниками [4].

Высоковакуумные термощкафы серии Сонора [5] для таких приложений как сушка, дегазация, выпаривание, нагрев металлических деталей для поверхностной обработки, полимеризация, тестирование, калибровка барометров и многих других:

- объем вакуумной термокамеры 20 ~ 500 л;
- предельное остаточное давление до  $10^{-5} \sim 10^{-6}$  Торр;
- температура до +600 °С;
- точность поддержания температуры  $\pm 0,2$  °С;
- контроллер позволяет использовать два вида регулирования — «ПИД» и «вкл-выкл», вводить и хранить в памяти 8 независимых программ по 32 сегмента, что позволяет решать практически любую задачу вакуумной термообработки.

Системы имитации космических условий для проведения испытаний оборудования, работающего в открытом космосе:

- объем вакуумной камеры от 500 л до 18 м<sup>3</sup>;
- диапазон температурных воздействий на объект: 80 ~ 450 К (-193 ~ +167 °С);
- безмасляная система откачки в составе криовакуумного и винтового насосов;
- криоэкраны охлаждаются с помощью криорефрижераторов Гиффорда-МакМагона или рециркуляционных систем на смесевых циклах;
- полезная холодопроизводительность до 4000 Вт при 80 К;
- возможность использования системы для проверки на герметичность и обезгаживания объектов.

Установки для получения жидкого азота из окружающего воздуха:

- производительность от 6 л/сут. до 120 л/сут. жидкого азота;
- степень чистоты – лучше чем 98,5%, возможно до 99,995%;

- потребляемая мощность от 0,7 до 43 кВт;
- воздушное и водяное охлаждение;
- масса от 60 до 1550 кг;
- встроенный резервуар для жидкого продукта от 20 до 280 л;
- низкий уровень шума – менее 65 дБа;
- полностью автоматическая работа и управление.

#### Литература

1. Каталог продукции компании ТЕРЛА, 2016.
2. [www.terla.ru](http://www.terla.ru)
3. <http://terla.ru/catalog/vacuum/cryopumps>
4. Нестеров С.Б., Бурмистров А.В., Андросов А.В., Бронштейн М.Д., Васильев Ю.К., Ерофеев А.И., Саликеев С.И. Методы расчета сложных вакуумных систем. Под общей редакцией С.Б.Нестерова, А.В. Бурмистрова. М., «Техносфера», 2012. - 384 с.
5. <http://www.terla.ru/catalog/heattreatment/66>



---

---

## СЕКЦИЯ 5 ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ

### Определение сферы применения вакуумно- левитационной транспортной системы на рынке транспортных услуг

*Б.М. Лapidус, \*Р.О. Кондратенко  
Москва, ОАО «РЖД»*

*\*Москва, ОАО «НИИВТ им. С. А. Векшинского», E-mail: [rim19@mail.ru](mailto:rim19@mail.ru)*

*В статье рассмотрены основные особенности новой транспортной системы с целью определения сферы применения вакуумно-левитационной транспортной системы (ВЛТС) на рынке транспортных услуг.*

*Application sphere of vacuum-levitation transportation system in the transportation service market. B.M.Lapidus, R.O.Kondratenko. The main features of the new transportation system are viewed here in order to determine an application sphere of the vacuum levitation transportation system (VLTS) in the transportation service market.*

#### **1.1. Социально-экономические предпосылки к появлению на рынке новой транспортной системы.**

По оценкам ООН, число жителей планеты к 2050 году достигнет 9,2 млрд. В 2009 году этот показатель был равен 6,8 млрд., в 1950-м — 2,5 млрд. При этом 70% всех жителей будут проживать в городах.

По оценкам транснациональной корпорации Exxon Mobil к 2040 году спрос на транспортные услуги увеличится более чем на 40%, в основном за счет деловых путешественников. Одним из критериев удовлетворенности качеством перевозок является скорость, и ее значимость в транспортной системе будущего будет возрастать.

Масштаб территории России и ближайших стран, протяжённость их потенциальных транспортных маршрутов требуют поиска решений для кардинального роста скоростных характеристик транспорта [1,2,3]. Так, например, протяжённость трассы Москва-Пекин составляет 7769 км (и поездка при проектируемых скоростях высокоскоростной железнодорожной магистрали (ВСМ) займёт не менее 32,8 часа), что потребует увеличения скорости транспорта.

Существуют предпосылки роста скорости и на относительно малых расстояниях. На сегодняшний день в Москве и Московской области на рынке труда сохраняется существенное неравенство между центром мегаполиса и его периферией. Опыт европейских стран показывает высокий уровень корреляции между уровнем заработной платы и уровнем транспортной доступности между центрально-промышленными и «спальными» районами мегаполисов.

Комфортным временем следования «из центра в центр» можно считать 45 мин для ареала деловых поездок, 3–4 часа для отдыха в других регионах.

Сравнительные графики рассчитанной зависимости доход-расстояние до центра для Подмоскovie и Европы представлены на рис. 1.

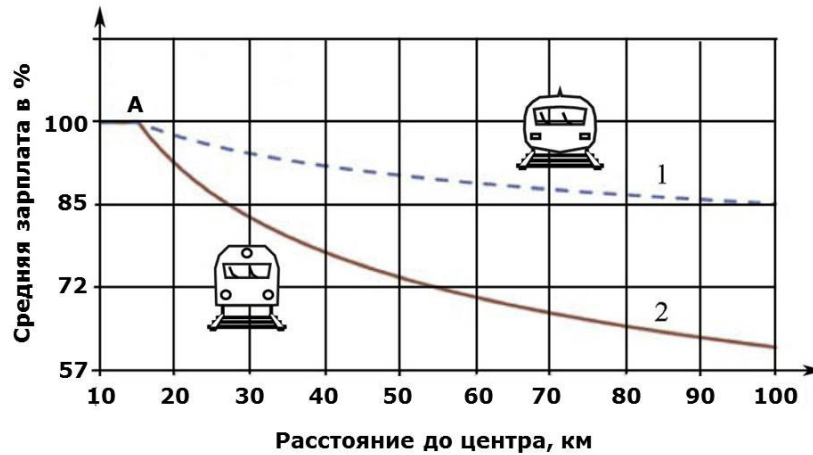


Рис. 1. Оцененная зависимость зарплаты (доход) – расстояние.

1 – Европа (Германия, Швеция, Нидерланды); 2 – Московская область.

Источник данных – Росстат [1]. Точка А – максимальный уровень средней заработной платы в крупных городах.

С повышением эффективности (в данном случае скорости) общественного транспорта следует ожидать интеграции рынков труда и сглаживания кривой «доход-расстояние». В идеале, когда транспортная система по развитию догонит европейский уровень, произойдет перераспределение людей в пространстве — московская агломерация с интенсивными производственными, транспортными и культурными связями расширится, плотность населения в среднем и дальнем Подмоскovie вырастет, а в центре агломерации снизится.

Можно ожидать, что развитие транспортной сети до европейского уровня увеличит зарплаты в среднем Подмоскovie в 1,5 раза. Аналогичные тенденции будут проявляться во всех крупных городах.

Необходимость и выгодность создания транспортной системы со скоростями, кратными 1000 км/час (до 6000 км/час) все чаще обсуждается и мировым научным сообществом. Одной из рассматриваемых систем для железнодорожных перевозок является вакуумно-левитационная транспортная система или «вакуумный поезд».

В настоящее время помимо разработки концепции российской вакуумно-левитационной транспортной системы ведутся разработки системы HYPERLOOP (скорость до 1 220 км/ч) и системы ET3 (скорость до 6 500 км/ч). Системы отличны друг от друга технически, но объединяет их использование искусственной воздушной среды для снижения сопротивления воздушной среды движущемуся поезду.

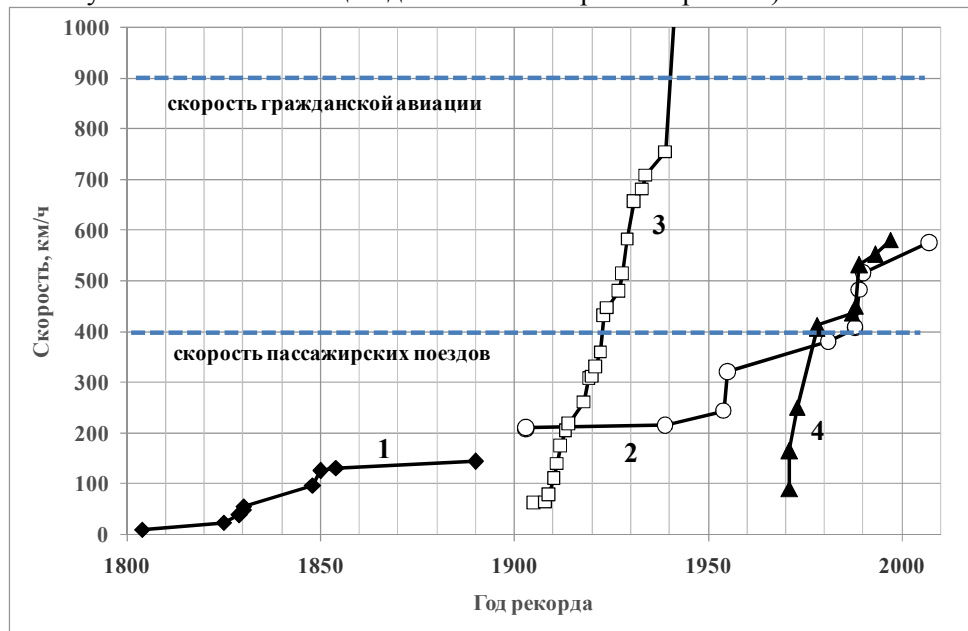
Главными преимуществами нового транспорта по сравнению с конкурентными видами (авиация, традиционный железнодорожный, водный транспорт, автомобильный транспорт) в том или ином случае является высокая скорость транспортировки, большая грузоподъемность, возможность перевозить крупногабаритные грузы, безопасность (отсутствие движущихся частей в системе левитации, отсутствие возможности столкновения, независимость от погодных условий и др.), экологичность системы (полное отсутствие вредных выбросов, полное отсутствие шума и др.), относительно низкая стоимость транспортировки и энергопотребление.

К числу недостатков системы можно отнести конструктивно-технологическую сложность изготовления, высокие начальные вложения в строительство вакуумного поезда и вакуумного транспортного пути (ВТП).

## 1.2. Эволюция транспортных систем. Основные особенности вакуумно-левитационной транспортной системы.

Скоростные характеристики транспортного средства, будь то самолет, поезд, автомобиль, зависят не только от мощности его двигательной установки, но и от способности изменять и приспособлять конструкцию к окружающей среде с целью снижения энергозатрат, а именно:

- менять геометрическую форму (форма фюзеляжа самолета, форма скоростного поезда изменены в угоду аэродинамике, изменять геометрию сопряжения поверхности бандажа колесной пары с поверхностью головки рельса, токоприемник – контактный рельс);
- менять принципы передачи энергии в движение (замена у поезда системы колесо-рельс на систему магнитной левитации для снижения трения о рельсы).



*Рис. 2. Рекорды скорости для некоторых видов транспорта.*

*1 – Паровоз; 2 – Электровозы и тепловоз; 3 – Гражданская авиация; 4 – Поезда на основе магнитной левитации.*

Поэтому, часто возникает ситуация, при которой повышение мощности двигателя технически возможно, но нецелесообразно с экономической точки зрения, поскольку приспособление к условиям окружающей среды является слишком затратным (Рис. 2).

Например, скорость гражданской авиации - около 850 км/ч, хотя рекорд скорости для самолета составляет 7297 км/ч (1967 г.), или поезда перевозят пассажиров со скоростями 80-350 км/ч, хотя рекорд скорости – 581 км/ч (2003 г.). В обоих случаях дальнейшему увеличению скорости мешает аэродинамическое сопротивление.

Аэродинамическое сопротивление возрастает как квадрат скорости, а энергозатраты как куб скорости. К примеру, при увеличении скорости в 2 раза, аэродинамическое сопротивление возрастает в 4 раза, а энергозатраты в 8 раз. Энергетический фактор, наряду с шумовыми последствиями и ограничениями по сцеплению колес с рельсами, и токоприемника с контактным проводом является определяющим предельную скорость рельсового транспорта.

Возможное решение задачи по снижению аэродинамического сопротивления для наземного рельсового транспорта – замена окружающей среды на искусственно созданную, в которой аэродинамическое сопротивление будет мало, например, поместив состав поезда в тоннель с искусственно созданным пониженным давлением.

Данное решение не является новым, оно было предложено более ста лет назад, первые в мире опыты с перемещением тела в вакуумной трубе за счёт электромагнитного поля поставил в 1911 – 1913 годах в Томском технологическом институте российский профессор Борис Петрович Вейнберг [4]. Однако реализация этих идей в тот период оказалась практически невозможной. Вместе с тем развитие человечества показывает, что человек – единственное существо на Земле, которое не приспособливается к окружающей среде, а с той или иной степенью успеха меняет ее под себя, т.е. в процессе деятельности преобразует окружающую среду под свои задачи.

#### **Основные особенности новой транспортной системы:**

1. Горизонтальный вектор движения левитирующего в магнитном поле подвижного состава достигается электрическим линейным двигателем;

2. Электромагниты, установленные на поезде и на магнитном рельсовом пути, поддерживают состав в подвешенном положении на определенном расстоянии от полотна, которое составляет, обычно, по разным источникам, от 8 до 15 мм (отдельные оценки предполагают возможность значительно большего зазора);
3. Давление внутри герметичного салона поезда поддерживается около 1 атм. Давление за его пределами в объеме вакуумного тоннеля может составлять порядка 0,0001 атм. (10 Па);
4. Оболочка салона для пассажиров воздухонепроницаема, выдерживает внутреннее давление без разгерметизации, имеет безопасную резонансную частоту, выдерживает продольные, поперечные, радиальные нагрузки (аэродинамика, разгон, поворот поезда и др.), имеет малый вес;
5. Площадь сечения вакуумного тоннеля по предварительным оценкам может быть на 40% больше площади сечения поезда. Это связано с аэродинамикой состава, размещением оборудования, возможностью эвакуации пассажиров в экстренных случаях. Диаметр вакуумного трубопровода зависит от компоновки салона для пассажиров, грузов и конструкции системы магнитного подвеса;
6. Салон имеет систему жизнеобеспечения, которая поддерживает соответствующее содержание кислорода в воздухе, комфортную температуру и влажность воздуха;
7. Вакуумный трубопровод имеет изолирующие газ заслонки (шлюзы), необходимые для эффективной откачки газа из трубы, а также при возникновении аварийных ситуаций, ремонте, поиске течей;
8. Другие особенности.

### **1.3. Определение сегментов рынка вакуумно-левитационного транспорта с учетом его возможностей на рынке пассажирских перевозок.**

Существенное влияние на выбор скоростных параметров, а, следовательно, и конкурентные характеристики для вакуумно-левитационного транспорта будет оказывать величина физиологически допустимого ускорения для пассажиров.

Реальные (усредненные) ускорения транспортных средств, которые переносят пассажиры составляют: на электропоездах –  $0,6 \div 0,7 \text{ м/с}^2$ , в поездах метро –  $1,3 \text{ м/с}^2$ , а при полете на реактивном пассажирском самолете –  $1,6 \div 1,7 \text{ м/с}^2$ .

Если принять реализуемое реактивным самолетом ускорение ( $1,7 \text{ м/с}^2$ ) за физиологическую норму, то для разгона левитационной капсулы в вакуумной среде до 1000 км/ч потребуется 23 км или 163 секунд.

При этом в одной поездке с учетом цикла «разгон-замедление» физиологическое воздействие ускорения на человека будет оказываться в течение 326 секунд (5 минут 26 секунд). Максимальное ускорение при взлете реактивного самолета пассажир испытывает в течение только 25 секунд.

Поэтому допустимое ускорение (которое фактически будет определено на основе специальных исследований и испытаний) для проектной оценки можно принять от 1 до  $1,3 \text{ м/с}^2$ .

Такие же параметры можно учитывать и для оценки параметров торможения.

Таким образом, если принять, что ускорение и торможение поезда одинаково и равно  $1 \text{ м/с}^2$  (чуть меньше, чем в метро), то для разгона левитационной капсулы в вакуумной среде до 1000 км/ч потребуется 38,6 км или 277 секунд (4 мин 37 секунд). Для реализации движения только в режиме разгон-торможение потребуется не менее 77 км (при разгоне до 1000 км/ч).

Если принять структуру поездки в параметрах: 10 процентов разгон, 10 процентов торможение, 80 процентов – езда в режиме конструкционной скорости 1000 км/час, то минимальная длина маршрута при ускорении  $1 \text{ м/с}^2$  должна составлять 385 км, а время следования по маршруту составит около 28 минут. На маршруте протяженностью 650 км, время в пути составит 48 минут (в т.ч. 9 минут – режим разгона-замедления и 39 минут – равномерное движение). Эти оценки можно использовать для предварительного выбора целесообразной сферы применения вакуумно-левитационных транспортных систем.

Рассмотрим сегменты рынка пассажирских перевозок, которые может занять вакуумно-левитационная транспортная система.

### **1.3.1. Метрополитен.**

Ниша не может быть занята.

Предельная скорость сообщения между подземными станциями, которую смогут в будущем обеспечивать технически более совершенные, чем сегодня, вагоны метрополитена, не превысит 50 км/ч [5]. Она ограничена предельно допустимыми для пассажира ускорениями и замедлениями вагонов, условиями стабильности и безопасности движения поездов и пр. Под стабильностью движения здесь понимается возможность для поездов устойчиво реализовывать заложенную в график движения скорость сообщения даже при случайных задержках на станциях. В случае задержки на станции поезд должен обеспечить нагон упущенного времени непосредственно на следующем перегоне. Если ему не удастся этого сделать, то на следующей станции его будет ожидать большее, чем обычно, количество пассажиров и вероятность очередной задержки на станции возрастет. Следствием этого может стать сбой графика движения.

Внеплановые задержки поездов на станциях в часы «пик» происходят регулярно и составляют от 5 до 10 секунд. Необходимость иметь десятисекундный запас времени хода на нагон случайных опозданий в наибольшей степени ограничивает возможность построения графика движения поездов со скоростями сообщения более 50 км/ч.

### **1.3.2. Городской экспресс и аэроэкспресс.**

Ниша не может быть занята.

Сегодня появляются новости о возможности применения вакуумного поезда в качестве аэроэкспресса [6]. Такой вид транспорта необходим для обеспечения ускоренных транспортных связей с крупными пригородными районами, аэропортами или городами-спутниками с минимальным числом остановок на маршруте. Например, городской экспресс Москва – Новая Москва, расстояние 40 км.

Однако из-за маленького расстояния между остановками время в пути для вакуумного поезда будет сопоставимо с ВСМ или Маглев (Таблица 1).

Эта ниша прекрасно подходит для них, а проблему шума можно решить более экономичным способом – установкой звукоизоляционных щитов.

Таблица 1. Городской экспресс Москва – Новая Москва (40 км)

	<b>Вакуумный поезд</b>	<b>Маглев</b>	<b>ВСМ</b>
Расстояние между остановками, км	40	40	40
Ускорение при разгоне, м/с <sup>2</sup>	1	1	1
Максимальная скорость, км/ч	720	450	350
Время в пути (40 км), мин	7	7,5	8,5
Время высадки – посадки, мин	5	5	5
Путь разгона, торможения (принимается равным), км	20	7,8	4,7

### **1.3.3. Пригородные электропоезда.**

Ниша не может быть занята.

Пригородные электропоезда предназначены для обеспечения транспортных связей городов с ближайшими пригородами, а также между соседними населенными пунктами, они предназначены для перевозок на расстояния примерно до 200 км. Среднее расстояние между остановками на маршрутах, обслуживаемых пригородными электропоездами, обычно составляет от 2,5 до 5,0 км. По причине малого расстояния между остановками эта ниша тоже не может быть занята вакуумным поездом.

### **1.3.4. Межрегиональные поезда (местные).**

Ниша может быть занята.

Межрегиональные поезда применяются на маршрутах поездов пригородного и дальнего сообщений с устойчивым пассажиропотоком на расстояния до 1000 км между городами с остановками только в крупных населенных пунктах или без промежуточных остановок на маршруте. В таблице 2 рассмотрен вариант межрегионального и дальнего сообщения с остановками каждые 100 км и дальностью 500–1000 км.

Таблица 2. Межрегиональное сообщение с остановками каждые 100 км

	Вакуумный поезд	Маглев	ВСМ
Общее расстояние, км	1000	1000	1000
Расстояние между остановками, км	100	100	100
Ускорение при разгоне, м/с <sup>2</sup>	1	1	1
Максимальная скорость, км/ч	1000	450	350
Время в пути между остановками (100 км), мин	10,6	15,5	18,7
Общее время в пути, включая время высадки-посадки, мин/ч	128/2,1	176/2,9	210/3,5
Время высадки – посадки, мин	2	2	2
Путь разгона, торможения (принимается равным), км	38,6	7,8	4,7
Время разгона, торможения (принимается равным), мин	4,6	2,1	1,6

#### 1.3.5. Поезда дальнего следования.

Ниша может быть занята.

Поезда дальнего следования следуют на расстояния от 500 км с остановками только в крупных населенных пунктах или без промежуточных остановок на маршруте. В Таблице 3 рассмотрен вариант поезда дальнего следования следующий на расстояние 1000 км без остановок. Это может быть маршрут между крупными городами с большим населением, например, Москва-Санкт-Петербург, Москва-Екатеринбург, и др. Тем самым будет создана транспортная инфраструктура нового поколения, которая тесно свяжет крупные мегаполисы России и регионы РФ.

Таблица 3. Поезда дальнего следования (1000 км)

	Вакуумный поезд	Маглев	ВСМ
Общее расстояние, км	1000	1000	1000
Расстояние между остановками, км	1000	1000	1000
Ускорение при разгоне, м/с <sup>2</sup>	1	1	1
Максимальная скорость, км/ч	1000	450	350
Общее время в пути без остановок, мин/ч	64,6/1,1	135,4/2,3	173/2,9
Путь разгона, торможения (принимается равным), км	38,6	7,9	4,7
Время разгона, торможения (принимается равным), мин	4,6	2,1	1,6

#### 1.4. Определение ниши вакуумно-левитационного транспорта с учетом его возможностей на рынке грузовых перевозок.

Ниша может быть занята частично.

Расстояние транспортировки товаров вакуумно-левитационным транспортом, также как и для перевозки пассажиров может быть от 500 км и выше [7].

При перевозке грузов (товаров) очень многое зависит от логистики. Как правило, использование только одного вида грузового транспорта недостаточно, логистами прорабатываются все точки отправления, прибытия, перегрузки между разными видами транспорта, формируя мультимодальную перевозку.

Поэтому перспективность применения вакуумно-левитационного транспорта для этих целей должна рассматриваться не только с учетом скорости доставки, но и удобства и эффективности мультимодальной интеграции всего транспорта в единую бесшовную услугу. Например, вакуумный поезд может перевести груз на 1000 км за 1 час, но разгрузка, оформление на таможне, транспортировка на авто до адресата может занять несколько дней.

Однако есть категории потребителей, которым доставка товара необходима в кратчайшие сроки. Это, например, покупатели интернет-магазинов и производители электронной техники.

При должной бесшовной организации перевозок, вакуумно-левитационная система может занять свою нишу, существенно потеснив авиадоставку. Это может быть доставка одежды, медикаментов, электроники, скоропортящихся товаров, косметики, бижутерии, запчастей на комплектующие для автомобилей и техники и др.

### 1.5. Выводы.

Рассматриваемая вакуумно-левитационная транспортная система с учетом специфики разгона может заполнить ниши:

1. Недорогих высокоскоростных перевозок с большим пассажиропотоком на средние расстояния (500 – 1000 км). При этом, конкуренция будет как с воздушным, так и с высокоскоростным железнодорожным транспортом (рис 3,4);
2. Высокоскоростных перевозок на дальние расстояния (от 1000 км/ч). При этом конкуренция будет с воздушным транспортом (рис.3,4);
3. Транспортировки товаров электронной торговли на расстояния от 500 км и выше (одежды, медикаментов, электроники, скоропортящихся товаров, косметики, бижутерии, запчастей, а также комплектующих для автомобилей и техники и др.).

При этом конкуренция будет с воздушным транспортом (рис 3,4).

Возможность использования одного пути для всех перевозок потребует организации специальных съездов, разъездов и терминалов.

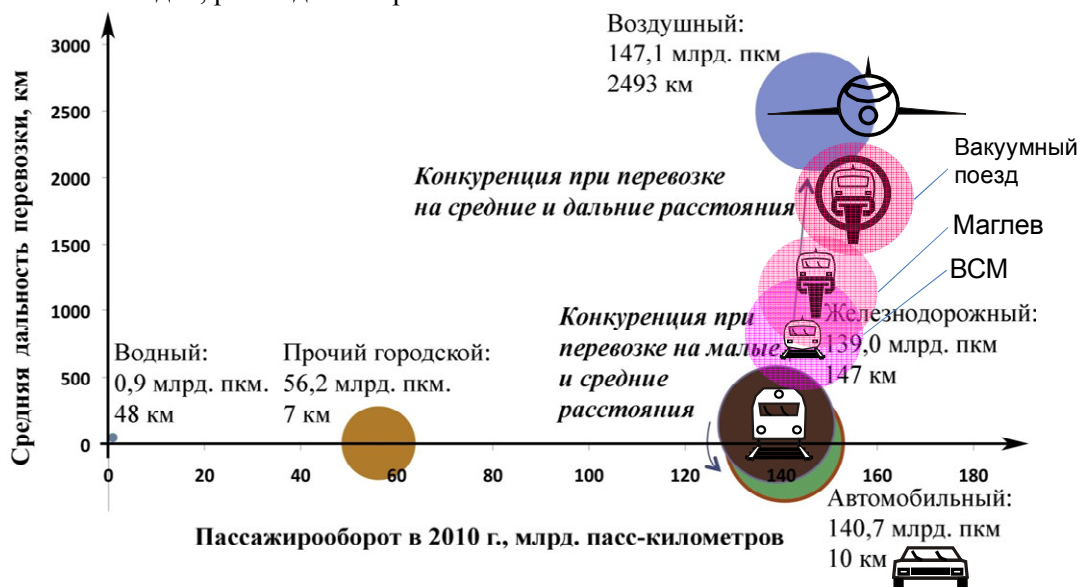


Рис. 3. Межвидовая конкуренция на пассажирском транспорте.

Источник данных – Росстат [1].



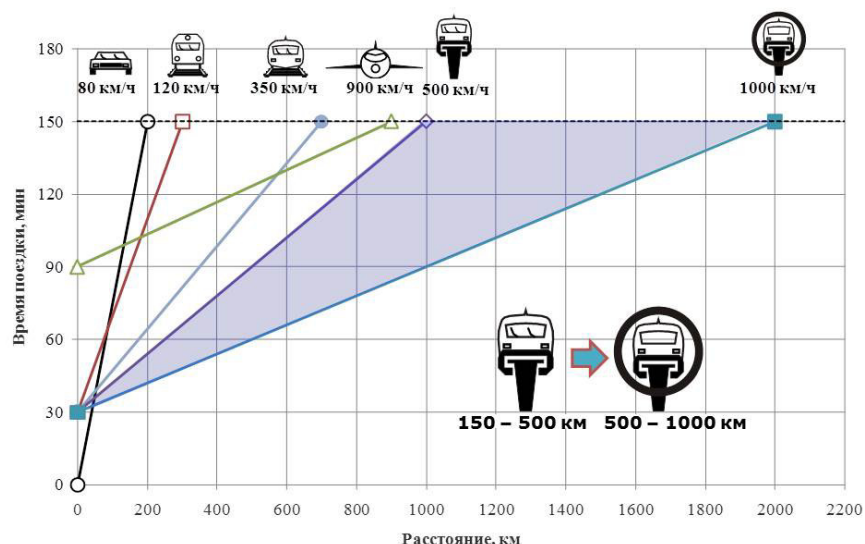


Рис. 4. Рациональные сферы применения пассажирского транспорта на основе магнитной левитации в разреженной среде. Слева направо: 1 – личный автомобиль; 2 – скорый рельсовый наземный транспорт; 3 – высокоскоростной рельсовый транспорт; 4 – авиация; 5 – маглев; 6 – вакуумный поезд

Несмотря на очевидные перспективы применения вакуумно-левитационной системы в некоторых сегментах транспортного рынка данный проект пока воспринимается весьма скептически, отчасти это связано с отсутствием подробного технико-экономического анализа и технологической проработки новой системы, и связанных с этим рисков. Данные вопросы в настоящее время только начинают прорабатываться в России [8,9].

Вместе с тем, очевидно, что вакуумно-левитационные технологии движения транспортных средств могут стать реальным ответом на взрывной рост требований общества к качеству и скорости транспортировки товаров и перемещения пассажиров в эпоху революции информационных технологий.

#### Литература

1. Оценка крупных инфраструктурных проектов. Задачи и решения // rzd.ru: сайт Российские железные дороги. 2013. URL. [http://rzd.ru/dbmm/download?vp=1&load=y&col\\_id=121&id=71716](http://rzd.ru/dbmm/download?vp=1&load=y&col_id=121&id=71716) (дата обращения 30.06.2016).
2. РФПИ и РЖД обсуждают пилотные проекты по применению технологии Hyperloop // Риа Новости. 2016. URL. <http://ria.ru/economy/20160622/1449639464.html> (дата обращения 30.06.2016).
3. В России работают над аналогами вакуумного поезда Hyperloop // Риа Новости. 2016. URL. <http://ria.ru/economy/20160520/1436931658.html> (дата обращения 30.06.2016).
4. Перельман Я. И. Без трения // Занимательная физика. - Л.: Время, 1932. - Т. 2. - С. 171-173. - 260 с.
5. Гаврилов Я.И., Мнацаканов В.А. Вагоны метрополитена с импульсными преобразователями. М., Транспорт, 1986, 230с.
6. Hyperloop в Москве могут пустить в аэропорты и в Новую Москву// Риа Новости. 2016. URL. <http://ria.ru/moscow/20160617/1449031333.html> (дата обращения 30.06.2016).
7. Лапидус. Б. М., Мачерет Д. А. Методология оценки обеспечения эффективности инновационных транспортных систем // Экономика железных дорог. 2016. № 7. С. 16–25.
8. В России планируют создать концепцию системы "летающих" поездов// Риа Новости. 2016. URL. <http://ria.ru/science/20160318/1392431702.html> (дата обращения 30.06.2016).
9. Власти Москвы поручили изучить возможность применения Hyperloop в столице // Риа Новости. 2016. URL. <http://ria.ru/economy/20160617/1449031025.html> (дата обращения 30.06.2016).

## О научном обосновании технико-технологических требований к вакуумно-левитационной транспортной системе (ВЛТС)

*Р.О. Кондратенко, С.Б. Нестеров, \*А.Н. Белоконев, А.И. Холопки*  
Москва, ОАО «НИИВТ им.С.А. Векшинского», Нагорный проезд, 7, E-mail: [rim19@mail.ru](mailto:rim19@mail.ru)  
\*Москва, РКК «Энергия»

*В статье приводится обоснование технико-технологических требований к вакуумно-левитационной транспортной системе (ВЛТС) на основе рассмотрения габаритных размеров поезда и вакуумного трубопровода, скорости поезда, характеристик вакуумной среды и энергетических затрат на ее создание, характеристик системы жизнеобеспечения и кондиционирования. Приводится строительная ячейка магистрали ВЛТС. Приводятся результаты численного моделирования напряженно-деформированного состояния секции вакуумного трубопровода с учетом гравитации.*

*Scientific basis of technical requirements for vacuum levitation transportation system (VLTS). R.O. Kondratenko, S.B.Nesterov, A.N.Belokonyev, A.I.Holopkin. Technical requirements for VLTS are explained scientifically. Overall dimensions of train and vacuum tubing, train speed, vacuum medium features and energy expenses for its creation, life provision and conditioning system are viewed. A building cell of VLTS main line is presented. Results of computational modeling of the vacuum tubing stress-strain state are given. Gravitation conditions are considered.*

### 1. Скорость вакуумного поезда.

Рабочая скорость вакуумного поезда определяется согласно экономическим требованиям к современным конкурентоспособным перевозкам людей и грузов, и может отличаться в зависимости от ниши использования ВЛТС.

Однако, с научной точки зрения, рабочая скорость должна быть либо ниже скорости звука, либо выше ее, поскольку при околозвуковых скоростях начинается волновой кризис, сопровождающийся ростом лобового сопротивления, появлением вибраций и др. (эти скорости зависят от аэродинамических характеристик поезда и от степени разрежения в вакуумном трубопроводе).

При давлении в вакуумном трубопроводе  $P=10$  Па скорость звука будет составлять около 1000 км/ч, что существенно меньше, чем при 1 атм. (1224 км/ч), в частности, из-за отсутствия паров воды.

Из этих соображений можно выделить две ВЛТС, имеющие существенные различия:

- **Дозвуковая ВЛТС** (до 1000 км/ч). Требуется меньших вложений, рабочая скорость будет сопоставима со скоростью гражданской авиации (800-900 км/ч).
- **Сверхзвуковая ВЛТС** (>1000 км/ч). Переход с дозвуковой скорости на сверхзвуковую должен выполняться настолько возможно быстрее, возможно, с использованием «форсажа» двигателя, как в авиации, чтобы избежать длительной поездки в зоне волнового кризиса. Такой вариант исполнения потребует больших вложений как в устройство поезда, так и в устройство вакуумного трубопровода.

### 2. Характеристики вакуумной среды и энергетические затраты на ее создание и поддержание. Габариты ВЛТС.

Процесс выбора оптимального давления в трубопроводе для вакуумно-левитационного транспорта связан со многими факторами.

Главный из них, требующий снижения давления, связан с уменьшением энергозатрат на преодоление лобового сопротивления при увеличении скорости до 1000 км/ч.

Авторы проекта Hyperloop (США, 2013-по наст. время) предлагают брать давление 99 Па [1], авторы проекта MEL (США, 1972-1981) предлагали принять давление внутри трубопровода равным 101 Па [2], авторы проекта ET3 (США, Китай, 1997-по наст. время) [3] предлагают принять давление внутри трубопровода 1000 Па, авторы проекта «Вакуумно-левитационный транспорт» [4, 5] рассчитывают транспортную систему при давлении от 1 до

100 Па, авторы патента High speed transport system (США, 1991) [6] предлагали давление от 1 до 1000 Па.

Натурные испытания по движению капсулы в вакуумном трубопроводе с помощью магнитной левитации проводились профессором Вейнбергом Б.П. (Россия, 1913) [7], а также профессором Ozawa К. (Япония, 1970) [8], который использовал для движения ракетный двигатель. Проводятся опыты в Китае (Доктор Денг Зиганг, лаборатория по прикладной сверхпроводимости в Юго-восточном транспортном университете Дзяо Тонг) [9], а также планируются опыты в США (проект Hyperloop) и, возможно, в России (проект вакуумно-левитационный транспорт).

Однако пока все опыты не дают информации по оптимизации характеристик вакуумной среды.

Как видно из анализа, с научной точки зрения оптимальное давление еще не найдено и варьируется от 1 до 1000 Па.

Вакуумная среда может оказывать разнообразные воздействия, как на вакуумный трубопровод, так и на материалы, узлы и блоки приборов, находящиеся вне гермоотсеков вакуумно-левитационного поезда.

Так как эти приборы будут представлять собой сложные электронные и электрические устройства, даже знание детальных вакуумных характеристик их составных частей не позволит с высокой степенью надежности аналитически оценить те или иные особенности их поведения при эксплуатации. Единственным приемлемым способом являются тщательные исследования и испытания всех систем в специальных установках, моделирующих воздействия, процессы и явления в вакуумной среде.

Процессы и явления, влияющие на выбор характеристик вакуумной среды для вакуумно-левитационного поезда представлены в Таблице 1).

Таблица 1. Процессы и физические явления в вакууме

<b>Процесс или явление</b>	<b>Степень влияния процесса</b>	<b>Ориентировочное давление для исследования процесса</b>	<b>Способ нейтрализации явления, решение проблемы</b>
1. Перепад давлений и его влияние на механическую прочность герметичных корпусов вакуумного поезда а также его защитной оболочки	Чем больше перепад давлений, тем больше влияние на механическую прочность герметичных корпусов, полостей, пустот	$\sim 10^3$ Па	Проблема разрешима. Разгерметизация защитной оболочки через калиброванные отверстия путем выравнивания давлений внутри и снаружи полости.
2. Воздушное демпфирование при вибрациях	При $P \leq 10^{-1}$ Па влияние процесса на систему практически одинаково, при повышении давления с $P=10^{-1}$ до $P=10^5$ Па интенсивность процесса меняется, сам процесс постепенно затухает	$10^{-1} \dots 10^5$ Па	Проблема разрешима. Использование виброзащиты, оптимизация конструкции и крепления корпусов и защитных оболочек
3. Теплопередача излучением	При $P \leq 10^{-2}$ Па процесс теплопередачи осуществляется за счет излучения и является неэффективным. В этом случае придется решать серьезную задачу по отводу тепла из системы.	$10^{-2} \dots 10$ Па	Проблема весьма сложная. Посадка деталей с натягом, использование при контакте деталей тонких фольг, специальных смазок, использование тепловых труб и подобных устройств для сброса избыточного тепла

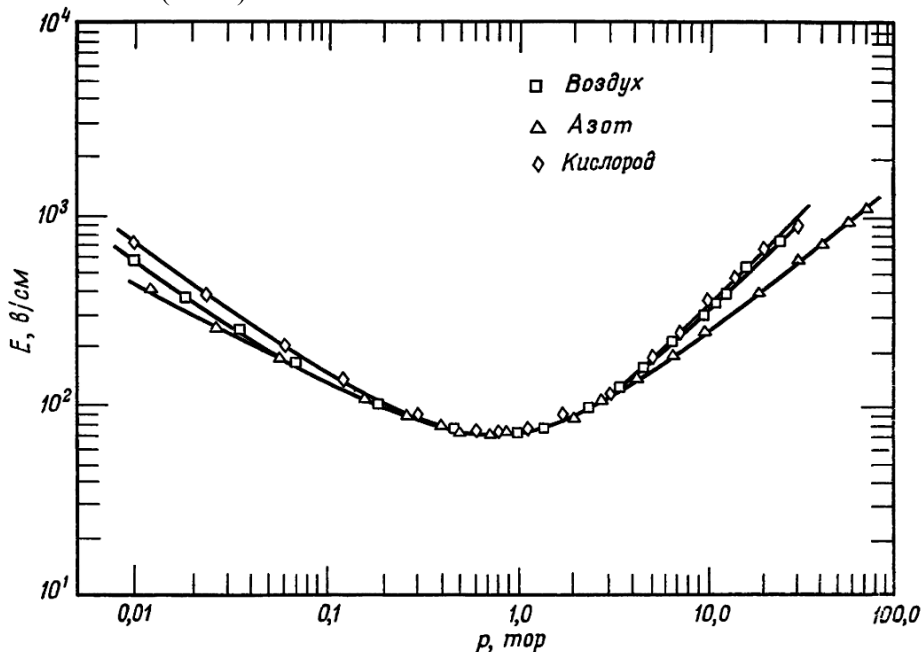
4. Конвективный теплообмен	При $P \geq 10$ Па и выше процесс теплопередачи осуществляется за счет конвекции и с повышением давления эффективность процесса растет. С точки зрения улучшения характеристик теплообмена, чем выше давление – тем лучше.	$10 \dots 10^5$ Па	Проблема разрешима. Посадка деталей с натягом, использование при контакте деталей тонких фольг, специальных смазок, использование тепловых труб и подобных устройств для сброса избыточного тепла
5. Электрофизические явления в диэлектриках; электрические разряды в газах	Для узла левитации с длиной электромагнитных волн 0,4 метра [10], что примерно соответствует частоте 1 ГГц, из приведенных кривых в книге [11] видно, что наихудшим давлением с точки зрения возникновения пробоев является давление от 100 до 1000 Па.	$10^2 \dots 10^3$ Па	Проблема сложная. Необходим выбор специальных электроизоляционных материалов, заливка компаундами, требования при конструировании высоковольтных узлов. Возможно, для минимизации электрофизических явлений потребуются давление до 100 Па.
6. Физические и механические свойства материалов (конструкционная прочность, ползучесть, внутреннее демпфирование)	Степень влияния высокая, например лакокрасочные слои твердеют и становятся более хрупкими, клеющие ленты вздуваются, клеющие материалы имеют большое газовыделение, впоследствии загрязняют электронику, оптику и т.д.	$10^2 \dots 10^5$ Па	Проблема решаемая. Использование материалов с низкими давлениями насыщенных паров, уменьшение температур материалов, нанесение защитных покрытий, подбор «негазовыделяющих» материалов и др.
7. Работа подвески поезда, приборов, автоматики в вакууме	Образуется локальная атмосфера вокруг поезда	$10^2 \dots 10^5$ Па	Проблема решаемая. Предварительное обезгаживание материалов и узлов вакуумного поезда.
8. Холодная сварка	- Влиять будет при $P \leq 10^{-5}$ Па	$\leq 10^{-5}$ Па	При давлении 1-1000 Па влияние незначительно
9. Массопотери	- Испарение $P \leq 10^{-5}$ Па - Сублимация $P \leq 10^{-5}$ Па - Абсорбция $P \leq 10^{-5}$ Па - Десорбция $P \leq 10^{-5}$ Па - Химическое взаимодействие остаточного газа с материалом поверхности $P \leq 10^{-5}$ Па - Сухое трение $P \leq 10^{-5}$ Па	$\leq 10^{-5}$ Па	При давлении 1-1000 Па влияние незначительно
10. Наличие паров воды в системе, образование конденсата.	Степень влияния на транспортную систему высока, например, процесс коррозии, вероятность появления в замкнутой системе бактерий, колебания плотности воздуха от влажности и др.	$10^1 \dots 10^5$ Па	Проблема решаемая. С целью исключения жидкой фазы в вакуумном трубопроводе и узлах вакуумно-левитационного транспорта, необходимо, чтобы давление в системе было ниже давления тройной точки воды $P_{т.т.} = 610$ Па.
11. Изменение плотности воздуха от температуры	Плотность воздуха растет с повышением давления и понижением температуры. При одинаковом давлении плотность воздуха при $T = -40$ °C	$10^1 \dots 10^5$ Па	

	больше плотности при $T=50^{\circ}\text{C}$ в 1,3 раза. Таким образом в холодное время года вакуумный поезд будет потреблять больше энергии на преодоление лобового сопротивления		
--	---	--	--

Рассмотрев все процессы и физические явления, которые могут произойти в вакуумном трубопроводе, отбросив сложные случаи, можно сделать следующий вывод:

1. Давление в системе должно быть  $P < 100$  Па (согласно п.5 Табл.4);
2. Давление в системе должно быть  $P > 10$  Па (согласно п.3,4 Табл.4).

Если взять давление меньше 10 Па, то возникнут проблемы с отводом тепла от вакуумного поезда, поскольку конвективный процесс теплопередачи начинается при  $P > 10$  Па, если взять давление больше 100 Па, то вероятность пробоев в системе увеличится, поскольку для частоты 1 ГГц наихудшим давлением с точки зрения возникновения пробоев является давление 100 – 1000 Па (Рис.1).

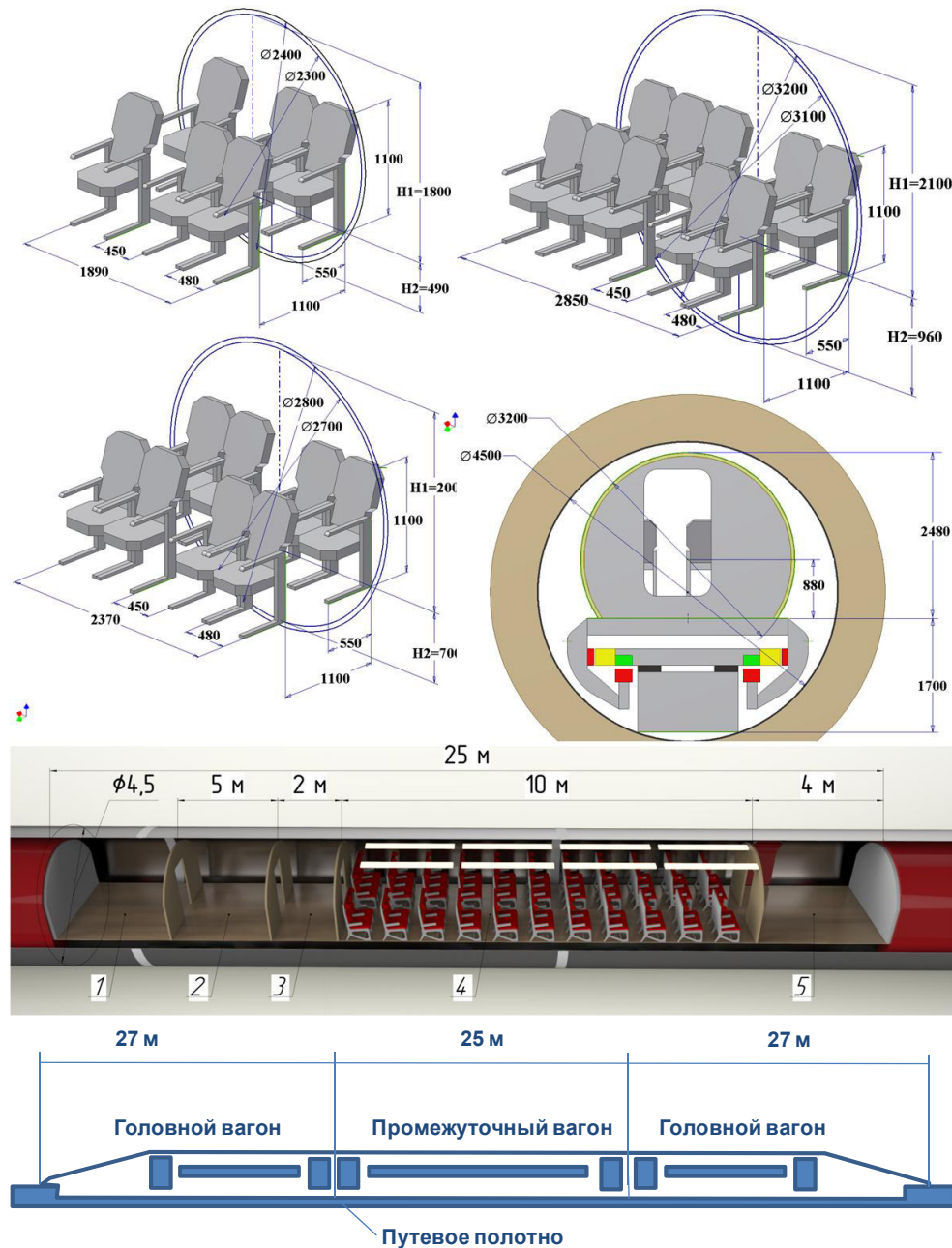


*Рис. 1. Пробой в непрерывном режиме в воздухе, кислороде и азоте на частоте 994 МГц при зазоре  $\delta=1,51$  см.*

Если в таком диапазоне давлений лобовое сопротивление поезда в вакуумном трубопроводе все же не удастся снизить до энергетически выгодного значения, то необходимо увеличивать зазор  $\delta$  между поездом и трубопроводом путем уменьшения сечения поезда или увеличения сечения трубопровода.

В то же время эквивалентный диаметр и площадь сечения вакуумного поезда зависят от компоновки салона пассажиров и системы магнитного подвеса (Рис.2), поэтому зазор  $\delta$  между поездом и стенкой трубопровода выбирается минимально возможным с учетом аэродинамики поезда.

Далее приведем аргументы в пользу выбора вакуумного оборудования определенного типа, а также расчетные данные по его количеству и энергетическим параметрам на 1000 км пути для разных габаритов вакуумного трубопровода.

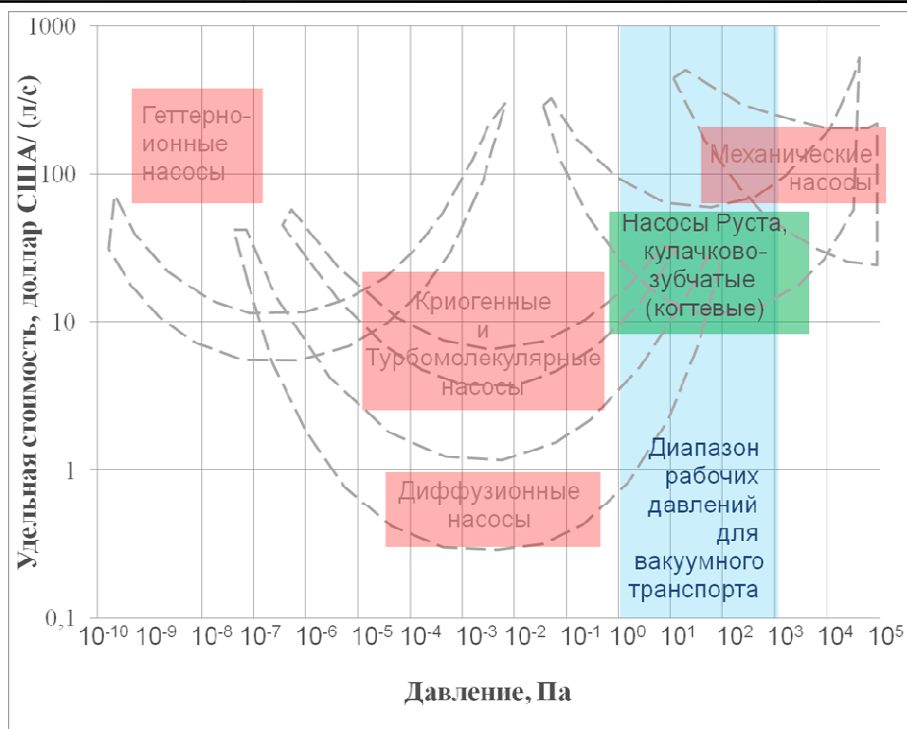


*Рис. 2. Варианты компоновки салона для пассажиров и габариты состава.  
1 - отделение для размещения оборудования и систем жизнеобеспечения; 2 - багажное отделение; 3 – туалет; 4 – салон для пассажиров (50 человек); 5 – тамбур.*

Основной особенностью развития средств вакуумной откачки на протяжении последних лет является стремление избавиться от вакуумных масел и других рабочих жидкостей.

Эта тенденция настолько сильна, что получает развитие даже в таких областях применения вакуумной техники, где этим вопросам до последнего времени не уделяли много внимания — прежде всего, в вакуумной металлургии.

Еще в 2006 году [12] были показаны основные особенности и преимущества замены паромасляных и традиционных механических насосов с масляным уплотнением на безмасляные откачные системы на базе сухих механических насосов: существенное энергосбережение и простота эксплуатации, отсутствие необходимости утилизации рабочих жидкостей и, наконец, другой качественный уровень вакуумной среды (рис.3, Таблица 2).



*Рис. 3. Удельная стоимость быстроты действия насосов различного типа.*

Таблица 2. Основные характеристики механических безмасляных форвакуумных насосов.

Принцип действия	Основные производители	Предельный вакуум, мбар	Диапазон быстроты действия, м <sup>3</sup> /ч
Кулачково-зубчатый (Когтевой) со ступенью Рутса	Busch, Edwards	0,05	80-600
Винтовой	Busch, Ebara, Edwards, Hanbell, Kashiyama, Leybold (LOT Vacuum), Pfeiffer, Shinko Seiki, Sterling SIHI, Toyota, Ulvac	0,001	75-1300
Многоступенчатый Рутса	Adixen (Alcatel), Kashiyama	0,01	90-220

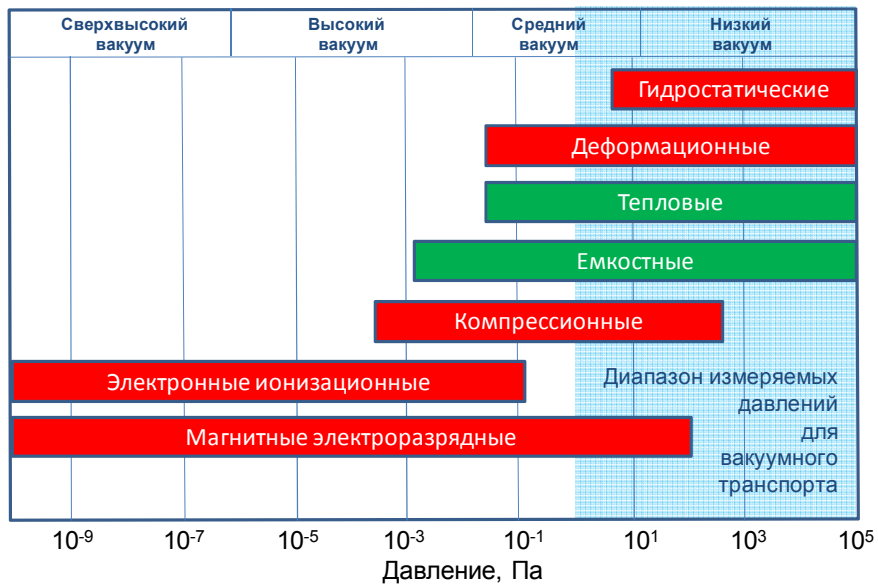
Многие производители устанавливают на форвакуумный насос дополнительный насос Рутса, в результате чего примерно на порядок вырастает предельный вакуум, и до нескольких раз производительность.

Так, характерная производительность таких систем обычно 600 – 2500 м<sup>3</sup>/ч, а предельный вакуум 0,5...10<sup>-2</sup> Па.

Кроме того, существуют специальные решения для откачки камер больших объемов или для работы с высокими газовыми нагрузками с производительностью в десятки тысяч м<sup>3</sup>/ч.

Данные приложения предъявляют повышенные требования к надежной безостановочной работе откачных средств в условиях высоких газовых нагрузок и при наличии твердых примесей в откачиваемом газе.





*Рис. 4. Диапазон рабочих давлений вакуумметров.*

Выбор вакуумметров с учетом требований к вакуумной среде представлен на рис.4. Это тепловые и емкостные вакуумметры.

Например, для измерения давления можно выбрать термопарный датчик KJLC 510ТС, работающий в диапазоне давлений  $10^5 \dots 10^{-1}$  Па или комбинированный датчик KJLC 392, работающий в диапазоне давлений  $10^5 \dots 10^{-7}$  Па.

Датчики не требуют подключения к блоку преобразования, а имеют экраны, на которые выводятся текущие данные о давлении в откачиваемой камере. Работают в любых пространственных положениях, обеспечивают требуемый диапазон измеряемых давлений.

Для перекрытия трубопровода можно выбрать пневматические клапаны аналогичные “VAT” Series 168, “VAT” Series 190 и “VAT” Series 091. Клапаны отвечают технологическим требованиям системы. Пневматические клапаны компактнее и надежнее, чем клапаны с электроприводом.

Оценим энергетические затраты на создание и поддержание вакуума в 10 Па в 1 км вакуумного трубопровода диаметром от 2,5 м до 5 м. Результаты расчетов представлены в Таблице 3.

Как видно из Таблицы 3 вакуумный трубопровод диаметром 4,5 м и длиной 1 км при откачке до 10 Па потребует разово 2352 кВт·ч энергии за 24 часа откачки, а при достижении давления в 10 Па на его поддержание будет уходить  $1,01 \cdot 24 = 24,24$  кВт·ч в сутки. Для сравнения можно заметить, средняя американская семья потребляет в сутки 30 кВт·ч электроэнергии.

Таблица 3. Затраты энергии на создание и поддержание вакуума в 10 Па.

Диаметр трубопровода, м	Время откачки, ч	Количество насосов на 1000 км для создания вакуума в 10 Па, шт	Максимальная потребляемая мощность насоса, кВт	Потребляемая мощность при минимальном остаточном давлении, кВт	Быстродействие насоса, м <sup>3</sup> /ч	Энергозатраты создания вакуума в 10 Па на 1000 км пути за 24,48,72 часа, кВт·ч	Энергозатраты в час на поддержание вакуума в 10 Па на 1000 км пути, кВт·ч	Энергозатраты создания вакуума в 10 Па на 1 км пути за 24,48,72 часа, кВт·ч	Энергозатраты в час на поддержание вакуума в 10 Па на 1 км пути, кВт·ч	Объем 1 км трубопровода, м <sup>3</sup>	Количество насосов на 1000 км для поддержания вакуума в 10 Па, шт
2,5	24	1255	24,1	6,7	3000	725 892	1 005	726	1,01	4 909	150
2,5	48	628	24,1	6,7	3000	726 470	1 005	726	1,01	4 909	150
2,5	72	407	24,1	6,7	3000	706 226	1 005	706	1,01	4 909	150
3	24	1807	24,1	6,7	3000	1 045 169	1 005	1045	1,01	7 069	150
3	48	903	24,1	6,7	3000	1 044 590	1 005	1045	1,01	7 069	150
3	72	586	24,1	6,7	3000	1 016 827	1 005	1017	1,01	7 069	150
3,5	24	2460	24,1	6,7	3000	1 422 864	1 005	1423	1,01	9 621	150
3,5	48	1230	24,1	6,7	3000	1 422 864	1 005	1423	1,01	9 621	150
3,5	72	819	24,1	6,7	3000	1 421 129	1 005	1421	1,01	9 621	150
4	24	3213	24,1	6,7	3000	1 858 399	1 005	1858	1,01	12 566	150
<b>4</b>	<b>48</b>	<b>1606</b>	<b>24,1</b>	<b>6,7</b>	<b>3000</b>	<b>1 857 821</b>	<b>1 005</b>	<b>1858</b>	<b>1,01</b>	<b>12 566</b>	<b>150</b>
4	72	1071	24,1	6,7	3000	1 858 399	1 005	1858	1,01	12 566	150
4,5	24	4066	24,1	6,7	3000	2 351 774	1 005	2352	1,01	15 904	150
4,5	48	2033	24,1	6,7	3000	2 351 774	1 005	2352	1,01	15 904	150
4,5	72	1355	24,1	6,7	3000	2 351 196	1 005	2351	1,01	15 904	150
5	24	5020	24,1	6,7	3000	2 903 568	1 005	2904	1,01	19 635	150
5	48	2510	24,1	6,7	3000	2 903 568	1 005	2904	1,01	19 635	150
5	72	1673	24,1	6,7	3000	2 902 990	1 005	2903	1,01	19 635	150

### 3. Система кондиционирования ВЛТС.

В общем случае бортовая система кондиционирования, будь она открытого, закрытого или смешанного типа, в герметическом салоне при любых атмосферных условиях и для всех режимов транспортировки должна поддерживать заданные давление, температуру, влажность, физико-химический состав воздуха, а также допустимый уровень шума.

Тепловой баланс салона с системой кондиционирования с панельным теплообменом [13]:

$$Q_I + Q'_I + Q_{осв} - Q_{nl} - Q_{nm} = G_{ch} \cdot c_p \cdot \Delta t_k,$$

где  $\Delta t_k$  - изменение температуры воздуха в салоне;  $Q_I$  - количество тепла, выделяемое пассажирами,  $Q'_I$  - количество тепла от одной панели;  $Q_{осв}$  - количество тепла от электроприборов (освещение, генераторы, аккумуляторы);  $Q_{nl}$  - количество тепла, передаваемого от панели в салон;  $Q_{nm}$  - количество тепла, отдаваемого через потолок и боковые стены салона;  $Q_{nl}$  - количество тепла, отдаваемого через пол салона.

Результаты расчёта представлены в таблице 4.

Таблица 4. Относительные параметры системы кондиционирования.

$Q$ - количество тепла, Вт.		$T$ - температура салона, °С.	
$Q^I$	5000	в салоне	22
$Q'^I$	3480	распределение температуры в салоне	±2
$Q^{осв}$	1890		
$Q^{nl}$	8020		
$Q^{nl}$	320	у пола	20
$Q^{nm}$	850	у потолка	24

### 4. Система жизнеобеспечения.

Время пребывания людей в герметичной камере (в нашем случае салон вакуумного поезда) оценивается по формуле:

$$T = (V_{кр} - 0,08 \cdot n) \cdot (K_0 - K) / M \cdot n,$$

где  $T$  — допустимое время пребывания в камере, час;

$V_{кр}$  — критический объем салона, в котором  $n$  людей смогут находиться в течение времени  $T$ , л;

$n$  — число людей в камере;

$K_0$  — допустимая концентрация углекислого газа, л/л;

$K$  — начальная концентрация углекислого газа перед закрытием камеры, л/л;

$M$  — среднее выделение углекислого газа одним человеком в камере, л/час;

Минимальный объем салона, в котором  $n$  человек смогут перемещаться в течение времени  $T$ :

$$V_{кр} = n \cdot (T \cdot M + 0,08 \cdot K_0 - 0,08 \cdot K) / (K_0 - K)$$

Оценим этот объем для следующих параметров:

$T = 1/6 - 1$  ч – время между остановками;

$n = 55$  – количество человек;

$M = 30$  л/ч – среднесуточное выделение углекислого газа на человека;

$K_0 = 0,005$ ;

$K = 0,0003$  – для случая, если воздух не загазован;

Полученные данные приведены в Таблице 5. Они дают возможность примерно оценить, когда потребуется система жизнеобеспечения с газификатором, а когда возможно обойтись проветриванием салона во время посадки-высадки пассажиров.

Таблица 5. Минимальный объем салона, в котором 55 человек смогут находиться в течение времени  $T$ .

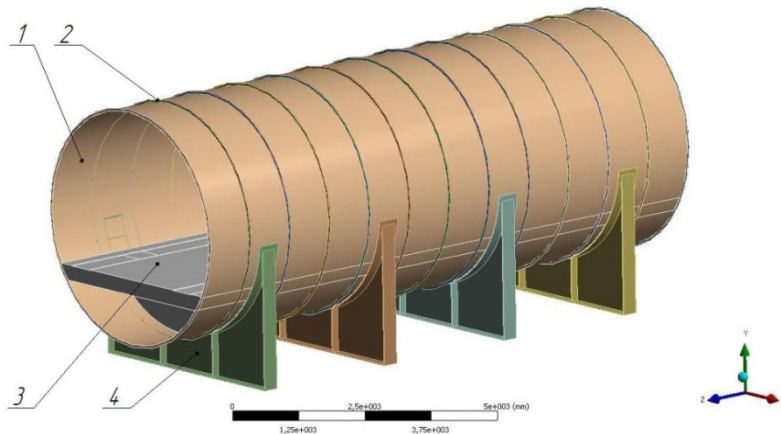
Время поездки $T$ , мин	Критический объем салона $V_{кр}$ , м <sup>3</sup>
10	59
20	117
30	176
40	234
50	293
60	351

Пример использования Таблицы 5:

Объем рассматриваемого салона поезда (для вакуумного трубопровода 4,5 м) равен  $100,3 \text{ м}^3$ . Отсюда видно, что при времени поездки 10-15 минут возможно обойтись проветриванием салона (межрегиональные электропоезда), а при времени поездки 60 минут (поезда дальнего следования) будет необходима система жизнеобеспечения с газификатором.

### 5. Строительная ячейка магистрали ВЛТС.

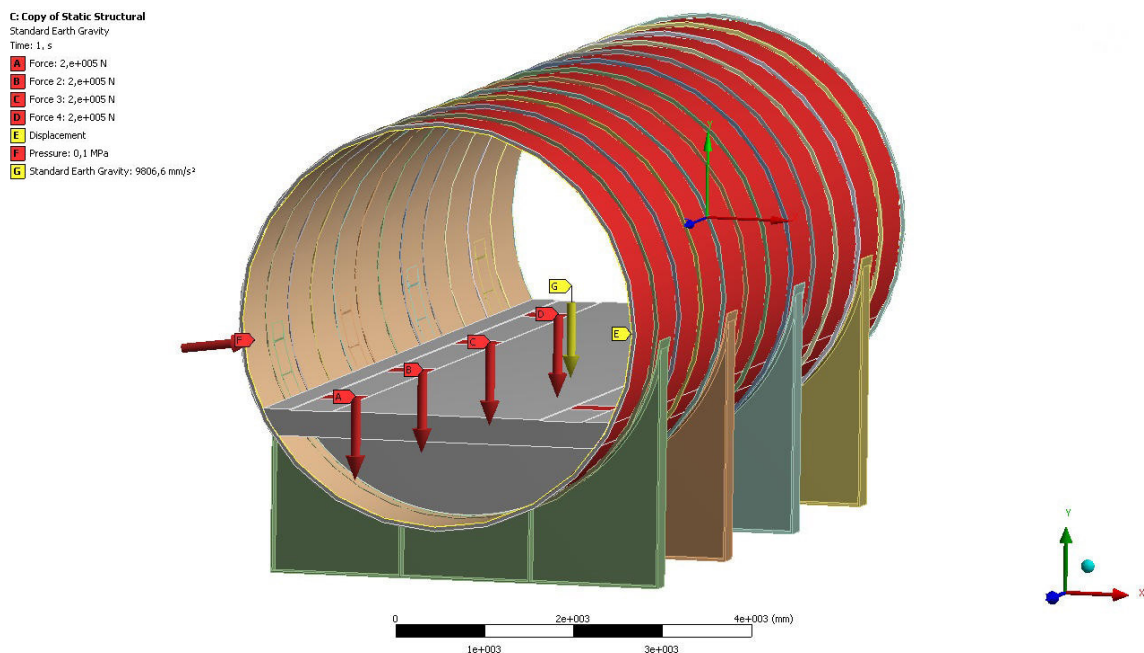
Приведем основные элементы конструкции строительной секции вакуумного трубопровода с расположенной внутри системой магнитного подвеса.



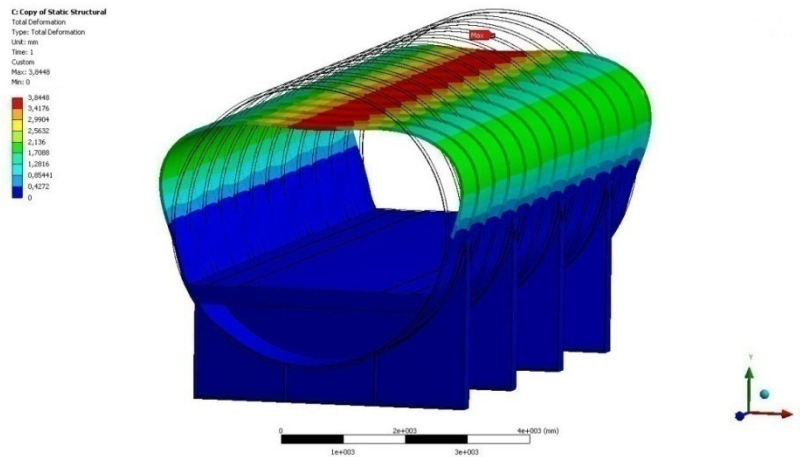
*Рис.5. Общий вид секции вакуумного трубопровода.*

*1 – обечайка цилиндрическая; 2 – поперечные ребра жесткости; 3 – опора электромагнитного подвеса; 4 – опора обечайки вакуумного трубопровода.*

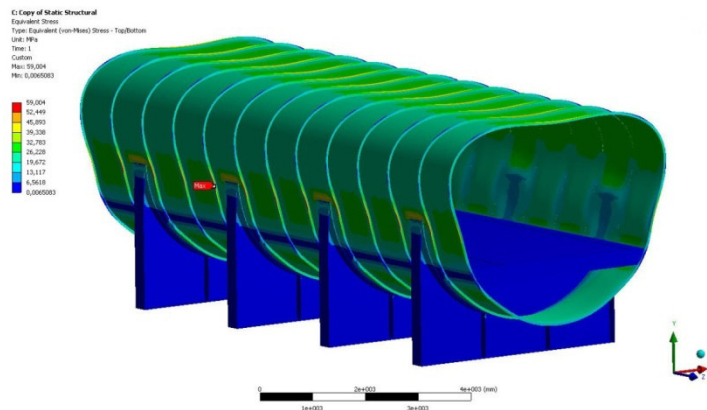
На Рис. 6-8. представлены результаты численного моделирования напряженно-деформированного состояния секции вакуумного трубопровода с учетом гравитации в программной среде конечно-элементного анализа ANSYS.



*Рис.6. Расчетная схема секции вакуумного трубопровода.*

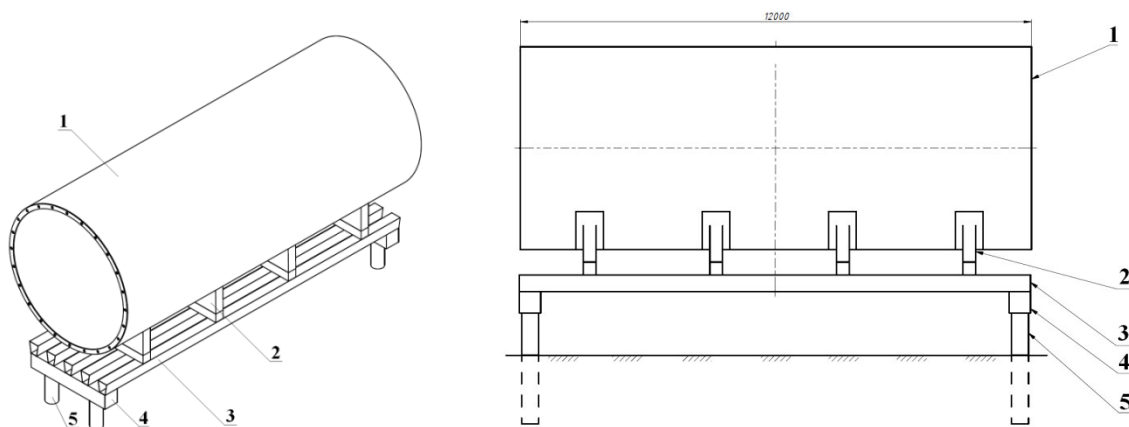


*Рис.7. Суммарные перемещения секции вакуумного трубопровода.*



*Рис.8. Напряженно-деформированное состояние секции вакуумного трубопровода.*

Опоры вакуумного трубопровода устанавливаются на ортотропную плиту или продольные балки. Ортотропная плита монтируется на ригель, а ригель в свою очередь установлен на сваях. Окончательный вид скомпонованной строительной ячейки магистрали вакуумно-левитационной транспортной системы представлен на Рис. 9.



*Рис.9. Способ компоновки основной строительной ячейки магистрали вакуумно-левитационной транспортной системы. 1 – вакуумный трубопровод; 2 – опора вакуумного трубопровода; 3 – продольные балки либо ортотропная плита; 4 – ригель; 5 – сваи.*

## **6. Выводы.**

Проектирование и расчет конструкции вакуумного трубопровода, а также систем откачки, кондиционирования, жизнеобеспечения вакуумного поезда, их оценка и оптимизация, позволит снизить возможные риски создания вакуумно-левитационной транспортной системы.

Полученные данные, в свою очередь, позволяют рассчитать затраты на постройку вакуумно-левитационной системы с целью технико-экономического обоснования проекта и снижения рисков инвестиционных вложений.

## Литература

1. Hyperloop Alpha. Intro. // <http://www.spacex.com> : сайт SpaceX. 2016. URL. [http://www.spacex.com/sites/spacex/files/hyperloop\\_alpha-20130812.pdf](http://www.spacex.com/sites/spacex/files/hyperloop_alpha-20130812.pdf) (дата обращения 22.08.2016).
2. Форгач Р.Л. Скоростной вакуумный трубопроводный транспорт — конкурент реактивной авиации // Наземный транспорт 80-х годов. — М.: Мир, 1974.-С 121-137.
3. Zhang Y.P., Oster D., Kumada M. Key vacuum technologies to be solved in evacuated tube transportation // Journal of Modern Transportation. 2011. 19(2): P. 110-113.
4. В.М. Фомин, Д.Г. Наливайченко, Ю.А. Терентьев. К вопросу выбора диапазона рабочих параметров вакуумного магнитолевитационного транспорта. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОБЕЛЛА. 2016. с.273 – 283.
5. И.А. Воробьев, Р.О. Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н. Белоконев. Высокоскоростной транспорт на основе магнитной левитации в разреженной среде. Материалы IX Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОБЕЛЛА. 2014. с.247 – 263.
6. Patent Number 5433155 «High speed transport system»/ Inventors: O'Neill et al. / July 18, 1995.
7. Движение без трения. // Сайт, посвященный Борису Петровичу Вейнбергу. 2015. URL. [http://veinberg.o7.ru/pdf/no\\_friction\\_motion.pdf](http://veinberg.o7.ru/pdf/no_friction_motion.pdf) (дата обращения 22.08.2016).
8. Ozawa K. The Experiment on the Supersonic Rocket Train (яп.) // Journal of the Japan Society of Mechanical Engineers : журнал. — 1970. — 第73 (618) 数. — 第1000-1005 頁.
9. Enclosed tube maglev system tested in China// Tech Xplore. 2016. URL. <https://techxplore.com/news/2014-05-enclosed-tube-maglev-capable-mph.html> (дата обращения 22.08.2016).
10. Зайцев А.А., Антонов Ю.Ф., Коськин Ю.П. Магнито-левитационная транспортная технология / Под ред. старшего вице-президента ОАО «РЖД» В.А. Гапановича. – СПб.: Питер, 2013. – С.60.
11. Мак-Доналд А. Сверхвысокочастотный пробой в газах. М.: Мир, 1969. с. 206.
12. Ю. К. Васильев, С. Б. Нестеров, Т. С. Васильева, Анализ современного состояния рынка оборудования систем создания и поддержания вакуума, ВТТ, 2006, т. 16, №1, с. 55-62.
13. Воронин Г.И. Системы кондиционирования воздуха на летательных аппаратах. М. «Машиностроение», 1973, с. 170-174.

## СЕКЦИЯ 6 КРИОГЕННАЯ И КРИОВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА

### Применение монодисперсных гранул в регенеративном теплообменнике криогенной газовой машины Гиффорда-Мак-Магона

*В.Б.Анкудинов, Ю.А.Марухин, В.П.Огородников, В.А.Рыжков*  
*Московский энергетический институт (НИУ МЭИ),*  
*Москва, Красноказарменная ул., 14. E-mail: [ankudinovvb@mpei.ru](mailto:ankudinovvb@mpei.ru)*

*Проведено исследование возможности применения технологии получения монодисперсных гранул при диспергировании сплава редкоземельного металла ErNi. Показана эффективность применения технологии в этом случае. Опыты на двухступенчатой криогенной газовой машине Гиффорда-Мак-Магона не позволили выявить преимущество ErNi по сравнению с традиционно применяемым Er3Ni вследствие малой длины регенеративного теплообменника второй ступени.*

*Application of monodisperse granules in the regenerative heat exchanger of GM cryocooler. V.B.Ankudinov, Y.A.Marukhin, V.P. Ogorodnikov, V.A.Rygvov. The possibility of using the technology of monodisperse granules by dispersing the rare earth alloy ErNi is investigated. The effect of this technology is shown. The experiments on two-stage GM cryocooler have not revealed the ErNi advantage over the traditionally used Er3Ni due to the small length of the regenerative heat exchanger of the second stage.*

Примерно 20 лет назад в Центре высоких технологий Московского энергетического института началась разработка технологии получения монодисперсных гранул из различных металлов и сплавов, используемых в криогенной технике в качестве насадков регенеративных теплообменников криогенных газовых машин (КГМ). Технология основана на физическом эффекте вынужденного капиллярного распада струи [1]. Созданы грануляторы и освоено производство монодисперсных гранул. Поставки монодисперсных гранул осуществляются как у нас в стране, так и за рубеж (США, Германия, Китай). До сих пор наших партнеров интересовали монодисперсные гранулы из сплавов свинца с сурьмой Pb95Sb5 и редкоземельных металлов Er3Ni и HoCu2. Однако, в исследовательских центрах ряда стран постоянно проводятся работы по совершенствованию КГМ различными способами, включая поиски альтернативных материалов насадки нижней ступени регенеративного теплообменника [2]. Вследствие этого в последнее время появился интерес к сплаву ErNi.

Целью работы является исследование возможности применения технологии монодисперсного гранулирования в случае производства гранул из сплава ErNi. Кроме того, представляет интерес проведение опытов с насадками из этого сплава на криогенной газовой машине Гиффорда-Мак-Магона.

Особенность диспергирования струи расплава ErNi связана с высокой температурой плавления сплава ErNi, которая составляет  $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , что примерно на  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  выше по сравнению с Er3Ni и HoCu2 (рис.1). Вследствие этого при истечении струи усиливается эффект смачивания расплавом ErNi поверхности фильеры в области выходного отверстия. Расплав растекается по торцу фильеры и даже может подниматься по ее внешней поверхности вверх на несколько мм (рис.2, средняя фильера). При этом в начальной зоне струи происходит сильное искажение ее цилиндрической формы. Это негативно влияет на характеристики вынужденного капиллярного распада струи. Распад струи становится полидисперсным и получить монодисперсные гранулы в этих условиях невозможно. Улучшить ситуацию можно путем нанесения на поверхность фильеры пленок, уменьшающих смачивание фильеры [3].



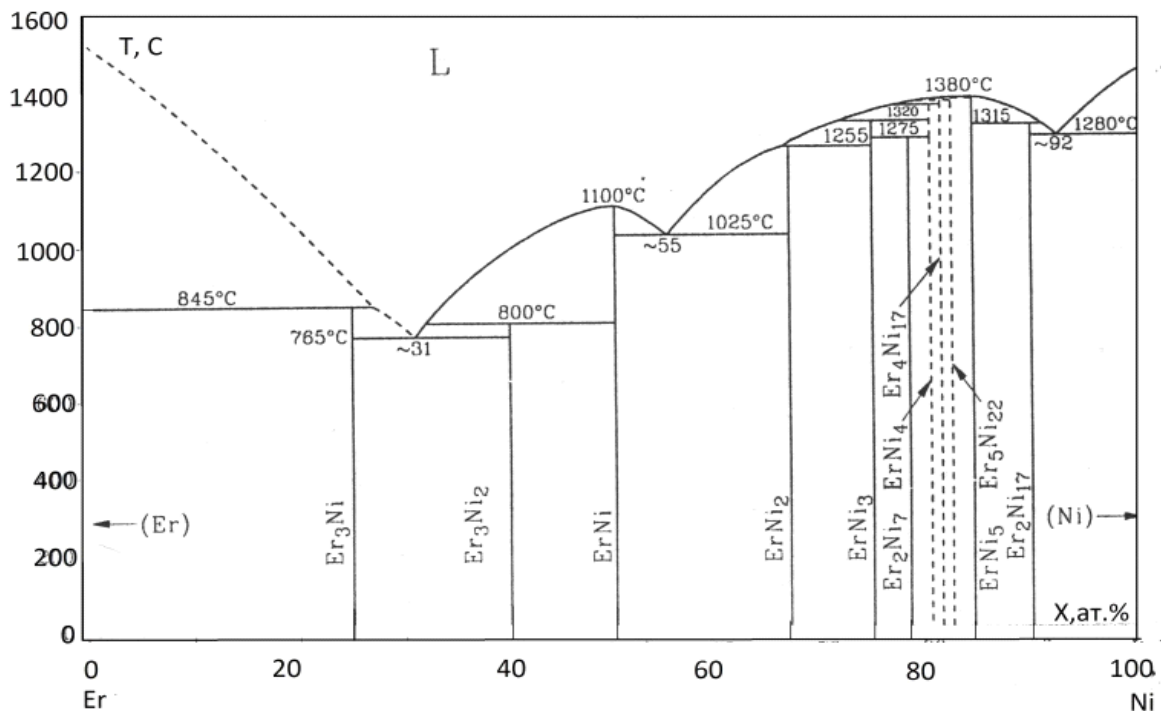


Рис. 1. Диаграмма состояния Er –Ni .



Рис.2. Фотография фильера: слева – до диспергирования, посредине – эта же фильера после диспергирования ErNi, справа – фильера с модифицированной поверхностью после диспергирования ErNi .

Такая модификация поверхности фильеры позволила использовать хорошо отработанную технологию монодисперсного гранулирования и для случая ErNi (рис.2, правая фильера). Выход годных гранул при этом составляет более 90%. Отклонение диаметра гранул от среднего значения не превышает 5%.

После получения первых опытных образцов монодисперсных гранул ErNi была предпринята попытка исследования эффективности их применения в КГМ. Опыты проводились на экспериментальном стенде, описание которого приведено в [4]. Основой стенда являлась двухступенчатая криогенная газовая машина Гиффорда-Мак-Магона. Для измерения температуры второй ступени КГМ использовались индивидуально отградуированные термпары из меди и легированной железом меди.

Вытеснитель первой ступени не изменялся при проведении опытов и был заполнен латунной сеткой. При заполнении вытеснителя второй ступени использовались монодисперсные гранулы из сплава свинца и сурьмы Pb95Sb5 диаметром  $d = 280$  мкм, из ErNi( $d = 210$  мкм) и Er3Ni( $d = 210$  мкм). Зависимость теплоемкости этих материалов от температуры приведена на рис.(3). Исследованные варианты заполнения вытеснителя второй ступени показаны в таблице 1.

Таблица 1. Варианты заполнения вытеснителя

№	1	2	3	4
Материал гранул	Pb95Sb5 d = 280 мкм масса гранул - 259 гр	Pb95Sb5 d = 280 мкм масса гранул - 192 гр ErNi d = 210 мкм масса гранул - 59 гр	Pb95Sb5 d = 280 мкм масса гранул - 223гр ErNi d = 210 мкм масса гранул - 27гр	Pb95Sb5 d = 280 мкм масса гранул - 223гр Er3Ni d = 210 мкм масса гранул - 27гр

Полученные результаты показаны на рис.4, где приведены опытные данные по зависимости холодопроизводительности 2-й ступени от температуры для разных вариантов заполнения вытеснителя.

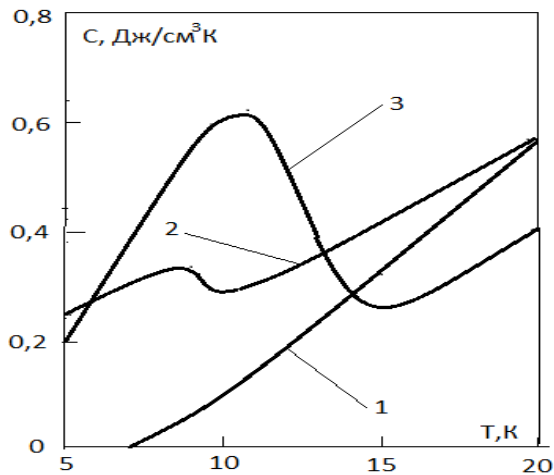


Рис.3. Зависимость теплоемкости материалов от температуры. 1 - Pb95Sb5, 2-й ступени от температуры для разных вариантов заполнения вытеснителя. 2 - Er3Ni, 3 -ErNi.

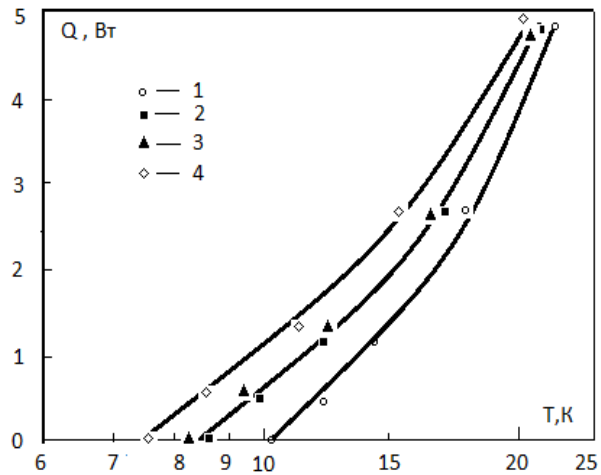


Рис.4. Зависимость холодопроизводительности 2-й ступени от температуры для разных вариантов заполнения вытеснителя. Обозначения на рисунке соответствуют таблице 1.

Рассмотрим опытные данные в случае отсутствия тепловой нагрузки второй ступени КГМ. При заполнении вытеснителя только гранулами Pb95Sb5 (вытеснитель №1) наблюдалась самая высокая температура второй ступени ( $T=10,1$  К). В случае заполнения нижней части вытеснителя гранулами из ErNi (№2 и №3) температура понижается примерно на 1,5 К. При этом температура слабо зависит от массы гранул ErNi. Уменьшение массы гранул примерно в два раза приводит к изменению температуры лишь на 0,5 К. При заполнении нижней части вытеснителя гранулами из Er3Ni температура второй ступени КГМ понижается еще больше и достигает значения  $T=7,6$  К. Объяснить полученные результаты можно при рассмотрении зависимости теплоемкости исследованных материалов от температуры. Теплоемкость ErNi в области температур ниже  $T=10$  К имеет высокий уровень. С ростом температуры она резко падает и становится меньше, чем у Er3Ni и Pb95Sb5. Поэтому для того, чтобы реализовать преимущество ErNi по сравнению с Er3Ni нужно увеличить предварительное охлаждение теплоносителя в верхней части теплообменника, заполненной гранулами Pb95Sb5, что можно достичь увеличением длины вытеснителя второй ступени КГМ.

В результате работы была показана применимость технологии монодисперсного гранулирования для получения монодисперсных гранул из сплава редкоземельного металла ErNi. Опыты на двухступенчатой криогенной газовой машине Гиффорда-Мак-Магона не

позволили выявить преимущество  $\text{ErNi}$  по сравнению с традиционно применяемым  $\text{Er3Ni}$  вследствие малой длины регенеративного теплообменника второй ступени.

#### Литература

1. Способ получения монодисперсных сферических гранул. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников. Патент РФ 2174060, 2001.
2. Методы повышения эффективности регенераторов второй ступени криокулера Гиффорда-Макмагона. М.В. Калужный, Наука и образование, № 11, 2012, с.55-66.
3. Способ получения монодисперсных сферических гранул. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников. Патент РФ 2015117107, 2016.
4. Влияние теплофизических свойств материала насадки регенеративного теплообменника на характеристики работы криогенной газовой машины Гиффорда-Мак-Магона В.Б.Анкудинов, Ю.А.Марухин, В.П.Огородников, В.А.Рыжков. Материалы 9-й Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология». Москва, КВЦ «Сокольники» 2014, 15-17 апреля, с. 304-307, ООО «Издательство Новелла».

### **Оценка максимальной разности температур создаваемой вакуумным туннельным диодом (ВТД) в режиме охлаждения**

*С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Р.О. Кондратенко  
Москва ОАО «НИИВТ им. С.А. Векшинского», Нагорный проезд, 7  
E-mail: holopkinai@mail.ru*

*В работе проведена теоретическая оценка максимальной разности температур создаваемой вакуумными туннельными диодами (ВТД) в режиме охлаждения. Показано, что максимальная разность температур может достигать 210 К. Эта величина больше чем в 2,5 раза превышает максимальную разность температур создаваемой термоэлектрическими охлаждающими приборами. Результаты вычислений показывают перспективность использования ВТД в системах охлаждения для микроэлектроники, медицины и техники.*

***Estimation of Maximal Temperature Difference Created by Vacuum Tunnel Diodes (VTD) in Cooling Mode of Operation. S.B. Nesterov, A.I. Holopkin, R.O. Kondratenko.** The paper presents a theoretical evaluation of the maximal temperature difference created by tunnel diodes (VTDs) in the cooling mode of operation. It was shown that the maximal temperature difference could reach value of 210 K. This value is more than by 2.5 times higher than the maximal temperature difference created thermoelectric cooling devices. The results of calculation shows the prospects of using VTDs in cooling systems for microelectronics, medicine and technology.*

В настоящее время в холодильной технике используются в основном холодильные установки компрессорного типа и термоэлектрические преобразователи энергии.

Основными характеристиками охлаждающих приборов являются: максимальная холодильная мощность, максимальный перепад температур и холодильный коэффициент равный отношению холодильной мощности к потребляемой электрической мощности.

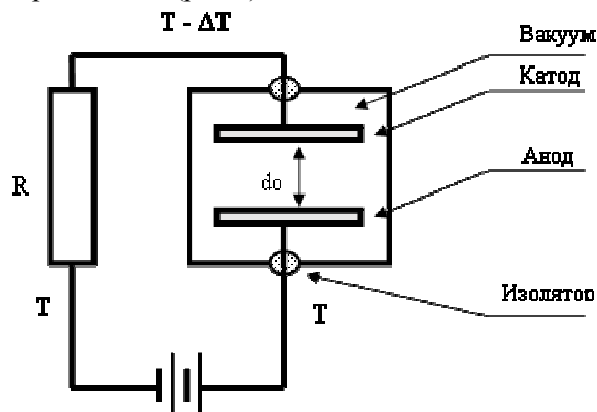
Холодильные установки компрессорного типа характеризуются высокими величинами удельной холодильной мощности, высокими значениями перепада температур до 150 К и высокими значениями холодильного коэффициента в диапазоне 3-4 [1]. Недостатками таких установок являются наличие движущихся механических частей и хладагентов, повышенные значения вибраций и шума, сравнительно низкая надежность и высокая удельная стоимость.

Термоэлектрические охлаждающие приборы являются твердотельными приборами свободными от выше перечисленных недостатков холодильных установок компрессорного

типа. Однако они имеют более низкие величины удельной холодильной мощности, сравнительно невысокие значения перепада температур до 70 - 90 К и низкие значения холодильного коэффициента в диапазоне 0,5 - 1,2 [2, 3].

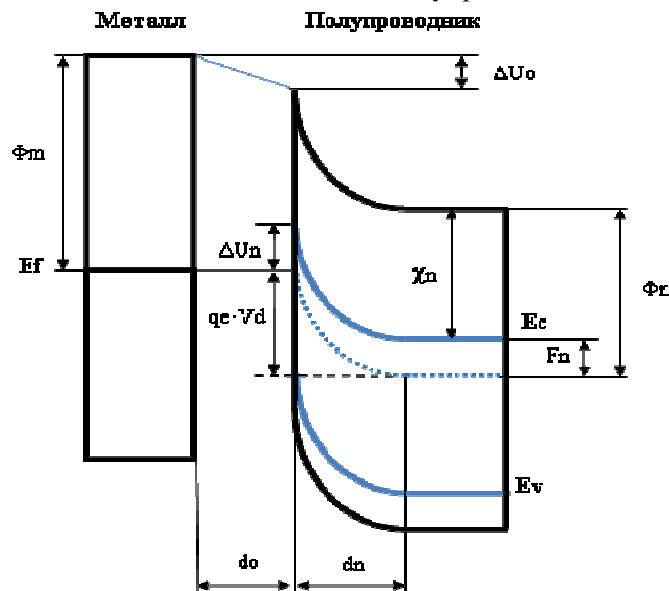
В последние годы появился ряд теоретических исследований по созданию вакуумных диодов с размерами основных элементов, лежащими в нанометровом и субнанометровом диапазонах, и предназначенных для их использования в холодильной технике, которые по своим техническим характеристикам и себестоимости должны превосходить холодильные установки компрессорного типа и термоэлектрические преобразователи энергии [4, 5].

ВТД состоят из двух плоских электродов, помещенных в вакуум и разделенных промежутком шириной до порядка 1 нм (рис.1).



*Рис. 1. Схема ВТД, работающего в режиме охлаждения, где  $d_0$  – расстояние между электродами,  $(T - \Delta T)$  – температура катода,  $T$  – температура анода и  $R$  – электрическое сопротивление нагрузки и металлических соединений ВТД с источником питания.*

На рис. 2 представлена зонная энергетическая диаграмма ВТД состоящего из металлического катода и анода, изготовленного из полупроводник n-типа проводимости.



*Рис. 2. Зонная энергетическая диаграмма ВТД работающего в режиме охлаждения, где  $E_f$  – положение уровня Ферми в металле;  $E_c$  и  $E_v$  – положение уровня дна зоны проводимости и потолка валентной зоны в полупроводнике соответственно;  $d_0$  – расстояние между электродами,  $d_n$  – ширина обедненного слоя в полупроводнике;  $\Phi_m$  и  $\Phi_p$  - работа выхода электронов из металла и полупроводника соответственно;  $V_d$  – напряжение на ВТД,  $F_n$  – положение уровня Ферми в полупроводнике, отсчитанное от края зоны проводимости;  $\Delta U_n$  – высота барьера в полупроводнике;  $\chi_n$  – электронное сродство равное разности энергий между дном зоны проводимости и уровнем вакуума;  $\Delta U_0$  – высота барьера в вакуумном зазоре.*

Работа выхода электронов из катода выше работы выхода электронов из анода, температура катода ниже температуры анода.

Расчет основных характеристик ВТД, таких как плотность электрического тока, максимальная холодильная мощность, холодильный коэффициент и максимальный перепад температур проводился в следующих предположениях [5]:

- электроды в ВТД плоские и параллельны друг другу, характеристики ВТД зависят только от координаты  $z$  в направлении перпендикулярном плоскости электродов,
- ВТД находится в состоянии термодинамического равновесия,
- протекание электрического тока не нарушает термодинамическое равновесие,
- отсутствие поверхностных состояний в полупроводнике,
- высота потенциального барьера в полупроводнике  $\Delta U_n \gg K_b \cdot T$ , где  $K_b$  – константа Больцмана,
- ширина обедненного слоя в полупроводнике меньше длины свободного пробега электронов, поэтому расчеты плотности потока электронов можно проводить в баллистическом режиме,
- отсутствие переноса тепла за счет решеточной теплопроводности из-за наличия вакуумного зазора между электродами.

Если к системе ВТД–металлическое соединение приложить напряжение  $V_s$  от источника питания, то через систему начнет протекать электрический ток. При этом напряжение  $V_s$  равно сумме падений напряжения на вакуумном туннельном диоде  $V_d$  и на сопротивлении металлического проводника  $V_r$  ( $V_s = V_d + V_r$ ).

Электроны, создающие электрический ток из металла в полупроводник, должны иметь высокую энергию, необходимую для преодоления потенциального барьера, поэтому они отбирают тепло от катода приводя его к охлаждению. Величина потока энергии ВТД (холодильная мощность) пропорциональна величине электрического тока. С уменьшением  $d_0$  до значений порядка несколько межатомных расстояний электроны с большой вероятностью могут туннелировать через вакуумный зазор и для того, чтобы покинуть катод им необходимо преодолеть потенциальный барьер высотой  $\Delta U_n$  примерно равной разности работ выхода электронов из металла и полупроводника. Оптимальная величина  $\Delta U_n$  должна находиться в диапазоне 0,1 - 0,3 эВ, которая обеспечивается правильным выбором металла и полупроводника, а также уровнем легирования полупроводника. При этих условиях могут достигаться большие значения электрического тока и холодильной мощности.

В расчетах также учитывалось снижение высоты потенциального барьера за счет сил изображения, наличие области объемного заряда в полупроводнике и влияние металлических соединений между вакуумным туннельным диодом и источником питания, приводящих к паразитному обратному направленному потоку тепла от горячей к холодной стороне ВТД.

Расчеты проводились в баллистическом режиме [5]. В этом случае плотность электрического тока  $j(d_0, \Delta T, V_d)$  равна разности плотности тока из металла в полупроводник  $j_{ms}(d_0, \Delta T)$  и плотности тока из полупроводника в металл  $j_{sm}(d_0, V_d)$ :

$$j(d_0, \Delta T, V_d) = j_{ms}(d_0, \Delta T) - j_{sm}(d_0, \Delta T, V_d), \quad (1)$$

где

$$j_{ms}(d_0, \Delta T) = \frac{4 \cdot \pi \cdot q_e \cdot m}{h^3} \int_0^\infty \int_0^\infty \tau(E_z, V_d) \cdot \frac{1}{\left[ \exp \left[ \frac{(E_r + E_z - F)}{K_b \cdot (T - \Delta T)} \right] + 1 \right]} dE_r dE_z, \quad (2)$$

$$j_{sm}(d_0, \Delta T, V_d) = \frac{4 \cdot \pi \cdot q_e \cdot m}{h^3} \int_0^\infty \int_0^\infty \tau(E_z, V_d) \cdot \frac{1}{\left[ \exp \left[ \frac{(E_r + E_z - F - V_d)}{K_b \cdot T} \right] + 1 \right]} dE_r dE_z, \quad (3)$$

где  $q_e$  – заряд электрона,  $m$  – масса электрона,  $h$  – константа Планка,  $E_r$  – энергия электронов с импульсами, лежащими в плоскости параллельной поверхности электродов,  $E_z$  – энергия электронов с импульсами, лежащими в направлении перпендикулярном поверхности

электродов,  $F$  – энергия Ферми,  $K_b$  – постоянная Больцмана,  $T$  – абсолютная температура,  $V_d$  – напряжение на ВТД,  $\tau(E_z, V_d)$  – коэффициент прозрачности потенциального барьера.

Аналогично плотность потока энергии переносимой электронами через вакуумный зазор (холодильная мощность)  $q(d_o, \Delta T, V_d)$  равна разности плотности потока энергии из металла в полупроводник  $q_{ms}(d_o, \Delta T)$  и плотности потока энергии из полупроводника в металл  $q_{sm}(d_o, V_d)$ :

$$q(d_o, \Delta T, V_d) = q_{ms}(d_o, \Delta T) - q_{sm}(d_o, \Delta T, V_d), \quad (4)$$

где

$$q_{ms}(d_o, \Delta T) = \frac{4 \cdot \pi \cdot m}{h^3} \int_0^\infty \int_0^\infty \tau(E_z, V_d) \cdot (E_r + E_z) \cdot \frac{1}{\left[ \exp \left[ \frac{(E_r + E_z - F)}{K_b \cdot (T - \Delta T)} \right] + 1 \right]} dE_r dE_z, \quad (5)$$

$$q_{sm}(d_o, \Delta T, V_d) = \frac{4 \cdot \pi \cdot m}{h^3} \int_0^\infty \int_0^\infty \tau(E_z, V_d) \cdot (E_r + E_z) \cdot \frac{1}{\left[ \exp \left[ \frac{(E_r + E_z - F - V_d)}{K_b \cdot T} \right] + 1 \right]} dE_r dE_z. \quad (6)$$

Наличие металлического соединения снижает холодильную мощность из-за возникновения паразитного потока тепла в проводнике, направленного от горячей стороны к холодной. Паразитный поток тепла складывается из двух компонент: компоненты, связанной с выделением Джоулева тепла в проводнике при протекании через него электрического тока, и компоненты обусловленной теплопроводностью при приложении разности температур к концам проводника.

Простые вычисления показывают, что минимальный поток тепла  $q_{cu}$  зависит только от величины электрического тока, разности температур, теплопроводности и удельного сопротивления проводника:

$$q_{cu}(d_o, \Delta T, V_s) = j(d_o, \Delta T, V_s) \cdot \sqrt{2 \cdot \kappa_{cu} \cdot \rho_{cu} \cdot \Delta T}, \quad (7)$$

где  $\kappa_{cu}$  и  $\rho_{cu}$  теплопроводность и удельное сопротивление металла (в данном случае меди) соответственно.

Холодильная мощность вакуумного туннельного диода равна разности холодильной мощности  $q(d_o, \Delta T, V_s)$  и паразитного потока тепла  $q_{cu}(d_o, \Delta T, V_s)$ :

$$Q(d_o, \Delta T, V_s) = q(d_o, \Delta T, V_s) - q_{cu}(d_o, \Delta T, V_s). \quad (8)$$

Электрическая мощность, необходимая для охлаждения, равна произведению напряжения на плотность электрического тока:

$$P(d_o, \Delta T, V_s) = V_s \cdot j(d_o, \Delta T, V_s). \quad (9)$$

Холодильный коэффициент  $COP(d_o, \Delta T, V_s)$  вакуумного туннельного диода определяется как отношение холодильной мощности к потребляемой электрической мощности:

$$COP(d_o, \Delta T, V_s) = \frac{Q(d_o, \Delta T, V_s)}{P(d_o, \Delta T, V_s)}. \quad (10)$$

### Выводы

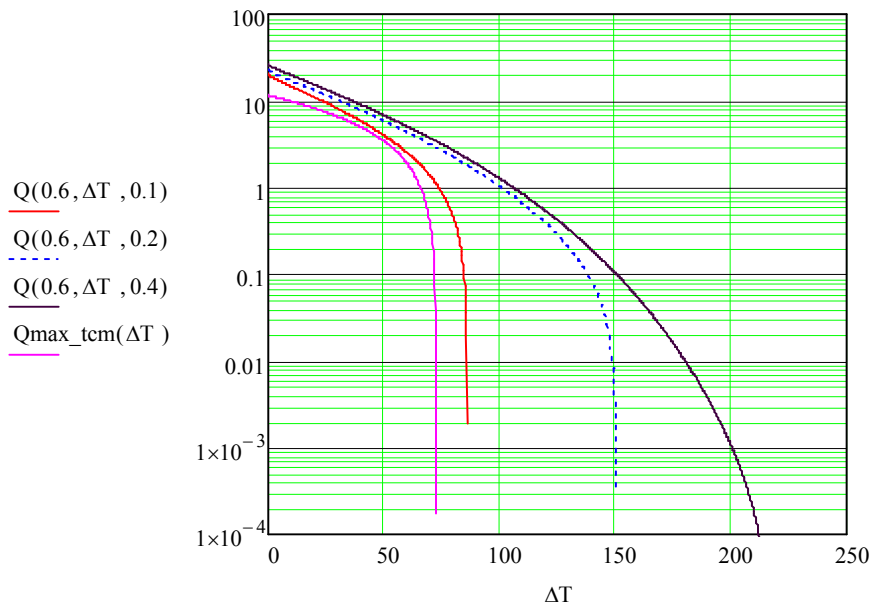
Расчеты характеристик ВТД проводились в широком диапазоне изменения следующих параметров: разность работ выхода электронов из металла и полупроводника n-типа проводимости 0,1 – 1,0 эВ (работа выхода из полупроводника 4,2 эВ для кремния), концентрация донорной примеси  $10^{20} - 10^{25} \text{ м}^{-3}$ , расстояние между электронами 0,1 – 5,0 нм, разность температур между электродами  $\Delta T = 0 - 300 \text{ К}$ . В расчетах учитывались высота потенциального барьера на поверхности полупроводника, ширина области объемного заряда в полупроводнике и характеристики металлических соединений, создающих паразитный поток тепла.

В результате проведенных расчетов было показано, что оптимальными параметрами ВТД для получения максимальных холодильной мощности и холодильного коэффициента являются:

концентрации электронов в полупроводнике  $10^{24} - 10^{25} \text{ м}^{-3}$ , ширина вакуумного зазора 0,5 - 0,7 нм и разность работ выхода электронов из металла и полупроводника 0,2 – 0,3 эВ.

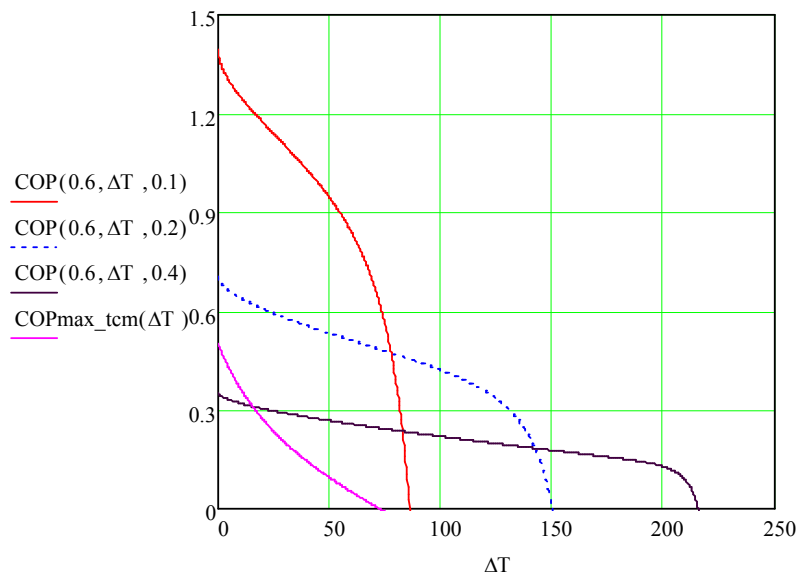
Для сравнения вакуумных туннельных диодов с термоэлектрическими (ТЭ) приборами были выполнены расчеты характеристик последних. В качестве термоэлектрических материалов были выбраны сплавы теллурида висмута, которые в настоящее время обладают наилучшими характеристиками в температурном диапазоне 100 – 300 К.

На рис. 3 представлены типичные зависимости холодильной мощности вакуумного туннельного диода для разных значений напряжения питания  $V_s$  и ТЭ модуля от создаваемой разности температур.



*Рис. 3. Зависимости холодильной мощности вакуумного туннельного диода  $Q(do, \Delta T, V_s)$  ( $do = 0,6 \text{ нм}$ ,  $V_s = 0,1, 0,2 \text{ и } 0,4 \text{ В}$ ) и ТЭ модуля  $Q_{tem}(\Delta T)$  в  $\text{Вт}/\text{см}^2$ .*

На рис. 4 представлены типичные зависимости холодильного коэффициента вакуумного туннельного диода для разных значений напряжения питания  $V_s$  и ТЭ модуля от создаваемой разности температур.



*Рис. 4. Зависимости холодильного коэффициента вакуумного туннельного диода  $COP(do, \Delta T, V_s)$  ( $do = 0,6 \text{ нм}$ ,  $V_s = 0,1, 0,2 \text{ и } 0,4 \text{ В}$ ) и ТЭ модуля  $COP_{tem}(\Delta T)$  от создаваемой разности температур  $\Delta T$  в К.*



Результаты проведенных вычислений характеристик ВТД, работающих в режиме охлаждения, показали следующее:

- максимальная разность температур ВТД составляет 210 К, в то время, как для ТЭ приборов – 74 К, что делает ВТД перспективными преобразователями энергии для их использования в системах охлаждения для микроэлектроники, медицины и специальной техники,
- холодильная мощность ВТД превышает холодильную мощность ТЭ приборов в 1,5 раза и в 6,0 раз для ширины вакуумного зазора 0,6 нм и 0,5 нм соответственно,
- холодильный коэффициент ВТД превышает холодильный коэффициент ТЭ приборов в 2,8 и в 10 раз для ширины вакуумного зазора 0,6 нм и 0,5 нм соответственно,
- холодильная мощность и холодильный коэффициент ВТД сравнимы по величине с аналогичными характеристиками холодильников компрессорного типа.

#### Литература

1. Кошкин Н. Н., Сакун И. А., Бамбушек Е. М., Холодильные машины, «Машиностроение», 1985, 510 с.
2. Анатыхчук Л.И., Термоэлементы и термоэлектронные устройства, Справочник, Киев, «Наукова думка», 1978.
3. M.S. Dresselhaus and J.P. Heremans, Thermoelectric Handbook, Macro to Nano, Ed. by D.M. Rowe, CRC Press, 2006, Chap. 34
4. С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, «Оценка характеристик вакуумных туннельных диодов и возможности их использования в качестве генераторов электроэнергии», «НАНОИНДУСТРИЯ», № 2 (64), 2016, стр. 58 - 65.
5. С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Р.О. Кондратенко, «Оценка характеристик вакуумных туннельных диодов и возможности их использования в холодильной технике», Холодильная техника, № 6, 2016, стр. 40 - 46.

### **Криовоздействие при буллезно-некротическом рожистом воспалении нижних конечностей**

*С.С. Маскин, Л.А. Иголкина, А.В. Павлов, \*А.В. Буторина, \*\* С.Б. Нестеров,  
\*\*Р.О. Кондратенко*

*Волгоградский государственный медицинский университет*

*\*Российский национальный исследовательский медицинский университет им. Н.И. Пирогова*

*\*\*РНТВО им. академика С.А. Векинского*

*Криотерапия обладает многими лечебными факторами при буллезно-некротической форме рожистого воспаления и является необходимым и перспективным методом лечения этого заболевания.*

*Cryogenic treatment at bullosa necrotic erysipelas of lower extremities. S.S. Maskin, L.A. Igoalkina, A.V. Pavlov, A.V. Butorina, S.B. Nesterov, R.O. Kondratenko. Cryotherapy has many healing factors in bullesno-necrotic form of erysipelas and is a necessary and a promising method for treatment of this disease.*

Согласно современным эпидемиологическим данным рожистое воспаление занимает четвертое место среди инфекционных заболеваний, уступая лишь острым респираторным заболеваниям, кишечной инфекции, инфекционному гепатиту. Частота составляет 12-20% на 10 тыс. населения.

Рожа возникает у людей с пониженным иммунитетом. Связана с падением ответа иммунной системы на гемолитический стрептококк А в организме. Рожистое воспаление часто

осложняется лимфодемой, что ведет к инвалидизации. В 16-50% возникает рецидив. В последнее время отмечается нарастание числа резистентных штаммов гемолитического стрептококка. Количество тяжелых форм при этом составляет более 80%. Летальность от осложнений, вызванных рожистым воспалением (сепсис, гангрена, пневмония), составляет 5%.

Большое практическое значение вопросов разработки методов лечения рожистого воспаления нижних конечностей определяется не только высокой частотой их встречаемости, но и определенными трудностями при выборе оптимального. Эта проблема заключается в том, что на сегодняшний день не существует универсальных методов, которые могли бы осуществить лечение этих больных, а использование всего современного арсенала средств, что имеется на вооружении хирургии, порой, не дает желаемого результата.

Целью данной работы явилось - улучшить лечение осложненных форм рожистого воспаления путем применения новых физических методов – низких температур.

В клинике госпитальной хирургии Волгоградского государственного медицинского университета пролечено 11 больных с булезно-некротической формой рожистого воспаления нижних конечностей. 6 пациентов составили основную группу, у которых применялась криотерапия в дополнении к антисептическим средствам (фурацилин, димексид, оксиклозол и др.). 5 пациентов составили контрольную группу, которым применялись антисептические средства.

Криотерапия, в основном, проводилась методом распыления на расстоянии 3-5 см от пораженных участков в течение 3-4 секунд. (Рис. 1).

Кроме того, криотерапию проводили с помощью марлевого тампона, смоченного в жидком азоте. При этом больные отмечали чувство легкого жжения, покалывания. Криовоздействие прекращали при появлении инея на поверхности кожи.

Считаем, что при использовании воздушной криотерапии при рожистом воспалении нижних конечностей достигается охлаждение глубоких слоев кожи (собственно дермы) и проявляется его бактерицидное, противовоспалительное, иммуномодулирующее и регенерирующее лечебное действие.



*Рис. 1 . Рожистое воспаление нижней конечности.*

Обычно при булезно-некротической форме рожистого воспаления (для обрыва процесса) было достаточно проведения 2-3 процедур ежедневно.

В процессе аналитического наблюдения при проведении криотерапии выявлено позитивное изменение общего состояния, снижение температурной реакции, уменьшение отеков и отделений с 3-4 до 1,5-2.

Местно отмечалось значительное уменьшение болевого синдрома, красноты, отека. Отмечалось проявление ангиогенеза, что сказывалось проявлением кровоточивости в местах вскрывшихся булл.

Положительное влияние криотерапии способствовало уменьшению затрат на общую антибактериальную терапию и снижало продолжительность стационарного лечения на 6-7 дней.

Таким образом, криотерапия обладает многими лечебными факторами при буллезно-некротической форме рожистого воспаления нижних конечностей является необходимым и перспективным методом лечения этого заболевания.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

### С.А. Векшинский как экспериментатор

*В. П. Борисов*

*Институт истории естествознания и техники им.С.И. Вавилова РАН*

*Москва, 125315, ул. Балтийская, д.14*

*borisov7391@yandex.ru*

*Характерной чертой выдающегося ученого в области катодной электроники и вакуумной техники С.А. Векшинского была любовь к проведению экспериментов. На протяжении жизни, даже занимая руководящие должности на крупном заводе и в многопрофильном НИИ, он всегда старался находить время для личной экспериментальной работы.*

*S.A.Vekshinski as a an experimenter. V.P. Borisov. Despite of the fact that S.A.Vekshinski was very busy as the head of a big factory and a scientific Institute he always found time to make experiments in his laboratory himself.*

Интерес к науке, особенно к научным экспериментам, пробудился у академика С.А. Векшинского уже в школьные годы. Участь в Вильненском реальном училище, Сергей Векшинский начинает собирать дома всевозможные химические реактивы, с увлечением повторяет увиденные на уроках опыты, проводит эксперименты, встретившиеся ему в учебниках и книгах по химии. Набор химических реактивов, реторт, пробирок занимает дома целый шкаф, который родители не без уважения называют "аптекой".

В начале 1910 года семья Векшинских переезжает в Керчь. Сергей становится учащимся Керченской Александровской гимназии - учебного заведения с сильным преподавательским составом, сложившимися традициями. Новым увлечением, всерьез захватившим четырнадцатилетнего гимназиста, становятся физические опыты. Открыв для себя существование научно-популярного журнала "Физик-любитель", будущий академик загорается желанием повторять описанные в журнале эксперименты в домашней лаборатории. Вместе с товарищем по гимназии Колей Петровым после уроков друзья отправлялись домой к Векшинским, где закипала работа: сооружались гальванические батареи, реостаты, катушки Румкорфа - с самого начала оба приятеля отдавали предпочтение разделу электричества. Каждый новый номер журнала друзья ждали с нетерпением, и каждый раз затевалось изготовление новых приборов. Экспериментаторская работа потребовала овладения навыками разных профессий, и уже в гимназическом возрасте Сергей трудился в домашней мастерской как конструктор, слесарь, электрик и даже стеклодув.

Слухи о домашней лаборатории Сергея Векшинского дошли до гимназии. В одно из воскресений посмотреть на опыты своего ученика пришел инспектор физики Митрофан Иванович Кустовский. Оценив по достоинству научный уровень юного экспериментатора, Кустовский привлек Сергея к проведению лекций на так называемых воскресных чтениях для гимназистов. Кроме того, инспектор физики убедил Сергея Векшинского, что результаты его работ по изготовлению научных приборов вполне заслуживают публикации в журнале, который так нравился юному исследователю. Так, в 1912 г. в журнале "Физик-любитель" появились первые научные труды пятнадцатилетнего исследователя: "Электролитический прерыватель для катушки Румкорфа" [1] и "Самодельная гейслерова трубка"[2].

По окончании гимназии в 1914 году Сергей Векшинский поступил в Санкт-Петербургский политехнический институт. Любознательный студент вскоре обратил на себя внимание выдающегося ученого, «папаши» А.Ф. Иоффе, который предложил Сергею более углубленно заниматься физикой электронно-ионных явлений, проводя исследования в лаборатории кафедры. Первая мировая война внесла изменения в планы учителя и ученика, и менее чем через год С. Векшинскому пришлось заниматься уже другими делами за тысячи километров от Политехнического института.

Вернуться в Петроград и вновь встретиться с профессором А.Ф. Иоффе С.А. Векшинский смог только в 1921 году. В возглавляемом А.Ф. Иоффе физико-техническом отделе Рентгенологического института С.А. Векшинский начал проводить исследования, связанные с разработкой электронных приборов - главным образом, приемно-усилительных и генераторных радиоламп.

В мае 1922 года профессор М.М. Богословский предлагает молодому исследователю заняться вместе с ним организацией первого советского электровакуумного завода. Двадцатипятилетний С.А. Векшинский становится главным инженером нового завода. Бывший студент с головой уходит в новые дела: организовать производство в условиях послевоенной разрухи совсем непросто.

Постепенно трудности преодолеваются, завод начинает выдавать продукцию, молодой главный инженер получает возможность больше времени отдавать исследовательской работе. Накопленный материал по результатам испытания изготовленных приборов побуждает С.А. Векшинского проанализировать взаимосвязь производственных факторов и срока службы ламп с использованием методов математической статистики. Проведенный анализ позволил выявить основные конструктивные и технологические факторы, определявшие долговечность приемно-усилительных ламп, выпускаемых заводом [3].

В 1927 г. совместно с сотрудником лаборатории К.П. Проновым С.А. Векшинский провел серию опытов, показавших высокое экспериментальное искусство будущего академика. Постановка опытов была связана с необходимостью определения оптимальных режимов нагрузки никелевых анодов при изготовлении и эксплуатации серийных ламп. В эксперименте показателем скорости испарения никеля являлся вес осаждаемого на пластину никелевого зеркала. Испарителем служила нагретая никелевая проволока. В объеме, откачанном до  $10^{-4}$  мм рт. ст., кроме проволоки (с устройством натяжения) и пластинки, находились также изящно выполненные микровесы, чувствительность которых достигала  $4 \cdot 10^{-7}$  г/мм [4].

После слияния в 1928 году Электровакуумного завода с заводом «Светлана» С.А. Векшинский возглавил заводскую научную лабораторию, в которую входили 90 специалистов, и опытная мастерская, насчитывающая 200 человек. На заводе «Светлана» разрабатывалась и производилась основная номенклатура электронных приборов широкого применения того времени. Заместитель директора по лабораториям С.А. Векшинский выработал для себя режим деятельности, несвойственный другим руководителям завода. В конце дня он переходил из своего кабинета в лабораторию, где занимался исследованиями и экспериментами, реализуя свои идеи по созданию новых приборов.

Наличие в составе заводской лаборатории квалифицированных разработчиков и мощной опытной мастерской придавало С.А. Векшинскому уверенность, что с таким коллективом ему по силам решение любой задачи. Когда на Западе появилась новинка фирмы Филипс - радиолампы с бариевым катодом, заместитель директора по лабораториям выступил со смелым, хотя и рискованным предложением: сделаем сами! Потребовались тысячи опытов и работа по 15-16 часов в сутки. Векшинский принес из дома раскладушку и после затянувшихся экспериментов ночевал на заводе. Сделали к концу 1930-го года бариевый катод по собственной технологии, с ничуть не худшими параметрами[5].

В апреле 1931 г. за досрочное выполнение планов первой пятилетки завод «Светлана» был награжден орденом Ленина. Заместитель директора по лабораториям С.А. Векшинский был удостоен своей первой правительственной награды - ордена Трудового Красного Знамени.

Уверенность в своих силах, активность в работе по преодолению трудностей, были характерны для Векшинского до конца 1936 года. Между тем, завод лихорадит: начавшаяся реконструкция идет с задержками, что отрицательно сказывается на текущем производстве. Как принято в таких случаях, вышестоящая организация поднимает вопрос об «укреплении руководства» завода. В июне 1936 года С.А. Векшинский назначается главным инженером завода.

Согласие стать главным инженером означало нести ответственность за все сбои производства, в том числе и за те, к которым С.А. Векшинский по существу не имел отношения. Усилия Сергея Аркадьевича не могли немедленно изменить ситуацию, план производства на 1936 год не был выполнен по основным показателям. В начале 1938 года С.А. Векшинский, так же как директор завода Н.А. Жук, секретарь парткома В.Д. Шахова, зав.

производством Л.С. Гранат, был арестован. И вот тюрьма «Кресты», следовательно, настойчиво требующий от бывшего главного инженера признаний во «вредительстве».

«Мне нечего писать о вредительстве и некого называть, - заявил Векшинский, - но, не видя выхода, я, очевидно, буду писать вам, но учтите, что это будет ложь».

Стараясь как-то выбраться из круга абсурдных обвинений и оправданий, Сергей Аркадьевич делает следователю заявление, что им не закончен отчет по исследованию оксидно-серебряно-цезиевых фотокатодов, имеющий большую важность для обороны страны. Несломленному заключенному доставляют лабораторные дневники и фотоматериалы, снабжают карандашом и бумагой. В течение нескольких месяцев в перерывах между допросами подследственный написал отчет «Исследование механизма активирования цезированных поверхностей»[6, с. 78-80].

Разбирательство по делу Векшинского заняло полтора года, в конце 1939 г. «вредителя» выпустили на свободу. Вряд ли придуманные им ходы сыграли в этом какую-то роль: небольшая волна освобождений в тот период была связана с потребностью промышленности в специалистах. Спустя полгода вышел из заключения еще один будущий академик – А.И. Берг, несколько позже – сидевший уже во второй раз А.Л. Минц.

Осенью 1940 года Векшинскому приходит в голову совершенно новая идея, связанная с получением тонких пленок в вакууме. При испарении разных металлов с двух или более источников на поверхности осаждения образуется металлическая пленка, состав которой меняется от точки к точке. Можно измерять электрические, химические и прочие характеристики такого пленочного образца, причем в каждой новой точке это будут характеристики сплава уже другого состава. Имея в распоряжении образец сплава меняющегося состава, металловедам не нужно изготавливать десятки и сотни образцов постоянного состава для их изучения.

В ноябре того же года Векшинский пишет письма академикам И.П. Бардину, А.А. Байкову и Н.Т. Гудцову с кратким описанием метода, который обещает дать значительную экономию труда при металлографических исследованиях в металлургии. Ученые отреагировали оперативно: все три академика побывали у автора письма, не имевшего, кстати, не только ученых степеней, но и законченного высшего образования. Заинтересовавшись новым методом, не стали откладывать дело в долгий ящик, и вскоре Векшинский докладывал о своих предложениях наркому тяжелого машиностроения В.А. Малышеву, наркому черной металлургии И.Ф. Тевосяну, а затем, секретарю ЦК ВКП(б) Г.М. Маленкову.

В марте 1941 г. постановлением ЦК ВКП(б) и Совнаркома С.А. Векшинский назначается начальником спецбюро, задачей которого является разработка и внедрение в практику нового метода металлографического исследования сплавов переменного состава. В состав спецбюро вошли хорошо знакомые Сергею Аркадьевичу по прежней работе Г.С. Вильдгрубе, К.П. Шахов, Т.А. Ковальчик и др. Вместе со своими надежными помощниками С.А. Векшинский принимается за проведение широкого круга экспериментов: отрабатывается техника испарения материалов в вакууме, изучаются кристаллизация и аллотропические превращения в осаждаемых пленках, их термоэлектрические характеристики и т. д.

После начала Великой отечественной войны программу исследований по тонкопленочным образцам пришлось сократить, хотя результаты ряда экспериментов открывали интересные перспективы. Опыты с испарением и конденсацией марганца, например, свидетельствовали, что образующаяся пленка принимает ту аллотропическую модификацию, зародыши которой имелись на поверхности осаждения. После проведения серии экспериментов 12 октября 1941 года Векшинский делает в своей рабочей тетради запись о принципиальной возможности получения алмазоподобных пленок испарением углерода в вакууме.

В конце 1941 года поредевшая лаборатория Векшинского была переведена в Новосибирск, где к тому времени находилась основная часть завода «Светлана». В годы войны Сергей Аркадьевич обрабатывает имеющийся материал и в середине 1944 года заканчивает и сдает в печать рукопись книги "Новый метод металлографического исследования сплавов"[7]. Книга выходит в свет в первые дни 1945 года.

С выходом книги быстро приходит официальное научное признание: в мае 1945 года С.А. Векшинский защищает на Ученом совете Института физических проблем АН СССР диссертацию на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. Спустя год

С.А. Векшинский уже член-корреспондент АН СССР, за разработку нового метода металлографического исследования сплавов ему присуждена Государственная премия СССР, в том же 1946 году он был награжден орденом Ленина.

Тяготы Великой отечественной войны позади. Однако впереди новые трудности, связанные с холодной войной, и они затронут пятидесятилетнего член-корреспондента АН СССР непосредственным образом.

Новые задачи исходят от Лаборатории № 2 АН СССР, руководимой И.В. Курчатовым. Фронт работ по атомной проблеме расширяется, для решения научных и инженерных задач привлекаются как академические институты, так и предприятия многих отраслей промышленности. На Центральную вакуумную лабораторию (так назывался коллектив Векшинского, начиная с 1946 г.) возлагаются разработки, связанные с созданием производительных высоковакуумных насосов, оборудования электромагнитной масс-сепарации изотопов урана, газоразрядных детекторов ионизирующих излучений.

В 1947 г. на основе Центральной вакуумной лаборатории создается Научно-исследовательский вакуумный институт (НИВИ), директором его назначается Векшинский. Основная масса сотрудников нового института - молодежь, приятно видеть молодой задор, увлеченность, с которой принимается за новое дело большинство сотрудников. Среди них пятидесятилетний Сергей Аркадьевич ощущает себя умудренным жизнью наставником, несущим ответственность за общее дело и судьбы всех членов коллектива.

Через год после того, как ЦВЛ была преобразована в НИВИ, коллектив института предьявляет весомые результаты своей работы: создан высоковакуумный пароструйный насос с рекордной быстротой действия 20 тыс. л/с, разработаны высокочувствительный масс-спектрометрический гелиевый течеискатель и источник ионов для установки разделения изотопов урана электромагнитным методом.

Высокочувствительный масс-спектрометрический течеискатель ПТИ-1 нашел широкое применение в атомной промышленности. Строившийся в тот период в Свердловской области газодиффузионный завод по производству высокообогащенного урана представлял собой невообразимое переплетение герметично соединенных труб длиной в тысячи метров. Поиск недопустимых для технологического процесса течей в трубах был одной из серьезных проблем предприятия. Течеискатель ПТИ-1 ("птичка", как окрестили его на заводе), затем усовершенствованная модель ПТИ-2, сняли эти проблемы, позволив устранять течи, не обнаруживаемые другими методами. Успешная работа С.А. Векшинского и главного инженера НИВИ М.И. Меньшикова по созданию и внедрению техники течеискания была отмечена присуждением им Сталинской премии за 1951 г.

В 1952 г., по предложению И.В. Курчатова, НИИ вакуумной техники, возглавляемый С.А. Векшинским, был привлечен к исследованиям и разработкам, связанным с решением проблемы внешнего нейтронного инициирования подрыва ядерных боеприпасов. Решение поставленной задачи требовало преодоления ряда серьезных трудностей. При обсуждении возможностей преодоления этих трудностей некоторыми специалистами, в частности, учеными радиотехнической лаборатории АН СССР, было высказано мнение, что создать автоматическое устройство подрыва атомного заряда с внешним источником нейтронов, используя имеющиеся к тому времени высоковольтные элементы и технологии, практически невозможно.

Опыт и талант С.А. Векшинского как экспериментатора и организатора и на этот раз сыграл решающую роль. Несмотря на пессимистические прогнозы, сотрудники НИВИ, возглавляемые С.А. Векшинским, вместе с группой А.А. Бриша из КБ-11 (г. Саров) смогли разработать в течение двух лет требуемые элементы системы - нейтронную трубку с высоковольтным коммутирующим устройством и на их основе создать новый блок автоматики подрыва атомного заряда с внешним источником нейтронов.

Вспоминая спустя много лет о том, какой вклад в решение поставленных задач внес Сергей Аркадьевич со своими сотрудниками, главный конструктор ядерных боеприпасов А.А. Бриш сказал:

«Совместная работа с С.А. Векшинским способствовала настоящему прорыву в разработке и применении необходимых импульсных нейтронных источников. Сергей Аркадьевич не боялся новых путей в науке, в его характере была черта, которую можно назвать научной дерзостью. Он взялся за создание специальных электровакуумных приборов для

ядерного оружия, несмотря на то, что некоторые маститые ученые считали положительный результат разработки маловероятным. В конечном счете, Векшинский оказался прав, его смелость помогла успешно решить поставленные проблемы. Уже летом 1954 года мы получили новые нейтронные трубки, провели их всесторонние испытания. Разработали управляемый коммутирующий элемент, дополняющий новую автоматику подрыва. Последующие испытания новых ядерных боеприпасов показали высокую эффективность и надежность приборов, созданных под руководством С.А. Векшинского»[8].

В 1955 году работа по созданию первой системы подрыва ядерных зарядов с внешним нейтронным источником, выполненная коллективом ученых, конструкторов и испытателей, в который вошли А.А. Бриш и С.А. Векшинский, была удостоена Государственной премии СССР [9].

В октябре 1956 г. друзья и коллеги поздравили С.А. Векшинского с шестидесятилетием. Большой и самоотверженный труд академика был высоко оценен: за большие заслуги перед страной он был удостоен звания Героя Социалистического Труда.

Теплые поздравления прислали многие ученые, в том числе А.Ф. Иоффе, П.Л. Капица, Н.Н. Семенов, И.В. Курчатов. "От всей души поздравляю Вас с самой высокой наградой, которую Вы заслужили в глазах всех, кто знает Вашу деятельность за 42 года, - написал юбиляру академик Иоффе. - Вспоминается ее начало. Помню, что я тогда еще правильно оценил Ваш талант и не испугался того, что Вы ушли из высшей школы: я был уверен, что для людей Вашего склада не один путь в жизни. Идите же и дальше своим путем, сочетающим физику с техникой, решающим одну задачу за другой и устраняющим препятствия..."[6, с.122].

В 1965 году, не дожидаясь своего семидесятилетия, Векшинский добился освобождения от поста директора и перешел на должность научного руководителя НИИВТ. Основное внимание теперь он уделяет проведению научно-технического совета и научного семинара, консультированию инженеров и ученых, выполняющих разнообразные исследования и разработки, и, конечно же, своей личной научной работе. Рядом с кабинетом академика совсем небольшая лаборатория, где он ведет экспериментальную работу. Большая лаборатория ему и не нужна. Установка для определения газопроницаемости материалов, а именно этой проблеме он отдает свободное от организационных дел время, занимает немного места. Во второй половине дня Векшинский, как правило, в своей лаборатории, перед ним рабочий журнал, столбец за столбцом в него вносятся данные опытов.

Еще в 1940-е годы, занимаясь разработкой нового метода металлографического исследования сплавов переменного состава, С.А. Векшинский написал в своем дневнике:

«Наука подобна растущему и развивающемуся дереву. На ее стволе возникают главные ветви и побочные ростки. Каждый из них может развиться до главной ветви. Это требует труда и времени. Тот, кто может ухаживать и возвращать большую ветвь, пусть возвращает, но он имеет не больше прав на научность, чем тот, кто холит одну единственную почку» [6, с.151-152].

Для своих «почек» и «ветвей» С.А. Векшинский был замечательным садовником.

#### Литература

1. Векшинский С. Электролитический прерыватель для катушки Румкорфа // Физик-любитель. 1912. № 138. С. 524.
2. Векшинский С. Самодельная гейслерова трубка // Физик-любитель. 1912. № 150. С. 293-295.
3. Векшинский С.А. К вопросу о долговечности усилительных ламп // Телеграфия и телефония без проводов. 1928. № 46. С. 32-42.
4. Векшинский С.А., Пронов К.П. Испарение никеля в вакууме // ЖПФ. 1930. Т. 7. № 1. С. 107-115.
5. Векшинский С.А. Бариевые радиолампы // Радиофронт. 1931. № 17. С. 1024-1026.
6. Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. М. «Интелвак», 2002, 176 с.
7. Векшинский С.А. Новый метод металлографического исследования сплавов. М:ОГИЗ, 1944. 250 с.
8. ТВ фильм «Секретные физики. Сергей Аркадьевич Векшинский». [http://voenhrionika.ru/publ/kholodnaja\\_vojna\\_ssr/sekretnye\\_fiziki\\_rossija\\_14\\_serij\\_2002\\_god/46-1-0-2189](http://voenhrionika.ru/publ/kholodnaja_vojna_ssr/sekretnye_fiziki_rossija_14_serij_2002_god/46-1-0-2189).
9. Борисов В.П. Вакуумная техника и «Ядерный щит» // Вакуумная наука и техника. Материалы XXIII научно-технической конференции. М. 2016. С. 344-347.



## Об относительности понятия «вакуум»

С.Б.Нестеров

РНТВО им. академика С.А.Векшинского

*Приведено письмо заместителя директора по научной работе – главного инженера института вакуумной техники М.И.Меньшикова академику С.А.Векшинскому об относительности понятия «вакуум».*

*The relativity of the notion „vacuum“. S.B.Nesterov. Here the letter of the deputy director of science, the chief engineer of the Vacuum Technology Institute M.Menshikov to academician Vekshinski is presented. The relativity of the notion „vacuum“ is discussed.*

Одним из основополагающих понятий вакуумной техники является понятие вакуума. Основатель института вакуумной техники академик С.А.Векшинский любил отдыхать в летний период в доме отдыха композиторов в г.Сортавала в Карелии. Мы приводим текст письма, написанного 5 августа 1965 г. заместителем директора по научной работе – главным инженером института вакуумной техники, лауреатом Ленинской и Государственной премий СССР Меньшиковым Михаилом Ивановичем (1922-1993) академику АН СССР С.А.Векшинскому.

Дорогой Сергей Аркадьевич!

Недавно проходило обсуждение проекта терминологии по вакуумной технике, во время которого обнаружилось одно интересное обстоятельство, которое и заставило нас обратиться к Вам во время Вашего отпуска. Это обстоятельство заключается в том, что группа ведущих сотрудников, проработавших по 15-20 лет в сугубо вакуумном учреждении, не смогла придти к единому мнению при определении термина «вакуум».

Очевидно, что вакуум – это состояние газа, характеризуемое либо пониженной молекулярной концентрацией (количеством молекул в единице объема), либо пониженным давлением, либо увеличенной средней длиной свободного пробега молекул по сравнению с соответствующими величинами при условиях, принятых за опорные, либо, наконец, каким-то сочетанием этих признаков. Однако, любое из таких определений приводит к каким-нибудь парадоксам.

Начнем с того, какие условия принять за опорные. Если такими условиями служат нормальные (760 мм рт.ст. при 0° С), то окажется, что обитатели горных местностей живут в вакууме; если же за опорные условия принять условия, существующие в окружающей атмосфере, то вакуумный прибор, вынесенный в верхние слои атмосферы или в межпланетное пространство, станет не вакуумным. Далее, если считать, что вакуум характеризуется пониженной молекулярной концентрацией, то получится, что в сосуде, в котором давление газа понижено путем его охлаждения (без конденсации газа), нет вакуума, так как молекулярная концентрация в нем не изменилась, хотя некоторые признаки вакуума будут налицо: натекание газа из внешней атмосферы через течи, перемещение столбика жидкости в присоединенном к этому сосуду U-образном манометре и т.п.

Если принять, что определяющим понятие «вакуум» условием является пониженное давление, то в предыдущем примере в сосуде будет создан «вакуум», хотя никакой пустоты в нем нет.

И, наконец, если считать, что определяющим признаком является средняя длина свободного пробега молекул, то и она меняется с температурой и, нагревая газ, можно увеличить среднюю длину свободного пробега молекул и получить «вакуум» без пустоты. Сочетание этих признаков в различных вариантах тоже не устраняет трудностей. Наконец, еще один вопрос. Является ли вакуум состоянием газа только в сосуде или это ограничение не обязательно? Если да, то в мировом пространстве нет вакуума, а выражение «космический вакуум» стало уже общепринятым. Если же нет (и если за опорные условия принять

нормальные давления и температуру), то вакуум существует всегда, когда барометрическое давление ниже 760 мм рт.ст.

Разумеется, можно было бы принять то определение, к которому склонялось большинство присутствовавших при обсуждении. Однако, поскольку **Вы говорили, что в научных спорах голосованием нельзя установить истину**, мы и решили обратиться к Вам с просьбой высказать свое мнение.

Дорогой Сергей Аркадьевич!

«Вакуум» не первый термин, который вызвал споры на комиссии. Однако «железный» закон, по которому оставшийся в меньшинстве должен был писать Вам письмо, позволил все предшествовавшие разногласия привести к единодушию. К понятию «вакуум» члены комиссии отнеслись столь принципиально, что не помогла эта поощряющая единодушие процедура и Л.П. Хавкин составил отпечатанную на машинке часть этого письма.

С приветом Меньшиков 5. 08.65.

Интересно, что, несмотря на отпуск, С.А.Векшинский отправил ответ на письмо М.И.Меньшикова уже 14 августа 1965 г.

## **Памятные даты в истории развития вакуумной техники**

*С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева*

*Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А.Векшинского  
[sbn1108@yandex.ru](mailto:sbn1108@yandex.ru)*

*В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники на 2017 год.*

*Memorable data in the history of vacuum technology in 2017. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva.  
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.*

15 апреля 1452	родился великий итальянский художник, ученый, изобретатель, писатель и один из крупнейших представителей Высокого Возрождения, яркий пример «универсального человека» - идеала итальянского Ренессанса Леонардо да Винчи
1602	родился немецкий физик, писатель, философ Отто фон Герике
1622	родился Вивиани Винченцо, итальянский физик, ученик Галилея. По поручению Э.Торричелли выполнит (1643) опыт, доказавший существование атмосферного давления, совместно с Дж. Борелли определил скорость звука в воздухе, получив более точные результаты, чем его предшественники
1627	родился Роберт Бойль
1642	родился Исаак Ньютон
1647	итальянский ученый Э.Торричелли открыл «торричеллиеву пустоту»
1647	ушел из жизни Э.Торричелли
январь 1642	ушел из жизни Галилео Галилей
19 июня 1657	родилась Флорентийская академия опыта
1662	Р.Бойль впервые описал свой закон
1662	родился французский математик, физик, философ, писатель Блез Паскаль
1667	Роберт Бойль ввел понятие барометра
1742	А.Цельсий предложил стоградусную шкалу термометра (шкала Цельсия)

1772	-Ж.Делюк установил аномалию в расширении воды, максимальная плотность которой достигается не при температуре замерзания, а при +4 <sup>0</sup> С - И.Вильке выполнил первые измерения теплоемкости твердых тел
1777	К.Шееле ввел понятие теплового излучения («лучистой теплоты») и выполнил наблюдений теплового излучения (тепловые лучи и их отражение зеркалом открыты в 1657-67 гг. флорентийским ученым в Академии опытов).
1787	установлен закон Шарля
1802	Жозеф Луи Гей-Люссак открыл закон теплового расширения
1807	Установлено понижение температуры при адиабатическом расширении газа и повышение – при его сжатии (Ж.Гей-Люссак). Это явление отмечали также Э Дарвин (1788) и Дж.Дальтон (1800)
1822	родился немецкий физик и математик Рудольф Клаузинг
1822	А.Гумбольдт и А.Араго измерили скорость звука в воздухе, получив величину 331,2 м/с
1827	открытие Р.Броуном хаотического движения мелких частиц, взвешенных в растворе (броуновское движение)
1837	родился голландский физик Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс, нобелевский лауреат
1837	Лоренцо Романо Амедео Карло Авогадро ди Кваренья э ди Черрето – итальянский физик, начал издавать четырехтомное сочинение «Физика весомых тел, или трактат о общей конституции тел». Каждый том имел 900 страниц. Этот труд стал первым в истории учебником молекулярной физики
1842	родился шотландский физик и математик Джеймс Дьюар
1842	- открытие Ю.Майером закона сохранения энергии и определение механического эквивалента теплоты (независимо от него к открытию этого закона также пришли в 1843 г. Дж.Джоуль и в 1847 г. Г.Грин и Г.Гельмгольц, последний расширил границы применения этого закона, взяв для рассмотрения не только механическую и тепловую энергию, но и другие виды энергии);
1847	Дж. Герпат предложил рассматривать частички газа как упругие пары, постоянно перемещающиеся с большой скоростью по отрезкам прямых и сталкивающиеся друг с другом (модель идеального газа). Исходя из этого, он объяснял газовые законы, явления диффузии и распространения звука в газах, давление газа. В 1856 г. подобную модель построил А.Крениг.
1852	родился Хвольсон Орест, российский физик, автор (1892-1915) 4-х томного «Курса физики», в который вошло учение о газах (плотность газов, упругость газов, соприкосновение газов с газами, жидкостями и твердыми телами, основание кинетической теории, газы в состоянии движения и распада).
1857	родился К.Э.Циолковский
1857	Разработка Р.Клаузиусом основ кинетической теории газов. В ее создании принимали участие Д.Бернулли (1738), Дж.Герпат (1847), Дж.Джоуль (1848), А.Крениг (1856), Дж.Максвелл (1859-66).
1867	Джеймс Максвелл показал статистическую природу второго начала термодинамики
1867	родилась Мария Склодовская
1877	Получение жидкого кислорода (Л.Кальете, Р.Пикте)
1887	полет Д.И.Менделеева на воздушном шаре для наблюдения солнечного затмения
1887	опубликована статья Л.Больцмана о соотношении между энергетикой и вероятностью термодинамического состояния
12 августа 1887	родился австрийский физик Эрвин Шрёдингер
1892	Дж.Дьюар изобрел сосуд для хранения жидкого кислорода
1897	родилась Ирэн Жолио-Кюри
1897	К.Браун сконструировал катодную трубку, в которой движением электронов управляло магнитное поле (электроннолучевая трубка)

29 апреля 1897	Дж.Дж.Томсон раскрыл природу катодных лучей
1907	ушел из жизни Д.И.Менделеев
1907	ушел из жизни Уильям Томсон лорд Кельвин
8 ноября 1922	родился лауреат Ленинской и Государственной премий СССР Меньшков Михаил Иванович, заместитель директора и главный инженер НИИ вакуумной техники им.С.А.Векшинского
20 октября 1937	ушел из жизни великий физик Эрнест Резерфорд
1957	ушел из жизни американский химик и физик Ирвинг Ленгмюр, нобелевский лауреат
4 октября 1957	запущен первый искусственный спутник Земли
1957	Бардин, Купер и Шриффер объяснили явление сверхпроводимости

## **Роль М.В. Ломоносова в развитии медицины**

*А.В. Буторина, \*А.М. Архаров, \*В.А. Матвеев, \*\* С.Б. Нестеров, \*\*\* О.А. Данько  
Российский национальный исследовательский медицинский университет им.  
Н.И. Пирогова*

*\*Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана*

*\*\*РНТВО им. академика С.А.Векшинского*

*\*\*\*Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова*

*Именно М.В. Ломоносову современная медицина обязана своим становлением и развитием, основными своими направлениями: гуманностью, профилактикой, стремлением рассматривать организм как единое неразрывное целое, с учетом индивидуализации каждого случая заболевания.*

*Lomonosov's role in medicine. A.V.Butorina, A.M.Arkharov, V.A.Matveev, S.B.Nesterov, O.A.Danko. Lomonosov's contribution into medicine is remarkable: his approach included humanism, the importance of preventive measures, view of the human organism as a single unity considering individual features of every patient.*



*«Честь российского народа требует, чтоб показать способность и остроту его в науках, и что наше отечество может пользоваться собственными своими сынами не токмо в военной храбрости и в других военных делах, но и в рассуждениях высоких знаний».*

*М.В. Ломоносов*

Среди славных имен русской науки есть одно особенно нам близкое и дорогое - имя Михаила Васильевича Ломоносова. Богатое научное наследие М.В. Ломоносова оставило неизгладимый след в развитии медицинской науки.

В конце 1730 года, вскоре после своего 19-летия, он предпринял решительный шаг: взяв у соседа Ивана Шубного взаймы три рубля и не спросив разрешения отца, юноша отправился с рыбным обозом в Москву (рис. 1). Полторы тысячи километров, пройденные пешком, стали началом пути Ломоносова в науку.



*Рис. 1. М.В. Ломоносов по дороге в Москву.*

Где бы ни учился юный Ломоносов, успехи его всегда были блестящими: первый ученик Славяно-греколатинской академии в Москве, один из лучших студентов университетов – при Петербургской академии наук и Марбургского в Германии. Круг его интересов был чрезвычайно широк – химия, физика, астрономия, геология, медицина, история, филология, поэзия. В Марбургском университете Ломоносов учился на двух факультетах – философском и медицинском. Об интересе к медицине свидетельствуют и книги, приобретенные студентом в Марбурге. На медицинском факультете его привлекала больше всего химия, которая в то время была неразрывно связана с медициной. Медицинский факультет Марбургского университета имел в то время всего лишь двух профессоров. Одним из них был Ю.Г. Дуисинг. Это он выдал впоследствии М.В. Ломоносову свидетельство, в котором писал: «Благороднейший юноша, любитель философии, Ломоносов, посещал лекции химии с неутомимым прилежанием». Следует отметить, что Ю.Г. Дуисинг был не только химиком, но и врачом. Ему принадлежит ряд научных работ специально медицинского характера. Он сумел привить своему ученику интерес к медицине. По окончании Марбургского университета М.В. Ломоносов получил звание кандидата медицины. Во Фрейбурге, куда затем переехал Ломоносов для изучения горного дела, его руководителем был И.Ф. Генкель, который также был врачом. Так впервые встретился М.В. Ломоносов с медициной. В июне 1741 года он возвратился в Петербург, и вся его дальнейшая деятельность проходила в стенах Петербургской академии наук. Михаил Ломоносов вернулся, получив высокие отзывы о своих научных познаниях не только от своего доброжелателя Христиана Вольфа, но даже и от недруга Иоганна Генкеля.

Ученик великого Лейбница, естествоиспытатель и философ Христиан Вольф (1679-1751), относившийся к числу крупнейших фигур европейской науки, сыграл огромную роль в становлении Михаила Ломоносова как ученого. Ломоносов относился к Вольфу «как к своему благодетелю и учителю». Вольф очень высоко оценивал талант своего ученика с прекрасными способностями. «Нисколько не сомневаюсь, что если он с таким же прилежанием будет продолжать свои занятия, то он со временем, по возвращении в отечество, может принести пользу государству, чего от души и желаю» – писал он.

Получив серьезное европейское образование, ознакомившись с европейской цивилизацией, М.В. Ломоносов столкнулся со многими проблемами российской жизни. Широкий ум молодого ученого позволил ему глубоко анализировать нужды народа, намечать пути совершенствования государственного управления, улучшения общественного устройства

России. При этом с первых шагов многогранной научной деятельности М.В. Ломоносов уделяет пристальное внимание проблемам медицинской науки и практического здравоохранения.

В течение столетий в России не было высших учебных заведений по подготовке врачебных кадров, поэтому не могло быть и речи в то время о какой-либо организованной медицинской помощи населению [4, 11]. Ведущее положение занимала народная медицина, и ее опыт передавался из поколения в поколение.

В 1620 году в Московском государстве был впервые создан Аптекарский приказ - высший орган медицинской службы для обеспечения населения и войск медицинской помощью. Необходимость в Аптекарском приказе возникла в связи с открытием первых аптек в конце XVI века и приглашением на службу иностранных врачей. В 1654 году была открыта школа русских лекарей, ученики ее направлялись к врачам-иностранцам на учебу на 5-10 и более лет. Как правило, такие школы существовали при военных госпиталях. Петр I реорганизовал Аптекарский приказ в Аптекарскую канцелярию, а затем - в Медицинскую канцелярию - высший орган медицинского управления России. Вместо канцелярии в 1763 году утверждается Медицинская коллегия.

В начале XVIII века в России было не более 250 врачей, в большинстве иностранцев. Лекари и врачи в основном обслуживали войска и придворных царя, народные массы практически не получали медицинской помощи. Среди населения свирепствовали тифы, холера, малярия, оспа и другие болезни, отмечалась высокая детская смертность. На родине Ломоносова - Европейском Севере России, кроме «повальных болезней», были широко распространены трахома, цинга, рахит, натуральная оспа. Больных людей лечили знахари, колдуны, костоправы и повивальные бабки, а коренных жителей Севера - ненцев и коми лечили шаманны [1, 2, 8].

М.В. Ломоносов уделял внимание недостатку медикаментов и аптек и в письме к И.И. Шувалову указывал, что «требуется по всем городам довольно число аптек», тогда как «у нас аптеками так скудно, что не токмо в каждом городе, но и в знатных великих городах поныне не устроены...». Он настаивал на развитии отечественного лекарственного растениеводства и вменял в обязанность профессору ботаники в Академии наук разводить ботанический сад и «стараться о познании здешних медицинских трав для удовольствия здешних аптек домашними материалами...» [5, 6, 7].

М.В. Ломоносов считал, что медицинская помощь населению, в первую очередь сельскому, является одной из неперемennых сторон государственного устройства и поэтому, намечая план учреждения государственной коллегии земского или сельского домостроительства, в числе советников этой коллегии называл врача и в круг обязанностей коллегии включал «сношения с академиею и с медицинским факультетом».

Он понимал, что обеспечение страны медицинской помощью – это основное средство в борьбе со знахарством и шарлатанством, которым следует противопоставить лечение по правилам медицинской науки. В письме И.И. Шувалову М.В. Ломоносов писал: «...По большей мере простые безграмотные мужики и бабы лечат наугад, соединяя часто натуральные способы, сколько смыслят, с вороженьем и шептаниями, и тем не только не придают никакой силы своим лекарствам, но еще в людях укрепляют суеверие, больных приводят в страх унылыми видами и умножают болезнь, приближая их скорее к смерти» [5, 7].

Обучение медицине проводилось в нескольких госпитальных школах, но число русских врачей было очень небольшим. Приглашение врачей из-за границы обходилось слишком дорого и поэтому не могло иметь широкого распространения. Подготовка врачей путем прикрепления русских юношей к иностранным врачам с требованием учить их «с великим прилежанием, ничего не тая», – шла также очень медленно и не обеспечивала страну нужным количеством врачей. Только немногие из иностранцев добросовестно относились к обучению русских медиков.

Царский указ 1737 года, подписанный Анной Иоанновной, требовал, чтобы в больших городах - Пскове, Новгороде, Твери, Ярославле и других – было хотя бы по одному лекарю. Но это требование практически не выполнялось. Многие провинциальные города оставались без профессиональных медиков.

Нужны были русские врачи, подготовленные в русских учебных заведениях. М.В. Ломоносов считал, что стране нужны не только узкие специалисты-лекари, но и дипломированные врачи, облеченные почетным званием доктора медицины. Поэтому наряду с

требованием усилить существовавшую подготовку врачей, он настойчиво добивался создания нового источника их подготовки – университета с медицинским факультетом.

По указанию Петра I в Москве в 1707 году открываются госпиталь и медицинская школа, которая явилась первым медицинским учебным заведением, а выпускники ее получали дипломы врача. Школа стала готовить хирургов, комплектовалась из слушателей Славяно-греко-латинской академии, имеющих основательную общую подготовку. Врачи и аптекари немцы не допускали русских к самостоятельной работе и десятки лет держали их в учениках. М.В. Ломоносов решительно выступил против такого положения и предложил «организовать подготовку медиков из природных россиян, учредить лечение по правилам медицинскую науку составляющим».

Российская Академия наук была учреждена Петром Великим в 1724 году. Здесь уместно вспомнить знаменитые строки составленного для императрицы Елизаветы Петровны М.В. Ломоносовым указа (1755 г.) об открытии Московского университета: «Всякое добро происходит от просвещенного разума, а, напротив того, зло – искореняется» [3, 10].

При создании Московского университета в 1755 году он считал необходимым учредить в нем медицинский факультет, разработал программу обучения и обязанности преподавателей. Ломоносов видел задачу факультета также в подготовке врачей-ученых. Впоследствии медицинский факультет отделился от университета и стал первым самостоятельным медицинским институтом России.

Вначале при университете работали философский и юридический факультеты, открытие медицинского факультета затянулось еще на девять лет. Лишь в 1764 году начались занятия на медицинском факультете. М.В. Ломоносов писал: «В Европейских государствах университеты разделяются на 4 факультета: на богословский, юридический, медицинский, философский. Здесь, хотя богословский оставляется святейшему синоду, однако прочих трех порядочное учреждение необходимо нужно: для обучения студентов прав вообще, для умножения в России российских докторов и хирургов, которых очень мало, для приумножения прочих ученых...». Ломоносов писал: «Другой желает быть медиком, не зная совершенно анатомии, фармацевтики и пр., как может врачевать болящего, различать травы и составлять лекарства?» [4, 5].

М.В. Ломоносов подробно разработал перечень обязанностей преподавателей медицинского факультета и программу обучения различным дисциплинам. При преподавании анатомии, например, он считал необходимым, чтобы профессор обязательно «показывал» практикою строение тела человеческого на анатомическом театре и приучал студентов к медицинской практике. Профессору химии вменялось обучение «аптекарской химии» и т. д.

М.В. Ломоносову не пришлось увидеть полностью осуществленным свой план Московского университета. На медицинском факультете до 1759 г. не было ни одного профессора, в 1759 г. весь факультет олицетворял один профессор Керстенс, читавший минералогию. В 1764г. к нему присоединился профессор Эразмус, читавший анатомию и акушерство. Лишь с 1765 г., с появлением в Москве проф. С.Г. Зыбелина, начавшего читать «все части медицины теоретической», т.е. физиологию, диететику, патологию и общую терапию, а через несколько лет анатомию, хирургию и химию, медицинский факультет стал отвечать своему назначению и выполнил предначертания своего великого создателя.

М.В. Ломоносов настойчиво добивался, чтобы Россия имела не просто врачей, но и врачей-ученых, докторов и профессоров медицины, и чтобы университет был доступен для детей из простого народа. Он прекрасно понимал, что дворянские дети стремятся к чинам и знатности - к тому, чего врачебная и научная деятельность в то время не давала.

Первыми русскими профессорами медицинского факультета явились славные питомцы университета С.Г. Забелин (кафедра теоретической медицины, в нее входили философия и патология, общая терапия и диететика), П.Д. Вениаминов и Ф.Г. Политковский (кафедра натуральной истории), И.А. Сибирский (кафедра химии и фармации) и А.П. Протасов. Трудями этих ученых – последователей М.В. Ломоносова начинается период становления отечественной медицинской науки.

В ряде произведений Ломоносова есть высказывания и о причинах болезней человека, которые, по его мнению, гнездятся во внешней среде, в погрешностях пищи, несоблюдении гигиены, изменении климата. Он вооружал своих современников - исследователей в области естествознания и медицины методом познания природы и считал, что опытные знания так же нужны, как и теоретические. По его мнению, теоретические познания рождаются из



многократных опытов. Именно эти идеи стремились претворить в жизнь ученики и последователи М.В. Ломоносова.

Его ученик и последователь С.Г. Забелин неоднократно выступал с актовыми речами, в которых четко излагал гигиенические советы, правила здоровой жизни, разъяснял идею закаливания организма. Он пропагандировал народный метод прививок против оспы. В России с 1756 по 1780 год было сделано 20000 прививок против оспы. Россия стала первой страной после Англии, где метод вакцинации Дженнера получил широкое распространение [1].

Другой ученик М.В. Ломоносова – Н.М. Амбодик-Максимович впервые на русском языке написал большой труд «Искусство повивания, или наука о бабичем деле», который стал настольной книгой акушеров в России. Он считал, что детей нужно закаливать, чаще выносить на свежий воздух, и отдавал предпочтение грудному вскармливанию.

Во второй половине XVIII века С.Г. Забелин положил начало учению о сущности болезни и совершенно правильно призывал к необходимости изучения внешних влияний на человеческий организм. Человек должен знать, что ему полезно и что вредно. Ученый считал, что лучше бороться с болезнями не лекарствами, а полезным трудом и правильным образом жизни. Особое значение в тот период имела борьба с заразными болезнями.

Неоценим вклад отечественного ученого Д.С. Самойловича в ликвидацию чумы - этого страшного заболевания, уносившего в могилу целые города и даже страны. Ученый предложил систему предупредительных мероприятий (введение карантина, изоляции больных, окуривание помещений, дезинфекцию вещей, захоронение трупов), сам участвовал в ликвидации девяти эпидемий и трижды болел чумой. Уже после смерти М. Ломоносова он писал, что чума - прилипчивая болезнь, но удобно обуздываемая и пресекаемая, чем подавал надежду на спасение миллионам людей.

Многие русские ученые, такие как Н.И. Пирогов, С.П. Боткин, И.М. Сеченов, И.П. Павлов, И.И. Мечников, А.Л. Чижевский, В.И. Вернадский и другие, воспитаны материалистической школой Ломоносова.

Ломоносовские предложения об университетском образовании будущих медиков не забыты в наши дни. М.В. Ломоносова возмущали препятствия, которые ставились на пути молодежи к науке. Он остался верен своему стремлению к демократизации науки и ввел в свой проект следующее отличие («такую отмену») от иностранных правил: «не брать за произведение в казну нашу ни малейшей платы».

Иностранцы распространяли мнение, что русские не способны овладеть наукой и создать свои национальные научные кадры. М.В. Ломоносов настойчиво добивался, чтобы Россия имела ученых, докторов и профессоров, и чтобы университет был доступен для детей из простого народа. Он прекрасно понимал, что дворянские дети стремятся к чинам и знатности - к тому, чего научная деятельность в то время не давала [2,3,8].

М.В. Ломоносов прекрасно понимал, что широкая подготовка русских ученых возможна не за границей, а только в России. Поэтому он настаивал на том, чтобы Академии наук и ее университету было присвоено право «инаугурации», т.е. возведения в ученые степени. М.В. Ломоносов настойчиво хлопотал о предоставлении Петербургскому университету этой привилегии. Он собственноручно составил проект привилегии Академии наук, который собирался вручить императрице на подпись. В этом проекте говорилось: «Дозволяем и повелеваем нашей академии и университету производить нашим именем и указом всех достойных студентов в ученые градусы по примеру европейскому, то есть в юридическом и медицинском факультете в лиценциаты и в докторы, а в философском – в магистры и в докторы...».

М.В. Ломоносов указал на потребность России в ученых, перечислил те отрасли народной жизни, которые ждут ученых людей: «Сибирь пространна, горные дела, фабрики, ход севером, сохранение народа, архитектура, правосудие, исправление нравов, купечество и сообщение с ориентом, единство чистия (дружба) веры, земледельство, предзнание погод, военное дело». Показательно, что и здесь сохранение народа указано на одном из первых мест.

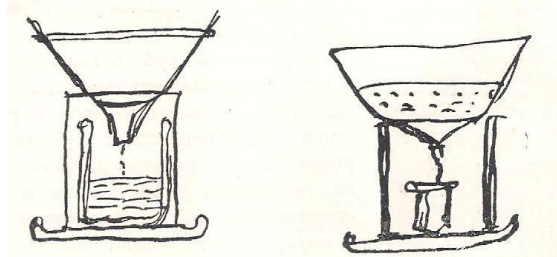
Право возводить в ученую степень доктора медицины было присвоено Екатериной II новому созданному в 1764 году высшему органу медицинского управления в России – Медицинской коллегии. Однако Медицинская коллегия, в которой долгое время влиятельное большинство составляли иностранцы, не стремилась осуществлять свое право и в течение

нескольких лет никому звания доктора медицины не присвоила. Лишь в 1768 году, преодолев сопротивление чиновников коллегии, добился от нее этого звания талантливый русский врач (финн по происхождению) Г. Орреус. Остальные русские врачи, желавшие получить звание доктора медицины, по-прежнему обращались за ним в иностранные университеты.

Право возводить ученых в степень доктора медицины было присвоено Московскому университету лишь в 1791 году. Впервые оно было использовано в 1794 году. Таким образом, мечта М.В. Ломоносова осуществилась лишь спустя 35 лет.

М.В. Ломоносов считал медицину неотъемлемой частью естествознания, тесно связанной с физикой, химией и другими естественными науками. Ломоносов был первым русским ученым, который утверждал, что движение материи совершается не только в живых организмах, но и в неживой природе. Это была для того времени слишком смелая мысль. М.В. Ломоносов придавал большое значение химии (рис. 2) и физике как наукам, дающим возможность понять окружающую нас природу, и в числе обязательных дисциплин рекомендовал при обучении медиков. Он считал, что «медик без довольного познания химии совершенен быть не может».

В труде «Слово о пользе химии» он писал: «Великая часть физики и полезнейшая роду человеческому есть наука медицина. Только благодаря изучению химии и физики становятся понятными физиологические функции человеческого организма, а также их нарушения – болезни». [1, 2, 5] Ломоносов придавал большое значение изучению анатомического строения человеческого тела. Он писал: «Как можно рассуждать о теле человеческом, не зная ни сложения костей и суставов для его крепления, ни союза и положения мышц для движения, ни распространения нервов для чувствования, ни расположения внутренностей для приготовления питательных соков, ни протяжения жил для обращения крови, ни прочих органов сего чудного строения». Только химия, по мнению М.В. Ломоносова, позволяет познать природу основных соков организма, «жидких материй, к содержанию жизни человеческой нужных, обращающихся в теле нашем, которых качества, составляющие части и их полезные и вредные перемены и производящие и пресекающие их способы без химии никак испытаны быть не могут. Ею познается натуральное смешение крови и питательных соков...».



*Рис. 2. Прибор для фильтрации, созданный Ломоносовым и в наше время имеется в каждой химической лаборатории. Из «Химических и оптических записок» М.В. Ломоносова. 1762 – 1763 гг.*

Знание строения и свойств тела для врачей, по мнению М.В. Ломоносова, – главное. Гениальный ученый ясно видел, что медицина, наука о болезнях и их лечении, зиждется на знании строения и жизнедеятельности организма в его нормальном состоянии. Без этого знания не может быть достигнута основная цель медицины - исцеление болезней. Для излечения болезней необходимо понять их непосредственную причину, а «причины нарушенного здоровья», по словам М.В. Ломоносова, медицина «через познание свойств тела человеческого достигает».

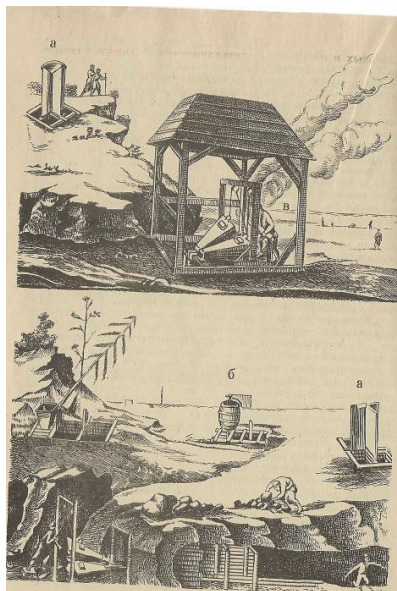
Знание практической медицины впоследствии очень помогло М.В. Ломоносову, лечившему свою дочь, которую, как он сам писал, «дважды от смерти избавил».

М.В. Ломоносова интересовали вопросы физиологии и анатомии человека, пути передачи нервного возбуждения, функции органов чувств, вкусовые ощущения, обоняние, цветное зрение, теплообразование в организме. Он впервые объяснил сущность процессов окисления и дал научную основу для понимания акта дыхания. Ученый создал свою теорию светоощущения, в ее основе лежат колебания движения мельчайших частиц, которые способны, «простираясь до нашего ока, производить оное в черной перепонке на дне глаза и в оптическом нерве...» [1, 2, 3].

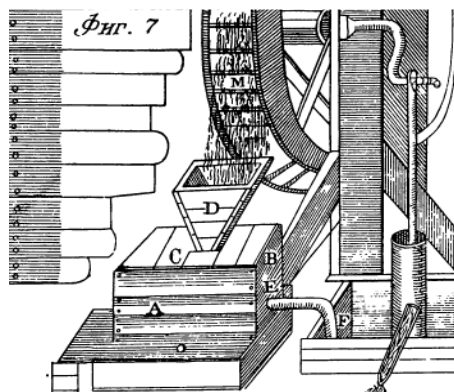
В 1747 году М.В. Ломоносов перевел на русский язык популярное руководство по земледелию и домоводству, вышедшее в свет в Риге в 1645 году. Он озаглавил свой перевод «Лифляндская экономия». Книга содержала ряд практических рекомендаций по лечению различных заболеваний.

В настоящее время физика и химия представляются смежными науками, лежащими в основе естествознания. Современная физическая химия именно Ломоносову обязана своим рождением. Вехой в этом отношении явился прочитанный им в 1751 году курс, в котором Ломоносов излагал основы своей корпускулярной (молекулярно-кинетической) теории, противостоящей господствовавшей в тот момент теории теплорода английского ученого Роберта Бойля. Намечая в плане курса физической химии (1752) программу физико-химического исследования основных качеств веществ, М.В. Ломоносов наряду со сцеплением, упругостью, цветом, вкусом, притяжением и т.п. называет и «лечебные силы».

Немало внимания Ломоносов уделял профилактике болезней и охране труда. В работе «Первые основания металлургии или рудных дел» (1741 г.) (рис. 3) он предлагал конкретные меры для облегчения тяжелых условий труда в шахтах. Например, он считал необходимым создать искусственную вентиляцию, разработал систему естественной замены загрязненного воздуха (рис. 4) и ряд приспособлений для безопасного труда, придумал специальную защитную одежду, предлагал создать места отдыха в шахтах, ввести семичасовой рабочий день и запретить подземный труд детей [9].

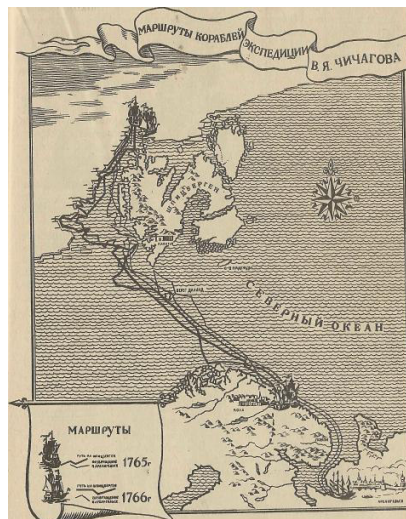


*Рис. 3. Иллюстрации к книге М. В. Ломоносова "Первые основания металлургии или рудных дел" (рудничные вентиляционные установки).*



*Рис. 4. Машина для закачивания чистого воздуха в рудники. Предложил Эдм Мариотт. Опубликовано М.В. Ломоносовым в книге «Первые основания металлургии, или рудных дел» 1763г.*

М.В. Ломоносов обращался к вопросам правильного питания для, сохранения здоровья человека. Задолго до открытия витаминов он предусмотрел обеспечение длительных экспедиций противочинготным продовольствием. При подготовке экспедиции Чичагова (рис.5) в северные широты по его предложению членов экспедиции снабдили сосновой водкой, медом-сырцом, толченым хреном, горчицей, хмелем, луком, ржаным солодом и другими продуктами, богатыми витаминами.



*Рис. 5. Карта маршрутов экспедиции В.Я. Чичагова, предпринятой по инициативе и проекту М.В. Ломоносову.*

Обобщая опыт предшественников и свой личный, Ломоносов стремился найти средства, помогающие сохранить здоровье людей в экстремальных условиях. Представляет интерес составленная им инструкция для членов экспедиции, посланной на поиски Северного морского пути. Ученый предлагал, например, снабдить экспедицию запасами продуктов для предупреждения цинги. Ломоносов напоминал о таких проверенных опытом противочинготных средствах, как северные ягоды, в частности морошка, и свежее мясо. Он рекомендовал строительство изб-зимовий с русскими банями. В специальной «инструкции морским командующим офицерам» указывал, что если придется где-нибудь зазимовать, то следует «обороняться» от цинги употреблением сосновых шишек, шангры и питьем теплой звериной и птичьей крови [1, 2].

Во многих произведениях М.В. Ломоносов рассматривал вопросы о болезнях и их причинах. Если в медицине того времени были широко распространены идеалистические представления о природе болезней как результате побуждения души, то Ломоносов безоговорочно занял другую позицию. Непосредственную причину болезни М.В. Ломоносов сформулировал как «повреждение соков организма», «жидких материй к содержанию жизни человеческой нужных, обращающихся в теле нашем». Причину же этих «повреждений» он искал не в мистических «движениях души», а в конкретных проявлениях внешней среды.

Ошибаясь в частности, он был всегда прав в основном - в признании материальной причины болезней. Уже в 1741 году на вопрос: «Что за подлинные начала и причины всех болезней признать надлежит?» - ответ М.В. Ломоносовым был сформулирован следующим образом: «Первейшая причина есть воздух. Ибо при влажной, к дождю склонной и туманной погоде тело тяжело и дряхло бывает, от безмерно студеной - нервы очень вредятся; и этим подобные неспособности случаются. Потом едение и питье, которое немочи причину быть могут, ежели кто их чрез меру примет... Еще принадлежат к причинам болезней и пристрастия души нашей: довольно известно, что вред нечаянное испуганье, гнев, печаль, боязнь и любовь нашему телу навести могут». Как видим, среди причин болезней упомянута и «душа», но в совершенно ином смысле: в связи душевной деятельности (нервной деятельности - сказали бы мы сейчас) с деятельностью всего организма. Видно, что М.В. Ломоносов является родоначальником невропатологии и психопатологии.

В диссертации «Размышления о причине тепла и холода» М.В. Ломоносов предвидел существование абсолютного нуля (нуля термодинамической температуры). Холод, как утверждал он, является низкотемпературной теплотой.

В конце 1759 года в Петербурге стояли сильные морозы до  $-37^{\circ}\text{C}$ . В эти дни академик Йозеф Адам Браун и М.В. Ломоносов проводили опыты над ртутью. С помощью охлаждающих смесей они сумели понизить температуру до  $-56^{\circ}\text{C}$  и получить твердую ртуть, которую можно было ковать, рубить и пилить. О своей работе Браун рассказал на публичном заседании Академии наук в докладе «О удивительной стуже, искусством произведенной, от которой ртуть замерзла». Открытие замерзания ртути, сообщения о котором появились во множестве научных журналов, произвело настоящую сенсацию в ученом мире. Это явилось существенным ограничением в использовании ртути в термометрах, особенно наружных, т.к. морозы, близкие к точке замерзания ртути, в России не так-то и редки.

В своих размышлениях о причине теплоты Ломоносов отмечал, что тепло – это движение частиц тел и роль движущей силы принадлежит субъекту, не находящемуся в равновесии с окружающей средой.

Сохраняя в своем материализме немалый элемент механицизма, М.В. Ломоносов был склонен строить и функции тела, а также причину отдельных заболеваний истолковывать по законам физики. Большое значение имеет разделение М.В. Ломоносовым растворов на такие, при образовании которых теплота выделяется, и на такие, для составления которых нужно затратить тепло. Он исследовал явления кристаллизации из растворов, зависимость растворимости от температуры и другие явления, широко используемые в современной фармации и аптечном деле.

Очень большое значение он придавал температуре воздуха. Зной, по его мнению, расслабляет человека, а главное, способствует порче воды и пищевых продуктов и появлению эпидемических болезней.

Холод же, особенно для привычных к нему русских людей, оказывается полезным, так как он предотвращает возникающие в знойном климате опасности. Именно в этом М.В. Ломоносов видел преимущество прохода в Индию с севера. При путешествии северным путем можно избежать опасностей тропического климата. В этом случае «не опасна долговременная тишина Севера по сравнению с великими жарами, от чего бы члены человеческие пришли в неудобную к понесению трудов слабость, ни порча воды и съестных припасов и рождение в них червей, ни моровая язва и бешенство в людях. Все сие стужею, которой так опасаемся, отвращено будет. Сама же стужа больше страшное, нежели вредное препятствие, которое для наших северных россиян будет не так пагубно, а наоборот превратится в помощь» [1, 2].

С середины 1740-х годов Ломоносов пытался разгадать тайну северных сияний. Во взглядах М.В. Ломоносова на роль солнечных затмений в происхождении болезней скрестились, с одной стороны, отголоски астральных теорий в эпидемиологии, с другой – гениальное предвидение значения солнечного излучения и связанного с ним электрического состояния атмосферы. Мнение о губительной роли солнечных затмений как о причине эпидемий и внезапных смертей было достаточно распространено в то время. Что же касается роли затмения в происхождении эпидемий, то он осторожно отмечал: «Время научит, сколько может электрическая сила действовать в рассуждении поветрия».

Систематические наблюдения привели Ломоносова к убеждению, что эти явления имеют электрическую природу. К исследованию атмосферного электричества ученого подтолкнул объявленный Берлинской академией конкурс на решение задачи о причинах электрических явлений.

По мнению М.В. Ломоносова, солнце излучает «электрическую силу», благоприятно действующую на живые организмы. Отсутствие этого электричества заставляет растения «ночью спать», а затмение солнца, т.е. внезапное прекращение («крутое пресечение») действия этой силы на землю, вызывает воздействие на все живое. Растения вянут («страждут»), среди скота начинается падеж, среди людей – эпидемии, «поветрие». М.В. Ломоносов приводит мнение иностранных авторов, утверждавших, будто «во время солнечного затмения падают ядовитые росы». Преувеличенное представление Ломоносова о влиянии электрической силы на предотвращение эпидемий ошибочно. Но даже при его неправильности, для своего времени оно было прогрессивно, так как в противовес распространенным системам, согласно которым

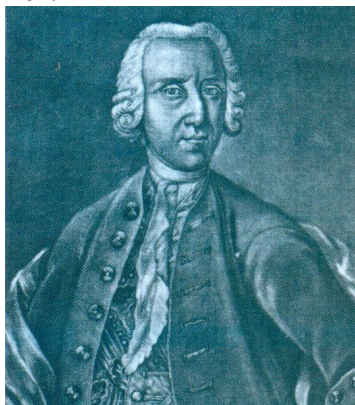


причины болезней лежат в движениях нематериальной души, подчеркивало роль материальных явлений, внешней среды [5].

В то время большинство авторов приводило «факты» без всяких объяснений, или же давало им астрологическое толкование, взгляды М. В. Ломоносова на роль солнца и солнечных затмений были свободны от мистицизма и суеверий астрологов и переносили вопрос в плоскость чисто материальных воздействий конкретной, хотя и не вполне понятной и изученной, электрической силы.

Одно из «Прибавлений» к «Волфьянской экспериментальной физике», включенных во второе издание ее перевода (1760), М.В. Ломоносов специально посвятил «электрической силе». Он писал: «В те времена, когда господин Вольф писал свою «Физику», весьма мало было знания о электрической силе, которая начала в ученом свете возрастать славою и приобретать успехи около 1740 года». Описав опыты образования электричества с помощью электрической машины и связанные с этим опасности, М.В. Ломоносов добавлял: «Но не все таковые опыты столь опасны; есть и приятные и великую надежду к благополучию человеческому показующие».

Ломоносов активно занимался исследованием электрической природы грозных явлений – это открытие незадолго до этого сделал американец Бенджамин Франклин и Георг Вильгельм Рихман (рис 6). Усовершенствовав установку Франклина Рихман создал «громовую машину», позволявшую регистрировать электрические разряды в атмосфере. Сотрудничая и споря друг с другом, Ломоносов и Рихман старались не пропускать грозы, чтобы фиксировать колебания тока в «громовой машине».



*Рис. 6. Профессор Георг Вильгельм Рихман, швед по национальности, родился в Пернове (Пярну). Поучившись в Галле и Йене, отправился в Петербург, где стал студентом Академического университета.*

26 июля 1753 года от удара молнии погиб профессор Рихман (рис. 7). М.В. Ломоносов пытался оживить его.



*Рис. 7. Гибель профессора Рихмана.*

Вот что он сам в письме к Ивану Шувалову писал об этом: «Первый удар от привешенной линии с ниткою пришел ему в голову, где красно-вишневое пятно видно на лбу, а вышла из него громовая электрическая сила из ног в доски. Нога и пальцы сини, и башмак разодран, а не прожжен. Мы старались движение крови в нем возобновить, затем, что он еще был тем; однако голова его повреждена и больше нет надежды... Умер Рихман прекрасною смертию, исполняя по своей профессии должность» [5, 7].

Признание роли внешней среды в происхождении болезней может быть проиллюстрировано и мыслями М.В. Ломоносова по поводу цинги. В XVIII веке взгляды на природу и происхождение цинги были достаточно разноречивы. Наряду с правильными наблюдениями, связывающими происхождение этой болезни с недостатком свежих овощей, имели хождение и совершенно фантастические представления о цинге как о проявлении особой «гнилостности соков» и т.п. М.В. Ломоносов безоговорочно примкнул к первому направлению, основанному на опыте врачей и многовековых народных наблюдениях, и лучшими противочинготными средствами считал ягоды, особенно хорошо ему известную северную морознику, а также сосновые шишки. [1, 2].

Известны негативные высказывания М. В. Ломоносова против учения о панацее, т.е. об универсальном лекарстве. В течение всего XVIII века было чрезвычайно живучим мнение об универсальном лекарстве, и свойство исцелять все или во всяком случае множество болезней приписывалось то одному, то другому лекарству. Еще в ранних работах М.В. Ломоносова и Г.В. Крафта утверждалось, что универсального лекарства не только нет, но и быть не может, т. к. оно неодинаково будет действовать на разные организмы и системы [1].

Одной из первых работ молодого ученого, появившейся вскоре по возвращении его в Петербург, стал перевод статьи физика академика Г.В. Крафта «О сохранении здравия». Ломоносов вложил в эту работу немало собственных мыслей. Вместе с Крафтом он выступил против популярного тогда учения о «панацее» – универсальном лекарстве, утверждая, что «лекарства действуют не токмо по одному состоянию своих собственных сил, но купно и по свойствам того тела, которое их принимает...». В статье утверждалось, что сохранению здоровья способствует правильный образ жизни, и давались рекомендации, как его организовать. Ценность статьи заключалась и в том, что она была напечатана в приложении к газете «Санкт-Петербургские ведомости популярном издании «Примечания к ведомостям», рассчитанном на широкий круг читателей.

Гуманистическая направленность деятельности великого ученого наиболее полное выражение получила в его известном труде «О сохранении и размножении российского народа». Написанный в 1761 году в форме письма к видному вельможе И.И. Шувалову, он распространялся только в списках, так как содержал серьезную критику церковных обрядов и обычаев. Впервые это произведение было опубликовано лишь в 1819 году. Работа выходила за рамки медицинской тематики и касалась многих социальных вопросов [1,5]. В указанном письме Ломоносов считает самым главным делом сохранение и размножение российского народа, в чем состоит величество, могущество и богатство всего государства, а не в обширности, тщетной без обитателей.

Ученого обеспокоили высокая детская смертность и отсутствие заботы государства о детях, малый прирост населения. По подсчетам М.В. Ломоносова, в России ежегодно умирало 100 000 детей в возрасте до трех лет, т. е. 5-7 детей из 10 родившихся. Особенно высокая детская смертность была среди крепостного крестьянства. Причины ее крылись в плохом уходе за грудными детьми и частых родовых травмах, в основном от неумения и невежества повивальных бабок. К числу основных заболеваний детей он относил «болезнь при выходе зубов, младенцам часто смертоносная, когда особливо падучую болезнь с собой приносит. Также грыжи, оспа, сухотка, черви в животе и другие смерти детской причины...». Он указывал на необходимость изучения причин заболеваемости детей, предлагал меры по предупреждению эпидемических болезней.

М.В. Ломоносов рекомендовал издать хорошие книги по повивальному делу, сочинить наставления на русском языке и требовал значительного увеличения числа квалифицированных повивальных бабок. Он предлагал составить учебник по детским болезням и дать рекомендации по лечению заболеваний, с указанием необходимых и доступных для населения в каждой местности трав и времени их сбора для приготовления лекарств. Данные учебники



издать массовым тиражом и повсеместно распространить, чтобы все священники и грамотные люди об этом знали. Особенно выделял Ломоносов отрицательное действие на здоровье детей религиозных обрядов и решительно выступал против санитарного невежества духовенства. Крещение детей в холодной воде нередко приводило к развитию самых разнообразных заболеваний, в том числе и психических расстройств. Он писал: «Упрямых попов, кои хотят насильно крестить холодною водою, почитаю я палачами, на том, что желают после рождения и крестин вскоре и похороны иметь для своей корысти».

Анализируя детскую смертность, М.В. Ломоносов не мог не коснуться и вопроса о судьбе «незаконнорожденных детей», матери которых нередко прибегали к детоубийству. Заботясь о судьбе и здоровье этих детей, он предлагает учредить специальные богадельные дома для их воспитания. Такой дом был создан в 1763 году, и ученый написал стихи, включенные в устав воспитательного дома [1, 5].

Не менее важными считал он и проблемы брака, рассматривая их как в медицинском, так и в социальном аспекте. В частности, касался вопросов допустимого различия возрастов супругов, гигиены и гармоничности брака. Низкий прирост населения, помимо высокой детской смертности, он ставит в зависимость и от возрастного состава супругов. Существовавший ранее в деревнях обычай женитьбы малых ребят на женщинах значительно их старше не позволял иметь больших семей. По его мнению, невеста жениха не должна быть старше, лучше, если муж жены старше на 7-10 лет, а может быть, и 15-ю годами.

К числу причин, пагубно влияющих на здоровье народа, он относил и церковные праздники. Особый вред видел в соблюдении семинедельного великого поста, который в России приходится на раннюю весну, до появления свежих овощей, и обрекает население на питание главным образом соленой и «цинготной» рыбой. Естественно, резкие перемены в питании, смена пищи, периоды большого излишества в ней, которые сменяются длительным голоданием и истощением организма, оказывали неблагоприятное влияние на здоровье человека, увеличивали заболеваемость населения. «Паче других... времен пожирают у нас масленица и святая неделя великое множество народа одним только переменным употреблением питья и пищи», - писал ученый, во время же великого поста люди так себя «изнуряют, что здоровья своего никоею мерою починить не могут...». Это был в то время смелый вызов духовенству. Столетие спустя эту же мысль высказал и гениальный русский физиолог И.П. Павлов.

Именно Ломоносову наша отечественная медицина обязана основными своими направлениями гуманностью, профилактикой, стремлением рассматривать организм как единое неразрывное целое, с учетом индивидуализации каждого случая заболевания.

#### Литература

1. Бычихин Н.П. М.В. Ломоносов и его роль в развитии здравоохранения. В сборнике «Слово о Ломоносове» – Архангельск, 1980, с.160-171.
2. Григорян Н.А. М.В. Ломоносов и медицина. – Советское здравоохранение, 1961, № 10, с. 72-78;
3. Кассирский И.А. О врачевании. – Москва, 1995, 204 с.
4. Кузьмин М.К. История медицины. – Москва, 1978 г., 254 с.
5. Ломоносов М.В. Полн. собр. соч. – Изд-во АН СССР, 1951, т. 3, с. 352.
6. Ломоносов М.В. Избранная проза. – Москва, 1986, 542 с.
7. Ломоносов М.В. Сочинения. – Москва, 1987, 444 с.
8. Морозов А. А. Родина Ломоносова. Сев.-Зап. кн. изд-во, 1975, 232 с.
9. Приходько П. Г. Вопросы гигиены труда горнорабочих в трудах М.В. Ломоносова. – Гигиена и санитария, 1949, № 6, с. 23-27.
10. Тюрюканов А.Н., Федоров В.М. Н.В. Тимофеев-Ресовский: Биосферные раздумья. – Москва, 1996, 368 с.
11. Ушаков Д. А. Беломорье. – Москва, 1984, 503 с.

## **М.В. Ломоносов о создании цветов, природе света и мозаике**

*А.В. Буторина, \*А.М. Архаров, \*В.А. Матвеев, \*\*С.Б. Нестеров, \*\*\*Е.И. Борзенко,  
\*\*\*\*Л.Н. Антипин, \*\*\*\*\*О.А. Данько*

*Российский национальный исследовательский медицинский университет им. Н.И. Пирогова,*

*\*Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана,*

*\*\*РНТВО им. академика С.А. Векшинского,*

*\*\*\*Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики,*

*\*\*\*\*Московская государственная академия ветеринарной медицины и биотехнологии им. К.И. Скрябина,*

*\*\*\*\*\*Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова*

*В многогранной деятельности М.В.Ломоносова видное место занимало его художественное творчество. Подлинный талант Ломоносова раскрылся в мозаичном искусстве, где слились воедино его естественнонаучные и художественные дарования.*

*M.V.Lomonosov on the colours creation, light nature and mosaics art. A.V.Butorina, A.M.Arkharov, V.A.Matveev, S.B.Nesterov, E.I.Borzenko, L.N.Antipin, O.A.Danko. Lomonosov's contribution into the development of mosaics art is remarkable.*

*«Полтавская баталия»,  
созданная М.В. Ломоносовым остаётся самым  
значительным произведением русского мозаичного  
искусства за целое тысячелетие.*

М.В.Ломоносов в своих работах отмечал, что еще в Киевской Руси было распространено мозаичное искусство. Позднее, в годы княжеских междоусобиц, а затем татаро-монгольского нашествия, секреты изготовления мозаик на Руси были утрачены.

В 1746 году несколько мозаичных работ привез из Рима граф Михаил Илларионович Воронцов, в доме которого часто бывал М.В.Ломоносов. Среди них оказалась и мозаичная картина «Плачущий апостол Петр» работа неизвестного ватиканского мастера с оригинала Гвидо Рени, отличавшаяся богатством и разнообразием красочных оттенков при передаче розового хитона и голубого плаща апостола. Ломоносова заинтересовала искусная работа итальянских мастеров, доведших свою смальтовую «палитру» до нескольких тысяч оттенков, что позволяло виртуозно копировать масляную живопись.

Ломоносов разрабатывая собственную технологию изготовления цветного непрозрачного стекла и к весне 1750 года получает качественные образцы. М.В. Ломоносов ставит задачу организации работы стекольного завода и художественной мастерской для создания мозаик.

Ораниенбаум - городок, возникший около дворцового ансамбля, созданного Александром Меншиковым и Петром III - ныне город Ломоносов, здесь Ломоносов в 1754 году основал свою знаменитую стекольную фабрику.

Живой, художественный и практический интерес к мозаике сочетался с давно волновавшими Ломоносова вопросами теоретической физики и химии. Постройка в 1748 г. Химической лаборатории позволила М.В.Ломоносову начать большие исследования по химии и технологии силикатов, а также по теории цвета. Он писал: «Итак, сколько испытание физических причин, разные цвет производящих, столько ж, или еще больше, примеры римской мозаики... побудило меня предпринять снискание мозаического художества» [1]. В мае 1749 г. М.В.Ломоносов сообщал в Канцелярию, что в числе других работ он «делал химические опыты до крашения стекол надлежащие». А в январе 1750 г. ученый писал президенту Академии наук: «...прилагаю я возможное старание, чтобы делать стекла разных цветов... и в том имею нарочитые прогрессы. При всех сих практических опытах записываю и те обстоятельства, которые надлежат до химической теории».

Природой света и теорией цвета М.В.Ломоносов заинтересовался с самого начала своей научной деятельности. Он разрабатывал теорию цвета, исходя из своего понимания физической природы света. М.В.Ломоносов полагал, что белый цвет состоит из трех основных цветов - красного, желтого и голубого. Он стал на эту точку зрения, ибо не мог и не хотел создавать громоздкой теории эфира для семи цветов. Ломоносов хорошо видел, что на практике можно получить все бесконечное разнообразие цветов, исходя из трех основных.

В середине 1750 г. в Петербург из Италии графу М.И.Воронцову доставлен мозаичный портрет Елизаветы Петровны работы известного мастера Алессандро Кокки выполненный по оригиналу петербургского придворного художника Людовика Каравака. Портрет произвел сильное впечатление на М.В.Ломоносова умелым подбором красочных оттенков при передаче богатого наряда императрицы – серебряной парчи платья, синего муара ленты, алмазов и сапфиров ее драгоценного убора. М.В.Ломоносов этому портрету посвятил стихи, начинавшиеся словами:

*«Фортуну вижу я в тебе или Венеру  
И древняго дивлюсь художества примеру.  
Богиня по всему, которая ты ни будь.  
Ты руку щедрую потщила протянуть.  
Когда Венера ты, то признаю готову  
Любителю наук и знаний Воронцову  
Златое яблоко отдать за доброту,  
Что присудил тебе Парис за красоту.  
Когда ж Фортуна ты, то верю несумненно,  
Что счастье его пребудет непременно,  
Что так недвижно ты установила круг,  
Коль истинен Патрон и коль он верен друг».*

Ломоносов увлечен своей работой и не щадит себя, уверенно приближается к полной разгадке всех тайн этого древнего искусства. Ученый для получения цветных стекол провел многочисленные опыты. 13 января 1750 г. М.В.Ломоносов демонстрировал изготовленные цветные стекла в Академическом собрании [2], но только через три года, полных напряженного труда он добился желаемых результатов.

Летом 1752 г. Ломоносов заканчивает первую художественную работу – мозаичский образ Богородицы и сообщает, что для выполнения этой небольшой мозаичской картины, размер которой - 2 фута на 19 дюймов, поставлено 4000 составных кусков, а для изобретения составов сделано 2184 опыта в стеклянной печи.

В связи с этим Ломоносов в феврале 1754 г. писал Леонарду Эйлеру: «В течении трех лет я был весь погружен в физико-химические испытания, предпринятые для разработки учения о цветах. И труд мой оказался не бесплодным, так как кроме результатов, полученных мною при различных растворениях и осаждениях минералов, почти три тысячи опытов, сделанных для воспроизведения разных цветов в стеклах, дали не только огромный материал для истинной теории цветов, но и привели к тому, что я принялся за изготовление мозаик» [3].

Лишь в 1756 г. М.В.Ломоносов изложил итоги многолетних теоретических и экспериментальных изысканий, связанных с изучением природы света, в «Слове о происхождении света, новую теорию о цветах представляющее...». Свою теорию он изложил на публичном собрании Академии наук. «Хотел бы я изъяснить все, что о цветах через пятнадцать лет думал, между другими моими трудами, но сие требует, во-первых, весьма долгого и больше, нежели для публичного слова позволенного, времени» [4].

В своем небольшом по объему «Слове» М.В.Ломоносов сумел высказать много интересных идей, связанной с природой света. Наиболее важными среди них следует разделить о единой природе световых и электрических явлений, явлениях теплового изучения и их связи между собой, об электрической природе света. Оригинальными были и его суждения о справедливости волновой теории света, а также его теория цветов. «Анализируя развитие цветоведения, - отмечает исследователь К.С. Ляликов, - мы должны признать, что именно с

опубликованием Ломоносовского «Слова» начало складываться цветоведение в современном понимании этой науки» [5].

М.В.Ломоносов открывает способ получения смальты любого цвета, любых оттенков. При помощи окисей меди и других металлов получил стекло «превосходное зеленое, травяного цвета, весьма похожее на настоящий изумруд», «зеленое приближающееся по цвету к аквамарину», «цвета печени», «красное берилловое», «очень похожее на превосходную бирюзу», «хрустальное синеватое», «сине-зеленое» и т.д. Окись железа дала Ломоносову в стекле желтые тона, золото – рубиновое стекло» [6]. Научные и практические результаты исследований Ломоносова произвели большое впечатление за границей. 30 марта 1754 г. Леонард Эйлер писал ему из Берлина: «То что Вы, славнейший муж, исследовали относительно наведения разных цветов на стекла, достойно Вас. Наши химики считают особенно важным это открытие» [7].

Ломоносов глубоко осознал художественный смысл мозаики - ее суровую и выразительную красоту, ее красочные возможности, декоративное значение и эпическую монументальность. Ученый видел перспективы изготовленных рецептов цветных стекл, рассчитывал на их практическое применение. Через М.И.Воронцова и И.И.Шувалова он пытался заинтересовать императрицу развитием мозаичного дела в масштабе государства, а также добиться более благоприятных условий для своей научной работы, чтобы «удобнее было производить в действие мои в науках предприятия, ибо хотя голова моя и много зачинает, да руки одне, и хотя во многих случаях можно бы употребить чужие, да приказать не имею власти» [8]. Однако никаких «милостей» ни от императрицы, ни от ее приближенных Ломоносов не получил.

Возродив в России утраченное древнерусское искусство мозаики М.В.Ломоносов одновременно создал и собственную технику мозаичного набора. В отличие от западноевропейских мозаичистов, набиравших мозаики преимущественно тонкими пластинками смальты, русский ученый разработал свою методику набора мозаичных картин четырехгранными брусками (палочками) различного сечения, обеспечивало прочность набора.

В начале 50-х годов Ломоносов разработал методы отливки и шлифовки смальты, из которой предстояло набирать мозаичные портреты и картины, а также нашел состав мастики, с помощью которой смальта скреплялась с медным подносом. Уже в сентябре 1752 г. он закончил первую художественную мозаичную работу - образ Богородицы по картине итальянского живописца Ф.Солимены. 4 сентября этого же года он подносит его Елизавете Петровне. Образ был принят ею с «оказанием удовольствия». Сравнительно небольшая по размерам мозаика (2 фута на 19 дюймов или 8,79 на 47,23см) оказалась чрезвычайно трудоемкой в изготовлении. В связи с этим М.В. Ломоносов писал: «Всех составленных кусков поставлено больше четырех тысяч, все моими руками, а для изобретения составов делано две тысячи сто восемьдесят четыре опыта в стеклянной печи» [9].

Набор в мозаиках М.В.Ломоносова производился ускоренным способом, им изобретенным. Во все подробности мозаичной техники Ломоносов внес усовершенствования, был свободен от стесняющих традиций, опережал свое время. Таков он был во всех областях своей разнообразной стремительной деятельности – в науке, поэзии, мозаичной живописи. В научных и художественных делах Ломоносов хотел показать и личным примером доказал, что Россия имеет все данные занять свое, выдающееся положение среди европейских стран.

М.В. Ломоносов набирает себе учеников, которых обучает мозаичному делу, в сентябре 1752 г. академическая канцелярия разрешила Ломоносову самому выбрать двух лучших учеников из Рисовальной палаты, состоявшей при Академии. Это были два необычайно даровитых юноши, сын матроса Матвей Васильев, которому тогда едва исполнилось 16 лет, и сын мастерового придворной конторы Ефим Мельников, который был еще моложе. В это время М.В.Ломоносов приступил к работе над мозаичным портретом Петра I и привлек своих учеников. В 1757 г. из мозаичной мастерской Ломоносова вышли четыре портрета Петра Великого. Один из них Ломоносов поднес Сенату.



*Портрет Петра I. Мозаика.  
Набрана М. В. Ломоносовым. 1754г. Эрмитаж.*

М.В.Ломоносов обращается к правительству с «Предложением» организовать производство смальт для мозаик художественных и бытовых вещей из цветного стекла, уверяя, что качество изобретенных им мозаичных составов ничем не уступает римским, а ценой они даже дешевле. Однако правители России были глухи к призывам ученого. И тогда он решил сам наладить это производство. В октябре 1752 г. Ломоносов просит Сенат разрешить ему «к пользе и славе Российской империи» завезти фабрику делания изобретенных мною разноцветных стекол и бисера, пронизок и стеклярусу и всяких других галантерейных вещей и уборов, чего еще поныне в России не делают, но привозят из-за моря великое количество, ценою на многие тысячи [10]. Например, коммерц-коллегия запрошенная Сенатом, подтвердила, что ввоз и транзит через Россию бисера и цветного стекла достигает значительных размеров. Так, в 1751 г. только через Санкт-Петербургский порт было привезено: бисеру - 2109 пудов 31 фунт (фунт - русская мера веса, равная 409,5 гр.), пронизок - 19786000 штук, стеклярусу - 13 пудов 2 фунта и оконного стекла разных цветов - 1120 штук [11]. Сведения эти, несомненно, были известны и Ломоносову, и поэтому его проект заведения в России нового производства был своевременным и обоснованным.

С этой целью он просил выделить ему в Копорском уезде, недалеко от Петербурга участок, где «есть глина, песок и дрова». Сенатским указом от 14 декабря 1752 г. Ломоносову дано разрешено построить фабрику, и ему была назначена ссуда в размере 4000 рублей без процентов с тем, чтобы по прошествии пяти лет «возвратил в казну без всяких отговорок». 15 марта 1753 г. подписан указ о передаче в ведении М.В.Ломоносова «для работ на фабрике» в Копорском уезде 9 тыс. десятин земли и 212 душ крестьян. Местность была богата лесом и песком, необходимым для производства стекла; 6 мая того же года близ деревни Усть-Рудицы состоялась закладка фабрики.

Начиная строительство фабрики цветного стекла, Ломоносов рассчитывал на большие государственные заказы. Он надеялся широко развернуть мозаичное искусство, готовить монументальные картины, которые бы прославляли величие России, боевые подвиги и исторические свершения русского народа. Он считал, что налаженное им производство цветного стекла и изделий из него освободит страну от импорта многих товаров, а фабрика послужит примером для других предприятий. Поэтому он продолжает совершенствовать технологию.

Ломоносову пришлось не только заниматься строительством Усть-Рудицкой фабрики и ее оснащением, но и заботиться о подготовке специалистов. Крестьяне, которые были приписаны к фабрике, совсем не знали производства, а отсутствие опытных мастеров тормозило развертывание работ. Поэтому обучение большого числа людей разным специальностям стало постоянной заботой Ломоносова.

Главными специалистами на Усть-Рудицкой фабрике стали М.Васильев и Е.Мельников, которые получили навыки в наборе мозаик еще в Химической лаборатории Ломоносова и обладали солидным опытом в работе. М.В.Ломоносов рассчитывал, что фабрика будет не только окупать себя, но и приносить прибыль. По его расчетам, стоимость мозаичных составов

составляет не более 10 копеек за фунт, а на квадратный фут мозаики пойдет до 12 фунтов. Шесть мастеров смогут ускоренным «ломоносоевским» способом набирать в год до тысячи квадратных футов мозаичных украшений [12].

В октябре 1757 г. была создана комиссия из членов Академии художеств. Она высоко оценила деятельность М.В.Ломоносова и его мастеров в искусстве мозаики. В отзыве комиссии отмечалось: «... со удивлением признавать должно, что первые опыты мозаики без настоящих мастеров и без наставления в самое малое время столь далеко доведены, то Российскую империю поздравляем с тем, что между благополучными успехами наук и художеств... и сие благородное художество изобретено и уже столь далеко произошло, как и в самом Риме и в других землях едва в несколько сот лет происходить могло» [13].

Получив столь благоприятное заключение о мозаических работах Ломоносова, Сенат предписал всем учреждениям и ведомствам, занимающихся возведением публичных зданий, представлять ученому заказы на изготовление мозаичных картин для украшения новых сооружений. Прошел год, за ним другой, но никаких заказов на мозаичные картины от государственных учреждений Ломоносов не получил. В 1758 г. великому ученому приходилось изыскивать разные способы, чтобы расплатиться с долгами, связанными с расходами по Усть-Рудицкой фабрике.

Стремясь добыть необходимые суммы, ученый вынужден организовать торговлю дровами. В письме к своему кредитору академику Я.Штелину он писал: «Я имею четыреста сажень дров на берегу Каравалдая, но не могу еще никого найти, кто бы купил у меня из них 300 саж. и кто перевез бы сюда (в Петербург), как делалось это прежде» [14].

Несмотря на огромные материальные трудности команда М.В.Ломоносова продолжала трудиться над созданием мозаичных картин и портретов, считая, что это искусство в конце концов найдет всеобщее признание. Следуя традициям древнерусской мозаики, Ломоносов стремился к новому и яркому решению стоявших перед ним художественных задач. Он не занимался простым копированием живописных образцов, как это делали в его время даже самые прославленные итальянские мастера. М.В.Ломоносов создавал новое, самостоятельное искусство мозаики. Мозаика должна не подлаживаться под живопись, что навсегда обрекало ее на подчиненное положение, а развивать свои собственные преимущества - декоративность и монументальность. М.В.Ломоносов прекрасно понимал необходимость достигнуть в мозаике художественного впечатления.

Летом 1756 г. М.В.Ломоносов получил во владение «погорелое место» в Адмиралтейской части Петербурга на правом берегу Мойки, где построил каменный двухэтажный дом и отдельно от него мозаичную мастерскую. Сюда он переводит мастеров из Усть-Рудицы, где продолжают приготавливать смальту.



*Александр Невский.*



*Императрица Елизавета Петровна.*

Из мозаичной мастерской Ломоносова в течение девяти последующих лет выходят одна за другой замечательные исторические портретные мозаики: сестры Елизаветы - Анны



Петровны, ее сына – наследника престола - Петра Федоровича, Александра Невского, М.И.Воронцова - крупного государственного деятеля, автора ряда экономических реформ, Мавры Егоровны - жены Л.И.Шувалова, других членов семейства Шуваловых - двоюродных братьев Петра, Ивана Ивановича и Александра Ивановича, графа Петра Ивановича Шувалова, Апостола Петра, и, наконец, потрясающий по яркости и гармоничности красок овалный портрет Елизаветы Петровны в красном парчовом платье, выполненный Ломоносовской мастерской к концу 1760 года по заказу И.И. Шувалова для Московского университета.

Искусство портретной мозаики М.В.Ломоносова проявлялось в необычайном ощущении колорита, той необыкновенной гамме «радужных и бархатно-голубых тонов в портрете Елизаветы Петровны и скромных жемчужных переливов на портрете Екатерины II», о которой пишет исследователь ломоносовских мозаик Н.Е.Макаренко.

Помимо больших мозаичных картин, М.В.Ломоносов изготавливал и мозаические миниатюры, к сожалению до нас не дошедшие. «... Все материалы, - писал М.В.Ломоносов, - имеют такую же прочность и качество, как и римские, а краски их не изменяются ни от воздуха, ни от солнца, ни вследствие истечения времени, так как они изготавливаются на сильном огне» [15].

Время подтвердило правоту слов Ломоносова. Сохранившиеся мозаичные портреты, изготовленные им или под его руководством, украшают многие наши музеи. Так в Государственном Эрмитаже находится мозаика Ломоносова «Апостол Петр»; в Русском музее - портреты Петра I, Елизаветы Петровны; в Историческом музее - «образ Бога-отца»; в музее Ломоносова - портреты Петра I, Анны Петровны, Г.Г.Орлова и др.

В начале 1758 г. М.В. Ломоносов разработал проект грандиозного мозаичного монумента в честь Петра Великого, который предлагал воздвигнуть в Петропавловском соборе столицы. В мозаичных панно Ломоносов хотел отразить «знатнейшие дела историческим образом», подразумевая под ними начало правления Петра, «избавление от стрельцов», историю создания флота, взятие Азова, пребывание Петра I за границей, основание Петербурга, Кронштадта, Петергофа, «Левенгауптскую битву», т.е. сражение Петра I при деревне Лесной, «Полтавскую баталию» и т.д. [16].

Ломоносовым был уже составлен план и смета отдельных видов мозаичных и живописных работ, но вскоре ученый отказался от этого проекта, представив другой, более дешевый. В нем по-прежнему сохранилась идея украсить стены собора мозаическим панно на темы, отражающие различные этапы жизни и деятельности Петра I.

Главные мозаичные картины - «Полтавская баталия» и «Азовское взятие» - М.В.Ломоносов проектировал на северной и южной сторонах собора, остальные десять - меньшего размера предполагал разместить в простенках. Вся работу Ломоносов намечал выполнить за шесть лет.



*Мозаичный портрет П. И. Шувалова.  
Мастерская М. Ломоносова. 1785г.*

В июне 1761 г. после долгих проволочек Сенат окончательно утвердил предложенный Ломоносовым сокращенный проект сооружения монумента в Петропавловском соборе в честь Петра I. Однако двухлетняя задержка с началом работ над монументом оказалась роковой для



этого грандиозного предприятия. В декабре 1761 г. скончалась императрица Елизавета Петровна, а с середины 1762 г. сошли один за другим с политической арены покровители М.В.Ломоносова И.И.Шувалов и М.И.Воронцов и другие сановники елизаветинского времени.

Несмотря на значительные трудности, в мае 1762 г. М.В.Ломоносов с помощниками приступил к работе над мозаичным панно «Полтавская баталия». Набор этой грандиозной мозаики проходил в мозаичной мастерской на набережной Мойки. Смальты для панно были изготовлены в Усть-Рудице под руководством И.А.Цильха. М.В.Ломоносов строго распределил между своими помощниками различные виды работ, сообразно с квалификацией каждого мастера и его склонностями. Сохранились и расценки, по которым М.В.Ломоносов платил за набор отдельных частей «Полтавской баталии»:

«Воздух, дым, грунд, крупные места на платье, на лошадях, где мало перемен в тени и свете» - квадратный фут 50 копеек.

«У платья, где фалды, обшлага, пуговицы, шляпы, башмаки, лошадиные головы, хвосты, седла, просто горизонт» - 1 рубль.

«Крупное ружье, знамена, штандарты» - 2 рубля.

«Головы, руки и волосы простые» - 3 рубля.

«Лагерь, Полтава, дерево» - 4 рубля.

«Мелкие фигуры, сражения, полки» - 5 рублей.

«Лица портретные» - 6 рублей.

«Лицо самой главной особы – особливо по рассмотрению».

Все семь мастеров, работавших над «Полтавской баталией» жили в доме Ломоносова. Пятеро из них были солдатские дети и рабочие и только Максим Щоткин – сын «учителя грамоты», а Семен Романов происходил из мелкопоместных костромских дворян. Самый даровитый из них - Матвей Васильев, выполнявший наиболее ответственные части картины и, по-видимому, «лицо самой главной особы», получал от Ломоносова 150 рублей жалованья в год, Ефим Мельников - 120, Яков Шалауров - 60, Михайло Мешков - 54, Нестеров и Щоткин - по 48 рублей, а Романов - всего 18 рублей в год [17].

В декабре 1764 г. мозаика «Полтавская баталия» была закончена, в начале следующего года отшлифована, отполирована и вставлена в медную раму. М.В. Ломоносов сам составил описание «Полтавской баталии» [18].

Сюжет мозаики - окончание битвы русских войск со шведами под Полтавой. Основной замысел картины - сражение еще не закончено, но стойкость шведских войск уже поколеблена и победа над ними уже предрешена. На первом плане изображен Петр Великий на скачущей лошади с поднятой шпагой в руке, в окружении генералов и охраняющих его свиту солдат. Обстановка еще достаточно опасная для жизни Петра и его окружения, поскольку сражение еще продолжается и враг еще не сломлен. За Петром следует его соратники - Б.П.Шереметев, А.Д.Меньшиков, М.М.Голицын и др. Изображен и раненый Карл XII, сидящий в простой коляске и пытающийся сдержать наступление русских войск. Но приближенные Карла, поняв бессмысленность сопротивления, поворачивают его коляску, предлагая ему спастись бегством [19].



*Полтавская баталия.*

*Мозаика работы мастерской М.В. Ломоносова. 1762-1764 гг.*

Для огромного монумента М.В. Ломоносов намечал и другие картины. Он делал эскизы, продумывал темы и составлял их предварительное описание. Например, картина «Начало государственной службы» должна была представить регулярное учение «потешных» войск за Москвой. Другие картины должны были представить «Гангутскую победу», «Начало флота», «Заложение Петербурга» и др.

«Полтавская баталия» явилась завершением всех трудов М.В.Ломоносова в области мозаики. Эта грандиозная картина занимала со всеми украшениями - рамами и картушами – почти двенадцать аршин (аршин – российская мера длины, равная 0,71 метра) в ширину и одиннадцать в высоту. «Изображение Полтавской Победы набрано из мозаичных составов в медной плоской сковороде, весом в 3000 фунтов, обложенную железом, которое весит около 2000 фунтов. Поставлена на бревенчатой машине, которая удобно поворачивается для лучшей способности самой отделки и для осмотра, когда надобно» [21]. Ломоносов - историк весьма правдиво изобразил Полтавское сражение, оказавшие огромное влияние на судьбу России первой четверти XVIII века.

Вслед за «Полтавской баталией» Ломоносовым была начата другая работа - «Азовское взятие». «Представляется город Азов, - писал М.В.Ломоносов, - окруженный российским войском. В передней части изображен Петр Великий верхом, в старинном платье, равно с ним и боярин Шеин; прочие знатные: Головин, Лефорт, Гордон - в новом платье. Государь повелевает Шеину нападающих сзади на лагерь неприятелей отогнать. Против города сделана земляная гора выше оною, с которой россияне палят и бомбардируют, также и чинят приступ; новое войско апрошами к приступу приближается, ныне отгоняют вспять турецкую вылазку; на горизонте видна победа российского флота над турецким. Между тем в городе пороховую казну взорвало, и выставлен белый флаг к сдаче» [20].

Еще во время работы над «Полтавской баталией», высоко оценивая созданные М.В.Ломоносовым произведения мозаичного искусства, Академия Художеств 10 октября 1763 г. избрала его своим почетным членом. Архитектор А.Ф.Кокоринов, представляя академическому собранию нового академика, сказал, что М.В.Ломоносов «не только приобрел славное имя, простираясь в науках, но и по склонности к художествам открыл, к славе России, редкое еще в свете мозаичное искусство» [22]. На торжественном собрании, отвечая на приветственную речь директора Академии архитектора А.Ф. Кокоринова, М.В.Ломоносов заявил, что он приложит все усилия, чтобы «показать себя достойным такового присвоения, особливо по наукам, которые, с художествами тесным союзом сродства соединясь, всегда требуют друг от друга взаимного вспомоществования». С гордостью за своих соотечественников говорил ученый об их «похвальном подвиге ревностного учения», об их возможностях показать просвещенной Европе «проницательное остроумие твердое рассуждение и ко всем искусствам особливую способность нашего народа» [23].

С достижениями М.В.Ломоносова в области мозаичного искусства итальянских ученых познакомил М.И.Воронцов. Благодаря его хлопотам в «Флорентийских ведомостях» напечатана заметка о мозаичных работах Ломоносова. Русский перевод этой заметки вскоре опубликован в Петербурге в журнале «Ежемесячные сочинения и известия о ученых делах». А в апреле 1764г. М.В.Ломоносов единогласно избран членом Болонской академии наук.

Получив признание своих заслуг как незаурядного художника, М.В.Ломоносов строит творческие планы. Но напряженная работа над «Полтавской баталией», наряду с огромной научной деятельностью в других областях окончательно подорвала его здоровье.

До конца своих дней М.В.Ломоносов заботился о завершении своего замысла. В 1764 г. во время тяжелой болезни он составляет черновое прошение в Сенат на тот случай, если жизнь его «пресечется» и возникнет сомнение, продолжать ли начатое им «великое мозаичное дело». Ломоносов заверяет Сенат, что «делание мозаичных составов не может быть оставлено», так как его шурин, Иван Цильх, «дошел в сем искусстве толь довольного совершенства, что никто в Европе лучших успехов показать не может, имеет учеников уже далече знающих. Ломоносов в особенности отмечает достоинства русского мозаичиста Матвея Васильева, «который с самого начала мозаичного дела упражнялся в своей практике и можно положить на него благонадежно произвождение такого дела».

«Мозаическое художество», вызванное к жизни изумительной энергией М.В.Ломоносова, не было достаточно понято современниками, не было поддержано

правительством и прекратилось к 80-м годам XVIII века полностью. Мозаики, вышедшие из рук самого Ломоносова и его учеников, не были учтены, в значительной своей части затеряны, а сохранившиеся в течение многих десятилетий были мало известны, не изучались, плохо хранились. Ломоносов не оставил списка работ своей мастерской. В «Росписи сочинениям и другим трудам советника Ломоносова» подробно перечислены его поэтические и научные труды. О мозаиках он написал лишь следующее: «Изобрел все составы к мозаичному делу, для чего сделал больше четырех тысяч опытов, коих не токмо рецепты сочинял, но и материалы своими руками по большей части развешивал и в печь ставил.

И сверх того мозаичное художество - как делать из оных составов картины живописные, с великими и неусыпными трудами привел в совершенство против римского, чего там больше двухсот лет доходили» [24].

О своих взглядах на мозаику и о планах ее развития в России М.В. Ломоносов писал в «Слове о пользе химии» (1751г.) и в «Предложении об учреждении здесь мозаичного дела» (1752г.). Написанная «запутанным стилем» ломоносовского недоброжелателя - В. Тредиаковского - и напечатанная в «Трудолюбивой пчеле» 1759г. статья «О мозаиках» не упоминала ни об одной работе современных автору русских мозаичистов, несмотря на то, что к этому времени мозаик было выполнено больше двадцати и заканчивался отличный большой портрет Елизаветы Петровны для Московского университета. Статья Тредиаковского могла сыграть отрицательную роль в осуществлении проекта М.В.Ломоносова по оформлению стен Петропавловского собора мозаичными картинами из жизни Петра I.

Историческая портретная мозаика М.В.Ломоносова и его учеников не имела себе равных в Европе, где мозаичисты обращались преимущественно к религиозным сюжетам или аллегорическим композициям. «Ни одна европейская мозаичная мастерская, - пишет профессор В.К. Макаров, - не выполнила столько портретов как ломоносовская, к тому же с большой уверенностью в трудной, непривычной технике» [25].

Исходя из всего изложенного, следует заметить, что «Полтавская баталия» остается самым замечательным произведением русского мозаичного искусства за целое тысячелетие. Судьба этого памятника беспримерна. После смерти Ломоносова до 1769г. картина хранилась в его доме в помещении опустевшей и разрушающейся мастерской. Для сохранения мозаики «Полтавская баталия» долгое время не находилось даже сносного сарая. Только в 1785г. мозаика перевезена в академию художеств, где вскоре о ней просто забыли, и с течением времени картинка претерпела изменения. В 1911г. картина была реставрирована на частные средства и поступила в музей Общества поощрения художеств. Только после 1917 г. ломоносовская мозаика водворена на достойное место. В старом здании на Неве, построенном еще Кваренги, где помещается конференц-зал Академии наук, уже при входе открывается взору яркое полотно «Полтавской баталии», занимающее всю стену на самой верхней площадке вестибюля.

На настоящее время нет точных данных о том - сколько изготовлено мозаичных картин в мастерской М.В.Ломоносова. На выставке «Ломоносов и елизаветинское время», состоявшейся в 1912 г., отмечается, что там фигурировало четырнадцать мозаик ломоносовской мастерской. В книге «Русская живопись XVIII века» указывается, что всего в ломоносовской мастерской создано свыше сорока мозаик. В другом источнике отмечается, что после смерти М.В.Ломоносова фабрика цветного стекла в Усть-Рудицах и мастерская в Петербурге были вскоре закрыты. Всего из мастерской Ломоносова вышло 43 картины, из которых 22 найдены [26].

Мозаичные работы Ломоносова высоко оценены российской Академией художеств, избравшей его в 1763 г. своим членом. В 1768 г., вскоре после смерти М.В.Ломоносова, фабрику в Усть-Рудице закрыли.

Осуществилась мечта М.В.Ломоносова о декоративном убранстве мозаиками «огромных публичных строений». Стены многих общественных зданий Москвы, Санкт-Петербурга и других городов нашей страны украшают монументальные мозаики, изготовленными российскими художниками, которые продолжают славные ломоносовские традиции.

Литература

1. Ломоносов М.В. ПСС, т. 3, с. 432.
2. Ломоносов М.В. ПСС, т. 8, с. 667.
3. Протоколы заседаний Конференций императорской Академии наук с 1725 по 1803 г. - СПб., 1899, т. 2, с. 217-218.
4. Ломоносов М.В. ПСС, т. 10, с. 502.
5. Там же. Т. 3, с. 342.
6. Ляликов К.С. Роль Ломоносова в развитии цветоведения. В кн.: «Ломоносов» - М.,-Л., 1961, т. 5, с. 123.
7. Ломоносов М.В. ПСС, т. 2, с. 372-438.
8. Ломоносов М.В. ПСС, т. 10, т. 470.
9. Там же. т. 9, с.75.; См.: Морозов А.А. Михаил Васильевич Ломоносов 1711 - 1765, с. 492.
10. Там же, с. 79-80.
11. Морозов А.А. Михаил Васильевич Ломоносов. 1711-1765, с. 495.
12. Там же, с. 494.
13. Билярский П. Материалы для биографии Ломоносова. - Спб., 1865, с. 353.
14. Ломоносов М.В. ПСС, т. 10, с. 532.
15. Ломоносов М.В. ПСС, т. 10, с. 529.
16. Там же, с. 127-130.
17. Морозов А.А. Михаил Васильевич Ломоносов.1711 - 1765, с. 519.
18. Там же, с. 519-522.
19. Павлова Г.Е., Федоров А.С. Михаил Васильевич Ломоносов (1711-1765), - М., 1988, с. 417.
20. Цит. по: Морозов А.А. Михаил Васильевич Ломоносов. 1711-1765, с. 522.
21. Морозов А.А. Михаил Васильевич Ломоносов. 1711-1765, с. 519; Макаров В.К. Художественное наследие М.В. Ломоносова. Мозаики. с.13.
22. Цит. по: Макаров В.К. Художественное наследие М.В. Ломоносова. Мозаики. - М. - Л., 1950, с. 7.
23. Ломоносов М.В. ПСС.Т.8.-С.786-787; Павлова Г.Е., Федоров А.С. Михаил Васильевич Ломоносов (1711-1765), с. 418.
24. Цит.: Макаров В.К. Художественное наследие М.В. Ломоносова. Мозаики. с. 10.
25. Макаров В.К. Художественное наследие М.В. Ломоносова. Мозаики. с. 26.
26. Кудрявцев Б.Б. Михаил Васильевич Ломоносов. Его жизнь и деятельность. с. 53.

**Капустин Николай Федорович.  
К 80-летию со дня рождения.**

*С.Б. Нестеров  
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского*

*Приведено жизнеописание известного деятеля в области вакуумной техники Капустина Н.Ф., директора ОАО «Вакууммаш».*

*To commemorate the 80th birthday of N. Kapustin. S.B. Nesterov. The biography of N.F.Kapustin, a famous director of JSC “Vakuunmash” is given here.*



12 ноября 2016 года исполнилось бы 80 лет Капустину Николаю Федоровичу - генеральному директору Открытого Акционерного Общества «Вакууммаш» - ведущего в Российской Федерации специализированного предприятия по разработке и выпуску вакуумного оборудования, которому он посвятил всю свою жизнь. Роль Николая Фёдоровича в развитии вакуумной науки и техники в СССР, в России и в мире сложно переоценить. Разработка новых образцов вакуумной техники, производство, участие в крупнейших проектах, которыми гордилась вся страна – это всё о нём.

Имитационные камеры на Байконуре, в Самаре, в Москве, проект многоразового космического челнока «Буран», за который он был удостоен правительственной награды, сложнейшие установки в Саровском ядерном центре – да и где не было вакуумного оборудования, произведённого в Казани. Начав работу на Вакууммаше, когда завод только-только начал осваивать новую для себя продукцию – вакуумную технику, он быстро вырос до заместителя генерального директора. А когда в начале 90-х встал вопрос о том, кто сможет взять на себя ответственность за дальнейшую судьбу завода – он не минуто не сомневаясь встал во главе предприятия. Тогда был непродолжительный период, когда ещё в СССР решили дать возможность избирать директоров трудовым коллективам. И Николай Фёдорович, который пользовался огромным, непререкаемым авторитетом, победил в этих выборах.

Николай Федорович родился 12 ноября 1936г. в селе, Астраханка Лаишевского района Республики Татарстан.

После окончания семилетки и службы в рядах Советской Армии Николай Федорович в 1958 году оканчивает техническое училище №3 в городе Казани и получает специальность кузнеца свободнойковки. Сразу после окончания, за отличные успехи в учёбе, ему предлагают



остаться в училище мастером производственного обучения, где он и работает до 1961 года. Одновременно Николай Фёдорович поступает на вечернее отделение факультета «Технология машиностроения» Казанского Авиационного Института, которое заканчивает в 1964 году, получив специальность Инженер-механик.

На завод Николай Фёдорович приходит уже в 1961 году (в то время Казанский механический завод - КМЗ) и проходит трудовой путь от инженера-конструктора до генерального директора. Это был период, когда Казанский механический завод только что приступил к освоению и выпуску совершенно новой для себя продукции – вакуумной техники. Поэтому вся история становления предприятия «Вакууммаш» именно как лидера вакуумного машиностроения СССР, а позже СНГ и России, все этапы развития вакуумной техники проходили с самым активным участием Николая Фёдоровича.

На всех должностях Николай Федорович проявил себя технически грамотным специалистом, энергичным, требовательным руководителем. Он обладал высокой работоспособностью, волевыми качествами, настойчивостью в достижении поставленных целей и преодоления сложных проблем, умением прогнозировать ситуацию и видеть перспективу.

Деятельный, грамотный, энергичный, Николай Федорович каждый раз оказывался на самых сложных и ответственных участках работы. В 60-е годы, когда происходило становление советского вакуумного машиностроения, а КМЗ осваивал выпуск вакуумной техники - Николай Федорович работает заместителем главного технолога по новой технике, а затем начальником СКО.

Когда встал вопрос об увеличении объёмов производства и налаживании выпуска новых видов продукции – Николай Федорович. назначается заместителем генерального директора по производству.

Но самые главные испытания выпали на долю Николая Фёдоровича в 90-е годы. Став в 1991г. генеральным директором НПО «Вакууммаш», он сразу же столкнулся со всеми проблемами, которые принесла перестройка. Разрыв всех экономических связей и резкое снижение заказов на вакуумное оборудование поставили НПО «Вакууммаш», как и тысячи других предприятий, на грань выживания.

Эта сложнейшая ситуация в полной мере позволила проявиться таланту руководителя и организатора производства.



В период экономического кризиса 90-х годов благодаря энергичным действиям Николай Федорович была реализована конверсионная программа, которая позволила снизить негативные последствия кризиса на работу предприятия и остановить спад производства. В период отсутствия заказов на вакуумную технику, предприятие в кратчайшие сроки освоило производство большого количества оборудования для энергетической отрасли, автомобилестроения, ЖКХ и сельского хозяйства. Было освоено производство

электродвигателей для собственных вакуумных насосов, производство фильтров очистки масла и зеркал заднего вида для автомобилей,

Это позволило предприятию не только крепко встать на ноги, но и заняться новыми разработками в своей ключевой области – вакуумного машиностроения. Николай Фёдорович понимал, что без новых разработок у предприятия не будет будущего, поэтому, несмотря на все сложности 90-х годов, именно тогда были разработаны и освоены производством новые виды вакуумной техники, которые сегодня составляют основу производственной программы предприятия. Это линейка вакуумных диффузионных насосов, которые почти на 100 % поставляются на экспорт, а также крупных водокольцевых насосов и вакуумная арматура.

Очень непростым был этап приватизации, когда значительный пакет акций завода оказался в руках компании, главной целью которой было освобождение «ненужных» (как тогда происходило на многих предприятиях) производственных площадей, что было равносильно гибели завода. Однако, Николаю Фёдоровичу удалось начать процесс реструктуризации Вакууммаша, в результате которой были решены все проблемы с собственностью, излишними производственными и административными площадями, неиспользуемыми земельными участками.

Капустин Н.Ф. является автором более 20 научных трудов и изобретений, которые были посвящены технологиям получения покрытий различного назначения на вакуумных напылительных установках, созданию ряда водокольцевых вакуумных насосов, анализу быстроты действия вакуумных диффузионных насосов и т.д. Многие из этих работ были связаны с важными государственными программами в атомной и космической отраслях промышленности, сельского хозяйства и автомобилестроения.

Заслуги Николая Федоровича в решение задач в области вакуумной науки и техники высоко оценён, он награждён многочисленными правительственными наградами - орденом «Дружбы народов», орденом «Почета», серебряной медалью «За достигнутые успехи в развитии народного хозяйства СССР». В 1993г. ему было присвоено звание «Заслуженный машиностроитель РФ». Он был отмечен медалями ВДНХ, неоднократно награждался почетными грамотами и медалями Республики Татарстан.



В 2000г. в целях совершенствования работ по стандартизации в области вакуумного оборудования в Российской Федерации Николай Федорович инициировал создание Технического Комитета по стандартизации ТК 249 «Вакуумная техника». Возглавив созданный Технический Комитет, Николай Фёдорович начал активную деятельность, направленную на создание новой системы стандартов и законодательной базы в области вакуумной техники взамен разработанных несколько десятилетий назад и не соответствующей требованиям времени. Под его непосредственным руководством была осуществлена разработка ряда ключевых национальных стандартов, ставших основой для выхода российских производителей вакуумной техники на мировой рынок.



Николай Федорович вел активную научно-организационную работу - входил в состав Попечительского Совета Казанского Государственного Технологического Университета и оказывал большую помощь в подготовке высококвалифицированных инженерных и научных кадров, избирался Депутатом Казанского городского совета депутатов. За социальное милосердие, гуманизм и активную благотворительную деятельность Николай Федоровичу было присвоено звание «Человек – золотое сердце». Ему неоднократно выражались благодарности за активное участие в подготовке и проведении мероприятий, посвященных празднованию годовщины Победы в Великой Отечественной войне, за помощь религиозным организациям и другие благотворительные акции.

Николай Федорович был человеком с четко выраженной гражданской позицией и высокими моральными качествами.

Светлая память о Николае Федоровиче Капустине навсегда сохранится в сердцах его друзей и всех тех, кому довелось жить и работать рядом с ним.

## **Борисов Василий Петрович**

*С.Б. Нестеров*

*РНТВО им. академика С.А.Векшинского*

[sbn1108@yandex.ru](mailto:sbn1108@yandex.ru)

*Приводится описание научно-технической и общественной деятельности В.П.Борисова.*

*Borisov Vasilii Petrovic. S.B.Nesterov. The description of scientific technical and public activities of Borisov V.P. is given.*



**Васи́лий Петро́вич Бори́сов** родился 6 марта 1937 г. в Орле. Российский учёный, историк науки и техники, специалист в области вакуумной техники. Доктор технических наук. Председатель Российского национального объединения истории науки и техники.

### **Биография**

В 1961 году окончил Московское высшее техническое училище им. Н. Э. Баумана (ныне — Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана). В 1961—1963 годах работал на предприятии п/я А-1614 в должности инженера-конструктора. С 1963 по 1967 год был аспирантом и научным сотрудником Института истории естествознания и техники АН СССР. Начиная с 1967 по 1989 год работал в НИИ вакуумной техники (с 1982 г. — им. С. А. Векшинского) Министерства электронной промышленности в должности старшего научного сотрудника, затем начальника лаборатории, начальника отдела. С 1990 года занимался исследовательской работой в ИИЕТ, являясь заведующим сектором, руководителем проблемной группы, а с 2005 года — заместителем директора Института по научной работе (в 2009—2010 годах исполнял обязанности директора). С июля 2015 года — главный научный сотрудник ИИЕТ им. С. И. Вавилова РАН.

### **Научная деятельность**

Работая после окончания МВТУ им. Н. Э. Баумана в Конструкторском бюро, В. П. Борисов внес вклад в создание вакуумных камер для испытания техники, предназначенной для работы в космосе. Как сотрудник НИИ вакуумной техники им.

С. А. Векшинского, он принимал участие в исследованиях, связанных с разработкой институтом средств получения, измерения и сохранения вакуума, созданием технологии и оборудования для изготовления различных видов электровакуумных приборов и изделий микроэлектроники. Им опубликован ряд работ, в которых анализируется применение вакуумных технологических процессов в электронной промышленности, даётся прогноз развития вакуумной техники на долгосрочную перспективу. В Институте истории естествознания и техники РАН В. П. Борисов в течение ряда лет руководил научно-исследовательским проектом «Российские учёные и инженеры в эмиграции». В результате реализации этого проекта сотрудниками Института были написаны десятки книг и сотни публикаций, посвященных работе и вкладу в мировую науку и технику российских ученых и инженеров, работавших за рубежом. Начав публиковать в 1990-е годы статьи и затем издав две книги об авторе фундаментальных работ в области электронного телевидения В. К. Зворыкине, Борисов по существу вернул на родину имя «отца телевидения», долгое время находившегося в забвении в СССР из-за его «белоэмигрантского» прошлого. Десятки публикаций и три книги Борисова посвящены истории российской и мировой радиоэлектроники, тенденциям её развития, людям, трудом которых на протяжении XX века были достигнуты значительные успехи в развитии этой области науки и техники.

#### **Научно-общественная деятельность**

С середины 1990-х годов значительное место в работе Борисова занимает популяризация научных знаний. В этот период по материалам его статей программа «Цивилизация» Центрального телевидения сняла телефильм о В. К. Зворыкине. По предложению руководителя программы Л. Николаева Борисов написал сценарий для фильма об академике А. И. Берге, был научным консультантом фильмов о С. А. Векшинском, А. Нобеле, Д. А. Сарнове и др.

Общественный резонанс получили снятые с использованием книг и научного консультирования Борисова кинофильмы «Владимир Зворыкин. Русский подарок Америке», (реж. И. Голубева, премия «Золотой Витязь», 2008) и «Зворыкин — Муромец» (реж. Л. Парфенов, 2010). В год 125-летия со дня рождения изобретателя электронного телевидения памятники В. К. Зворыкину были установлены в Москве и его родном городе Муроме.

#### **Членство в международных и российских обществах и комитетах**

- Председатель Российского национального объединения по истории науки и техники;
- Член Международного комитета по истории техники (ICONTEC);
- Член Американского общества истории науки (AHSS);
- Заместитель председателя исторической комиссии Российского НТО радиотехники, электроники и связи им. А. С. Попова.

**Спортивная деятельность** Помимо научной работы, занимался развитием спортивного сквоша в России. Получил сертификат тренера по сквошу в Национальном центре спорта Лиллешалл, Англия (1992). С 1991 по 2008 год являлся Президентом Федерации сквоша СССР, затем России. По его инициативе Федерация сквоша России вступила в Европейскую и Международную федерации сквоша; начиная с 1992 года российские спортсмены (А. Рошупкин, М. Горячева, О. Голенко, А. Северинов, С. Кострыкин, Е. Глинчикова, П. Сергеев и др.) принимали участие в чемпионатах Европы и других международных турнирах по сквошу.

#### **Член редколлегии журналов**

- «Вопросы истории естествознания и техники»;
- «История и педагогика естествознания»;
- Серия РАН «Научно-биографическая литература»;
- «Электросвязь. Историческое приложение»;
- «Vulkan. The International Journal of the Social History of Military Technology»

#### **Награды**

- Звание и почётный знак «Почётный радист Российской Федерации»;

- Диплом и почётный знак «За вклад в развитие Политехнического музея»;
- Памятная медаль им. академика С. А. Векшинского;
- Медаль ВДНХ

#### **Основные работы**

Автор 7 монографий и около 200 научных публикаций.

Книги

- Сергей Аркадьевич Векшинский. М: Наука, 1988 («Научно-биографическая серия»)
- Вакуум: от натурфилософии до диффузионного насоса. М., 2001
- Владимир Козьмич Зворыкин. М.: Наука, 2002, 148 с.
- Из истории отечественной радиоэлектроники. М., 2010
- Зворыкин. М.: Молодая гвардия, 2013 (сер. ЖЗЛ)

## **Жировов Евгений Васильевич**

*С.Б.Нестеров*

*РНТВО им. академика С.А.Векшинского  
Москва*

*Приведено описание научно-технической деятельности Жировова Евгения Васильевича*

*Zhirovov Evgeni Vassilievich. S.B.Nesterov. The description of scientific and technical activities of E.Zhirovov is given.*



14 апреля 2017 года одному из самых известных специалистов в области вакуумной техники и технологии Жировову Евгению Васильевичу исполняется 70 лет.

Евгений Васильевич Жировов -председатель совета директоров АО «Криогенмонтаж», ветеран космонавтики России, заслуженный испытатель космической техники, академик международной академии холода.

Евгений Васильевич родился 14 апреля 1947 года в Подмосковье. В 1966 году окончил отделение полупроводниковых приборов Серпуховского политехникума. С января 1967 по июнь 1969 года служил в рядах Советской Армии на приемном радиоцентре ракетных войск стратегического назначения на космодроме «Плесецк». В 1969-1972 гг. работал электротехником Одинцовского районного узла связи. В 1971-1972 гг. работал слесарем- испытателем изделий в Центральном конструкторском бюро машиностроения академика Челомея В.Н. в г. Реутове Московской области. Участвовал в вакуумных испытаниях на герметичность первой орбитальной космической станции «Салют».

С 1972 года и по настоящее время трудится в АО «Криогенмонтаж», которое до 1992 года именовалось - Московское управление специализированное треста «Союзкислородмонтаж» Министерства монтажных и специальных строительных работ СССР. Работал вакуумщиком – испытателем, инженером пуско-наладочной группы, начальником участка, с 2002 заместителем генерального директора по специальным работам. С 1993 года - председатель Совета директоров АО «Криогенмонтаж».

В 1977 года закончил Заочный электротехнический институт связи по специальности инженер электросвязи.

При непосредственном руководстве и участии Е. В. Жировова был смонтирован, испытан и введен в эксплуатацию целый ряд уникальных вакуумных и криогенных систем на НПО «Молния», НПО им С.А. Лавочкина, РКК «Энергия», ФГУП им М.В. Хруничева, в испытательном центре подготовки космонавтов им Ю.А. Гагарина и других. На космодромах «Байконур», «Плесецк» и «Восточный» АО «Криогенмонтаж» смонтировало, испытало и ввело в эксплуатацию системы хранения и заправки жидкого кислорода, азота и водорода.

Е.В. Жировов - автор научных работ в области вакуумной техники, нескольких изобретений, более 50 рационализаторских предложений. Достижения Жировова Евгения Васильевича отмечены рядом наград, а именно, юбилейной медалью С.А. Векшинского», орденом С.П. Королева, медалями Федерации космонавтики России и другими наградами.



*Рис.1. Слева направо сидят: Герой Социалистического Труда В.П. Финогеев, Герой Социалистического Труда М.Л. Попович; стоят: Президент Российского научно-технического вакуумного общества С.Б. Нестеров, Е.В. Жировов.*

Сердечно поздравляем Евгения Васильевича Жировова с юбилеем и желаем ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья, счастья.

Президент Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского

С.Б.Нестеров

**АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ**

<b>А</b>		Гуляев И.П.	169
Абдуев А.Х.	169,173		
Аляев В.А.	40	<b>Д</b>	
Акопова Т.А.	247	Данилин А.С.	31
Алексеев А.Н.	99	Данько О.А.	371,383
Андреевская С.Г.	260	Дедков А.К.	309,313
Анкудинов В.Б.	353	Демиденко А.В.	294
Антипин Л.Н.	383	Демина Т.С.	247
Арефьев А.И.	294	Долгополов В.М.	104
Артамонов А.М.	224	Дормидонтов Д.М.	159,183
Архаров А.М.	301,371,383	Дроздова М.Г.	247
Асваров А.Ш.	169,173	Духопельников Д.В.	162
Аунг Мьят Хейн	120		
Афанасьев М.С.	149	<b>Е</b>	
Афонин О.И.	162	Егоров В.К.	149
Ахмедов А.К.	169,173	Егоров Е.В.	149
		Елинсон В.М.	212,251,260,266,276
<b>Б</b>		Ерофеев А.И.	326
Багдасарян С.А.	255		
Баранов А.М.	243	<b>Ж</b>	
Белоконев А.Н.	341	Жавнерко Г.К.	227
Беляев В.В.	173	Жировов Е.В.	307,317
Беляева Е.В.	369	Жулева Т.С.	107
Большаков А.Н.	197		
Борзенко Е.И.	383	<b>З</b>	
Борисов В.В.	255	Загоненко В.Ф.	207
Борисов В.П.	363	Зайцева-Зотова Д.С.	247
Бульчев В.С.	162	Зао Пхо Аунг	109
Бурмаков А.П.	146	Зеленецкий А.Н.	247
Бурмистров А.В.	40,45	Зеленков В.В.	154,159,166,183
Буторина А.В.	298,301,361,371,383		
Бушин С.А.	59	<b>И</b>	
Буяновский И.А.	197	Ивахненко С.Г.	162
		Иголкина Л.А.	361
<b>В</b>		Йе Хлайнг Тун	50
Васильев М.Н.	50	Иракин П.А.	104
Васильев Ю.К.	331		
Васильева Т.М.	50	<b>К</b>	
Вашенко С.П.	169	Казаков А.Г.	294
Вельская Ю.И.	298	Капустин Е.Н.	31,40,307
Виноградов М.Л.	90,95	Каракулов Р.А.	55
Вольпян О.Д.	132	Кечежян А.С.	235
Воробьев Е.В.	162	Кириллов Д.В.	162,260
Ву Дык Хан	282	Кобзев В.А.	317
Высикайло Ф.И.	173	Колесник Л.Л.	107,109
Вязовецков В.В.	79	Кондратенко Р.О.	333,341,356,361
Вязовецкова А.Е.	79	Косарева К.С.	55
		Кострин Д.К.	90,95
<b>Г</b>		Костромин Д.А.	217
Галаганова Е.Н.	113	Кравец Л.И.	207,212
Герасименко С.Ю.	220	Кудря В.П.	136,192
Гончаров В.Д.	95	Кузнецов А.А.	235,238,271
Гильман А.Б.	235,238,247,271	Кузькин В.И.	251,276
Григорович К.В.	154,159,166,183		

Кузьмин В.И.	169	<b>П</b>	
Кузьмичев А.И.	132	Павлов А.В.	361
Куксова Н.В.	307	Павлов А.П.	142
Кукушкин Д.Ю.	282	Панин В.В.	104
Кулешов В.Н.	146	Панфилов Ю.В.	55
Куликов С.Н.	282	Пастух И.М.	84
<b>Л</b>		Пашков М.В.	217
Лapidус Б.М.	333	Перетягин Н.Ю.	187
Левдик Г.Н.	313	Петров В.С.	71
Левченко В.А.	197	Петров Л.М.	154,159,166,183
Ли И.П.	71	Петрунин С.В.	251
Лизунов Н.Е.	207	Пискарев М.С.	235,238
Лисенков А.А.	95	Пишагин В.В.	217
Лыжина Ю.Л.	294	Плугин В.В.	326
Лысаковский Б.А.	217	Предтеченский П.В.	107
Лямин А.Н.	260,266,276	Путиловский Ф.Д.	31
		Пхайко Н.А.	294
<b>М</b>		<b>Р</b>	
Маишев Ю.П.	136,192	Рабданов К.Ш.	169
Макарова М.В.	124	Работкин С.В.	142
Марквичева Е.А.	247	Райков А.А.	45
Марухин Ю.А.	353	Региневич М.А.	220
Маскин С.С.	361	Розель П.А.	231
Матвеев В.А.	301,371,383	Рыжков В.А.	353
Матвеев В.Н.	197	Рязанов В.А.	162
Медведева Е.А.	243	<b>С</b>	
Мин Хтет Со	178	Саликеев С.И.	40,45
Митрофанов Е.А.	197	Самоделов В.Г.	309,313
Митрохин В.Н.	301	Свичкарь Е.В.	75
Михайлов В.П.	71	Семенов В.А.	142
Михайлов И.Ф.	84	Семенов В.Д.	154,159,166
Мишнаевский В.В.	117	Сергачев Д.В.	169
Моисеев К.М.	124	Сильницкая О.А.	251,276
Мьо Чжо Хлаинг	109	Симакин С.Б.	197
Мысливец А.С.	220,224	Смирнова А.Н.	159,166,183
Мясников В.А.	120	Слепцов В.В.	282
<b>Н</b>		Соколова Г.Н.	84
Налимов С.А.	255	Спрыгин Г.С.	154,159,166,183
Насточкин С.М.	220	Степанов С.А.	129
Нестеров С.Б.	12,117,307,321,341,356, 361,368,369,371,383,393, 396,398	Суровицкий С.В.	84
Никифоров А.П.	326	Сушенцов Н.И.	129
Никулин Н.К.	75	<b>Т</b>	
<b>О</b>		Тувшинтур П.	202
Обод Ю.А.	132	Турбан А.А.	224
Огородников В.П.	353	<b>Ф</b>	
Одинокое В.В.	104	Федоров С.В.	178,187
Озерин А.Н.	238	Филатов А.А.	321
Оскирко В.О.	142	Филатов С.А.	202
		Фомин Д.М.	67

<b>Х</b>		<b>Щ</b>	
Ханбеков И.Ф.	71	Щур П.А.	260
Химюк Я.Я.	154,159,166,183		
Холопкин А.И.	341,356	<b>Э</b>	
Хохлов Е.А.	220,224,231	Эмиров Р.М.	169
<b>Ц</b>		<b>Я</b>	
Ципун А.В.	317	Яблоков М.Ю.	247,271
Цфасман Г.Ю.	313	Якупов Р.Р.	45
Цырков Р.А.	282	Ясюнас А.А.	220
<b>Ч</b>		<b>Д</b>	
Чернышев О.Р.	307	Dinescu G.	207,212
Чернышенко А.А.	67		
Чубаров Е.В.	313	<b>L</b>	
Чубаров О.Е.	309,317	Lazea-Stoyanova A.	212
<b>Ш</b>		<b>M</b>	
Шашин Д.Е.	129	Mitu B.	207
Шведов А.В.	266		
Шевчук С.Л.	192	<b>S</b>	
Шилагард Г.	202	Satulu V.	207
Ширипов В.Я.	220,227,231		
Шпилевский Э.М.	202		
Шубников А.В.	104		
Шулаев В.М.	84		



**ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА, МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ  
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2017, 11 – 13 АПРЕЛЯ)**

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](http://www.vacuum.org.ru)  
e-mail: [igalina48@mail.ru](mailto:igalina48@mail.ru)  
Г.Н. Иванова

Подписано в печать 27.03.2017

Отпечатано в типографии ООО «Копиринг»  
г. Москва, ул. Нагатинская, д.3 А,

e-mail: [copyring@mail.ru](mailto:copyring@mail.ru), [www.copyring.ru](http://www.copyring.ru)  
усл. печ. листов: 23 Формат: А4  
Тираж: 100 экз.