

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
XIII МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ
КОНФЕРЕНЦИИ
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2018, 24 – 26 АПРЕЛЯ)**

**VACUUM EQUIPMENT,
MATERIALS AND TECHNOLOGY**

**PROCEEDINGS OF THE XIII INTERNATIONAL
CONFERENCE
(MOSCOW, SOKOLNIKI CONGRESS & EXHIBITION CENTRE,
2018, APRIL 24 - 26)**

«Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XIII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2018 – 272 с.

В настоящем томе публикуются материалы докладов XIII Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» по направлениям: вакуумные технологии и технологическое оборудование; новые технологии формирования тонких пленок и методики их исследования; нанотехнология и биотехнология; вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс; вакуумно-левитационные транспортные системы; криогенная и криовакуумная техника. В материалах конференции приводятся новые результаты исследований.

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

На обложке приведена фотография административного здания АО «Вакууммаш».

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

А.Н. Алексеев Генеральный директор ЗАО «НТО»
В.А. Аляев Заведующий кафедрой КНИТУ
А.М. Архаров Профессор МГТУ им. Н.Э. Баумана
А.С. Багдасарян Консультант генерального директора ФГУП НИИР
А.Ф. Белянин Руководитель научных программ ОАО ЦНИТИ «Техномаш»
А.С. Бугаев Академик
А.В. Бурмистров Проректор КНИТУ
А.В. Буторина Профессор РНИМУ им. Н.И. Пирогова
С.А. Бушин Главный научный сотрудник ФГУП «ВНИИА им. Н.Л.Духова»
А.В. Горин Руководитель научно-технического семинара
Ю.В. Гуляев Академик, Президент Международного союза научных и инженерных общественных объединений
К.Е. Демихов Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
С.П. Друкаренко Первый вице-президент Международного союза научных и инженерных общественных объединений
В.М. Елинсон Профессор НИУ «МАИ»
Е.В. Жировов Председатель совета директоров АО «Криогенмонтаж»
О.И. Зайцева Директор выставки «ВакуумТехЭкспо»
А.Е. Зарвин Заведующий отделом прикладной физики НГУ
Г.Н. Иванова Ученый секретарь
А.П. Крюков Профессор МЭИ
Е.Н. Капустин Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
Б.М. Латидус Председатель объединенного ученого совета ОАО «РЖД»
Л.Л. Колесник Ученый секретарь РНТВО имени академика С.А. Векшинского
А.А. Левченко Директор института физики твердого тела
А.А. Лисенков Профессор СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
П.П. Мальцев Научный руководитель ИСВЧПЭ РАН
В.П. Марин Академик
В.В. Одинокоев Заместитель генерального директора ОАО «НИИ точного машиностроения»
Ю.В. Панфилов Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
А.К. Ребров Академик
Л.Н. Розанов Профессор СПбГПУ
В.В. Слепцов Заведующий кафедрой НИУ «МАИ»
Е.П. Шешин Профессор Московского физико-технического института
В.М. Шулаев Руководитель научных программ ООО «НПП «НИТТИН»

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», г.Казань, республика Татарстан, Россия
АО «НПО им.С.А.Лавочкина», г.Химки, Россия
АО НПО «Спецэлектромеханика», г.Брянск, Россия
АО Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш», г.Москва, Россия
Гомельский государственный университет им.Ф.Скорины, г.Гомель, Беларусь
Дагестанский научный центр РАН, аналитический центр коллективного пользования, г.Махачкала, республика Дагестан, Россия
Институт машиноведения им.А.А.Благонравова РАН, г.Москва, Россия
Институт механики МГУ им.М.В.Ломоносова, 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 физики Дагестанского научного центра РАН, г.Махачкала, Россия
Институт физической химии и электрохимии им.А.Н.Фрумкина РАН, г.Москва, Россия
ИПМ им.М.В.Келдыша РАН, г.Москва, Россия
ИПТМ РАН, г.Черноголовка, Московская обл., Россия
ИРЭ РАН им. В.А.Котельникова, г.Москва, Россия
ИРЭ РАН, г.Фрязино, Московская обл., Россия
ЗАО «НТО», г.Санкт-Петербург, Россия
Калужский филиал Российской академии народного хозяйства и государственной службы при Президенте РФ, г.Калуга, Россия
МАИ (НИУ), г. Москва, Россия
МГТУ имени Н.Э. Баумана, г.Москва, Россия
Механико-математический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, г.Москва, Россия
МИИТ, г.Москва, Россия
МИЭМ НИУ «Высшая школа экономики», 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.Скобелевца Московского государственного университета им. М.В.Ломоносова, г.Москва, Россия
Научно-производственное предприятие «Технологии радиочастотной идентификации и связи», г.Москва, Россия
НИИАТ, г.Москва, Россия
НИЦ «Курчатовский институт», г.Москва, Россия
НПО «АСТ», г.Москва, Россия
ОАО «НИИТМ», г.Зеленоград, Россия
ОАО «НПО Геофизика-НВ», Москва, Россия
Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, г.Дубна, Московская область, Россия
ООО «БУТИС», г.Москва, Россия
ООО «Изовак», г.Минск, Беларусь
ООО «ИЗОВАК Технологии», г.Минск, Беларусь
ООО «Криомаш-БЗКМ», г.Балашиха, Московская обл., Россия
ООО НПФ «НИТТИН», г.Белгород, Россия
ООО «НПЦ «Технологии минеральных покрытий», г.Москва, Россия
ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ», г.Москва, Россия
РГУПС, г.Москва, Россия
РГЭУ (РИНХ), 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

РУДН, г.Москва, Россия

ФГБОУ ВО «КНИТУ», г.Казань, республика Татарстан, Россия

ФГБОУ ВПО «Поволжский государственный технологический университет», г.Йошкар-Ола, республика Марий Эл, Россия

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л.Духова», г.Москва, Россия

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», г.Москва, Россия

Центральный научно-исследовательский радиотехнический институт им. академика А.И.Берга, г.Москва, Россия

NILPRP, Бухарест, Румыния.

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	9
<i>Е.Н. Капустин.</i> Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет. Очерки истории. Часть 1. .	10
СЕКЦИЯ 1. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ.....	22
<i>А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.В. Тюрин, А.А. Райков, Е.Н. Капустин.</i> Разработка «большого» отечественного безмасляного спирального вакуумного насоса с быстротой действия 60 м ³ /ч.....	22
<i>В.В. Одинокоев, В.М. Долгополов, П.А. Иракин, В.В. Панин.</i> Группа установок для глубокого травления кремния, мелкощелевой изоляции, удаления фоторезиста и атомно-слоевого осаждения.....	26
<i>В.М. Шулаев, Д.А. Оковитый, М.Б. Аскретков, Ю.К. Грузевич, Ю.Н. Гордиенко, Л.М. Баялский, Н.М. Недосека.</i> Обеспечение квалифицированного цикла активной пайки металлокерамических узлов твердыми припоями в инновационной высоковакуумной камерной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН.....	31
<i>С.П. Бычков, Л.Л. Колесник, Ю.В. Панфилов, Ю.М. Саранулов, М.С. Сиротский.</i> Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика».....	37
<i>А.М. Базиненков, И.В. Макеев, А.П. Ротарь, Д.А. Иванова, В.П. Михайлов.</i> Управление частотной характеристикой демпфера для активной виброизоляции на основе магнито-реологических эластомеров.....	41
<i>Е.П. Шешин.</i> Рентгеновская трубка для ионизации газов.....	45
<i>Р.О. Емельяненко, Е.Р. Тютюкин, Е.А. Деулин.</i> Стенд для исследования процессов, происходящих при отказах вакуумных механизмов.....	48
<i>С.А. Бушин.</i> Результаты исследований газовыделений из слюды.....	53
<i>А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков.</i> Разработка конструкций сверхвысоковакуумных прогреваемых крупногабаритных коммутационных устройств повышенной надёжности герметизации.....	58
<i>Ю.А. Шостак, Н.К. Никулин.</i> Моделирование течения газа в проточной части комбинированного турбомолекулярного насоса с дисковой ступенью.....	63
<i>А.Н. Якунчиков, В.В. Косьянчук.</i> Моделирование течения многокомпонентного газа через систему нитей различной температуры.....	68
<i>В.В. Косьянчук, А.Н. Якунчиков.</i> Моделирование течения разреженного газа в устройствах с быстро осциллирующими элементами.....	73
СЕКЦИЯ 2. НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	78
<i>А.В. Сказочкин, Г.Г. Бондаренко, С.В. Кислов.</i> О возможностях новой технологии минеральных покрытий для повышения износостойкости металлической поверхности при создании деталей вакуумной техники.....	78
<i>В.К. Егоров, Е.В. Егоров, С.А. Кукушкин, А.В. Осипов.</i> Изучение эпитаксиального соответствия карбида кремния на кремнии.....	83
<i>Е.Н. Галаганова, Е.В. Панфилова.</i> Разработка инверсных интегрированных покрытий с использованием фотонно-кристаллической структуры.....	93
<i>А.В. Мороз, Н.И. Сушенцов.</i> Исследование технологических и конструктивных особенностей мемристоров, изготовленных магнетронным распылением.....	97
<i>Н.И. Сушенцов, С.А. Степанов, Д.Е. Шашин.</i> Исследование оптических характеристик тонких пленок диоксида титана, полученных методом магнетронного распыления.....	100
<i>А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, К.Ш. Рабаданов.</i> Синтез и структура нанопорошков, керамики и тонких слоев на основе системы ZnO-C.....	103

<i>А.В. Редьков, А.В. Осипов, С.А. Кукушкин. Формирование структур SiC/Si методом замещения атомов и их использование для роста III-нитридов.....</i>	107
<i>В.В. Петров, А.И. Беликов, Е.А. Ивченко. Исследование влияния толщины тонкопленочного слоя MoS₂ на износостойкость покрытия системы TiC-MoS₂</i>	110
<i>А.Н. Козлов. Источник электронов для установки исследования вторичной эмиссии.....</i>	114
<i>В.С. Мачикин. Системы питания высокомоощных импульсных магнетронов распыления HIPIMS.....</i>	116
<i>А.И. Беликов, Чжо Зин Пью, А.И. Семочкин. Оптическая спектроскопия полупроводниковых пленок MoS₂.....</i>	120
<i>А.А. Храмова, А.Р. Матанин, Д.А. Полин, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев. Модернизация магнитной системы жидкофазного магнетрона для повышения мощности разряда.....</i>	124
СЕКЦИЯ 3. НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ.....	129
<i>А.Т. Гарифулина, А.С. Груздев, Т.В. Синецкина, А.С. Багдасарян. Результаты экспериментальных исследований влияния различных по составу электродных структур на характеристики преобразователя и ПАВ устройства в целом.....</i>	129
<i>С.С. Дорофеева, Т.В. Синецкина, А.С. Багдасарян. ПАВ-устройства на термокомпенсированных пластинах. Проблемы и перспективы.....</i>	134
<i>Л.И. Кравец, Р.В. Гайнутдинов, А.Б. Гильман, М.Ю. Яблоков, V. Satulu, B. Mitu, G. Dinescu. Исследование морфологии поверхности контактных свойств пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековой мембраны в вакууме.....</i>	139
<i>Л.И. Кравец, Н.Е. Лизунов, М.А. Ярмоленко, А.А. Рогачев, Р.В. Гайнутдинов, М.Ю. Яблоков. Осаждение на поверхности трековой мембраны наноразмерных пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена методом электронно-лучевого диспергирования.....</i>	144
<i>А.Ф. Белянин, В.В. Борисов, А.С. Багдасарян, Г.В. Чучева, Б.В. Хлопов. Формирование нанокompозитов на основе опаловых матриц.....</i>	149
<i>С.А. Налимов, С.А. Багдасарян, А.И. Юрин, В.В. Борисов. Защитные наноструктурированные пленки нитридов металлов (TiN, ZrN, AlN) и углеродных материалов.....</i>	154
<i>А.А. Ясюнас, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец, В.Я. Ширшов. PECVD оборудование для нанесения Si₃N₄ – SiO₂.....</i>	159
<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 стеке.....</i>	163
<i>Е.А. Хохлов, А.А. Турбан, А.М. Артамонов, А.С. Мысливец. Вакуумное оборудование компании «ООО Изовак» для оптических применений, основанное на технологии ионно-лучевого нанесения.....</i>	166
<i>Е.А. Хохлов, А.А. Турбан, А.М. Артамонов, А.С. Мысливец. Опыт эксплуатации установки наращивания синтезированных нанослоев на оптическом производстве ООО «Изовак Технологии».....</i>	168
<i>А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон. Исследование процесса формирования плёнок, полученных в матричном режиме с помощью НЧ-плазматрона атмосферного давления... ..</i>	169
<i>В.М. Елинсон, П.А. Щур, О.А. Сильницкая. Исследование параметров рельефа наноструктурированных фторуглеродных покрытий, сформированных из плазмообразующей смеси C₄F₈+C₆H₁₂ на полиэтилентерефталате.....</i>	175
<i>П.А. Щур, А.Т. Галлямова, В.М. Елинсон. Сравнительный анализ поверхностного заряда фторсодержащих пленок, сформированных при использовании газовых смесей CF₄+C₆H₁₂ и C₄F₈+C₆H₁₂ на полиэтилентерефталате</i>	181
<i>М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.С. Кечекьян, А.А. Кузнецов. Контактные и адгезионные свойства пленок полиэтилентерефталата, модифицированных в разряде постоянного тока.....</i>	185

<i>В.В. Слепцов, Д.Ю. Кукушкин, А.О.Дителева.</i> Тонкопленочные технологии формирования электродных материалов для химических источников тока (ХИТ) и сверхъёмких конденсаторных структур (СКС).....	189
СЕКЦИЯ 4. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС.....	197
<i>А.Ю. Кочетков, Е.В. Шеметова.</i> Определение работоспособности теплоприёмника суммарного теплового потока ФОА-020 после длительного хранения.....	197
<i>В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников, В.А. Рыжков.</i> Экспериментальное исследование геометрических характеристик монодисперсных гранул.....	201
<i>С.Б. Нестеров, А.А. Филатов.</i> Задача имитации солнечного излучения при проведении тепловакуумных испытаний с крупногабаритными имитаторами Солнца и способы её решения.....	205
СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ.....	209
<i>С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Р.О. Кондратенко.</i> Аэродинамическое сопротивление движению скоростного поезда в вакуумной трубе.....	209
<i>Р.О. Кондратенко, С.В. Семенов, С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Е.Н. Капустин.</i> Международные транспортные коридоры как основа для грузовой версии вакуумно-левитационной транспортной системы.....	212
<i>В.В. Филимонов, Г.Г. Малинецкий, В.С. Смолин, В.Г. Шавров, В.В. Коледов, С.В. Фонгратовски, К.Л. Ковалёв, Р.И. Ильясов, В.Н. Полтавец, П.В. Куренков, П.В. Крюков, А.В. Алфимов, Д.А. Карпухин, Б.В. Дроздов, В.С. Кропошин, М.Ю. Семёнов, Н.А. Нижельский, В.А. Соломин, Д.А. Суслов, В.А. Богачёв, В.М. Фомин, Д.Г. Наливайченко, Т.В. Богачёв, Ю.А. Терентьев.</i> Высокоскоростные транспортные коридоры как один из механизмов реализации национальной идеи России.....	220
СЕКЦИЯ 6. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ.....	229
<i>В.П. Борисов.</i> Из истории вакуумной техники. Физика, техника и люди в решении одной из задач советского атомного проекта.....	229
<i>С.А.Векшинский.</i> Дневники С.А.Векшинского. 3-я часть.....	234
<i>В.П. Варнин.</i> «Успехи химии» «Об искусственных алмазах»: непростая судьба статьи О.И. Лейпунского.....	243
<i>А.В. Буторина.</i> Возможно ли «ледяное» бессмертие !?.....	258
<i>С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева.</i> Памятные даты в истории развития вакуумной техники.....	263
НАШИ ЮБИЛЯРЫ.....	265
<i>С.Б. Нестеров.</i> Елинсон Вера Матвеевна.....	265
<i>С.Б. Нестеров.</i> Панфилов Юрий Васильевич.....	266
<i>С.Б. Нестеров.</i> Розанов Леонид Николаевич.....	267
<i>С.Б. Нестеров.</i> Капустин Евгений Николаевич.....	268
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ.....	270

ПРЕДИСЛОВИЕ

В 2005 г., после принятия решения об организации международной выставки «Вакуум-ТехЭкспо» 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 55 докладов 147 участников, представляющих 54 организации 19 городов.

75 лет назад, в 1943 г. было создано АО «Вакууммаш» - лидер отечественной вакуумной техники.

Этому событию мы посвящаем нашу конференцию.

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

Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет.

Очерки истории. Часть 1

Е.Н. Капустин

Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58

E-mail: kazan@vacma.ru

Статья посвящена истории АО «Вакууммаш», являющегося ведущим предприятием по разработке и выпуску отечественной вакуумной техники. Описаны основные вехи создания предприятия, приведены копии исторических документов, отражающих основные этапы развития.

Joint Stock Company "Vacuummash" is 75 years old. Essays of history. Part 1. E.N. Kapustin. The article is devoted to the history of JSC "Vacuummash", the leading Russian enterprise on development and production of vacuum equipment. The main milestones of the enterprise creation are described, the copies of the historical documents reflecting the main stages of development are specified.

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

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

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

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

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

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

Однако, страна развивалась, необходимо было решать совершенно новые задачи – развивать атомную промышленности, космическую отрасль. Сегодня уже невозможно сказать почему выбор в решении сложнейшей задачи по разработке и освоении совершенно новой продукции – вакуумной техники выпал на наш завод. Возможно это были успехи в хозяйственной деятельности, сильная конструкторская служба или что-то ещё.

112.
101

ную ответственность:

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

б) в пятидневный срок в организованном порядке перевести на вновь организуемый завод рабочих и ИТР в количестве и по специальности, согласно приложению № 2, с ИТР в количестве и по специальности, перевести на указанный завод рабочих и ИТР раз "яснить, что за кадрами их них сохраняется заработная плата в размере получаемом или на старом месте работы;

в) к 10 декабря 1948 года подобразить и перевезти вновь организуемому заводу инструмент согласно приложению № 3.

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

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

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

113.
100

ПРОТОКОЛ № 302/19. от 1/10-1948г.

РАССЕКРЕЩЕНО
Стороженко
Министр обороны. 100

ПОСТАНОВЛЕНИЕ

Бюро Татарского обкома ВКП(б) от 1 декабря 1948 года

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

В развитие постановления ЦК ВКП(б) от 14 ноября 1948 года "Об организации в гор. Казани завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов", Бюро Обкома ВКП(б) постановляет:

1. Разместить завод по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов на шоссейных цехах № 5 ре-завода № 8 на улице Спартакоской, дом № 5.

Обязать начальника ремонтного цеха № 8 т. Клокова в 5-дневный срок освободить и передать Наркомхозу СССР здание цеха № 5, а также все вспомогательные и смежные помещения и двухэтажный жилой дом, находящиеся на территории указанного цеха.

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

2. В соответствии с решением ЦК ВКП(б) от 1 ноября 1948 года о порядке комплектования оборудования, кадрами и инструментом, вновь организуемого в гор. Казани завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов обязать директоров заводов и предприятий, под их лич-

118.
102

временных училищ и школ ФЗО, согласно перечня квалификации
X ~~или списка приложений~~ № 7.

6. Предложить военному Татарской АССР тов. Гаджи-
мову:

а) подобрать и направить до 20 декабря с/г. на Ка-
занский завод по ремонту моторов и производить запасных
частей для тракторов 50 человек рабочих из числа непригод-
ных к строевой службе, но годных к физической работе;

б) передать в 3-х дневный срок, вновь организо-
му заводу из резерва Татарской АССР 4 исправных полуторо-
тонных грузовых автомашин.

7. Обзвать председателя Казгорсовета тов. Тышкени
а) мобилизовать до 10 декабря с/г. для работы на
вновь организованном заводе по ремонту моторов и производству
запасных частей для тракторов 100 человек рабочих из числа
неработающего населения гор. Казани и 15 человек слугащих
из учреждений гор. Казани для использования по специаль-
ности;

б) в пятидневный срок подсказать и передать указан-
ному заводу помещение под общежитие на 100 человек, а на-
дельнику стрелстроя № 14 ИКАП т. Тунакову в недельный -
срок проавести необходимый ремонт и приспособление этого
помещения под общежитие;

в) в 10 дневный срок выселить из дома, распо-
ланного на территории бывшего цеха № 5 ремзавода № 8 по
Спартановского ^{д. № 5} Улице, дом № 5, проживающих в настоящее
время жильцов, предоставив им жилую площадь в другом ме-
сте.

8. Обзвать Совнарком ТАССР тов. Игушева:

116 103
4.

а) передать Казанскому заводу Наркомзема СССР зда-
ние бывшей артели "Алга" в Кзыл-Арменской слободе Боль-
шая Улица, 105, принадлежавшее Главному управлению НКПС СССР со
всеми вспомогательными помещениями и двумя жилыми дома-
ми, находящимися на территории бывшей артели "Алга";

б) обеспечить общежитие, вновь организованного Казан-
ского завода Наркомзема СССР, мягким и жестким инвента-
рем и постельными принадлежностями в количестве 100 ком-
плектов;

в) выделить указанному заводу за счет производ-
ства товаров ширпотреба местной промышленности республи-
ки 200 комплектов теплой одежды, валенок и шапок;

г) подобрать и передать Тагвоенкомату 4 штуки не-
ходовых полуторатонных грузовых автомашин взамен пере-
даваемых вновь организованному заводу;

д) дать указание Наркомторгу ТАССР выделить вновь
организованному заводу авансовые фонды на зарплате горлазне
безкарточное питание для 400 рабочих по спискам завода
и литерн. питание для 15 человек руководящих работников
завода.

9. Обзвать директора фабрики "Спартан" т. Смена-
фина и директора Мехкомбината т. Колжаренко выделить
вновь организованному Казанскому заводу Наркомзема СССР,
стаканы ковшевого лоскута для пошива 500 пар рабочих
сапог и меховой лоскута для пошива 200 пар ~~сапог~~ и 200
штук вшивтов, а угольномощному управлению промкоопера-
ции ~~принадлежит~~ тов. Полякову, обеспечить пошив этих изделий
по заказу завода.

е) в 3-х дневный срок выделить моторомонтиру
заводу на декабрь с/г. 500 кубометров дров.

1075.
104

10. Обязать директора завода № 628 г. Оренбурга изложить к 15 декабря с/г. из отхода прома - водства 200 пар резиновых чуней для Казанского завода Наркомзема СССР.

11. Предложить директору комбината "Спартак" тов. Сметанину, впродолжение до организации собственной столовой обеспечить питанием работников вновь организуемого Казанского завода по ремонту моторов и производству запасных частей по фондам этого завода.

12. Обязать начальника Казанской конторы Главвизнабс тов. Барина и начальника Казанской конторы Главнабс выделить в течение декабря с/г. в распоряжение вновь организуемого завода по одной грузовой автомашине ежедневно: Главвизнабс с 1 по 15 декабря с/г. и Главнабс с 15 по 31 декабря с/г.

13. Обязать директоров заводов: № 337 г. Фелина, № 3 г. Слуцкого и УИТК НКВД г. Клегева изготовить для вновь организуемого завода инвентарь для обслуживания завода в количествах и сроки согласно приложению № 5.

14. Предложить Татвоенному тов. Рыкожиску, впродолжение до оформления бронирования НКЗ СССР, не производить кагуду либо мобилизации рабочих и ИТР Казанского завода Наркомзема СССР в Красную Армию.

15. В целях максимального использования имеющихся в МС и ММ неиспользуемых и изношенных деталей к тракторам, предложить Наркомзему ТАССР и Сельхозснаб рассмотреть вопрос о создании в республике

118. 101

нескольких раздельных баз с тем, чтобы часть деталей направить для восстановления на завод (свои предложения предать на рассмотрение ОК ВП(б) к 25/11-43 г.).

16. Обязать начальника Горьковской телефонной станции т. Виноградова в 5-ти дневный срок установить 4 телефонных аппарата городской телефонной сети, на вновь организуемом заводе Наркомзема СССР, в том числе: два аппарата в заводууправлении завода на Спартаквской ул., д. № 5, один аппарат в литейном цехе завода на Оренбургской улице (эксплуатация строительства банно-прачечного цеха) и один телефон в здании бани. артели "Алга" в Казанской слободе, Большая ул. дом № 106.

17. В соответствии с решением ЦК ВП(б) ст. 14 ноября с/г. возложить на трест № 14 НКП выполнение строительных работ по литейному цеху, вновь организуемого завода и на ООМЧ-12 выполнение строительных работ по основному корпусу завода и по зданию б. артели "Алга".

18. Обязать управляющего строительством № 14 тов. Туназова к 15 января 44 г. закончить строительные работы по литейному цеху завода.

19. Обязать начальника ООМЧ-12 т. Ронко к 20 декабря с/г. закончить все строительные работы по зданию б. артели "Алга", а также выполнить все строительные работы по основному корпусу завода в сроки по согласованию с заводом.

20. Обязать НКВД ТАССР тов. Горбулина выделить Стройтресту № 14 ежедневно на время строительства литейного цеха по 120 человек заключенных в счет лимитов

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

21. Обязать "Главендлес" тов. Гождан, послать Стройтресту № 14 до 10 декабря 20 вагонов лесоматериалов за счет вагонной нормы Главендлеса.

22. Обязать Центростроительств Наркомстрой т. Смирнова выполнить все электротехнические работы на Казанском заводе Наркомзема СССР, а также выполнить все проектную документацию, обеспечивающую пуск завода в установленные сроки.

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

24. Обязать Татпроект т. Мукудинова выполнить все проектные работы стирательной и сантехнической части Казанского завода Наркомзема СССР в сроки согласованные с заводом.

25. Для оказания практической помощи, вновь организованному заводу по ремонту моторов и производству запасных частей прикрепить к отдельным предприятиям города:

- ✓ Завод № 16 - к мотороремонту, цеху
- завод № 22 - к механическому цеху
- завод № 44 - к научно-техническому цеху
- завод № 40 - к линейному цеху
- завод № 280 - к инструментальному цеху

26. Просить НК ВПК(С) разрешить установить должность освобожденного секретари парторганизации

26) Для организации мотороремонтного завода создать комиссию в составе:

- 1. Яровиков - зам. секретаря Обкома - председатель комиссии
- 2. Якушев - есм. председатель СНК ТАСР -
- 3. Гренъков - секретарь Казанского ГК ВПК(С).

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

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

27. Возложить на т.г. Яровикова и Гренъкова персональную ответственность за обеспечение ввода в эксплуатацию завода по ремонту моторов и производству запасных частей для тракторов в сроки установленные ЦК ВПК(С).

Секретарь Татарского
Обкома ВПК(С)

Отп.3-взв.
п.в.

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

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

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

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

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

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

Казанскому механическому заводу В. Волынец
Сов. секретно. 4
Экз. № 3
10

Р С Ф С Р
Совет Народного Хозяйства
ТАМБРСКОГО ЭКОНОМИЧЕСКОГО АДМИНИСТРАТИВНОГО РАЙОНА
ПОСТАНОВЛЕНИЕ
от 13 августа 1959 г. № А-175с
а. 19. X. 59г.

Во исполнение постановления Совета Министров РСФСР от 30 июня 1959 года № 11.6-132 о развитии работ в области вакуумной техники СОВЕТ НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА ПОСТАНОВЛЯЕТ:

1. Обязать начальника 1-го Управления машиностроения К. Трилюнович и Директора Механического завода г. Головицер:
 - а/ организовать производство вакуумного оборудования на Казанском механическом заводе, обеспечить выпуск его в 1959 году в объеме 20 млн. рублей и провести подготовку производства по выпуску этого оборудования в 1960 году с объемом 50 млн. руб., с доведением мощности завода в 1965 году до 150 млн. руб. в год.
 - б/ создать на Казанском механическом заводе специальное конструкторское бюро по вакуумному оборудованию со штатной численностью на 1959 год 60 единиц и фондом заработной платы 450 тыс. руб. за счет резерва Совета Министров РСФСР с доведением этой численности в 1963 году до 150 единиц, возложив на это СКБ осуществление разработок новых образцов вакуумного оборудования и арматуры для всех отраслей промышленности по техническим заданиям, эскизным и техническим проектам Научно-исследовательского вакуумного института Государственного комитета Совета Министров СССР по радиоэлектронике;
 - в/ направить Казанский механический завод в отходный филиал труда инженерно-технических работников к Казанскому Компрессорному заводу.
2. График освоения и выпуска вакуумного оборудования на 1959 год утвердить.

3. Обязать директора завода г. Головицер, главного инженера г. Галимберова

- а/ обеспечить получение всей технической документации и разработать недостающие чертежи на технологическую оснастку, инструмент и нестандартное оборудование срок август-сентябрь месяца 1959 года.
- б/ составить расчеты и заявки на материалы, технологические, лабораторное и контрольно-измерительное оборудование на план 1959 и 1960 годов и до 15-го августа 1959 года представить в Управление снабжения и сбыта - выссопнархоза.
- в/ разработать производственно-технологические планировки цехов, лабораторий и участков для организации производства и выпуска новых изделий вакуумного оборудования срок август месяц 1959 года.
- г/ провести необходимые строительные-монтажные работы по переоборудованию действующих производственных цехов в соответствии с новой технологической планировкой срок октябрь месяц 1959 года.

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

5. Штатное расписание административно-управленческого и производственно-промышленного персонала на 1959 год по Казанскому механическому заводу утвердить.

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

7. Обязать начальника Управления строительства тов. Говенского, начальника 1-го Управления машиностроения тов. Кириллова расширить и реконструировать в 1963-64 годах Казанский механический завод, специализировав его на проведение конструктивных разработок и производство вакуумного оборудования в промышленности согласно приложению № 1.

- 3 -

8. Довести до сведения, что ЦК КПСС и Совет Министров СССР постановлением от 16 июня 1959 года № 656-295:

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

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

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

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

А. РОМИН.

ВЕРНО: *[Подпись]*

ПЕРВЫЙ ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ПРЕДСЕДАТЕЛЯ СОВЕТА
НА ГОДНОГО ХОЗЯЙСТВА

/и/

12 X 7

СЕКРЕТНО
Экз. № _____

Приложение № 1.
к постановлению СХК ТАЭР
от № 13 № _____ 1969г.
11-18сч

НОМЕНКЛАТУРА

вакуумного оборудования, подлежащего освоению и выпуску на Казанском механическом заводе Татарского совнархоза № 1959-1965 г.г.

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

/и/

НАЧАЛЬНИК УПРАВЛЕНИЯ
МАШИНОСТРОЕНИЯ

ВЕРНО: *[Подпись]*

/КИРИЛЛОВИЧ/.

Копия. 26
СЕКРЕТНО

СЕКРЕТАРЮ ТАТОВКОМА КПСС
товарищу КНЯЗЕВУ С.А.
ЗАМ. ПРЕДСЕДАТЕЛЯ ТАТОВНАРОДОВА
товарищу РОМИНУ А.А.

6 октября 1959г.
Ис. № 1208с

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

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

Дело заключается в том, что по существу задания, речь идет о создании в Казани новой промышленной организации, по своему инженерно-техническому и производственному уровню выведенной и более прогрессивной, чем такие известные зарубежные фирмы как Лейбольд, Фрейдер, Герус - в Германии, Вилкерс и Эдвардс - в Англии, Консолидэтед Вакуум Корпорейшен, Кинней, Стокс и еще 53 фирмы в Америке.

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

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

к/№ 3596

НИВИ
Исх. № 1244 от 13/10/59г.

27 2.-

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

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

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

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

к/№ 3596

НИВИ
Исх. № 1244 от 13/10/59г.

28

3.- 3

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

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

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

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

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ НИВИ
Герой Социалистического Труда
а к а д е м и к

С.ВЕКШИНСКИЙ



Копия верна:

Ерошину

НИВИ
в подл. № 1244 от 13/10/79 г.

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

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



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

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

Начало 90-х ознаменовались многими неоднозначными событиями, среди которых перестройка, распад СССР, резкое падение заказов – с одной стороны, приватизация, акционирование и начало совместного проекта с компанией Leybold GmbH – с другой. Это заставило проводить реструктуризацию производства, принять очень сложные, но необходимые решения, которые позволили не только успешно пройти сложные времена, но и сохранить научный и технический потенциал и стать сегодня одним из лидеров вакуумного машиностроения.

Но это уже совсем другая история...

СЕКЦИЯ 1 ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ

Разработка «большого» отечественного безмасляного спирального вакуумного насоса с быстротой действия 60 м³/ч

*А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.В. Тюрин, А.А. Райков, *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

Рассматриваются основные вопросы, возникшие в ходе выполнения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ, направленных на разработку безмасляных спиральных вакуумных насосов. Выделены основные направления, требующие дальнейшей проработки с целью повышения конкурентоспособности отечественных машин.

Development of domestic “big” oil free scroll vacuum pump with the pumping speed 60m³/hour. A. V. Burmistrov, S. I. Salikeev, A. V. Tyurin, A.A. Raykov, E. N. Kapustin. Main issues of research and development work by design of oil free scroll vacuum pumps are considered. Main directions are outlined requiring further advancement of domestic pumps competitiveness.

В последние годы безмасляные насосы вакуумные спиральные (НВСП) все чаще находят применение для откачки не только аналитического оборудования, но и достаточно больших объемов, например, в установках имитации космического пространства. Появились варианты использования НВСП вместо вакуумных насосов с масляным уплотнением в агрегатах с насосами Рутса [1]. В данных приложениях значительный интерес представляют НВСП с быстротой действия более 50 м³/ч. Таких машин в мире совсем немного, фактически только два насоса дотягивают до геометрической быстроты действия 60 м³/ч - насос ISP-1000 (SD-60) фирмы «Anest Iwata» [2] и насос GWSP-1000 фирмы «Geowell Vacuum» [3]. В России на данный момент самый большой НВСП, выпускаемый АО «Вакууммаш», имеет теоретическую быстроту действия 43 м³/ч [4]. Поэтому работа, связанная с созданием большей безмасляной спиральной машины, актуальна.

Как известно, геометрическая быстрота действия НВСП определяется частотой орбитального вращения подвижной спирали и величиной объемов парных полостей всасывания, которые в свою очередь зависят от высоты пера спирали и диаметра. Добиться геометрической быстроты действия 60 м³/ч при паспортной частоте вращения 1500 об/мин и приемлемых диаметральных размерах насоса фактически можно только при использовании конструктивной схемы с двухсторонним подвижным спиральным элементом. В этом случае рабочие камеры, расположенные по обе стороны торцевого диска, работают параллельно, и быстрота действия насоса удваивается. В противном случае (у насоса с односторонним подвижным спиральным элементом) высота спирали должна быть более 70 мм. Это практически невозможно с точки зрения технологичности изготовления спиралей. Принимая во внимание опыт изготовления и эксплуатации НВСП, было принято решение выбрать для НВСП-60 схему с двухсторонним подвижным спиральным элементом, а высоту пера спирали с одной стороны торцевого диска – 36 мм.

Второй важнейший параметр насоса, связанный с геометрией спирали - предельное остаточное давление. Результаты расчета характеристик НВСП с помощью математической модели [5, 6] показали, что для обеспечения предельного остаточного давления порядка 1 Па необходимо, чтобы количество витков подвижной спирали (без учета концевой участка) было около пяти.

С учетом сказанного был спроектирован спиральный механизм. Внешний вид подвижного спирального элемента представлен на рис. 1.

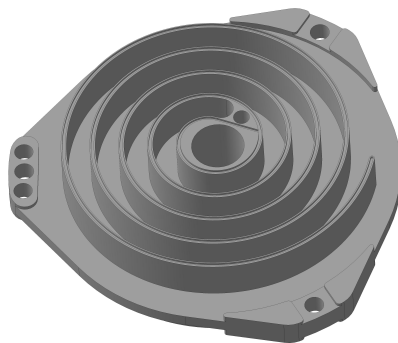


Рис. 1. Подвижный спиральный элемент разрабатываемого НВСП-60.

Величина радиального зазора между спиральями оказывает определяющее влияние на откачные характеристики НВСП. Причем получить предельное остаточное давление уровня 1 Па можно при величине радиального зазора порядка 100-150 мкм. Минимальный гарантированный зазор назначается исходя из бесконтактного движения подвижного спирального элемента относительно неподвижного в любых штатных условиях работы насоса [7]. Для этого необходимо учитывать изменение зазора, как за счет нагрева насоса, так и за счет давления на поверхности спиральных элементов, оказываемого газом, сжимаемым в серповидных полостях. В работах [8] показано, что силовые деформации спиральных элементов в условиях работы спиральной машины в качестве вакуумного насоса незначительны ввиду малых нагрузок от газовых сил. А вот тепловые деформации, с учетом того, что спиральные элементы изготавливаются из алюминиевых сплавов, имеющих большой коэффициент теплового расширения, вносят определяющий вклад в изменение зазоров.

Температурные поля подвижного и неподвижного спирального элементов находились с помощью методики, представленной в работах [9, 10]. Проведенные расчеты показали, что максимальные температуры подвижной спирали 71°C и неподвижной 58°C достигаются при предельном остаточном давлении.

Напряжения и деформации в спиральных элементах НВСП находились с помощью метода конечных элементов согласно методике, представленной в работе [11]. При расчете деформаций используется та же сетка, что и при расчете температурных полей. Радиальные тепловые деформации в НВСП-60, рассчитанные в середине высоты спиралей, показаны на рис. 2.

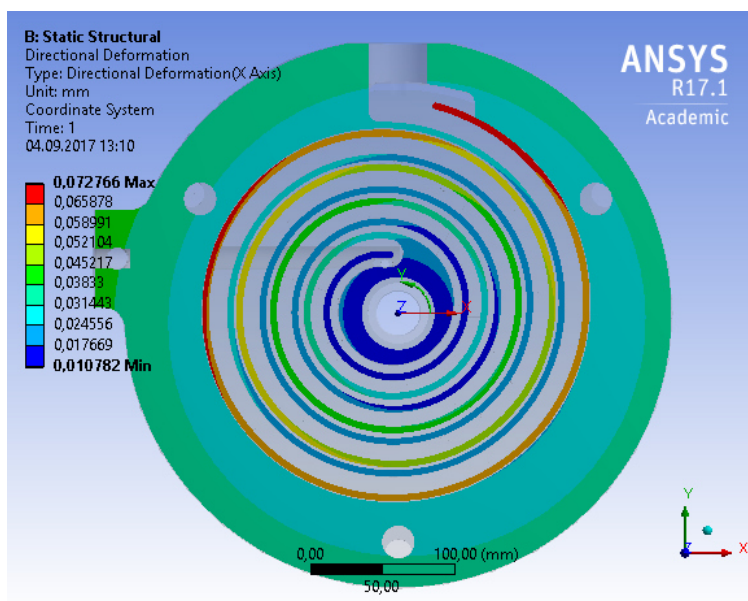


Рис. 2. Радиальные тепловые деформации в НВСП-60 при давлении на входе 10 Па.

На основании представленных на рис. 2 данных построены графики радиальных тепловых деформаций спиральных элементов и изменения радиального зазора НВСП-60 по углу закрутки пера спирали, которые нанесены на рис. 3.

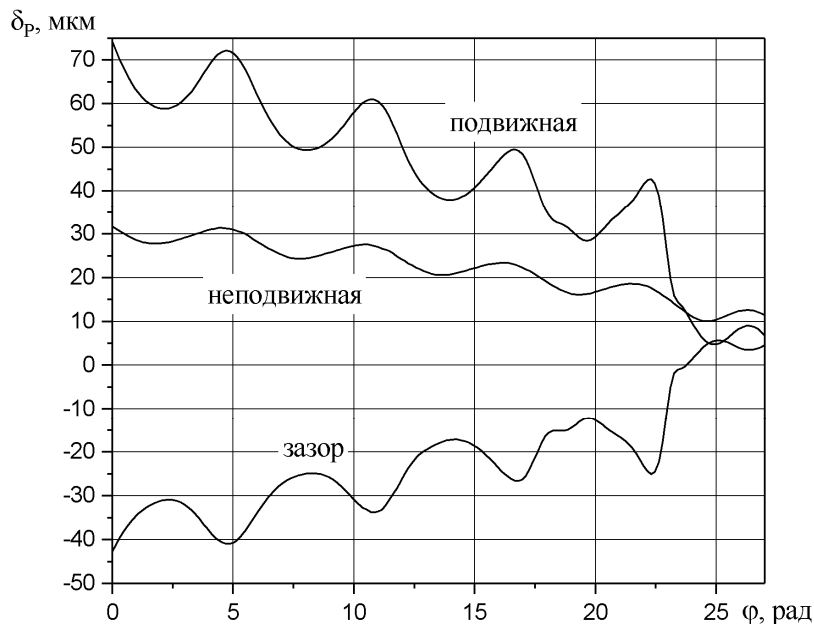


Рис. 3. Тепловые радиальные деформации спиралей и изменение радиального зазора НВСП-60 при $P_{ВХ} = 10$ Па.

Таким образом, максимальная тепловая радиальная деформация подвижной спирали составила 72 мкм. Максимальная тепловая радиальная деформация неподвижной спирали составляет 31 мкм. Максимальное изменение радиального зазора от тепловых деформаций спиралей 41 мкм.

С использованием математической модели процесса откачки НВСП проведен расчет зависимости быстроты действия НВСП-60 при различных радиальных зазорах, которые представлены на рис. 4. Можно видеть, что заданное предельное остаточное давление 1 Па достигается при зазорах 0,15-0,17 мм. На основании сказанного для НВСП-60 назначен радиальный зазор 0,15 мм.

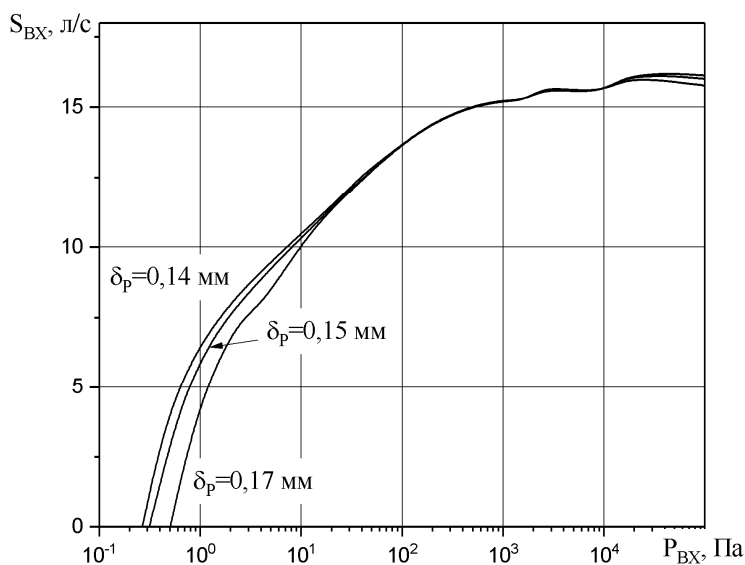


Рис. 4. Быстрота действия НВСП-60 при частоте орбитального вращения 1500 об/мин.

На основе расчетов спроектированы спиральные элементы насоса НВСП-60. В настоящее время проводятся предварительные испытания НВСП-60 и, таким образом, уже в текущем году линейка НВСП АО «Вакууммаш» может быть расширена.

Литература

1. Бурмистров, А.В. Экспериментальное исследование откачных характеристик первого отечественного безмасляного агрегата на базе двухроторного и спирального вакуумных насосов / А. В. Бурмистров, С. И. Саликеев // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 2016, № 9(678) – С.26-30.
2. ISP Dry Scroll Vacuum Pump [Электронный ресурс] / Anest Iwata, 2016. – Режим доступа: <http://anestiwata.com/product-category/isp-dry-scroll-vacuum-pump/>, свободный.
3. Geowell VacumCo. Ltd. – Режим доступа: <http://www.geowell.com.cn/en/product.asp> - свободный.
4. Капустин, Е.Н. Создание высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов в России / Е.Н. Капустин, А.Е. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вестник Казанского технологического университета. – 2014, Т.17. - № 19 - С. 280 - 283.
5. Бурмистров А. В. Расчет быстроты действия безмасляных спиральных вакуумных насосов / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.А. Райков, В.А. Аляев, Р.Р. Якупов // Материалы XXIV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» с участием зарубежных специалистов под редакцией С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. - 2017. – С. 152-157.
6. Burmistrov, A. Mathematical model of working process of oil free scroll vacuum pump : Influence of leakage and heat transfer on pumping characteristics / Burmistrov A., S. Salikeev, Raykov A., M. Fomina // *Vakuum in Forschung und Praxis*. - 2017. - Vol. 29. - Is. 6. – P. 28-31.
7. Ю.А. Паранин. Автореф. дисс. канд. техн. наук, Казанский национальный технологический ун-т, Казань, 2011. 18 с.
8. Райков, А.А. Силовые деформации рабочих элементов безмасляного спирального вакуумного насоса / А.А. Райков, Р. Р. Якупов, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 2015, №1 (658) – С.57-63.
9. Якупов, Р.Р. Расчёт процесса теплообмена в математической модели спирального вакуумного насоса / Р.Р. Якупов, А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Бурмистров // Компрессорная техника и пневматика. – 2017, – № 4. - С. 39-42.
10. Бурмистров, А.В. Численное моделирование тепловых полей рабочих элементов спиральных вакуумных насосов / А.В. Бурмистров, Р.З. Даутов, М.М. Карчевский, Р.Р. Якупов // Материалы 10-й Международной конференции «Сеточные методы для краевых задач и приложения». Казань: Казанский университет, 2014. – С. 156-161.
11. Райков, А.А. Тепловые деформации рабочих элементов безмасляного спирального вакуумного насоса с двухсторонней подвижной спиралью / А.А. Райков, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Компрессорная техника и пневматика. - 2015, – № 2. - С. 6-9.

Группа установок для глубокого травления кремния, мелкощелевой изоляции, удаления фоторезиста и атомно-слоевого осаждения

В.В. Одинок, В.М. Долгополов, П.А. Иракин, В.В. Панин
Москва, Зеленоград, АО «НИИ точного машиностроения» (АО НИИТМ)
Российская Федерация, Москва, Зеленоград, 124460, Панфиловский проспект 10
vodinokov@niitm.ru

Представлена следующая группа установок: установка глубокого анизотропного травления кремния, установка травление гладких траншей для щелевой изоляции, установка атомно-слоевое осаждение с плазменной активацией и установка плазменной удаления фоторезиста и полимеров. Рассмотрены принцип действия и структурная схема установок.

Group of installations for deep silicon etching, shallow trench isolation, polymer and photoresist plasma stripping and atomic layer deposition. V.V. Odionokov, M.V. Dolgopolov, P.A.Ivakin, V.V. Panin. The following group of installations is presented: installation of deep silicon anisotropic etching, installation of etching of smooth trenches for isolation, installation of atomic layer deposition with plasma activation and installation of polymer and photo resist plasma stripping. The principle of operation and structural scheme of installations are considered.

В рамках программы импортозамещения разработано специальное технологическое оборудование для проведения на пластинах диаметром 200 мм процессов:

- анизотропного травления кремния на глубину более 100 мкм;
- травление гладких траншей для щелевой изоляции;
- удаления фоторезистивной маски и остатков полимеров после процесса глубокого травления кремния;
- атомно-слоевого осаждения диэлектрических и барьерных слоев плазменной активацией.

Установка глубокого анизотропного травления кремния

Установка предназначена для проведения процесса высокоскоростного глубокого анизотропного травления кремния на базе Bosch-процесса в технологии TSV (through silicon via) при формировании отверстий в кремнии на глубину более 100 мкм. Процесс глубокого анизотропного травления (Bosch-процесс) является двухстадийным и циклическим. На первой стадии (рис. 1) осуществляется быстрое изотропное травление кремния в плазме SF_6 газа, на второй - осаждение полимерной пленки во фторуглеродной плазме. Эти стадии циклически повторяются. На первой стадии следующего цикла под действием ионной бомбардировки происходит быстрое удаление пассивирующей пленки со дна канавки, с последующим удалением кремния. На боковых стенках пассивирующая пленка остается, за счет отсутствия ионной компоненты при ее травлении.

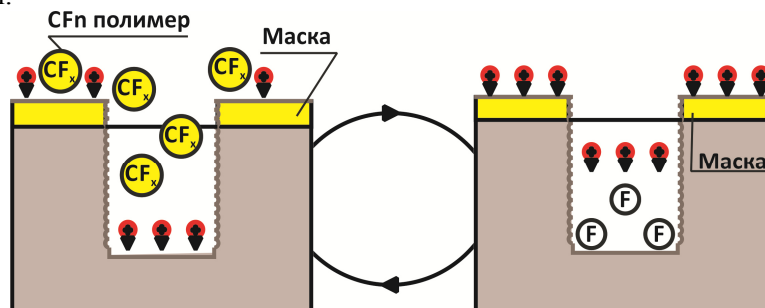


Рис. 1. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих один цикл Bosch процесса.

Основное преимущество Bosch процесса являются контролируемый и стабильный профиль травления, достаточная селективность к маске, высокая скорость травления и аспектное соотношение. Основным недостатком – шероховатость стенок вследствие цикличности травления.

На рис. 2а представлена схема, а на рис. 2б фото установки глубокого анизотропного травления и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

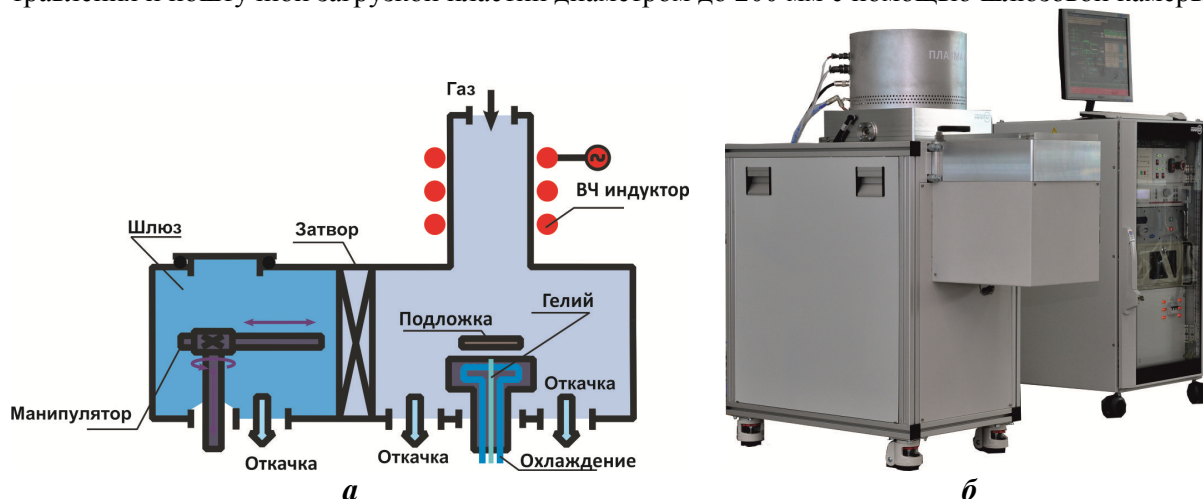


Рис. 2. Схема (а) и фото (б) установки глубокого анизотропного травления, с поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

Экспериментальные данные

Глубокое анизотропное травление (рисунок 3) проводилось через отверстий диаметром 13 мкм при следующих параметрах процесса, приведенных в таблице 1. Неравномерность травления по пластине диаметром 150мм составила $\pm 3,5\%$.

Таблица 1. Режимы травления отверстий диаметром 13 мкм.

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Кол-во циклов SF ₆	Время, с	
Ar	SF ₆	C ₄ F ₈		Источника плазмы	Столика			C ₄ F ₈	C ₄ F ₈
3	6	2,2	9	500	10	30	260	11	4

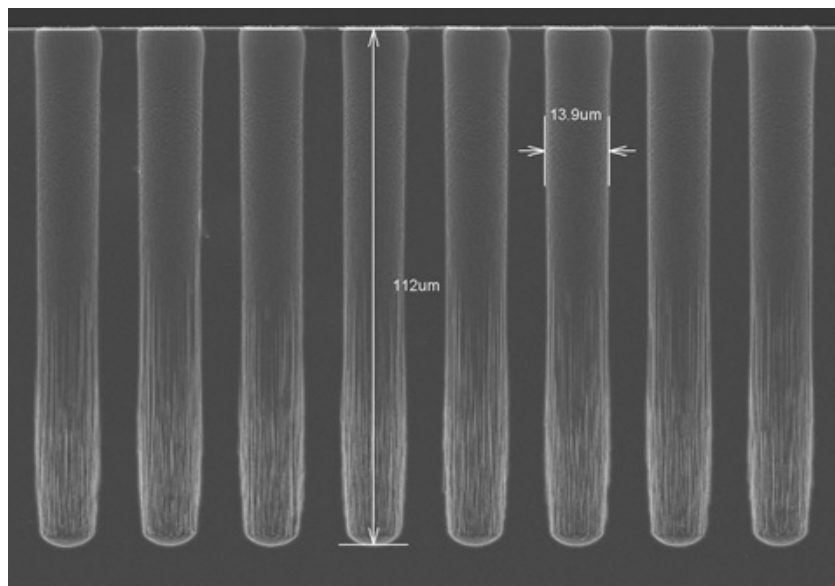


Рис. 3. Травления отверстий диаметром 13 мкм.

Установка травление гладких траншей для щелевой изоляции

Установка предназначена для проведения процессов травления полупроводников и диэлектриков, а так же для травления гладких траншей при формировании щелевой изоляции (shallow trench isolation). Процесс травления кремния с гладкими щелями осуществляется при

одновременной подаче в камеру травящего и образующего полимер газа. В результате процессы травления кремния и образования полимера на поверхности пластины происходят одновременно, но за счет смещения травление идет преимущественно в вертикальном направлении (рис. 4).

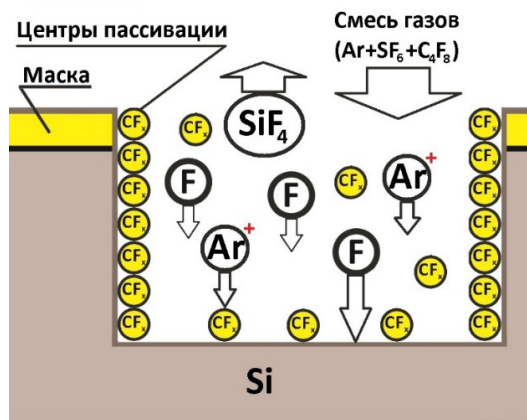


Рис. 4. Схематическое представление поверхностных реакций, формирующих процесс травления с гладкими стенками.

На рис. 5а представлена схема, а на рисунке 5б фото установки травление гладких траншей для щелевой изоляции, с поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

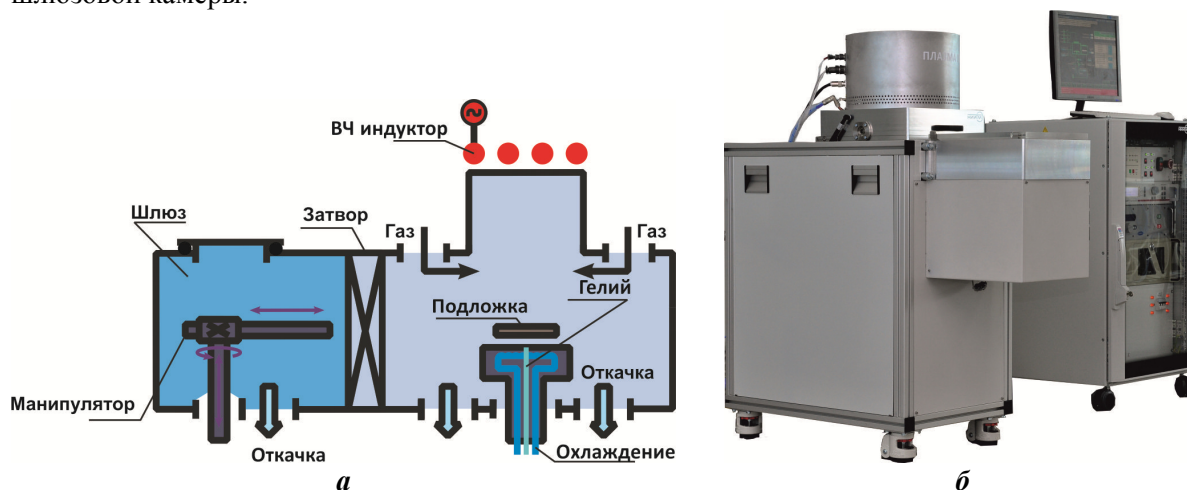


Рис. 5. Схема (а) и фото (б) установки формирования мелкощелевой изоляции, с поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм через шлюзовую камеру.

Экспериментальные данные

Процесс травления с гладкими щелями, шириной 1,5 мкм, при следующих режима, приведенных в таблице 1. Равномерность травления по пластине диаметром 150мм составила $\pm 3,5\%$.

Таблица 1. Режимы травления отверстий диаметром 13 мкм.

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Время, с
Ar	SF ₆	C ₄ F ₈		Источника плазмы	Столика		
3,6	4	6	9	600	20	85	450

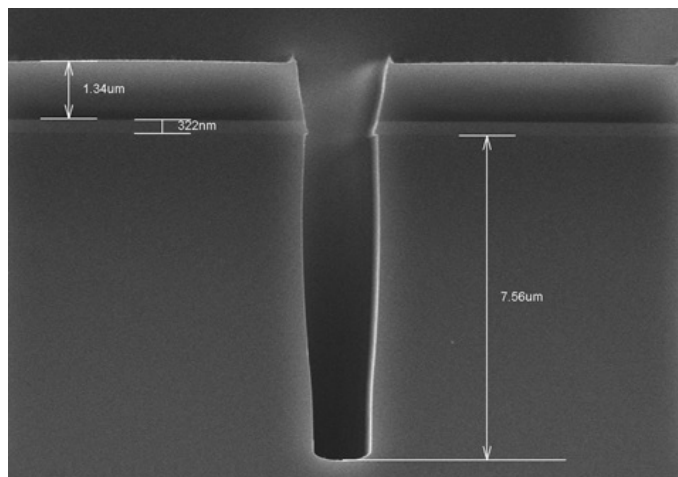


Рис. 6. Травления щелей, шириной 1,5 мкм.

Установка атомно-слоевое осаждение с плазменной активацией

Установка атомно-слоевое осаждение предназначена для создания тонких пленок с толщиной в нанометровом диапазоне. Кроме того, сверхтонкие покрытия, полученные атомно-слоевым осаждением, обладают рядом уникальных характеристик (конформность, сплошность, стехиометрия), способствующих их применению в различных отраслях. Атомно-слоевое осаждение реализуется в виде повторно-циклируемой химической реакции последовательно адсорбированных на подложке двух реагентов – прекурсоров, продукт реакции которых формирует пленку диэлектрика либо металла. В процессе, фазы сорбции прекурсоров и собственно реакции между прекурсорами перемежаются с продувкой инертным газом и откачкой объема реактора для удаления излишков прекурсоров и газообразных продуктов реакции. Ростовой процесс в каждом цикле самоограничивается толщиной в точности одного монослоя выращиваемой пленки. Схематически фазы атомно-слоевого цикла показаны на рис. 7.

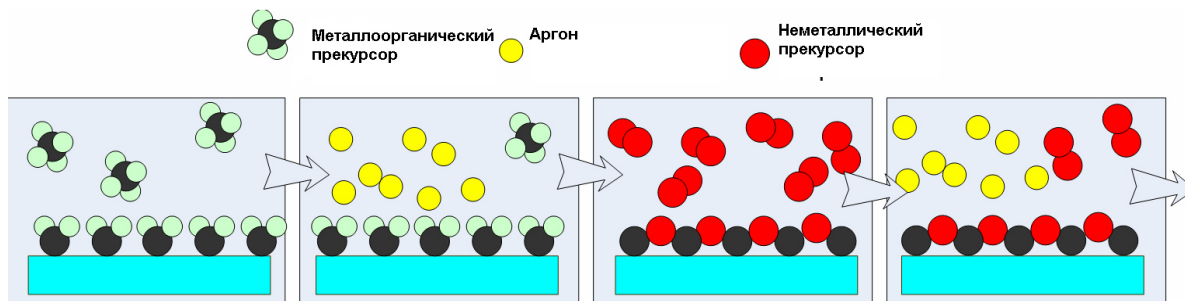


Рис. 7. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих один цикл АСО.

На рис. 8а представлена схема, а на рисунке 8б фото установки атомно-слоевого осаждения с плазменной активацией и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

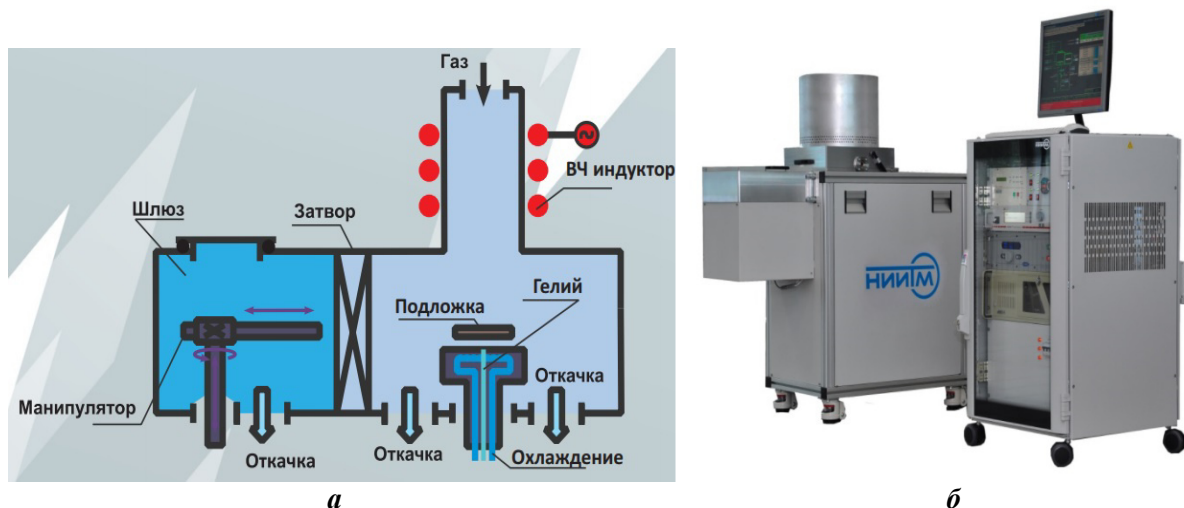


Рис. 8. Схема (а) и фото (б) установки атомно-слоевого осаждения с плазменной активацией и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

Установка очистки

Установка очистки предназначена для проведения процессов удаления фоторезистивной маски, а так же остатков полимеров после процессов глубокого травления кремния в технологиях TSV. Удаление фоторезистивной маски и полимеров проводится в ректоре с удалённым СВЧ источником плазмы. Удаленная плазма изолирует пластину от ионов и электромагнитных полей. Это уменьшает нежелательные эффекты встроенного заряда, которые могут повредить активные области схемы/устройства на пластине. Изотропная обработка происходит с химически активными частицами в отсутствии электромагнитных полей. Кроме того СВЧ (2.45 ГГц) по сравнению с ВЧ (13,56 МГц) плазмой имеет ряд преимуществ. Микроволновая плазма имеет: более высокую концентрацию нейтральных частиц, более высокие скорости удаления фоторезиста и более низкую концентрацию ионизированных частиц, что в свою очередь ведет к меньшему повреждению, вызванному зарядом, более высокой селективностью травления по отношению к нижележащим и проэкспонированным пленкам.

На рис. 9а представлена схема, а на рис. 9б фото установки очистки с поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

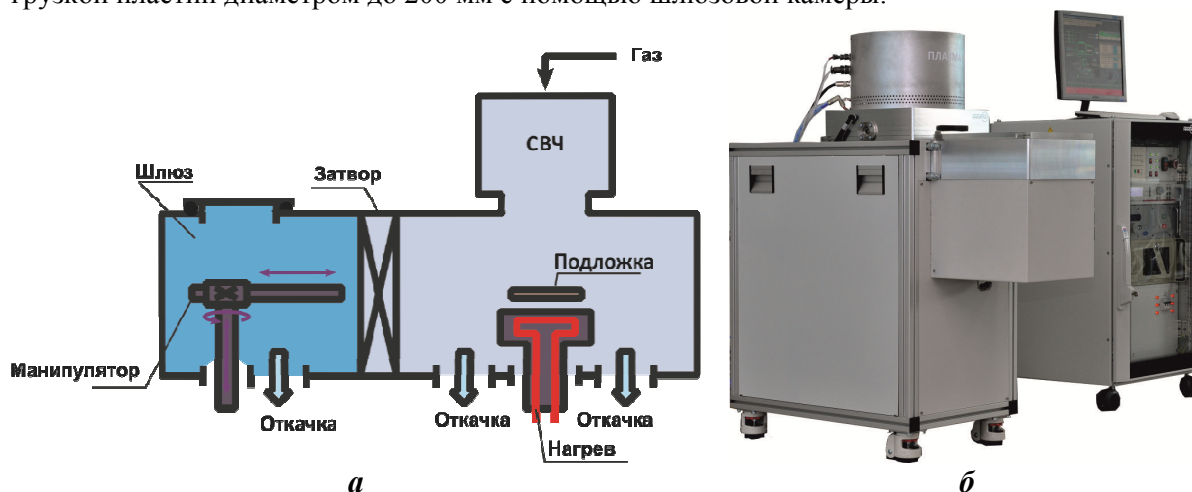


Рис. 9. Схема (а) и фото (б) установки атомно-слоевого осаждения с плазменной активацией и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

Литература

1. Амиров И.И., Морозов О.В., Кальнов В.А., Лукичев В.Ф., Орликовский А.А. Ключевые процессы технологии микросистемной техники: плазмохимические процессы глубокого анизотропного травления кремния, Нанотехнологии и наноматериалы, №4(66) июль-август, стр. 8-13.
2. Гущин О.П., Валеев А.С., Чамов А.А., Мицын Н.Г., Долгополов В.М., Одинокоев 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.
3. Данила А.В., Долгополов В.М., Иракин П.А., Немировский В.Э., Одинокоев В.В., Павлов Г.Я. // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. 2015. Вып. 5 (239). С. 42 – 48.
4. Одинокоев В.В., Панфилов Ю.П. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности // Наноинженерия. 2011. №11. С. 7 – 18.

Обеспечение квалифицированного цикла активной пайки металллокерамических узлов твердыми припоями в инновационной высоковакуумной камерной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН

*В.М. Шулаев, Д.А. Оковитый, М.Б. Аскретков, **Ю.К. Грузевич, **Ю.Н. Гордиенко, **Л.М. Бальясный, **Н.М. Недосека*
Белгород, ООО «НПП «НИТТИН», ул. Макаренко, 27;
***Москва, ОАО «НПО Геофизика-НВ», ул. Матросская Тишина, д. 23, стр. 2*
E-mail: nittin.ru@gmail.com

Сформулированы требования к разработке и изготовлению промышленной инновационной высоковакуумной камерной электропечи сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для обеспечения квалифицированного цикла активной пайки металллокерамических корпусов (МКК) вакуумных фотоэлектронных приборов (ФЭП). Новый образец промышленной электропечи продемонстрировал существенные преимущества перед циклом пайки МКК в среде водорода, а также исключил операции нанесения и высокотемпературного вжигания металлизации в случае активной пайки в вакууме.

Providing the competent cycle of metal ceramics active brazing by means of innovative high-vacuum batch electric furnace produced by NITTIN company. V.M. Shulayev, D.A.Okovityi, M.B. Askryotkov, Yu.K. Gruzevich, Yu.N. Gordienko, L.M. Balyasnyi, N.M.Nedoseka. The requirements for development and manufacturing the industrial innovative high vacuum batch type electric furnace to provide the competent cycle of metal-ceramic embodiments (MCE) active brazing for vacuum photoelectronic devices (PED) have been formulated. The new sample of industrial electric furnace demonstrated essential advantages compared to MCE brazing cycle in hydrogen environment and also excluded the coating deposition and high-temperature firing on metallization in case of the active brazing in vacuum.

Введение. В настоящее время процесс пайки МКК вакуумного фотоэлектронного прибора проводится в двухколпаковой водородной печи типа СГН-2.4-2/13-И2 [1] медным припоем по металлизированным керамическим кольцам из высокоглиноземистой керамики ВК-94-1 или ВК-95 и коваровым деталям. Однако и технологический процесс, и качество применяемых материалов не обеспечивают получения бездефектных МКК.

Первая проблема традиционной технологии связана с использованием водорода. Осушенный водород в качестве среды для пайки является традиционным из-за своих защитно-восстановительных свойств, обеспечивающих высокую чистоту процесса. Однако, процесс пайки в водороде обладает рядом недостатков, которые устраняются при использовании вакуумных электропечей, а именно:

- водород, даже самой высокой степени очистки ОСЧ марки «А», требует дополнительной системы очистки от паров воды и кислорода до уровня точки росы $-30 \dots -50$ °С – 2 ppm и кислорода – 0,2 ppm, что приблизительно соответствует парциальному давлению воды 10^{-1} Па и кислорода 10^{-3} Па в баллоне (6000 л водорода при давлении 150 атм), в то время, как в вакууме 10^{-4} Па (в вакуумной печи) давление паров воды и кислорода не выше 10^{-7} Па, то есть вакуум является более чистой средой для проведения технологических процессов, чем водород, если не требуется использовать его восстановительные свойства;

- водород обладает высокой растворимостью в материалах МКК при высоких температурах, в особенности, при пайке, когда существует расплавленный металл, растворимость водорода в котором еще выше, а при остывании МКК после пайки присутствует опасность «водородной болезни» (растрескивания материала шва), поэтому МКК требуют длительного времени обезгаживания на дальнейших операциях (напыление, облуживание, сборка и откачка ФЭП);

- водород при использовании в колпаковых печах на выходе из печи сжигают, при этом расход составляет примерно 1 баллон на два процесса, что при нынешней цене баллона 12 000 руб. составляет 6 000 руб. на процесс;

- организация водородного участка требует наличия специального помещения, которое нужно проектировать, строить и согласовывать со специальными органами.

Вторая проблема обусловлена применяемыми материалами в традиционном МКК. Конструкционно метало-керамические корпуса представляют собой набор соосно расположенных чередующихся кольцевых деталей из керамики (ВК-94-1) и прецизионного ферроникелевого сплава (29НК), имеющих близкий между собой температурный коэффициент линейного расширения. Детали корпуса между собой по торцевым плоским поверхностям спаяны медью, что таким образом, предполагает ведение режима термообработки при высоких (≥ 1100 °С) температурах, и что, в свою очередь накладывает соответствующие требования на используемое оборудование и материалы.

На поверхность керамических колец наносится металлизация, состоящая из смеси порошков молибдена и марганца с добавлением гидроксида титана, которую для обеспечения прочности сцепления с керамикой, вначале вжигают во влажном водороде при температуре 1350°С [2]. Хорошая адгезия металлизированного слоя к поверхности керамики обеспечивается за счет наличия в ней значительного количества стеклофазы (до 6%). Однако в процессе вжигания металлизации ухудшается плоскостность керамических колец, так как при такой высокой температуре происходит размягчение стеклофазы и, вследствие этого, коробление колец. Использование керамики без стеклофазы или с ее минимальным содержанием невозможно из-за большого процента брака при металлизации.

Отметим, что к новым промышленным МКК в составе ФЭП предъявляется ряд высоких требований:

- вакуумная плотность (на пределе чувствительности гелиевого масс-спектрометрического течеискателя) - 4×10^{-11} л·мм рт.ст./с, а также низкий уровень газовой выделенности;

- термомеханическая прочность – МКК должен выдерживать без потери вакуумной плотности три цикла термоудара от 550°С до комнатной температуры на воздухе;

- параллельность и плоскостность МКК должна быть не хуже 0,05 – 0,07, а желательно и лучше;

- на поверхностях металлических и керамических деталей должны отсутствовать следы окислов и других загрязнений;

- после пайки МКК должны иметь высокую чистоту поверхностей керамики и металла.

Поэтому возникла необходимость в замене материалов стандартных МКК применительно к разработке квалифицированного цикла активной пайки [3], проводимой в инновационной вакуумной электропечи.

Цель работы состояла в проектировании (по ГОСТ 2.103-2013 Единая система конструкторской документации. Стадии разработки.) и изготовлении инновационной автоматической вакуумной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН (далее по тексту - Электропечь), которая обеспечивает квалифицированный высокотехнологичный процесс активной пайки новых промышленных МКК в составе ФЭП.

1. Разработка и изготовление вакуумной Электропечи согласно новым требованиям, представленным в Таблице. Кроме того, вакуумная Электропечь должна иметь:

- моноблочный несущий каркас, позволяющий существенно уменьшить габариты Электропечи (ширина*длина*высота = 1500*1500*1900 мм);
- высоковакуумную систему откачки (включает вакуумную камеру и откачной высоковакуумный пост с безмасляной системой откачки), с давлением остаточных газов не более $1,33 \cdot 10^{-5}$ Па ($1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.);
- нагревательный модуль цельнометаллической конструкции с высокой однородностью температурного поля (± 2 °С) и высокой точностью поддержания температуры ($\pm 0,1$ °С) и низкой тепловой инерцией при температурах пайки;
- обеспечить визуальный контроль за состоянием рабочего пространства с садкой;
- замкнутую систему водяного охлаждения с чиллером, входящую в габариты Электропечи, кроме конденсатора;
- автономную пневмосистему, для управления пневмоприводами;
- систему электропитания, включающую печной трансформатор;
- автоматическую систему управления, осуществляющую непрерывный контроль паяльного цикла;
- систему безопасности, которая исключает переход Электропечи в нештатный режим работы.

Таблица. Основные технические характеристики электропечи термического обезгаживания и пайки модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН.

Наименование параметра	Номинальные значения
Номинальная температура, °С	1300
Предельное значение вакуума в Электропечи после предварительного обезгаживания нагревательного модуля в холодном состоянии, Па (мм рт.ст.), не более	$1,33 \cdot 10^{-5}$ Па ($1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.)
Габариты рабочего пространства, мм,	
ширина	200
глубина	400
высота	200
Масса садки с технологической оснасткой, кг	30
Внешние габаритные размеры Электропечи, мм, не более:	
ширина	1500
длина	1500
высота	1900
Среда в рабочем пространстве: — при нагреве и выдержке; — при охлаждении	вакуум вакуум/инертный газ
Установленная мощность, кВт, не более	49
в т. ч. нагревательного модуля камеры, не более	35
Равномерность температуры в рабочем пространстве в установившемся режиме в пределах температур 600–1300 °С, не более	± 2
Точность поддержания температуры, °С, не более	$\pm 0,1$
Количество независимых зон нагрева	1
Время откачки, мин, не более	45
Масса Электропечи, кг, не более	1200

Электропечь - полностью автономна. При вводе в эксплуатацию она подключается к сетевому напряжению и подсоединяется к заземляющему контуру. Главной отличительной особенностью Электропечи для активной пайки в вакууме является безмасляная откачная система с остаточным давлением не более $1 \cdot 10^{-5}$ Па, которая позволяет исключить наличие углеводородов в остаточной атмосфере рабочего пространства и, следовательно, обеспечить их отсутствие в объеме ФЭП, что, в свою очередь, определяет уровень основных параметров изделия.

Поиск в Интернете электропечи для групповой вакуумной активной пайки МКК для ФЭП, по совокупности вышеуказанных требований, на сайтах отечественных и зарубежных производителей показал, что такое типоразмерное исполнение на рынке отсутствует.

Инновационная вакуумная Электропечь модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН была разработана, изготовлена и введена в промышленную эксплуатацию в январе 2018 г. Внешний вид Электропечи представлен на рис. 1. Подробное описание конструкции Электропечи приведено в работе [4].



Буквенно-цифровая маркировка Электропечи:

С – вид нагрева – сопротивлением;

Н – основной конструктивный признак – камерная;

В – характер среды в рабочем пространстве – вакуум;

Э – теплоизоляция – экранно-вакуумная;

2 – ширина рабочего пространства, дм; (200 мм)

4 – длина рабочего пространства, дм; (400 мм)

2 – высота рабочего пространства, дм; (200 мм)

13 – номинальная температура, °С, условно уменьшенная в 100 раз;

ИОП – исполнение для обезгаживания и вакуумной пайки;

НИТТИН – торговая марка российского производителя Электропечи.

Рис. 1. Новая Электропечь на месте эксплуатации.

2. Результаты вакуумной пайки опытных образцов МКК из керамики ВК-94-1. На рис. 2. представлен температурный режим пайки ПСр-72В. Для обезгаживания сборок и устранения температурного градиента при температуре 750°C проводилась выдержка в течение 10 мин. После расплавления припоя в швах, которое наблюдается через смотровое окно, устанавливалось время пайки, которое составляло 30 с.

Необходимость такого времени пайки обусловлена двумя факторами:

- увеличение времени выдержки более 30 с приводит к растеканию припоя по поверхности металла и браку;

- длительная выдержка припоя в расплавленном состоянии в вакууме более 30 с приводит также к распылению припоя на керамические детали корпуса (оснастка экранирует керамику для устранения попадания на неё припоя).

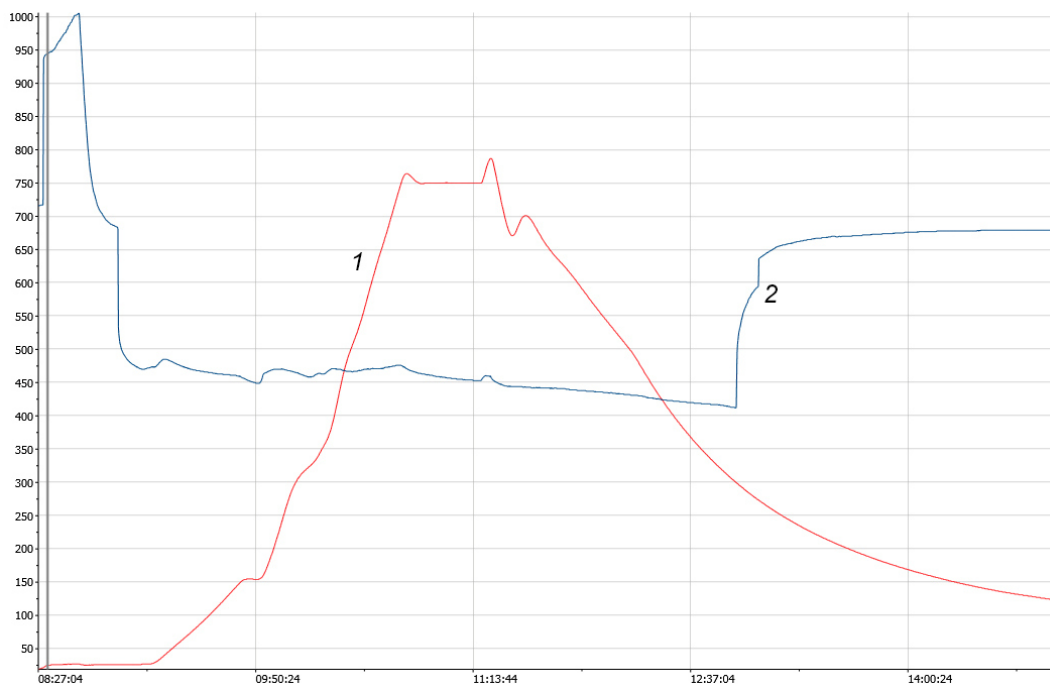


Рис. 2 Температурный режим пайки металлокерамического корпуса в вакууме припоем ПСр-72В (1 – изменение температуры во времени; 2 – изменение давления).

На стадии подбора параметров процесса и оснастки (в основном по температуре и времени выдержки) было спаяно 16 МКК. В итоге на 3-х МКК в результате пайки образовались трещины по керамике (см. рис. 3 – микрошлиф соединения ковар-керамика ВК94-1 с трещиной по керамике в зоне шва), на 2-х выплеск меди, на некоторых значительный, что привело к сплавлению соседних коваровых колец 2-х узлов со смещением колец из-за использования оснастки с плохой центровкой деталей, 3 корпуса забракованы по непараллельности.



Рис. 3. Паяный шов ковар – ВК-94-1 с трещиной (обведена овалом) в верхней части по керамике (фото с электронного микроскопа JEOL 6000), увеличение 2000^x

После доработки оснастки и корректировки режима из 10-ти спаянных МКК были получены 9 годных МКК по всем параметрам.

Испытания на многократный термоудар 3-х МКК показали вакуумную плотность после испытания. Однако несмотря на положительные результаты по вакуумной пайке известной конструкции МКК из традиционных материалов процесс вакуумной пайки является многоступенчатым из-за наличия операций нанесения и вжигания металлизации, а также ухудшения плоскостности керамических колец из-за коробления, по причине размягчения стеклофазы. В этой связи были опробованы другие материалы: керамика ВК-100-2, содержащая Al_2O_3 99,8 %, и использование сплава титана марки ВТ-1-0 в качестве активного металла.

3. Оптимизированный процесс вакуумной пайки с использованием активного металла на промышленных прототипах МКК. Для устранения недостатков традиционной технологии пайки в среде водорода, был применен альтернативный способ пайки [3] – активная пайка без металлизации керамики в вакууме с использованием активного металла – титана марки ВТ-1-0 в форме колец вместо сплава 29НК. Вместо керамики ВК-94-1 были использованы керамические кольца из вакуум-плотного материала ВК-100-2 с содержанием Al_2O_3 99,8 % свойства которой представлены в работе [5]. Глубокий и безмасляный вакуум в данном процессе пайки позволили использовать активный металл – титан. Процесс пайки в этом случае стал одноступенчатым.

На основе этих материалов были получены новые промышленные МКК для ФЭП соответствующие требованиям конструкторской документации по внешнему виду, геометрическим размерам и вакуумной плотности (Рис. 4). Плоскостность и параллельность деталей новых МКК в готовой конструкции составляют порядка 0,02, что лучше, чем в стандартном МКК.



Рис. 4. Внешний вид нового промышленного прототипа МКК, спаянного активной пайкой в вакууме.

Результаты исследования микро- и макрошлифов в паянном соединении нового МКК, показавших надежность паянных швов вследствие диффузии элементов, входящих в состав припоя в материал керамических колец из ВК-100-2 (показаны на рис. 5).

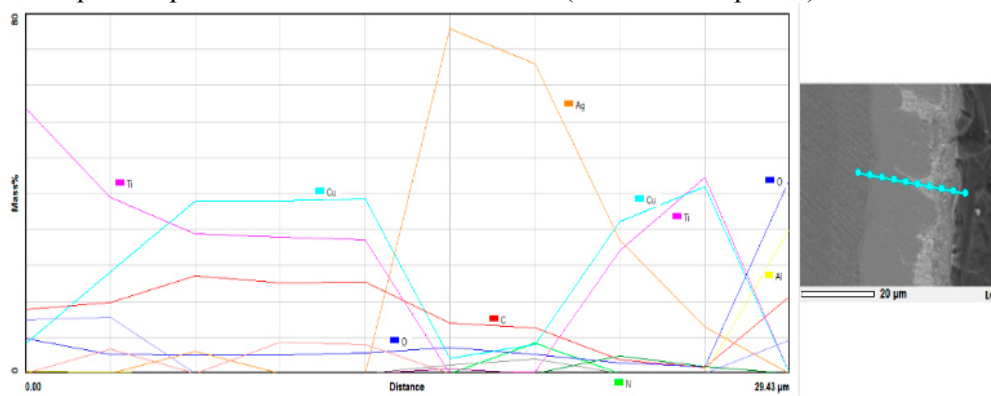


Рис. 5. Шлиф соединения титан – припой ПСР-72 – керамика ВК-100-2 на РЭМ (слева – направо точками показаны места микрорентгеновского анализа содержания компонентов материалов в шве). На графике показано распределение компонентов соединения по шву.

Обсуждение морфологии, микроструктуры и фазового состава паяного шва, в силу достаточно сложного распределения компонентов выходит за рамки данной работы. Однако не смотря на сложную эволюцию и многофакторную природу паяного соединения удалось добиться полной воспроизводимости цикла пайки и обеспечить надежность паяного шва при использовании новой Электropечи, что идеально подходит к производству МКК, претендующему на экономичность и гибкость. Были сведены к минимуму искажения в геометрии МКК в силу тщательно контролируемых скоростей нагрева и охлаждения, а также температуры изотермической выдержки в процессе цикла вакуумной пайки.

Выводы:

Разработан, изготовлен и введен в промышленную эксплуатацию образец инновационной высоковакуумной камерной электropечи сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для обеспечения квалифицированного цикла активной пайки металлокерамических корпусов (МКК) вакуумных фотоэлектронных приборов (ФЭП).

Пайка металлокерамических корпусов по металлизированной керамике в вакууме обладает рядом преимуществ перед пайкой в водороде, хотя и является многоступенчатым процессом, а при использовании активного титана, когда появляется возможность исключить процесс нанесения и высокотемпературного вжигания металлизации, эти преимущества многократно возрастают, а сам процесс становится одноступенчатым.

Новая Электропечь обеспечивает проведение качественной активной пайки с получением бездефектных МКК (вакуумная плотность, термомеханическая прочность, низкий уровень газовыделения, высокая чистота поверхностей керамики и металла). При активной пайке с использованием титана без металлизации МКК имеют более высокую точность и воспроизводимость размеров.

Внедрение в промышленность описанного процесса активной пайки в производство вакуумных фотоэлектронных приборов с использованием современной инновационной высоковакуумной камерной Электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН с безмасляной системой откачки позволит значительно повысить их качество и надежность.

Литература

1. Рубинчик Л.Е. Водородные электрические печи. М.: Энергия, 1970. – 104 с.
2. Ерошев В.К. Металлокерамические вакуумноплотные конструкции. М.: Энергия, 1970. – 160 с.
3. Батыгин В.Н., Метелкин И.И., Решетников А.М. Вакуумно-плотная керамика и её спаи с металлами. Под ред. Н.Д. Девяткова. М.: Энергия, 1973. – 408 с.
4. Антонович П.В. Инновационная высоковакуумная камерная электропечь сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для электронной промышленности. Журнал Оборудование и инструмент для профессионалов. № 5, 2017. – С. 72-74.
5. Амелина О., Нестеров С. Вакуум-плотная корундовая керамика на основе ультрадисперсных порошков. Наноиндустрия. № 5. 2010. – С. 40-41.

Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика»

*С.П. Бычков, Л.Л. Колесник, Ю.В. Панфилов,
*Ю.М. Сарapulов, *М.С. Сиротский
Москва, МГТУ им Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5,
*Брянск, АО НПО «Спецэлектромеханика», ул. Карачижская, 79
E-mail: bychkov@bmstu.ru.*

Представлены модульная вакуумно-термическая и малогабаритная вакуумная напылительная установки с блоками питания, разработанные в МГТУ им. Н.Э. Баумана и изготовленные в АО НПО «Спецэлектромеханика».

Prospects of BMSTU and SEMGROUP common research and development of vacuum equipment. S.P. Bychkov, L.L. Kolesnik, Y.V. Panfilov, Y.M. Sarapulov, M.S. Sirotsky. Vacuum thermal module tool and thin film deposition vacuum small gage coater with power supply were developed by Bauman Moscow State Technical University and manufactured by JSC “SPU SEMGROUP”.

Введение

Актуальность данной работы заключается, по нашему мнению, в имеющейся потребности у отечественных предприятий и высших учебных заведений в не дорогих и легко перена-

лаживаемых вакуумных термических установках с диапазоном температур нагрева 250° – 1200°С, а также в малогабаритных вакуумных установках для нанесения пленок благородных металлов на диэлектрические образцы для РЭМ и СЗМ. Кроме того, для такого и аналогичного ему оборудования существует дефицит в не дорогих и надежных источниках питания.

Модульная вакуумно-термическая установка

Модульная вакуумно-термическая установка (МВТУ) с уровнем вакуума до 10^{-1} Па (опционально до 10^{-3} Па), температурой обработки в четырех различных температурных зонах (до 250°С, 400°С, 800°С и 1200°С) и системой напуска рабочего газа до давления ниже атмосферного является продуктом совместной разработки АО НПО «Спецэлектромеханика» г. Брянск и кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н. Э. Баумана г. Москва (рис. 1).

Малогабаритная модульная ВТУ с микропроцессорной САУ состоит из вакуумного поста, рабочего стола с рабочей камерой и стойки управления. Вакуумный пост размещается на каркасе с регулируемыми опорами. Рабочий стол вакуумного поста каркасного типа из стандартных стальных профилей. Рабочая камера вакуумного поста разработана на основе унифицированных элементов по стандартам CF или ISO с линейкой размеров 100, 160, 200, 250 мм в соответствии со значениями условно-проходных диаметров.

Технические особенности конструкции определяются модульным принципом ее формирования. Установка включает в себя: герметичную рабочую камеру с фланцами для смотрового окна, тоководов и вводов движения; откачную систему с форвакуумным насосом и трубопроводами, с системой клапанов, ловушек и средств измерения вакуума (опционально может быть поставлена двухступенчатая высоковакуумная система откачки под требования заказчика); систему напуска рабочего газа с регулятором расхода газа; привод с вводом вращения нагреваемого изделия; нагревательную систему модульного типа с соответствующим стыковочным фланцем, систему водяного охлаждения и систему теплоизоляции рабочей камеры; систему датчиков для контроля и управления режимами обработки.

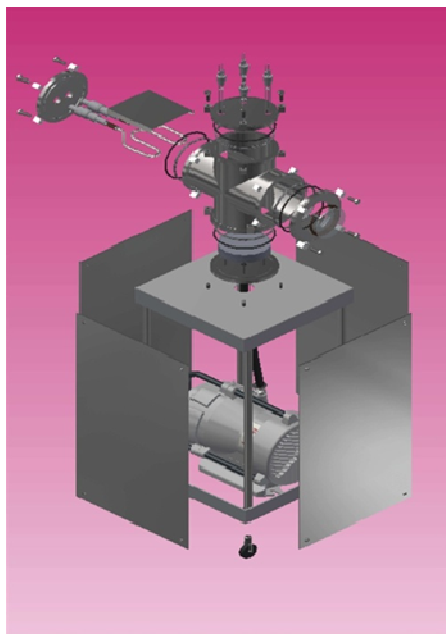


Рис. 1. Внешний вид вакуумно-термической установки и логотипы кафедры «Электронные технологии в машиностроении» (МТ-11) МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика».

Система автоматического управления (САУ) установки строится на основе универсального программируемого модуля, обеспечивающего возможность его простой настройки под сформированную модульную конфигурацию установки посредством выбора из библиотеки со-

ответствующего набора подпрограмм. САУ представляет собой «продукт в коробочном исполнении», стыкуемый с разъемами на установке через коннекторы и включающий в себя необходимую элементную базу (контроллер, модуль ввода-вывода сигналов, требуемые преобразователи сигналов, экран оператора и др.) и программную прошивку контроллера.

Экран оператора обеспечивает визуализацию реализуемых режимов (откачки, напуска газа, нагрева), индикацию сигналов с датчиков (давления, расхода, перемещения, скорости, температуры), цветовую индикацию различных этапов технологического процесса (выключено/включено, выход на режим, выдержка, подготовка к выключению, аварийные ситуации).

Основные технические характеристики установки:

- Температура в различных зонах: до 250°C, 400°C, 800°C и 1200°C;
- Мощность нагревательной системы: 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 и 8 кВт;
- Предельное давление в рабочей камере – 10^{-1} Па;
- Тип вакуума – безмасляный;
- Время откачки рабочей камеры до давления 1 Па – не более 5 мин;
- Давление рабочего газа 10 – 100 Па;
- Диаметр условного прохода рабочей камеры: 100, 160, 200 и 250 мм;
- Питание установки – переменный ток, напряжение 220В, 50Гц;
- Максимальная потребляемая мощность установки – не более 10 кВт;
- Система охлаждения установки: температура 15-18 °С, поток жидкости не менее 20 л/мин при давлении не менее 2 атм;
- Общая масса установки не более 1000 кг.

Малогабаритная вакуумная установка для нанесения тонких пленок

Установка предназначена для нанесения тонких пленок методом магнетронного нанесения на диэлектрические подложки малых размеров для подготовки образцов к исследованиям на растровом электронном и сканирующем зондовом микроскопах (рис. 2).

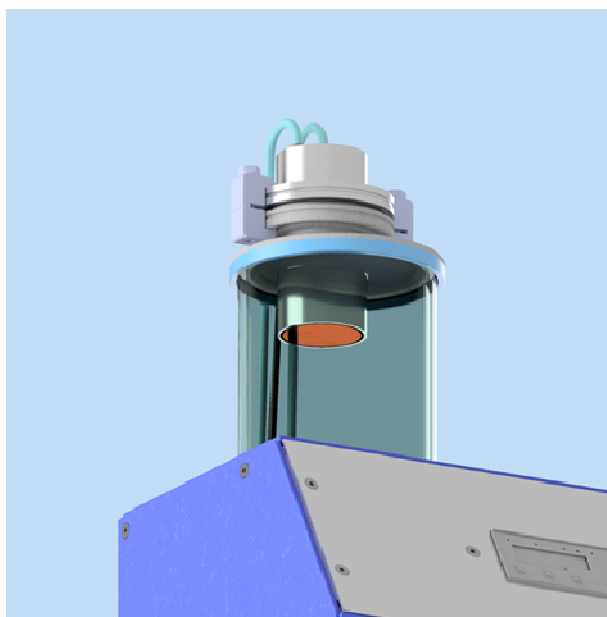


Рис. 2. Внешний вид вакуумной установки для нанесения тонких пленок.

Технологический объем представляет собой цилиндрическую вакуумную камеру вертикального исполнения с магнетронной распылительной системой на постоянном токе.

Откачная система состоит из турбомолекулярного и спирального насосов, подключенных к одной магистрали. Вся вакуумная арматура установки находится внутри корпуса и обшита защитными панелями. Из корпуса выведен патрубок для подключения спирального насоса. На верхнем фланце установки располагается откидная крышка для загрузки и выгрузки об-

разцов вручную, причем конструкция подложкодержателя позволяет размещать на нем несколько подложек малых размеров.

Преимущества разрабатываемой установки по сравнению с аналогами заключаются в следующем:

- 1) установка отличается малыми габаритами, небольшим временем откачки и позволяет уменьшить время подготовки образцов к исследованиям по сравнению с обычными вакуумными установками;
- 2) размеры и вес установки позволяют свободно размещать ее на рабочем столе в лаборатории;
- 3) благодаря простоте конструкции и использованию насосов малой мощности цена данной установки ниже аналогов;

Технические характеристики установки:

- объем камеры, л – 1;
- размеры рабочей камеры, мм – 100×135;
- форма камеры – цилиндрическая;
- габариты установки, мм – 290 × 550 × 500;
- типоразмер фланцев – ISO100;
- диапазон давлений, Па – от 10^{-3} до 10^5 ;
- время откачки до 10^{-2} Па, с – 86;
- размер подложек, мм – 10 × 10 мм;
- количество одновременно загружаемых подложек, шт – 3;
- скорость осаждения, $\frac{\text{нм}}{\text{мин}}$ – от 250 до 550 в зависимости от осаждаемого материала;
- метод вакуумного нанесения – магнетронное осаждение;

К блоку питания магнетрона лабораторной установки для нанесения тонких пленок предъявляются следующие требования:

- максимальное выходное напряжения питания – 850 В,
- максимальная выходная мощность – 750 Вт,
- тип выходного питания – постоянный ток (DC),
- режимы работы: возможность задания стабилизации параметров выходного питания по напряжению, току или мощности,
- возможность задания таймера времени работы после включения до момента автоматического отключения питания
- защита – в блоке должна быть предусмотрена защита от короткого замыкания на нагрузку, а также механизм дугогашения,
- тип корпуса — для встраивания в стойку 19``,

Блок питания подключается к сети переменного тока напряжением 220 В, 50 Гц. В случае невозможности питания от однофазной сети допускается подключение к трехфазной сети переменного тока 380 В, 50 Гц.

Пульт управления обеспечивает возможность задания всех доступных регулировок: режима стабилизации (мощность, ток, напряжения); целевое значение регулировки текущего параметра; кнопки включения/выключения выходного напряжения; кнопки управления таймером (задание целевого времени, запуск и остановка таймера).

Пульт управления обеспечивает также отображение следующих процессов:

- текущего режима работы (стабилизация по току, мощности, напряжению),
- целевых значений параметров, выставленных оператором,
- реальные значения параметров, выдаваемые блоком,
- индикации включения/выключения выходного напряжения,
- индикации включения/выключения таймера,
- время до выключения выходного напряжения в случае, если таймер включен,
- индикации короткого замыкания (возникновения дуги) на нагрузке,
- индикации, что целевые параметры не могут быть достигнуты из-за выхода режимов регулировок за пределы возможностей блока питания.

Блок питания должен иметь возможность связи с компьютером по порту RS-485 и обмена данными по протоколу MODBUS-RTU. Срок службы при односменном режиме работы не менее 5 лет.

Заключение

Покупать зарубежное вакуумное оборудование или разрабатывать отечественное – вопрос риторический, а вот сохранение отечественных конструкторских школ и производственных баз является стратегическим направлением развития экономики страны. Связь высших учебных заведений с промышленными предприятиями должна базироваться не только на подготовке кадров, но и на выполнении совместных научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.

Надеемся, что попытка выстроить совместную деятельность МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика» в области вакуумных технологий и оборудования окажется успешной, а одним из индикаторов успешности должны стать результаты выставки ВакуумТех-Экспо.

Управление частотной характеристикой демпфера для активной виброизоляции на основе магнитоэологических эластомеров

А.М. Базиненков, И.В. Макеев, А.П. Ротарь, Д.А. Иванова, В.П. Михайлов
Москва, ФГБОУ ВО МГТУ имени Н.Э. Баумана (Национальный исследовательский университет), 105005, г. Москва, 2-ая Бауманская ул., д.5, стр.1
ambazinenkov@bmstu.ru

Одним из наиболее эффективных методов вибрационной защиты является активная виброизоляция. Широко известно, что производство изделий микро и нано-электроники невозможно без защиты технологического и исследовательского оборудования, работающего в условиях вакуума и атмосферного давления, от вибрационных возмущающих воздействий.

Системы виброизоляции на основе магнитоэологических (МР) эластомеров обладают большей эффективностью виброизоляции по сравнению с другими существующими системами за счет совмещения пассивной, полупассивной и активной виброизоляции в одном устройстве. Характеристики демпферов на основе МР эластомеров определяются составом и свойствами полимеров.

В работе представлены экспериментальные исследования частотных характеристик демпферов на основе МР эластомеров.

***Amplitude-frequency characteristic control of the active vibration control damper based on magnetorheological elastomers.** A.M. Bazinenkov, I.V. Makeev, A.P. Rotari, D.A. Ivanova, V.P. Mikhailov. One of the most effective methods of vibration protection is active vibration control. It is widely known that the micro and nanoelectronic manufacturing is impossible without the protection of equipment from vibration disturbance. The precise technological and research equipment can operate under atmospheric pressure and under vacuum.*

Vibration control systems based on magnetorheological (MR) elastomers have a higher protection efficiency than other existing systems due to the combination of semi-active and active vibration isolation in one device. The characteristics of MR dampers are determined by the composition and properties of the polymers. The paper presents experimental studies of the amplitude-frequency characteristics of dampers based on MR elastomers.

Введение

Высокие точностные требования, предъявляемые к микро- и нанотехнологическому оборудованию, приводят к необходимости отслеживания внешних вибрационных воздействий, которые могут негативно сказаться на параметрах работы оборудования, и защиты оборудования от них. Для ультра-прецизионных процессов, таких как нанолитография, прецизионная ме-

таллообработка, оптоволоконные системы, сканирующая зондовая микроскопия (атомно-силовая и туннельная), электронная микроскопия и др. необходимо обеспечить виброизоляцию на частотах вибраций в широком диапазоне от 0,5 до 100 Гц при амплитудах вибраций до 200 мкм.

Для защиты оборудования от вибраций наиболее эффективным методом считается виброизоляция, которая делится на пассивную, полуактивную и активную. Для активной виброизоляции, которая связана с перемещением защищаемых объектов в противофазе с вибрациями, применяются системы виброизоляции на основе актюаторов. Пьезоэлектрические системы имеют небольшой диапазон перемещений (способны гасить колебания с малыми амплитудами виброперемещений) и ограниченный спектр поглощаемых частот; пневматические и гидравлические системы имеют высокую стоимость и сложные системы управления; системы на основе шаговых двигателей так же дорогостоящи и имеют низкое быстродействие из-за длинных кинематических цепей.

Магнитореологические (МР) и электрореологические (ЭР) жидкости и эластомеры относятся к типу смарт-материалов, которые способны менять свои свойства под действием внешних магнитных и электрических полей. Эти материалы способны менять свои реологические свойства и деформироваться под действием управляющего поля. Использование подобных материалов в системах точного позиционирования и виброизоляции позволяет повысить их точностные характеристики и быстродействие за счет непосредственного воздействия на рабочее тело полем [1,2,4,5].

Демпфер на основе МР эластомера

Исследуемая в данной работе платформа виброизоляции на демпферах на основе МР эластомеров значительно проще и дешевле в изготовлении и обслуживании всех вышеперечисленных, содержит меньшее количество сложных механических и электрических элементов [3,6].

Назначением платформы является уменьшение колебаний, вызванных внешними возмущениями и поступающих из окружающей среды. Это устройство способно работать во всех трех режимах виброизоляции, активном, полуактивном и пассивном.

Виброизоляция обеспечивается совокупностью четырех демпфирующих элементов (МР демпферов), расположенных симметрично относительно центра платформы. Создание магнитного поля в устройстве происходит за счет управляющих катушек индуктивности.

Основными элементами МР демпфера (рис. 1) являются: цилиндрический магнитопроводящий корпус, катушка индуктивности с магнитопроводящим сердечником и мембрана из магнитореологического эластомера в который встроен подвижный фланец.

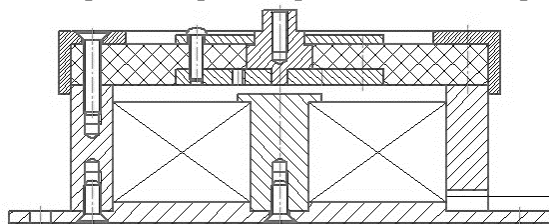


Рис. 1. Схема демпфирующего элемента [7]

МР эластомер способен изменять свои упругие и вязкостные свойства под действием магнитного поля. Эластомер является сплошным упругим материалом, состоящим из металлических магнитомягких частиц размером от 1 до 10 мкм, расположенных в силиконовой матрице. Под воздействием магнитного поля частицы могут перемещаться и выстраиваться в направлении магнитного поля, меняя свойства полимера. МР эластомер позволяет гасить колебания как пассивно, за счет демпфирующих свойств силиконовой матрицы, так и активно – за счет изменения упругих свойств эластомера и его перемещения вдоль вертикальной оси демпфера. На основании платформы закрепляется МР демпфера с одним мембранным эластомером и одной управляющей катушкой индуктивности в каждом элементе соответственно, каждый из

демпфирующих элементов может управляться независимо электрическим током, передаваемым на катушку индуктивности.

В зависимости от состава и свойств мембраны из МР эластомера его реакция на приложенное внешнее магнитное поле может быть разной. Таким образом, изменение реологических свойств МР эластомеров и характеристики устройства виброизоляции определяются не только магнитным полем, но и свойствами рабочего тела.

Таким образом, было определено амплитудно-частотные характеристики демпфера на основе МР эластомера в зависимости от управляющего тока на катушке индуктивности.

Исследование амплитудно-частотных характеристик демпфера на основе МР эластомеров

Измерения проводились на однокоординатном электродинамическом стенде для вибрационных испытаний SignlForce V400LT (Data Physics, Великобритания). Демпфер устанавливался и жестко закреплялся на рабочем столе стенда при помощи штифтов и болтов. Контроль виброускорений основания и подвижного фланца производился при помощи аналоговых акселерометров (рис. 2). В ходе экспериментов САУ стенда поддерживало постоянную амплитуду виброперемещений 125 мкм.

Результаты эксперимента представляют собой набор значений ускорений основания демпфера и подвижного фланца от частот внешних вибрация, создаваемых вибрационным стендом.

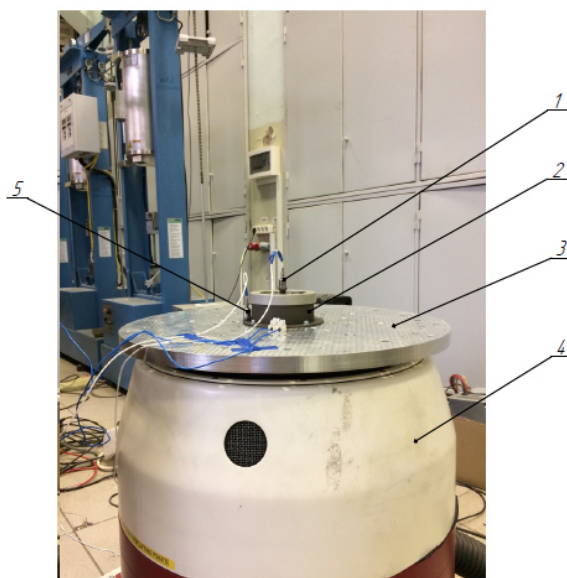


Рис. 2. Экспериментальный стенд: 1 – акселерометр, 2 – МР демпфер, 3 – стол стенда, 4 – вибрационный стенд, 5 – акселерометр

По результатам экспериментов построен график зависимости коэффициента передачи амплитуды виброперемещений от частоты внешних колебаний при разных управляющих токах на катушке индуктивности демпфера (рис. 3)

Согласно представленному графику максимальное значение коэффициента передачи амплитуды виброперемещений, резонанс системы, достигается при частоте 50 Гц и составляет 3,2 при отсутствии управляющего сигнала на катушке индуктивности. При повышении управляющего тока происходит уменьшение пикового значения коэффициента до 2,7 и смещение частоты резонанса системы на 45 Гц. Таким образом, амплитудно-частотной характеристикой МР демпфера можно управлять за счет варьирования внешнего магнитного поля, действующего на МР эластомер демпфера.

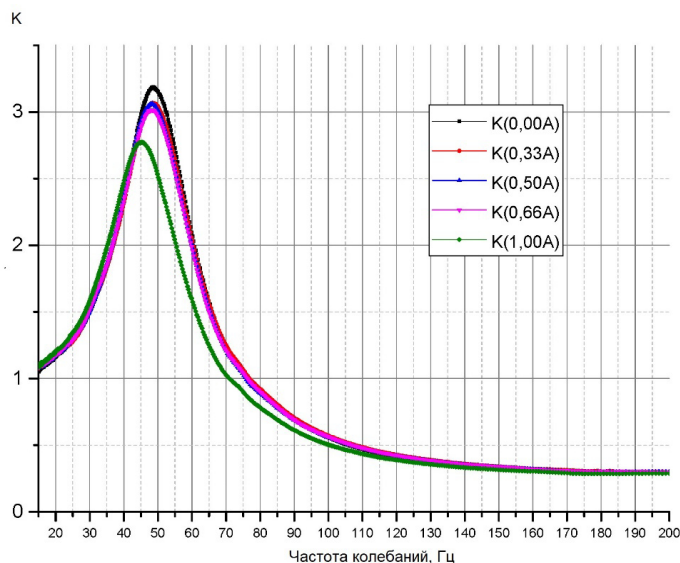


Рис. 3. График зависимости коэффициента передачи амплитуды виброперемещений MR демфера от частоты внешних колебаний

Выводы

Демпфер на основе MR эластомера способен обеспечивать пассивную, полуактивную и активную виброизоляцию объекта за счет управления свойствами эластомера при помощи внешнего магнитного поля.

При отсутствии внешнего магнитного поля MR демпфер имеет резонанс на частоте 50 Гц, при этом коэффициент передачи амплитуды виброперемещений составляет 3,2.

При повышении управляющего тока происходит уменьшение пикового резонансного значения коэффициента передачи амплитуды виброперемещений и смещение его в область более низких частот.

Заключение

В результате проведенных экспериментов были получены амплитудно-частотные характеристики MR демпфера в полуактивном режиме виброизоляции в зависимости от управляющего тока на управляющей катушке индуктивности.

Литература

1. Mikhailov V., Borin D., Bazinenkov A., Akimov I. Positioning magnetorheological actuator // Journal of Physics: Conference Series. 2009. V.149, № 1. URL <http://iopscience.iop.org/1742-6596/149/1/012075>.
2. Михайлов В.П., Базиненков А.М., Акимов И.Ю. Системы активной виброизоляции реологического типа // Высокие технологии в промышленности России. Материалы XIII Международной научно-технической конференции. Москва, 2007. с. 150-158.
3. Исследование свойств и новое применение магнитных силиконовых композитов / А. И. Горбунов, В. П. Михайлов, Г. В. Степанов и др. // Вестник МГТУ им. Н. Э. Баумана. 2008. № 1 (70). с. 90–107.
4. Системы точного позиционирования и активной виброизоляции для нанотехнологического оборудования / В. П. Михайлов, А. М. Базиненков, И. К. Зобов и др. // Наноинженерия. 2011. № 3. с. 47–57.
5. Магнитореологические устройства активной виброизоляции и позиционирования для прецизионного вакуумного оборудования / В. П. Михайлов., А. М. Базиненков, И. К. Зобов и др. // Вакуумная техника и технология. 2011. Т. 21. № 3. С. 165–169.
6. V. P. Mikhailov, A. M. Bazinenkov. A Vibration-Control Platform on the Basis of Magnetorheological Elastomers. Instruments and Experimental Techniques, 2016, Vol. 59, No. 1, pp. 131–135.

Рентгеновская трубка для ионизации газов

Е.П. Шешин

*г. Долгопрудный. Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)»,
sheshin.ep@mipt.ru*

Предложена конструкция электронной пушки с автоэмиссионным катодом на основе остеклованного пучка полиакрилонитрильных углеродных волокон для рентгеновской трубки. Проведено моделирование электронной системы и выявлены оптимальные параметры конструкции. Изготовлен прототип рентгеновской трубки с предложенной электронной пушкой.

X-Ray tube for gas ionization. E. P. Sheshin. A design is proposed for an electron gun with glassed polyacrylonitrile fiber field effect emission cathode to be used in an X-ray tube. Computer modelling is conducted for the corresponding electric system and optimal design parameters are determined. A prototype of an X-ray tube with mentioned electron gun is manufactured and presented.

Введение

В настоящее время микрофокусные рентгеновские трубки и портативная аппаратура на их основе являются эффективным средством исследования строения различных объектов на микроуровне [1]. Они используются для микротомографии, микродефектоскопии, диагностики качества промышленных изделий, кристаллографических исследований, медицинской диагностики, обнаружения взрывчатых веществ и других целей. В развитии микрофокусных рентгеновских трубок наблюдается тенденция к созданию специализированных конструкций, в максимальной степени соответствующих требованиям конкретных исследований.

Наиболее распространенный тип современных микрофокусных рентгеновских трубок – приборы с прострельным анодом, не имеющим специальных охладителей. Одно из перспективных направлений развития приборов с прострельным анодом – дальнейшее увеличение напряжения и мощности при сокращении размеров фокусного пятна, увеличении эффективности трубки и уменьшении ее размеров. Этого можно добиться путем замены термокатодов на автоэмиссионные катоды на основе углеродных материалов [2].

Электронная пушка

При выборе подходящей конструкции катодно-модуляторного узла с катодом на основе полиакрилонитрильных углеродных волокон во внимание принималась возможная простота и технологичность изготовления всего устройства.

Для определения и утверждения всех межэлектродных расстояний (рис. 1) было проведено моделирование электронно-оптической системы рентгеновской трубки, включая распределение потенциала и траектории электронов [3].

Полученные расчетные данные позволяют уверенно полагать, что спроектированная электронная пушка удовлетворяет всем следующим представленным к ней требованиям (тестирование катодно-модуляторного узла, собранного по расчетным параметрам, также подтверждает это):

– достигнуто полное отсутствие перехвата автоэмиссионного тока на управляющем электроде, расчетные траектории движения электронов даже не касаются модулятора (величина тока модулятора, измеренного при рабочих напряжениях на электродах и токе катода $I_K = 100$ мкА, составляет значение $I_M < 0,5$ мкА);

– автоэлектроны практически не могут попасть на вертикальную стенку внутренней поверхности стеклооболочки трубки. Только вблизи анода они попадают на стенку трубки, но эта ситуация разрешается напылением дополнительного обода из алюминия, что было учтено при моделировании (тестирование КМУ показало, что электроны не попадают на стенку лампы);

– весь электронный поток, попадая на анод, должен засвечивать практически всю область с нанесенным люминофором (при тестировании пробного КМУ автоэмиссионное изображение действительно занимало всю люминесцентную область анода);

– расчетная область вольт-амперной характеристики спроектированного катодно-модуляторного узла укладывается в границы модуляторного напряжения $U_M < 1500$ В (измерения вольт-амперных характеристик КМУ показали, что при токе $I_K = 100$ мкА и напряжении на аноде $U_A = 10$ кВ значение модуляторного напряжения составило $U_M = 1,2$ кВ).

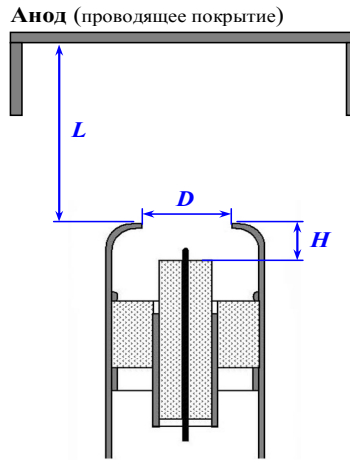


Рис. 1. Подбор геометрических параметров электронно-оптической системы: D – диаметр диафрагмы модулятора; L – расстояние от модулятора до люминесцентного экрана анода; H – глубина расположения автокатода.

В ходе экспериментов было отмечено, что несмотря на различную микрогеометрию волокон на разных катодах, смещение вольт-амперной характеристики в область больших или меньших напряжений на управляющем электроде является минимальным, что так же указывается в других работах [4, 5].

На рис. 2 приведены характерные эмиссионные характеристики электронной пушки.

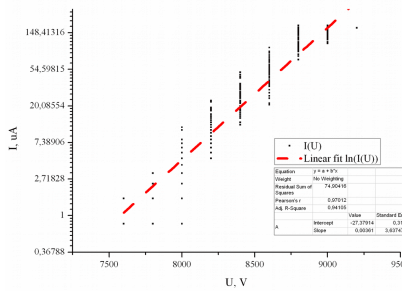
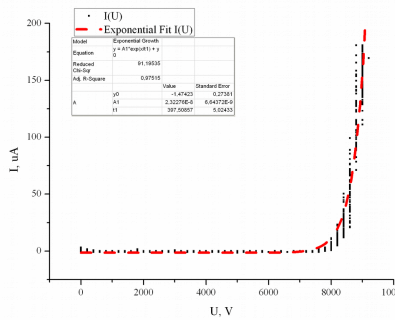


Рис. 2. Эмиссионные характеристики разработанной электронной пушки и автоэмиссионное изображение распределения потока электронов на аноде.

Прототип рентгеновской трубки с автоэмиссионным катодом

Разработанная на первом этапе работы электронная пушка на основе полиакрилонитрильных углеродных волокон была применена при изготовлении рабочих прототипов рентгеновской трубки. За основу конструкции была взята серийная рентгеновская трубка БХ-2 производства ЗАО «Светлана-Рентген» (г. Санкт-Петербург, Россия). Конструкция анодной группы при изготовлении прототипов была взята с лампы БХ-2 без изменений. Цокольная часть лампы и нижняя половина корпуса выполнены из стекла. Внутри готовых устройств с целью поддержания приемлемого уровня вакуума установлены нераспыляемые геттеры на основе титана. Вид рабочего прототипа представлен на рис. 3.

Для проверки работоспособности ламп и выяснения, удовлетворяют ли они поставленным задачам, было проведено два эксперимента.

В первом эксперименте применялся внешний слой зелёного люминофора, активируемый рентгеновским излучением лампы в различных режимах работы. Изображение визуально сравнивалось с аналогичными изображениями для серийной трубки БХ-2 производства ЗАО «Светлана-Рентген», получаемыми параллельно. Помимо этого, вольт-амперные характеристики прототипов были сверены с характеристикой, снятой для катодно-модуляторных узлов на первом этапе работы. Внимательное изучение и сравнение картин свечения позволяет сделать вывод, что рабочие прототипы на данный момент не уступают серийному образцу.



Рис. 3. Вид рабочего прототипа рентгеновской трубки с автокатодом

Во втором эксперименте была исследована ионизирующая сила выходного излучения прототипов с использованием ионизационной камеры. По результатам эксперимента ионизирующая сила излучения оценена как удовлетворяющая условиям поставленной задачи, не уступающая серийным образцам производства ЗАО «Светлана-Рентген», г. Санкт-Петербург.

Заключение

В ходе работ удалось заменить термокатод в рентгеновской трубке БХ-2 производства ЗАО «Светлана-Рентген» (г. Санкт-Петербург, Россия) на катодно-модуляторный узел с автокатодом из полиакрилонитрильных углеродных волокон. Полученные результаты измерений в значительной степени превосходят показатели стандартной рентгеновской трубки БХ-2, что говорит о продуктивности и целесообразности проделанной работы.

Литература

1. Бугаев А.С., Ерошкин П.А., Романько В.А., Шешин Е.П. Маломощные рентгеновские трубки (современное состояние) // Успехи физических наук. 2013. Т. 183. №7. С. 727-740.
2. Шешин Е.П. Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов. М.: Изд. МФТИ, 2001.
3. Ерошкин П.А., Шешин Е.П. Электронная пушка для рентгеновской трубки с автоэмиссионным катодом // Труды МФТИ. 2014. Т. 6. №1 (21). С. 46-53.
4. Baker F.S., Osborn A.R., Williams J. Field emission from carbon fibers: A New Electron Source // Nature. 1972. V. 239, № 8. P. 96.
5. Ерошкин П.А., Шешин Е.П. Электронная пушка с автоэмиссионным катодом для вакуумных приборов // Нано- и микросистемная техника. 2014. №1. С. 43-44.

Стенд для исследования процессов, происходящих при отказах вакуумных механизмов

Р. О. Емельяненко, Е. Р. Тютюкин, Е.А. Деулин
Москва, МГТУ им.Н.Э. Баумана
E-mail: deulin@bmstu.ru

В работе представлен стенд, предназначенный для диагностирования вакуумных механизмов вращения и поступательного движения. Стенд позволяет осуществить моделирование процессов разрушения кинематических пар механизмов с помощью компьютерного программирования потоков газовыделения из «виртуальных механизмов», создаваемых при помощи автоматизированного пьезонатекателя.

Installation for gas flows investigation by vacuum mechanisms failure. R.O. Emelyanenko, E. R. Tyutyukin, E.A. Deulin. The installation is presented to diagnose vacuum rotation and forward movement mechanisms. The installation allows one to model disintegration processes of kinematic pairs of mechanisms by system programming of gas emission fluxes from „virtual mechanisms“, obtained by automated piezovalve.

Представляемый авторами стенд позволяет проводить комплекс исследований по диагностике (предсказанию отказов) приводов вращения и поступательного движения из атмосферы в безмасляный сверхвысокий вакуум. Принцип диагностики вакуумных механизмов по параметру «вакуум» основан на базовом патенте № 1835065 [1] и положениях физики «сухого трения» подробно изложенных в Главе 5 монографии Деулина Е.А.[2], опубликованной в 2018г

Задачи работ на стенде заключаются не только в диагностировании различных механизмов, устанавливаемых на стенд, но и в моделировании процессов разрушения кинематических пар механизмов с помощью компьютерного программирования потоков газовыделения из «виртуальных механизмов», создаваемых установленным на стенде автоматизированным пьезонатекателем, имитирующем импульсные потоки из кинематических пар с частотой импульсов от 1Гц до 2 кГц и длительностью до 0.05с. На стенде возможно одновременное наблюдение за реально-работающим механизмом и за импульсно- подаваемым в рабочую камеру газовым потоком, имитирующем работу механизма, что углубляет у обучающихся студентов знания вакуумной техники и технологий. Отдельно мы рассмотрим конструкции и схемы механизмов, используемые на стенде для диагностики. Характерным примером является гамма СВВ стандартных сильфонных вводов вращения, созданных в МВТУ(СССР) [3], (ОСТ 11. ПО. 426.000-72), схема и общий вид которых показаны на рис. 1

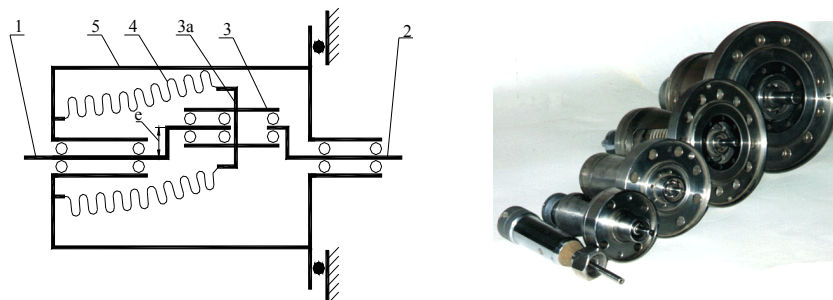


Рис. 1. На схеме обозначены: 1,2- ведущий и ведомый валы, 3, 3а- колеблющаяся передаточная втулка 4-герметизирующий сильфон, 5-герметичный корпус.

Как видно из рис.1 кинематическими парами, обращёнными в вакуум являются шарикоподшипники поддерживающие вал 2. Схема формирования потоков газовыделения из них представлена на рис.2

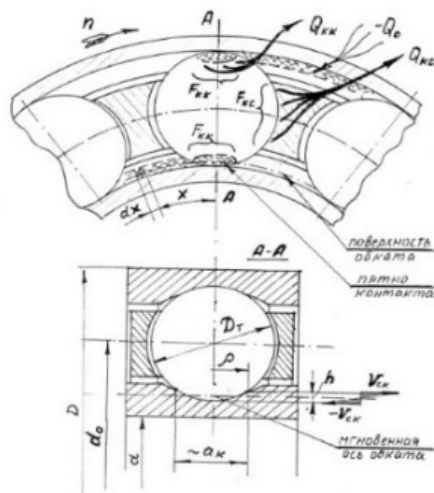


Рис.2 Схема формирования потоков газовыделения из шарикоподшипника, работающего в вакууме: Q_{kc} - поток, образующийся при трении «ведущего» шарика о сепаратор, Q_{kk} - поток, образующийся при «дифференциальном» трении шариков о кольца

Показано, что поток газовыделения из работающего ввода вращения (шарикоподшипника) создается суммированием потоков Q_{kc} и Q_{kk} , образующихся при трении шариков о кольца и сепаратор, при этом формируемое в рабочей камере давление P , приобретает характерную пульсирующую форму, Рис.3, откликающуюся после запуска (startrotation) на изменение потока газовыделения от Q_{min} до Q_{max} , при его среднем значении Q_{mean} .

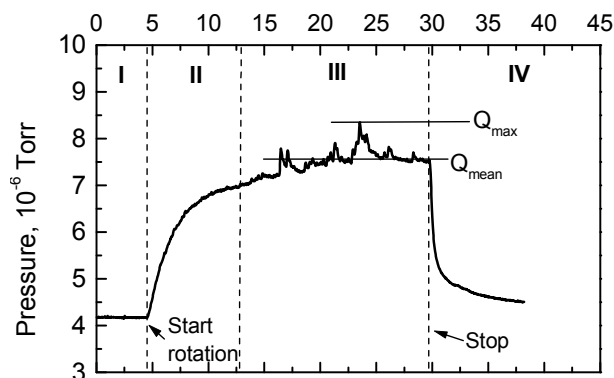


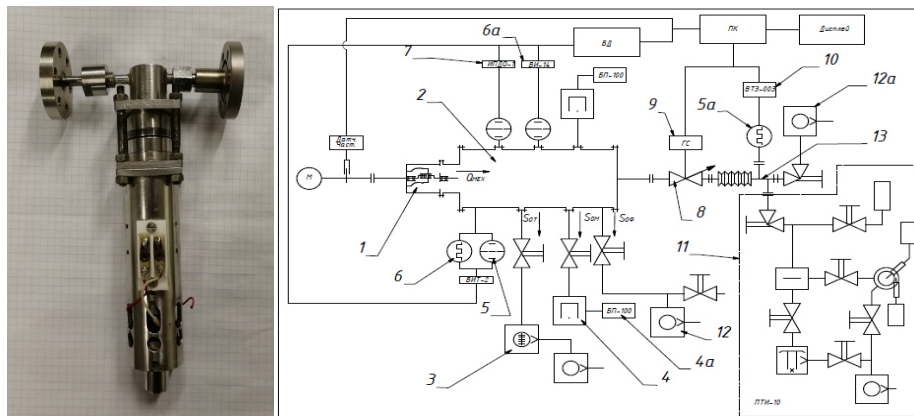
Рис. 3, Рабочее давление в вакуумной камере как функция процесса «пуск – остановка» для привода вакуумного механизма, использующего подшипники качения.

Практическая задача диагностирования вакуумного сигнала – заключается в расчетном «восстановлении» амплитуд и частот исходных параметров импульсного потока газовыделения, знание которых позволяет судить о «состоянии здоровья» диагностируемого механизма.

Вакуумный стенд, рис.4 позволяет не только изучать потоки газовыделения из установленных на ней механизмов, показанных на рис.1, но и с помощью импульсного пьезо – натекателя (Рис.4а) моделировать подобные потоки, решая обратную задачу – определения амплитуды импульсного потока по показаниям датчика давления в камере стенда.

Стенд, показанный на рис. 4 служит для диагностирования механизма 1, установленного на вакуумной камере 2, откачиваемой турбомолекулярным насосом 3 и магниторазрядным насосом 4. Рабочее давление измеряется датчиками 5и6. Масс-спектрометрический датчик 7 служит для исследования парциального состава газов, выделяемых исследуемым механизмом 1 либо газов, подаваемых в рабочую камеру импульсным натекателем 8, «имитирующем» работу механизма 1 с помощью блока управления 9. Вакуумметр 10 с датчиком 5а и течейскапель ПТИ-10 (поз.11) служат для контроля газового потока подаваемого в камеру 1 через натекатель

8, позволяющего генерировать импульсы газового потока с частотой до 10^4 Гц и амплитудой до 10^2 м³Па/с. Форвакуумные насосы 12 и 12а работают постоянно.



а)

б)

Рис 4.а) Импульсный натекатель (поз.8 на схеме); б)Схема стенда для исследования процессов, происходящих при отказах вакуумных механизмов

Точно дозированные блоком управления 9 импульсы газового потока, подаваемые из вспомогательной камеры 13 создают в рабочей камере колебания давления, по параметрам которых (амплитуда, частота) оператор с помощью известных законов вакуумной механики **может решать обратную задачу**: по параметрам амплитуды и частоты изменения давления в вакуумной камере с работающим в ней механизмом рассчитывать параметры потоков газов, выделяющихся из механизмов и определять степень их разрушения и предсказывать дату отказа.

Реализуемая на стенде и запатентованная ранее [1] система диагностики отказов механических элементов вакуумного оборудования основана на частотном анализе импульсно меняющегося потока газовой выделения, рассчитываемого на основе значений диаграмм, типа представленной на рис.3 по известным в вакуумной технике формулам[2]. При использовании упомянутого метода мы сталкиваемся с трудностью обнаружения потоков газовой выделения в рабочей камере из конкретных элементов механизма и трудностью расшифровки получаемых результатов. что объясняется несколькими факторами: 1. Малые потоки газовой выделения из механизмов становятся заметными лишь в СВВ; 2. Происходят изменения амплитуды и формы сигнала потока вследствие постоянно действующего процесса откачки; 3. Характеристики средств измерения давления и оцифровки сигналов влияют на точность оценки получаемого значения газового потока..

Методические основы исследования отказов вакуумных механизмов

Инструментом, удобным для «восстановления» исходного сигнала газового потока, выделяющегося из вакуумного механизма является прецизионный импульсный вакуумный пьезо – натекатель 8, рис.4., преимуществом которого является способность создавать импульсные малые потоки газа, имитирующие импульсы газовой выделения из механизма с частотой до 10^4 Гц и амплитудой газового потока до 10^2 м³Па/с. что помогает при численном решении задачи моделирования процесса газовой выделения из механизмов с переменными циклическими параметрами, т.е. позволяет математическими и электронными методами решать задачу получения параметров потока газа, поступающего в вакуумную камеру в широком диапазоне частот и амплитуд импульсов измеряемого давления. Для развития способов решения задачи рассмотрим графики на рис. 5, где показана зависимость отношения амплитуд входного и выходного сигналов при изменении частоты входного сигнала газового потока, от 0,1 до 10 Гц, при скорости откачки 1 м³/с и объёме вакуумной камеры 0,5 м³. Сложность применения частотного анализа для расшифровки сигнала потока в вакуумной камере связана с трудностью выделения спектров потоков газовой выделения из различных элементов механизма. Это объясняется тем, что имеет место «смазывание» сигнала – уменьшение амплитуды сигнала давления под влиянием объём-

ма камеры - влияние параметров S_0 - быстрота откачки, V - объём вакуумной камеры. Поток газовой выделения Q из вакуумного механизма поступает в вакуумную камеру объёмом V , которая откачивается со скоростью S_0 . Уравнение газового баланса в камере описывается

$$Q = pS_0 + V(dp/dt) \quad (1)$$

где Q - суммарный поток в вакуумной камере; P - давление в вакуумной камере; V - объём вакуумной камеры; S_0 - скорость откачки.

Уравнение (1) можно преобразовать в уравнение аperiodического звена:

$$T(dx_2/dt) + x_2 = Kx_1 \quad (2)$$

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

Для вакуумной системы входным воздействием будет поток газовой выделения из элемента механизма Q , а выходным сигналом (откликом системы на входное воздействие) - давление P в вакуумной камере. Разделив обе части уравнения газового баланса (5) на S_0 получим коэффициенты уравнения: $T = V/S_0$ - постоянная времени вакуумной системы, $K = 1/S_0$ - коэффициент усиления вакуумной системы. Амплитудно-частотная характеристика аperiodического звена определяется с помощью формулы

$$H(\omega) = 1/(T^2\omega^2 + 1)^{1/2} \quad (3)$$

где ω - частота.

Из теории управления [4] известно, что передаточная функция аperiodического звена, каким является рассматриваемая нами вакуумная система, имеет вид

$$W = K/(TS + 1) \quad (4)$$

Из теории газообмена [2] известно также, что процесс механически стимулированной десорбции происходит при выходе поверхностей из контакта, поэтому для системы диагностики важно учитывать факт, что выделение газа из пар трения происходит в такт процессу контактирования поверхностей вакуумных механизмов, и поэтому, для моделирования потоков газовой выделения из работающих кинематических пар наиболее близким сигналом является сигнал в форме меандра. Рассмотрим процесс преобразования исходного сигнала газового потока, задаваемого в форме меандра, который наиболее точно отражает пульсацию потока в вакуумной камере.

На рис. 5 (верх, слева) показан входной сигнал потока при частоте $F = 0,1$ Гц поступающий в вакуумную камеру из вакуумного механизма и соответствующий ему отклик системы в виде сигнала давления. Амплитуды обоих сигналов абсолютно равны, но на сигнале давления заметны результаты воздействия вакуумной системы в виде экспоненциальных кривых на фронте и спаде сигналов. Поскольку период сигнала достаточно большой переходные процессы успевают закончиться до наступления спада импульса, поэтому сигнал выходит на исходный уровень. С увеличением частоты исходного сигнала до $F = 1$ Гц рис. 5 растет время переходного процесса в начальный момент времени и вследствие малого периода сигнал не выходит на первоначальное значение т.е. амплитуда сигнала давления уменьшается. С последующим увеличением частоты исходного сигнала потока до $F = 10$ Гц, указанные тенденции сохраняются и амплитуда сигнала давления продолжает убывать при росте постоянной составляющей этого сигнала. Из диаграмм видно, что с ростом частоты изменяется только форма и амплитуда сигнала давления, а форма и амплитуда сигнала потока остаётся прежней. Как уже было показано выше изменение частоты сказывается на амплитуде сигнала давления, и, имея графики изменения амплитуды сигнала давления можно судить о величине потока из элемента механизма.

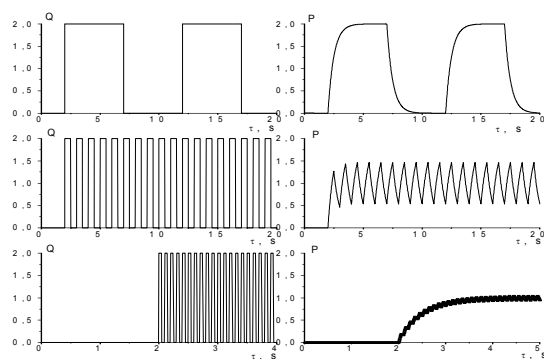


Рис. 5. Трансформация исходных сигналов потока Q (задаваемого в форме меандра, левый столбец) в сигнал давления P являющийся сигналом отклика вакуумной системы при различных частотах исходного сигнала: а- (верхние диаграммы) при частоте $F=0,1$ Гц; б- (средняя часть) при частоте $F=1$ Гц; в- (нижняя часть) диаграммы при частоте $F=10$ Гц.

В реальных условиях воспользоваться указанным выше методом трудно т.к. у пользователя имеются только общие данные об изменении давления в вакуумной камере. Информацию о потоках различных элементов механизма может дать спектральный анализ суммарного потока[4]. Представленная модель диагностики описывает поведение давления в безразмерном виде, что позволяет применять её для всех видов вакуумных систем. Преимуществом использования безразмерного давления является отсутствие проблем калибровки вакуумметров по различным газам, поскольку в безразмерных координатах кривые $p(t)$ для всех газов одинаково нормированы. Мы видим, что динамика газовой выделения связана с деструктивными процессами в зоне трения и изменением геометрических характеристик контактных поверхностей.

Вывод. Описанная система диагностики позволяет по измеряемой зависимости давления газов восстанавливать поток импульсного газовой выделения, который является диагностируемым показателем «здоровья» механизма

Литература

- 1 Патент РФ № 1835065 Метод диагностики вакуумных механизмов
2. Деулин Е. А. Физика вакуумных механизмов – «Горячая линия Телеком» 2018г.- 268с)
3. Стандарт СССР. (ОСТ 11. ПО. 426.000-72)
4. Солодовников В.В., Плотников В. Н., Яковлев А. В., Теория автоматического управления техническими системами – М. Изд-во МГТУ, 1993 – 492 с.

Результаты исследований газовой выделений из слюды

С.А. Бушин

Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики
им. Н.Л. Духова», ул. Суцневская, д. 22, E-mail: vniia4@vniia.ru

Представлены результаты экспериментальных исследований компонентного состава газовой выделений из образцов слюды-мусковит при их нагреве до 600 °С, предварительно прошедших технологический цикл подготовки.

Results of studies of gas emissions from mica. S.A. Bushin. The report presents experimental studies of the composition of gas emissions from mica-muscovite samples heated to 600 °C, which previously passed the technological preparation cycle.

Среди материалов, которые получили распространение при производстве малогабаритных электровакуумных приборов (ЭВП) – применяется такой природный минерал как слюда. Как известно, слюда анизотропный материал со слоистой структурой, образующей кристаллы, которые можно расщеплять по плоскости спайности на тонкие плоскопараллельные пластины, сохраняющие гибкость, упругость и прочность. Высокая электрическая прочность слюды (70 – 250 МВ/м) и нагревостойкость (500-1050 °С) [1] сделали слюдяные пластины незаменимыми при проектировании и изготовлении малогабаритных ЭВП.

Во ФГУП ВНИИА слюда успешно используется в конструкциях малогабаритных вакуумных разрядников [2,3]. В процессе их производства этот диэлектрик подвергается химической и термической обработкам. Последние, в свою очередь, являются очень значимыми, с точки зрения беспечения работоспособности прибора по количественному составу и качеству газовой среды, формируемой в приборе в процессе его работы.

Целью исследований являлось определение парциального состава газов, выделяемых слюдой при ее нагреве до температуры 600 °С, при применении различных способов межоперационного хранения. Проведен сравнительный анализ полученных результатов и выданы практические результаты.

В качестве исходного материала исследовалась калийная слюда – мусковит марки СОВ ($KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$). Ее кристаллическая решетка состоит из трехслойного пакета с двумя тетраэдрическими слоями $[AlSi_3O_{10}]$ с находящимся между ними октаэдрическим слоем, состоящим из катионов Al [4].

Для исследования газовой выделений слюды одновременно были изготовлены четыре слюдяных пластины размерами 10x20x0,070 мм, которые были отожжены в вакууме при температуре 450–480 °С в течение 3,5 – 4 часов с их последующей вылежкой: две пластины №1, №2 хранились в откачанной запаянной ампуле 4 суток после отжига, и две пластины №3, №4 находились на хранении при атмосферном давлении 7 суток – из них 3 суток в шкафу сухого хранения, 4 суток в эксикаторе.

Для проведения исследований использовалась модернизированная установка финишного контроля герметичности разрядников УФКГ [5-7], и ряд дополнительных устройств: галогенная лампа HLX 64635 “OSRAM” с блоком питания Б5-71, термометр многоканальный ТМ5103, термопара ХА, вольтметр универсальный В7-38.

Основными элементами модернизированной установки УФКГ являются: измерительная система, камера накопления, система калибровки, вакуумная откачная система. Принципиальная вакуумная схема представлена на рис. 1.

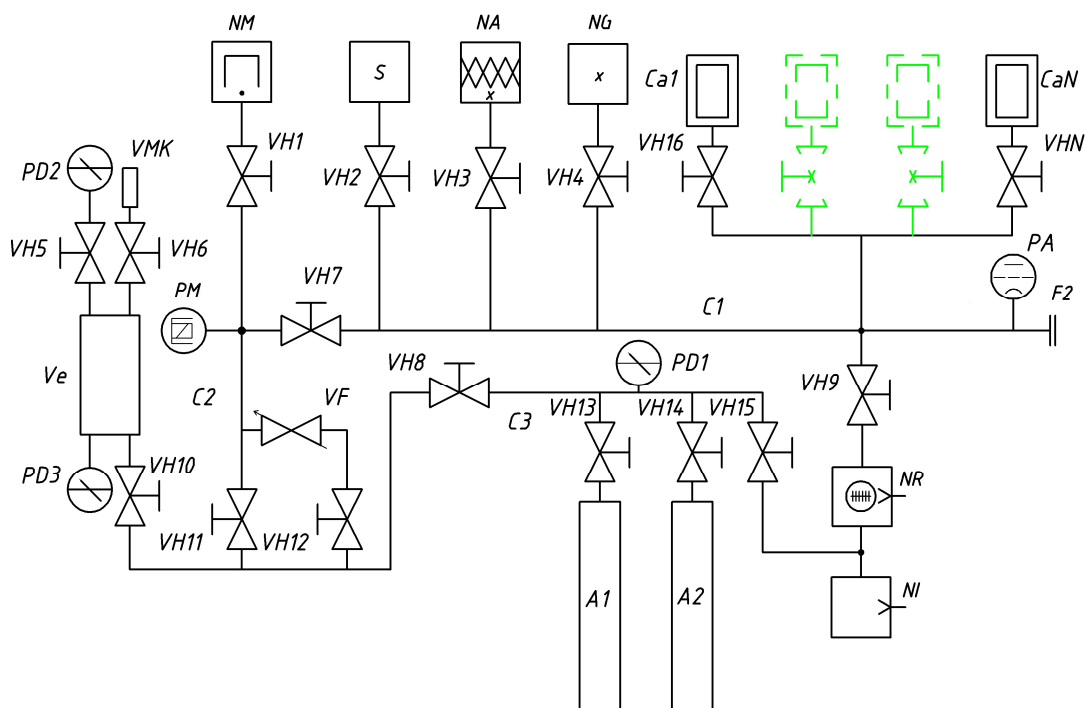


Рис. 1. Принципиальная вакуумная схема модернизированной установки контроля герметичности разрядников.

Измерительная система состоит из датчика масс-спектрометра S и комбинированного преобразователя давления PA; датчик и преобразователь расположены на рабочем коллекторе C1. Датчик масс-спектрометра подсоединен к коллектору измерительной системы через высоковакуумный клапан VH2.

В качестве измерителя парциальных давлений использовался масс-спектрометр типа QMG 220 фирмы “PFEIFFER” с автоматизированной системой регистрации и обработки информации. Данный анализатор также выполняет функции широкодиапазонного вакуумметра, при совместной работе с ионизационным преобразователем давления PBR260 фирмы “PFEIFFER”.

Откачная вакуумная система макета установки финишного контроля герметичности разрядников, общий вид которой представлен на рис.2, выполнена на базе безмасляных средств откачки. В число откачных средств входят высоковакуумный криосорбционный насос НСЖА-0,025 (поз. NA), магнитоэлектрический насос НМД-10 (поз. NM) и турбомолекулярный насос (ТМН) АТН31+ фирмы “Adixen” (поз. NR) с форвакуумным насосом AMD1 (поз. NI). Вакуумная установка имеет систему напуска различных газов для калибровки анализатора квадрупольного масс-спектрометра.

Камера накопления представляет собой однопозиционный коллектор Ca1 (CaN), обеспечивающий загрузку одного контролируемого прибора, подсоединенного к коллектору C1 с помощью управляемого вакуумного клапана VH16 (VHN). Загрузочный фланец камеры накопления выполнен на металлическом уплотнении многократного действия.

Для исследования газовой выделенности слюды к рабочему коллектору C1 был пристыкован шестипозиционный коллектор в виде кубика с двумя кварцевыми смотровыми окнами и фланцем с металлокерамическими вводами для подключения термопары и креплениями под галогенную лампу.

Исследование газовой выделенности слюды проводилось путем термического нагрева образцов внешним источником – галогенной лампой через кварцевое стекло. Исследуемый образец для термического нагрева устанавливался в вакуумную камеру напротив кварцевого смотрового

окна. С внешней стороны кварцевого стекла камеры устанавливалась галогенная лампа. Температура нагрева исследуемых образцов достигалась регулировкой напряжения накала лампы. Диаметр пятна нагрева составлял 6 мм.

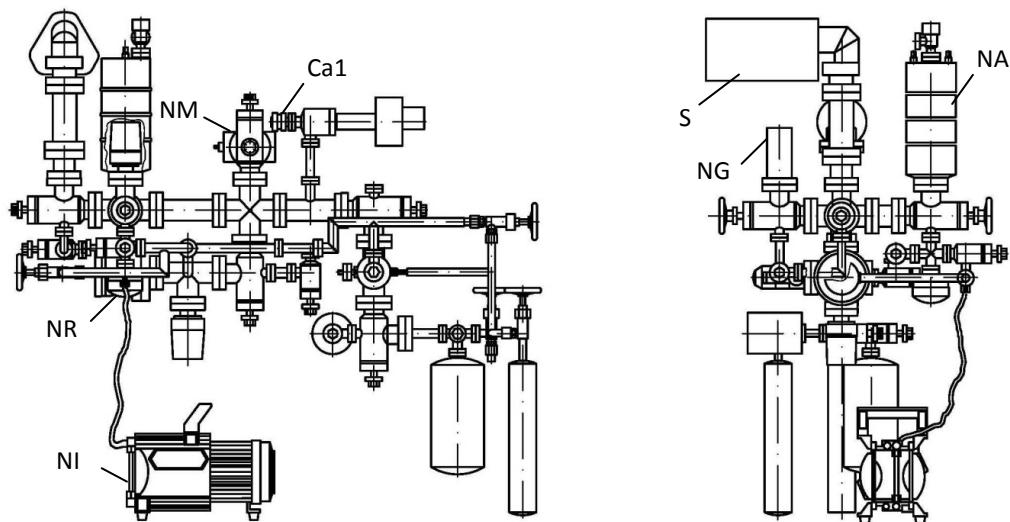


Рис. 2. Компоновочный чертеж модернизированной установки финишного контроля герметичности разрядников.

Вакуумная камера вместе с вакуумным объемом датчика масс-спектрометра откачивалась совместно турбомолекулярным насосом до давления $(1,8 \div 2,5) \cdot 10^{-5}$ Па и криосорбционным насосом НСЖА-0,025. По достижению остаточного давления не более $5 \cdot 10^{-5}$ Па включался масс-спектрометр. Напряжение на электронном умножителе устанавливалось на значении 1200 В. При проведении исследования газовой выделенности запись спектра масс осуществлялась в режиме записи “SEM MID”, что обеспечивало непрерывное сканирование отдельно регистрируемых изменений ионного тока по заданным массовым числам: 2, 4, 10, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 20, 22, 28, 32, 40, 44; параллельно с процессом сканирования проводилась регистрация показателей общего давления, снимаемых с датчика PBR 260. Напряжение на лампу подавалось плавной регулировкой с шагом (1,5-2) В с интервалами по 5 мин. При этом регистрировалось напряжение накала лампы, давление в камере и текущее время сканирования масс-спектров.

Для получения фоновых характеристик предварительно снимался масс-спектр газовой выделенности с внутренней поверхности кварцевого стекла вакуумной камеры при нагреве галогенной лампой без слюды.

Далее проводился нагрев по заданной программе с высоковакуумной откачкой (НСЖА+ТМН): сначала снимались фоновые характеристики [см. рис.3; полученные значения динамик изменения ионного тока по заданным массовым числам относятся к фоновым характеристикам (фон камеры)], затем последовательно осуществлялся нагрев образцов слюды.

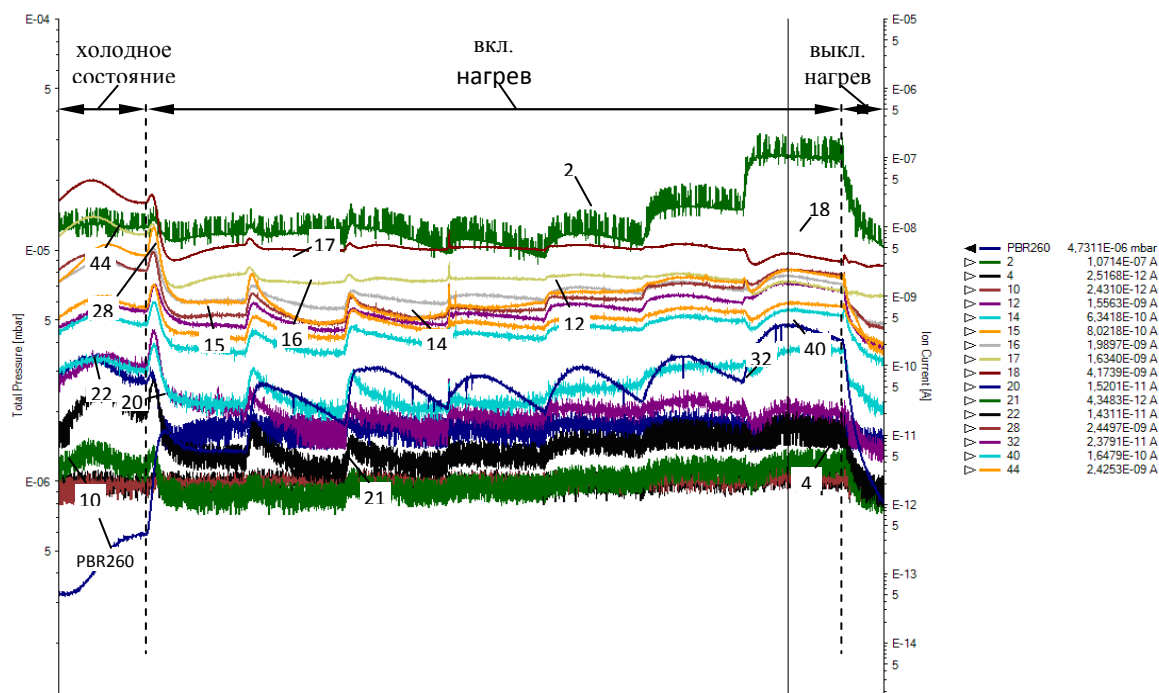


Рис.3. Суперпозиция динамик изменения интенсивностей ионных токов и общего давления по массовым числам с камерой без слюды (фоновая характеристика) до включения (вкл.нагрев) галогенной лампы (холодное состояние) и при ее выключении (выкл.нагрев).

Следующими операциями являлись последовательная закладка слюдяных пластин (по одной штуке) в объем камеры с последующим их нагревом.

Значения интенсивностей пиков I_i (A), соответствующих массовым числам в спектре масс при нагреве, сводились в соответствующие таблицы, после чего вычислялся прирост ионного тока на отдельных массовых числах и затем, используя известные значения относительных чувствительностей по разным газам, рассчитывались парциальные давления газовых компонентов.

Как показали результаты исследований, основными компонентами газовой выделения из слюды при ее нагреве до 600 ± 25 °C являлись: 1) пары воды (H_2O) – пики с массовым числом 17 и 18, 2) водорода (H_2) – массовое число 2, 3) метана (CH_4) – массовые числа 15, 16, 4) азота (N_2) – с массовыми числами 14, 28, а также 5) двуокиси углерода (CO_2) – 44 массовое число (молекулярный пик). При этом у слюдяной пластины №1 основным газовым компонентом был водород – 71 % с парами воды при ее объемной концентрации в смеси – 25 %. Для пластины №2 имела место обратная картина: доминирующим компонентом для данной смеси являлись пары воды – до 77 %, а процентное значение водородного компонента составило – 12,7 %. Для пластин №№ 3 и 4, находящихся на атмосфере, наибольшее количество газа приходилось на долю паров воды от 60 до 83 % от объемной концентрации, при этом водородная составляющая для обеих пластин не превысила 8,7 %. Содержание метана, азота и двуокиси углерода находилось в пределах 1,1–4,8 %, 1,8–6,2 %, 0,8–3,4 %, соответственно.

Наличие значительных расхождений в значениях парциальных давлений у доминирующих газовых компонентов пластин №1 и №2 без необходимого набора статистических данных можно трактовать как проявление единичных выбросов (не указывая на номер пластины, где он случайным образом мог иметь место быть).

Газовый состав аналогичен для всех полученных массовых характеристик, включая фоновые. В табл.1 представлены значения относительных объемных концентраций для газовых компонентов смесей – H_2 , CH_4 , H_2O , N_2 и CO_2 по 4-м пластинам.

Таблица 1

Номер пластины, №	Доля от объемной концентрации смеси, $V/100$				
	H ₂	CH ₄	H ₂ O	N ₂	CO ₂
1	7,06E-01	1,14E-02	2,56E-01	1,83E-02	8,12E-03
2	1,27E-01	4,82E-02	7,71E-01	2,88E-02	2,43E-02
3	3,03E-01	1,37E-02	5,90E-01	6,22E-02	3,04E-02
4	8,70E-02	4,77E-02	8,29E-01	1,84E-02	1,76E-02

Расчетные значения общего давления смеси $P_{см}$ для 4-х пластин и действительные значения парциального давления по 5-ти газовым компонентам $P_{гi}$, приведены в таблице 2.

Таблица 2

Номер пластины, №	Давление газовой смеси, $P_{см}$ (Па)	Парциальное давление, $P_{г}$ (Па)				
		H ₂	CH ₄	H ₂ O	N ₂	CO ₂
1	6,58E-04	4,6E-04	7,5E-06	1,7E-04	1,2E-05	5,3E-06
2	2,25E-03	2,9E-04	1,1E-04	1,7E-03	6,5E-05	5,5E-05
3	1,22E-03	3,7E-04	1,7E-05	7,2E-04	7,6E-05	3,7E-05
4	3,97E-03	3,5E-04	1,9E-04	3,3E-03	7,3E-05	7,0E-05

Проанализировав полученные данные можно утверждать, следует, что наибольшие показатели значений по общему давлению, приходятся только на 1–2 мин с момента выхода на заданный температурный уровень. По истечении 5 мин регистрации после достижения заданной температуры с проводимой одновременно откачкой, количество выделяемых и паров воды, и водорода уменьшалось относительно максимума на 1/2 порядка.

На основе проведенных масс-спектрометрических исследований и с учетом их результатов установлено:

1) Нагрев до температуры ≈ 600 °С образцов материала, изготовленных из слюды-мусковит, вызывает интенсивный рост общего давления, обусловленный повышением парциальных давлений отдельных газовых компонентов;

2) Одними из доминирующих газовых компонентов, выделяющимися при нагреве слюды, являются пары воды и водород;

3) Хранение вышеуказанных образцов в условиях воздействия атмосферы ухудшает степень их подготовки после ранее проведенных химической и термовакуумной обработок. При этом в количественном отношении процент выделяемых из материала газовых компонентов существенно возрастает.

Следует отметить, что результаты, представленные в настоящей работе, имеют определенную общность с результатами, приводимыми в технической литературе [8]. В частности, это касается данных о резком увеличении газовой выделении при повышенных температурах слюды. В свою очередь, это явление может быть интерпретировано как дегитратация некоторой части октаэдров структурного пакета, вследствие чего кристалл мусковита растрескивается, создавая при этом благоприятные условия для выхода газов, и главным образом, паров воды [9].

В связи с вышеизложенным, для снижения уровня газовой выделений из слюды необходимо избегать любые контакты деталей, прошедших технологическую обработку, с воздушной атмосферой или, по крайней мере, подвергать их вторичной термо и химической обработкам.

Литература

1. Физические величины. Справочник. под. ред. Григорьева И.С., Мейлихова Е.З., – М.:Энергоатомиздат, 1991.
2. Асюнин В.И., Давыдов С.Г., Долгов А.Н., Корнеев А.В., Пшеничный А.А., Якубов Р.Х. Экспериментальное исследование искрового разряда по диэлектрической поверхности в вакууме // Физика плазмы и плазменные методы. 2017, т.1, с.14 -17.

3. Лозован А.А., Якубов Р.Х и др. Исследование пробоя по поверхности тонкого диэлектрика в вакууме // Вакуумная техника и технология. Труды 21-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 17 июня - 19 июня 2014 г. Под. ред. А.А. Лисенкова. – СПб.:Изд-во Политехн. ун-та, – 206 с.
4. Большая советская энциклопедия. Слюды. Марфунин А.С., Петров В.П./ гл. ред. Прохоров А.М.. – 3-е изд. – М.: Советская энциклопедия, 1969-1978, т.23.
5. Бушин С.А. Методика и установка для финишного контроля герметичности газонаполненных разрядников //Материалы восемнадцатой научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника". Судак, 2011.
6. Результаты опытной эксплуатации вакуумной автоматизированной установки контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 23 (вып.1), Санкт-Петербург, 2014. - с.39-41.
7. Bushin S.A., Kozlovskaya T.I. Automated equipment for final leak tightness inspection of miniature gas-filled instruments //Proc. 15th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing (APCNDT2017), 13-17 november 2017, Singapore, published at NDT.net (http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31_Bushin_Rev4.pdf).
8. Черепнин Н.В. Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике.– М.:Советское радио, 1967.- с.408.
9. Fedorova S.V.. Physical and chemical and electric indicators of the micalex // IS Journal Theoretical & Applied Science 04(24), 2015, p.145-148.

Разработка конструкций сверхвысоковакуумных прогреваемых крупногабаритных коммутационных устройств повышенной надёжности герметизации

А.Е.Вязовецкова, В.В.Вязовецков

Москва, НИЦ «Курчатовский институт», пл. Курчатова, 1

E-mail: aev241@yandex.ru, vyazovetskov@rambler.ru

Указаны причины, препятствующие созданию и сохранению герметизации в разъёмных сверхвысоковакуумных соединениях. Разработаны новые конструкции крупногабаритных фланцевых соединений, клапанов и затворов для эксплуатации в условиях термоциклирования и силового воздействия. Устройства отличаются минимальным газовыделением в вакуумную систему, повышенным ресурсом, технологичностью и удобством обслуживания.

Development of designs for ultrahigh-vacuum heated large-size switching devices with enhanced sealing reliability. A.E.Vyazovetskova, V.V. Vyazovetskov. The reasons that prevent the creation and preservation of the sealing in sectional ultrahigh-vacuum connections are indicated. New designs of large-sized flanged connections, valves and lock valves for operation in conditions of thermal cycling and power action are developed. The devices are characterized by minimal gas evolution into the vacuum system, increased service life, manufacturability and serviceability.

Несмотря на высокую «стоимость отказа» и низкую надёжность прогреваемых сверхвысоковакуумных крупногабаритных коммутационных устройств (фланцев, клапанов и затворов) новых разработок этого оборудования не наблюдается в течение десятилетий. Такое положение объясняется сложностью задач и отсутствием рекомендаций выполнения сверхвысоковакуумных коммутационных устройств.

Целью доклада является указание принципиальных конструкторских решений, увеличивающих надёжность герметизации и удобство эксплуатации крупногабаритных прогреваемых сверхвысоковакуумных фланцевых соединений, клапанов и затворов.

В СССР наибольшее распространение имели надёжные канавочно-клиновые фланцевые соединения [1]. Появление ГОСТ 26526-85 на фланцевые соединения объяснялось растущим международным сотрудничеством и необходимостью стыковки вакуумных систем с зарубежным оборудованием. Тогда большинство фирм выбрали в качестве стандарта соединение, разработанное американской фирмой Varian [2].

В нашем институте отдельные попытки прогреть такое соединение с проходным сечением Ду 250 мм оказались неудачными. Низкая надёжность соединений типа Conflat с проходными сечениями Ду 250 мм и более отмечалась в работах [3, 4, 5]. Потребности стыковки к таким соединениям тяжело нагруженных вакуумпроводов привели к необходимости реконструкции всего узла герметизации. На рис. 1а и 1б показан вариант решения данной задачи, применительно к соединению Ду 250 мм [6].

Размещение жёсткого центрирующего кольца 6 со стороны атмосферы 2 относительно герметизирующих выступов 4, 10 позволяет, не меняя конструкцию фланца 3 значительно облегчить монтаж соединения и улучшить условия обезгаживания полости фланцевого соединения. Для больших размеров проходных сечений жёсткое кольцо можно использовать в качестве несущего элемента вакуумпровода и для юстировки магистралей в ускорителях заряженных частиц. Наличие упругого элемента 13 в механизме герметизации 14 является необходимым элементом в любом прогреваемом сверхвысоковакуумном разъёмном соединении.

В процессе создания основной конструкции крупногабаритного фланцевого соединения за основу было решено взять отечественную разработку канавочно-клинового соединения (тип III), отличающегося, как уже указывалось, высокой надёжностью герметизации [1]. Большие радиальные размеры обусловлены наличием упругой механической развязки между вакуумпроводом и собственно фланцем, а также использованием силовой схемы с упругим контактирующим верхним фланцем. При этом эксплуатационные нагрузки, прикладываемые к разъёмному соединению, понижаются упругой развязкой и частично перекладываются из зоны герметизации на периферию массивного нижнего фланца.

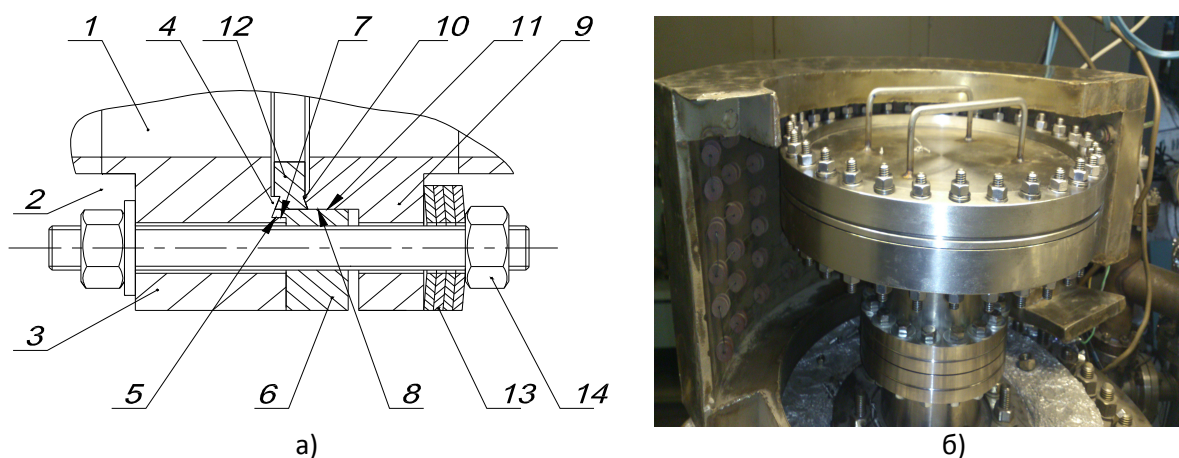


Рис. 1. Вариант конструкции узла стыковки к стандартному фланцу Ду 250 мм:
а – конструктивное выполнение узла стыковки, б – общий вид соединения. 1 – объём вакуумируемый, 2 – атмосфера, 3 – стандартный фланец, 4 – герметизирующий выступ, 5 – центрирующая поверхность фланца, 6 – жёсткое центрирующее кольцо, 7 – центрирующая поверхность жёсткого кольца, 8 – посадочная поверхность жёсткого кольца, 9 – ответный фланец, 10 – герметизирующий выступ ответного фланца, 11 – посадочная поверхность ответного фланца, 12 – уплотнитель, 13 – упругие элемент в виде тарельчатых пружин, 14 – узел стягивания соединения.

На рис. 2 показана деформационная схема зоны герметизации варианта модернизированного канавочно-клинового соединения [7]. Главной идеей данной схемы является создание узкого участка герметизации между наклонными поверхностями выступа 3 и канавки 7, который с обеих сторон запирается обжатием уплотнителя 11 посредством деформационных выступов 5 и 10. Деформационные выступы могут быть выполнены в различных конструкцион-

ных сочетаниях по границам узкого наклонного участка герметизации с высоким напряжением сжатия.

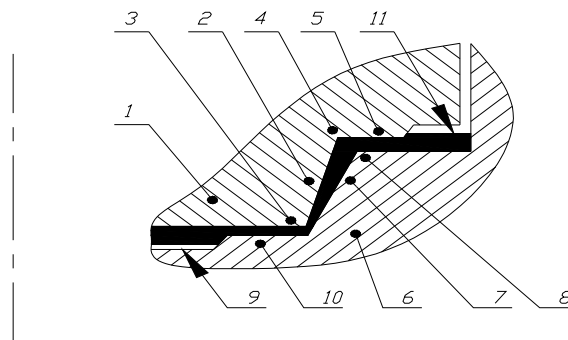


Рис.2. Деформационная схема зоны герметизации канавочно-клинового соединения:
1 - Фланец с клиновым герметизирующим выступом, 2 – клиновидная наклонная герметизирующая поверхность, 3 - герметизирующий выступ, 4- основание наклонной герметизирующей клиновидной поверхности, 5- деформационный выступ, 6 – фланец с герметизирующей канавкой, 7 - наклонная герметизирующая поверхность канавки, 8 –основание канавки, 9 – дно канавки, 10 – деформационный выступ, 11-уплотнитель.

В отличие от исходной конструкции в рекомендуемом исполнении имеется одна зона герметизации вместо двух и отсутствует свободное пространство между зонами. При этом материал уплотнителя запирается более эффективно, что интенсифицирует заполнение канавок микронеровностей герметизирующих поверхностей. В зоне герметизации возникает радиальная упругая составляющая, известная из процессов штамповки. Возможно изменять углы наклона герметизирующих поверхностей и в большей степени использовать эффект гистерезиса натекания. По сравнению с оригиналом снижаются усилия герметизации, габариты и вес устройства.

Нами были успешно испытаны на герметичность при комнатной температуре модернизированные канавочно-клиновые соединения с габаритными размерами и крепежом, соответствующими соединениям типа Conflat на проходные сечения с диаметрами 35 мм, 63 мм и 250 мм, а также штуцерное соединение Ду 10 мм.

В качестве альтернативы для больших проходных сечений предлагается опробовать соединение типа Helicoflex [5, с. 408] с целью «оценить их по мере использования для того, чтобы приобрести опыт до принятия окончательного решения об использовании в рамках крупного проекта» [5, с.411-412]. Важным преимуществом фланцевого соединения Helicoflex по сравнению с большинством конструкций фланцев является освоенные технологии выполнения герметизирующего упругого элемента и герметизирующих плоскостей с большими и некруглыми проходными отверстиями.

Для фланцев с круглыми сечениями проходного отверстия до Ду 750 мм преимущества канавочно-клиновых соединений очевидны. Они герметичнее [8, 9], более стойки к внешним механическим воздействиям, имеется возможность дополнительной подтяжки после поводки поверхностей, сменный уплотнитель значительно дешевле. Изготовление канавочно-клиновых соединений с некруглыми отверстиями потребует специализированного станочного оборудования.

Большинство фирм-производителей серийно выпускают прогреваемые в закрытом состоянии клапаны, деформационная схема которых содержит герметизирующий выступ и массивный медный уплотнитель [10, 11]. Клапаны управляются вручную, имеют ограниченный ряд проходных сечений (не более Ду 63 мм). Величина натекания обычно не более $5 \cdot 10^{-11}$ м³·Па/с. В зависимости от температуры прогрева в закрытом состоянии (450 °С или 250 °С), мастерства оператора и совести производителя наработка на отказ оценивается всего лишь в 50 – 500 циклов.

Прогреваемые сверхвысоковакуумные клапаны и затворы фирмы VAT (серий 47, 48, 54, 57) по фирменному каталогу имеют несколько большую величину натекания ($1 \cdot 10^{-10}$ mbar·l/s), но значительно большее число гарантированных циклов срабатывания (5 000 циклов для

Ду 200 – 320 мм серии 47,48). Клапаны на малые проходные сечения с пневмоприводом имеют повышенный ресурс (до 20 000 циклов). Температура в закрытом состоянии не превышает 300 °С, а в открытом 450 °С. Ограничивается скорость нагрева и охлаждения устройств (~ 60 °С /час).

Данные клапаны значительно дороже, что объясняется применением уникальных материалов и технологий изготовления устройств. Надёжная работоспособность таких устройств на большие проходы (Ду 400 мм и выше) на наш взгляд проблематична. Некоторые испытания на герметичность при термоциклировании показали низкую надёжность таких затворов, авторы указали на необходимость дальнейших поисков новых конструктивных решений [2]. Потеря герметичности затворов с тонкой плёнкой уплотнителя также наблюдалась в работе плоской деформационной схемы [12]. Мы объясняем снижение герметичности таких схем их высокой чувствительностью к возникающим микрорывкам (микророблениям) герметизирующих поверхностей.

Кроме того эти устройства не способны надёжно работать при наличии в вакуумной системе пылеобразных загрязнений [13], что особенно важно для сверхвысоковакуумных комплексов по изучению термоядерных реакций. Известны попытки использования эластичных мембран в затворах с большими проходными отверстиями [14]. Однако изготовление таких затворов также требует достаточно высоких технологий для выполнения герметизирующих поверхностей до зеркального состояния. Проводимость зоны герметизации оказалась велика, поэтому в закрытом состоянии затвора необходимо создать в полости затвора охранный вакуум непрерывно работающим турбомолекулярным насосом.

Учитывая вышесказанное, была предложена конструкция [15], представленная на рис.3. В открытом состоянии затвора полость затвора от сверхвысоковакуумной магистрали перекрывается кольцом запорным 5, газовыделение от эластомерного уплотнителя 8 диска 7 скачивается насосом малой производительности. В закрытом состоянии затвора магистраль перекрывается диском запорным 7, снабженным эластичными герметизирующими выступами с одной или двух сторон 8 диска 7. При односторонней установке эластомерного уплотнителя на запорном диске со стороны атмосферы и наличии откачки полости затвора влияние газовыделения с поверхности эластичного уплотнителя на магистраль мало. Часто такой поток газовыделения становится не существенным, так как система работает в другом режиме. Эластомер охлаждается при прогреве затвора. Разъёмный корпус позволяет проводить замену запорных кольца 5 и диска 6 без снятия затвора с вакуумной системы.

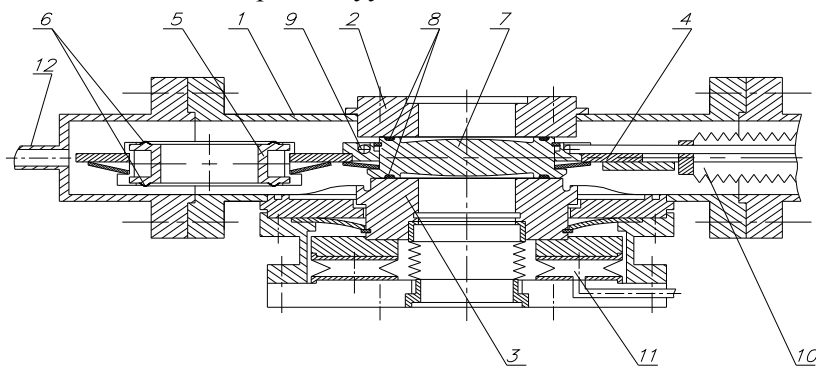


Рис. 3. Конструкция сверхвысоковакуумного прогреваемого затвора:

1 - разъёмный корпус, 2 – неподвижное уплотнительное кольцо, 3 - подвижное уплотнительное кольцо, 4 – разъёмный держатель, 5 – кольцо запорное, 6 – герметизирующие выступы запорного кольца, 7 – диск запорный, 8 – герметизирующие выступы диска запорного, 9 – трубопровод охлаждающий, 10 – механизм перемещения разъёмного держателя с запорным кольцом и диском, 11 - механизм герметизации запорных элементов, 12 – патрубок откачки полости затвора.

Технологическая доступность позволяет изготавливать сверхвысоковакуумные прогреваемые затворы больших проходных сечений (Ду 630 мм и более) с надёжной герметизацией и малым газовыделением в перекрываемую магистраль. Установка радиационно-стойкого уплотнителя увеличивает область применения таких затворов.

Для создания цельнометаллических клапанов многократно рекомендовалась деформационная схема с «волочением» уплотнителя, обладающая свойствами:

- наличием высокой степени герметичности при сравнительной малости усилий;
- воспроизводимыми величинами площади и усилия герметизирующего взаимодействия в процессе многократного срабатывания;
- наличием ярко выраженного эффекта гистерезиса натекания;
- меньшей зависимостью от микроповодок герметизирующих поверхностей.

Предлагаемые конструктивные решения выполнения сверхвысоковакуумных прогреваемых крупногабаритных устройств отличаются высокой степенью герметизации, повышенной надёжностью многократного срабатывания, удобством обслуживания и не имеют значительных технологических ограничений в изготовлении.

Литература

1. А.В.Балицкий Технология изготовления вакуумной аппаратуры. Изд.3-е, перераб. и доп. М., «Энергия», 1974. - 312 с.
2. United States Patent Office № 3,208, 758 , Cl. 277-171, Metal vacuum joint, patented Sept, 28, 1965, Maurice A. Carlson and William R. Wheeler.
3. 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.
4. А.С.Шувалов «Соединительные элементы сверхвысоковакуумных систем». Вакуумная техника и технология, 1994, т.4, № 4, с.2-25.
5. «Справочник по вакуумной технике и технологиям», под ред. Д.Хоффмана, Б.Сингха, Дж.Томаса III. Перевод с английского под редакцией В.А.Романько, С.Б.Нестерова. М. «ТЕХНОСФЕРА», 2011, – 736 с
6. Патент на полезную модель RU № 169 119 U1 «Сверхвысоковакуумное уплотнительное соединение». Авторы: А.Е.Вязовецкова, В.В. Вязовецков. Опубликовано: 03.03.2017 г. Бюл.№ 7.
7. Патент на изобретение RU № 2573 081 C2 «Канавочно-клиновое уплотнительное соединение» Авторы: А.Е.Вязовецкова, В.В. Вязовецков. Опубликовано: 20.01.2016 г. Бюл. № 26.
8. С.Н. Домрачёв, В.Я. Моисеев, Г.Л. Саксаганский «Конструирование разъёмных вакуумных соединений с металлическими уплотнителями», Электронная техника, серия 4. Электривакуумные и газоразрядные приборы. 1975, с.67 – 74.
9. A. Rot «Sealing mechanisms in bakeable vacuum seals». Journal of Vacuum Science & Technol. A1 (2), 1983, Apr-June, pp.211-219.
10. Howard H.Pattee, “A Demountable Ultra-High Vacuum Joint”, Review of scientific instruments. 1954, v. 25, № 11, pp.1132-1133.
11. Von Hans-Werner Drawin “Ausheizbares Ultra-Hochvakuum-Ventile mit großem Öffnungsquerschnitt”. –Vakuum-Technik, 1960, 9 Jhrg. Heft 7,199 – 201.
12. 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.
13. Kenjiro Obara, Tetsuys Abe, Yoshio Murarami, Masahiro Yamamoto, Masatsugu Shimizu, Kiyoshy Chiba and Kazuo Itoh “Development of All Metall Gate Valve for JT-60 Diagnostic Port (I), (II)”, Journal of the vacuum Society Japan, 1983 , V.26, N 5,p. 435-444.
14. H.Ishimaru, T.Kuroda, O.Kaneko, Y.Oka and K.Sakurai “All aluminum alloy, 800 mm-inner diameter gate valve using dual flat-face seals together with differential pumping”. Journal of Vacuum Science & Technol. A3(3), May/Jun 1985, N.6, pp.1703-1706.
15. Патент на полезную модель RU № 176 223 U1 «Сверхвысоковакуумный затвор». Авторы: А.Е.Вязовецкова, В.В. Вязовецков. Опубликовано: 12.01.2018 г. Бюл. № 2.

Моделирование течения газа в проточной части комбинированного турбомолекулярного насоса с дисковой ступенью

Ю.А. Шостак, Н.К. Никулин
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5
E-mail: shostak.uliya@yandex.ru

Представлена математическая модель течения газа в торцовом зазоре дискового вакуумного насоса в молекулярном режиме течения газа. Расчет основан на использовании метода Монте Карло (методом пробной частицы). Математические зависимости позволяют проследить траекторию молекулы от момента старта с поверхности входа до выхода из зазора и вычислить вероятности прямого и обратного перехода молекул газа через торцовый зазор между вращающимся и неподвижным диском. Взаимодействие молекул газа с поверхностью дисков описывается диффузным законом отражения при коэффициенте аккомодации равном единице, распределение молекул по скоростям теплового движения описывается законом Максвелла. Представленная модель позволяет определить проводимость зазора, величину потока перетеканий через зазор и максимальный перепад давлений на уплотнении при нулевом потоке перетеканий. В результате расчётов установлено влияние геометрических параметров зазора и скорости вращения дисков на проводимость зазора.

Simulating of the gasflow in the flowing part of a hybrid turbomolecular pump with a disk stage. J. A. Shostak, N. K. Nikulin. In all high-vacuum mechanical pumps, namely molecular and turbo-molecular there is a need in sealing of inputs of the movement. A dynamic seals type is widely applied in modern industry. Protective properties and optimization of the dynamic seals at the stage of design become a relevant topic to be researched. The aim of the work is to develop a mathematical model of gas flow in the face gap between two rotating disks. In building this model, the following assumptions are introduced: molecular gas flow, full exchange of momentum in collisions of molecules with disk surface, reflection of particles from the wall submits to the law of diffuse reflection, distribution of gas molecules according to the thermal motion speeds described by Maxwell's law. The calculation is based on the use of the Monte Carlo method (method of test particle), which consists in the statistical modeling of processes. The article describes an algorithm to construct a mathematical model step by step. The trajectory of each molecule movement is traced from the moment of its moving in till its moving out of the system. The article defines both a probability for gas molecules to pass through the face gap of disk vacuum pump in forward and backward direction and a conductivity of the gap. A numerical experiment based on the developed program has been conducted with considering the movement of the required number of molecules to provide a sufficient accuracy of calculation. Gas flow in the face gap of disk vacuum pump is studied. As a result of the experiment it was found that geometrical parameters of the gap and speed of disk rotation have an impact on the conductivity. With raising speed of disk rotation the probability for particles to pass in forward direction increases, accordingly increasing the conductivity, and for particles to pass in backward direction it decreases thereby improving the vacuum properties of the pump. The work carries out a process adequacy test based on the equality of the conductivity of the forward and reverse passages with disks being stationary. The accuracy does not exceed a tolerance. Results and, accordingly, recommendations, given in the article, can be used in designing a flow passage.

В работе расчет основан на использовании метода Монте-Карло (метода пробной частицы), заключающийся в статистическом моделировании физических процессов.

При моделировании процесса течения газа в канале между турбомолекулярной и молекулярной ступенью комбинированного ТМН приняты следующие допущения:

- молекулярный режим течения газа;
- отражение частиц от стенок системы подчиняется диффузному закону;
- положение старта молекул на входе системы равновероятное;
- коэффициент аккомодации энергии равен единице;

- изотермический процесс;
- распределение молекул газа по скоростям теплового движения подчиняется закону Максвелла.

Проводимость канала в прямом направлении (от последнего колеса ТМН к входу в молекулярную ступень) определяется соотношением:

$$U_{12} = k_{12} \cdot \frac{1}{4} \cdot F_{\text{вых}} \cdot \vartheta_{\text{ср}}$$

Проводимость канала в обратном направлении определяется уравнением:

$$U_{21} = k_{21} \cdot \frac{1}{4} \cdot F_{\text{вых}} \cdot \vartheta_{\text{ср}}$$

где $F_{\text{вх}}$ – площадь поверхности входа;

$F_{\text{вых}}$ – площадь поверхности выхода;

k_{12} – вероятность прямого прохода молекул газа сквозь канал;

k_{21} – вероятность перехода в обратном направлении;

$\vartheta_{\text{ср}} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}}$ – средняя скорость теплового движения молекул.

R – универсальная газовая постоянная;

M – молярная масса рабочего газа (в работе - азот);

T – температура газа (293 К).

1.1. Выбор расчетной схемы и ввод начальных параметров системы

Для моделирования течения газа в канале между турбомолекулярной и молекулярной ступенями гибридного ТМН применяется расчетная схема, представленная на рис. 2.

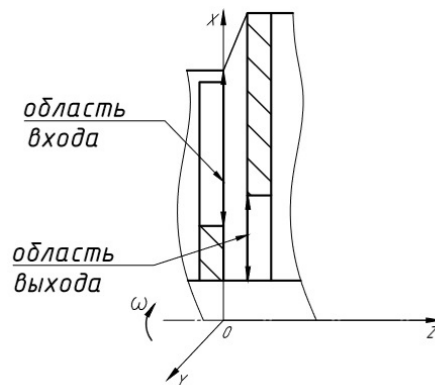


Рис. 1. Расчетная схема процесса движения молекул газа в канале.

Течение газа моделируется в канале между двумя дисками. Роторный диск закреплен на валу. Вал вращается с угловой скоростью ω . Второй диск является статорным и фиксируется на корпусной поверхности. В продольном направлении исследуемый канал ограничен конической поверхностью корпуса насоса, как показано на рис. 1.

На рис. 1 приведены основные геометрические параметры рассматриваемой системы. Роторный и статорный диски, радиуса R_1 и R_2 соответственно, расположены на расстоянии d друг от друга. Роторный диск зафиксирован на валу, радиуса R_0 , а статорный на корпусной цилиндрической поверхности, как показано на рис. 1.

1.2. Координаты точки старта молекулы

Для определения вероятностей рассматривается N молекул, прослеживается их движение с момента старта с поверхности входа в систему до момента выхода из нее. Число молекул N выбирается, исходя из желаемой точности расчета.

Область старта представляет собой кольцевую плоскую поверхность, как показано на рис. 4. В начальный момент времени для однозначного определения положения молекулы задаются координаты точки старта. Координатами точки входа частицы в кольцевое входное отверстие (рис. 4) являются угол $\alpha_{ст}$ и радиус $r_{ст}$. Для обеспечения равновероятного входа молекул по всей площади необходимо, чтобы угол $\alpha_{ст}$ был равномерно распределен в интервале от 0 до 2π . Генерация датчиком случайных чисел, равномерно распределенных в интервале от 0 до 1, случайного числа ξ [0,1], получаем случайный угол $\alpha_{ст}$. Аналогично разыгрывается величина случайного радиуса $r_{ст}$.

$$\alpha_{ст} = 2\pi\xi;$$

$$r_{ст} = \sqrt{\xi(R_{вх}^2 - R_{вн}^2) + R_{вн}^2}, \text{ где}$$

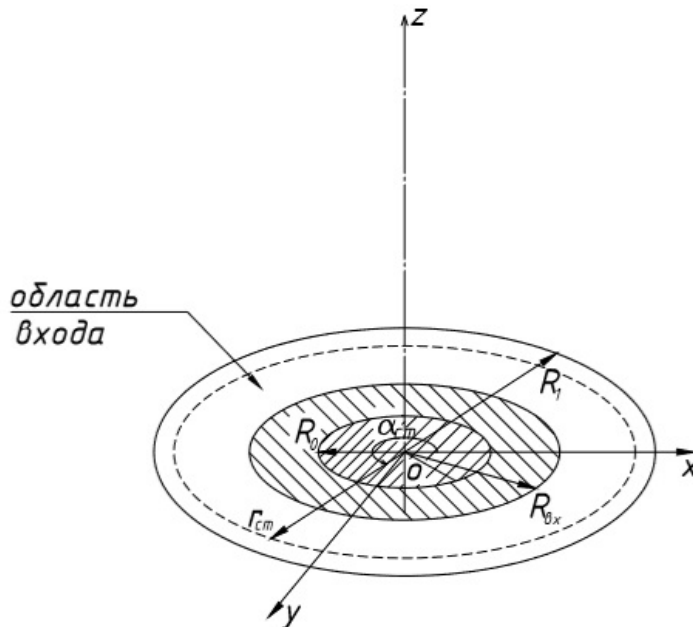


Рис. 2. Поверхность входа и координаты старта молекул.

1.3. Направление полета молекулы

Направление вектора скорости частицы \vec{v} однозначно задается двумя углами φ и θ (рис. 5). Угол φ образовывается между горизонталью и проекцией вектора скорости на плоскость $ХОУ$. Угол θ образуется между вектором нормали \vec{n} и вектором скорости \vec{v} . В соответствии с диффузным законом распределения случайный угол φ , равномерно распределенный в интервале от 0 до 2π , определяется следующим соотношением:

$$\varphi = 2\pi\xi.$$

Значение угла θ равновероятно распределено в интервале от 0 до $\pi/2$ и разыгрывается следующим образом:

$$\theta = \arcsin\sqrt{\xi}.$$

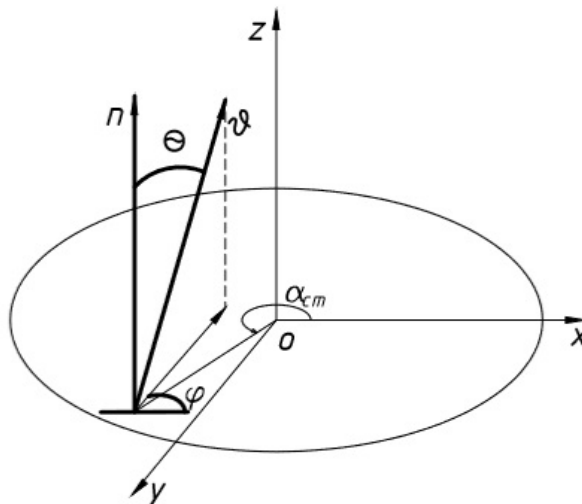


Рис. 3. Направление полета молекулы.

Траектория полета молекулы, ввиду условий молекулярного режима течения, представляет собой прямую линию, которая может быть задана системой параметрических уравнений:

$$x_{\text{пр}} = x_{\text{ст}} + l_c t;$$

$$y_{\text{пр}} = y_{\text{ст}} + m_c t;$$

$$z_{\text{пр}} = z_{\text{ст}} + n_c t,$$

где $x_{\text{ст}}, y_{\text{ст}}, z_{\text{ст}}$ - координаты точки старта молекулы;

l_c, m_c, n_c - направляющие косинусы;

t - параметр (длина траектории молекулы между двумя столкновениями);

$x_{\text{пр}}, y_{\text{пр}}, z_{\text{пр}}$ - координаты точки «посадки» молекулы.

Выбор направления полета частицы зависит от ряда параметров и условий. Необходимо принимать во внимание положение точки вылета молекулы в пространстве, тип поверхности вылета, величины углов направления φ и θ , влияние вращения подвижных поверхностей.

В исследуемом канале возможен старт молекулы с поверхностей трех типов: плоскость (поверхности дисков), цилиндрическая (поверхность вала) и коническая (поверхность корпуса). При старте молекулы с каждой из поверхностей необходимо учитывать положение той или иной поверхности в глобальной системе координат и учесть углы наклона касательной плоскости к глобальным осям.

Движение каждой молекулы рассматривается и моделируется от момента входа молекулы газа в систему до выхода из нее.

На рис. 4 приведен алгоритм программы расчета вероятности прохождения молекул газа сквозь канал в прямом направлении k_{12} , представленный в виде блок-схемы.

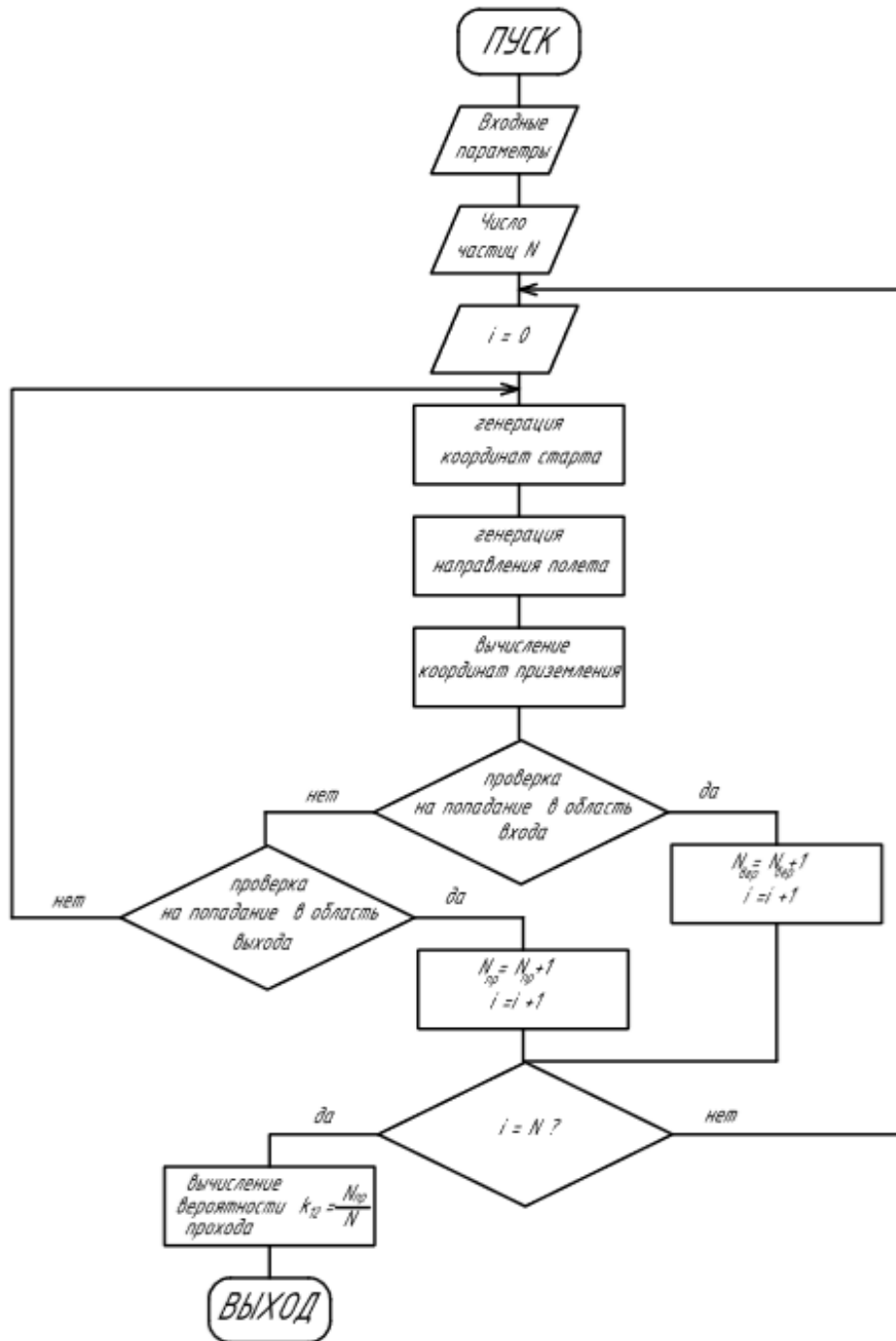


Рис. 4. Блок-схема программы расчета вероятности прохода k_{12} в прямом направлении.

Численный эксперимент проводится для выбранного общего числа молекул $N_{\text{общ}}$. Организованными счетчиками фиксируется количество молекул, прошедших сквозь канал $N_{\text{пр}}$ и число молекул, вернувшихся на вход в систему $N_{\text{всп}}$.

Вероятность прямого прохода молекул газа сквозь канал вычисляется следующим образом:

$$k_{12} = \frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{общ}}}$$

$N_{\text{пр}}$ — число молекул прошедших сквозь канал в прямом направлении;

$N_{\text{общ}}$ — общее число молекул.

Далее вычисляется проводимость канала в прямом направлении (от последнего колеса ТМН к входу в молекулярную ступень) из приведенного выше соотношения:

$$U_{12} = k_{12} \cdot \frac{1}{4} \cdot F_{\text{вх}} \cdot \vartheta_{\text{ср}}$$

Вероятность обратного прохода молекул газа сквозь канал вычисляется следующим образом:

$$k_{21} = \frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{общ}}}$$

$N_{\text{пр}}$ – число молекул прошедших сквозь канал в обратном направлении;

$N_{\text{общ}}$ – общее число молекул.

Проводимость канала в обратном направлении определяется приведенным выше уравнением:

$$U_{21} = k_{21} \cdot \frac{1}{4} \cdot F_{\text{вх}} \cdot \vartheta_{\text{ср}}$$

Моделирование течения многокомпонентного газа через систему нитей различной температуры

А.Н. Якунчиков, В.В. Косьянчук

Москва, Механико-математический ф-т МГУ им. М.В.Ломоносова;

Москва, Институт механики МГУ им. М.В.Ломоносова;

Москва, Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН

E-mail: art-ya@mail.ru

В работе исследована плоская задача о переходном течении ($Kn=0.1-10$) смеси инертных газов в системе, состоящей из нескольких рядов натянутых нитей, имеющих различную температуру. Рассмотрено две постановки задачи: (1) о равновесии, которое вырабатывается в закрытой системе, и (2) об истечении многокомпонентной смеси в вакуум через систему нитей. Расчеты проводились методом событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD). Показано, что под действием перепада температур возникает эффект разделения смеси, который можно усиливать, увеличивая количество ступеней (рядов нитей). Кроме этого, в закрытой системе возникает перепад давления (реализуется эффект насоса Кнудсена).

Simulation of multicomponent gas flow through a system of filaments having different temperatures. *A.N. Yakunchikov, V.V. Kosyanchuk.* *The paper deals with the plane problem of the transition flow ($Kn = 0.1-10$) of an inert gases mixture in a system consisting of several rows of stretched filaments having different temperatures. Two statements of the problem are considered: (1) the equilibrium that is produced in a closed system and (2) the flow of a multicomponent mixture into vacuum through a system of filaments. The calculations were performed by the method of Event-driven Molecular Dynamics (EDMD). It is shown that the effect of separation of the mixture takes place under the influence of the temperature difference. This effect can be increased by escalating the number of stages (rows of filaments). In addition, a pressure drop occurs in a closed system (the Knudsen pump effect is realized).*

Исследования течений разреженного газа, вызванные перепадом температуры, начались более ста лет назад [1,2]. Этот эффект (в литературе его принято называть эффектом температурной транспирации) был использован Кнудсенем для создания насоса без движущихся час-

тей [3,4]. В настоящее время данный способ создания перепада давления привлекает интерес исследователей в связи с развитием технологий нано/микро-электромеханических систем (НЭМС/МЭМС). Были предложены различные варианты геометрий насоса [5–7], в том числе многоступенчатые микронасосы [8]. Также было изучено течение смеси газов в таких системах [9,10] и показано наличие эффекта разделения компонент по молекулярной массе. На сегодняшний день созданы прототипы микроустройств для разделения газов на основе неизотермической мембраны [11,12] и на основе решетки пластин разной температуры [13]. В настоящей работе рассмотрена возможность создания газоразделительного устройства на основе решетки нитей (филаментов), имеющих различную температуру.

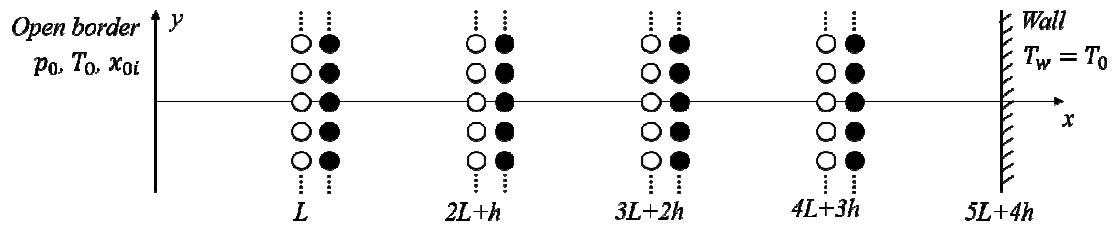


Рис. 1. Геометрия системы из 4-х ступеней филаментов, которая закрыта с одного из концов. Белыми кружками показаны филаменты, поверхность которых имеет температуру T_0 , черными – нагреваемые филаменты с температурой T_1 .

Рассматривалась плоская задача о течении смеси пяти газов (He, Ne, Ar, Kr, Xe) в системе, состоящей из нескольких рядов натянутых нитей, имеющих различную температуру. Изучены две постановки задачи: (1) о равновесии в системе (см. рис. 1), один конец которой подключен к резервуару с постоянными параметрами – давлением p_0 , температурой T_0 и составом x_{0i} (x_{0i} – молярная концентрация i -той компоненты в резервуаре), а второй закрыт; (2) стационарном течении через систему (см. рис. 2), подключенной с обеих сторон к резервуарам с постоянными параметрами (левый вакуумирован, в правом – давление p_0 , температурой T_0 и составом x_{0i}).

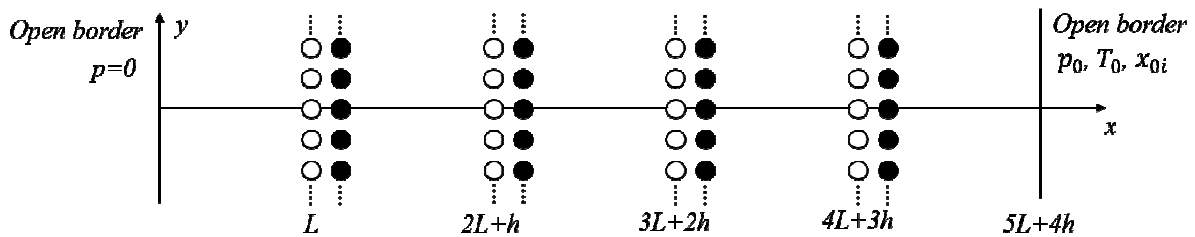


Рис. 2. Геометрия открытой системы из 4-х ступеней филаментов: белыми кружками показаны филаменты, поверхность которых имеет температуру T_0 , черными – нагреваемые филаменты с температурой T_1 .

В обеих постановках моделировалась система, состоящая из четырех ступеней филаментов. Каждая ступень содержит два ряда филаментов, первый из которых имеет температуру T_0 , а второй – температуру $T_1 > T_0$. Расстояние между рядами в ступени и между филаментами в ряду – h (см. Рис. 3), расстояние между ступенями – L , диаметр филамента – d . Минимальное расстояние между поверхностями соседних филаментов обозначим $g = h - d$. Предполагалось, что в перпендикулярной к оси x плоскости размеры системы много больше, чем перечисленные геометрические параметры, поэтому задача рассматривалась в плоской постановке с условиями симметрии по оси y . Было проведено моделирование течения в 24 геометрических конфигурациях ($L/d = 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40$, $h/d = 1.25, 1.5, 2$), которые приведены в Табли-

це вместе с соответствующими числами Кнудсена, рассчитанными по давлению p_0 и температуре T_0 .

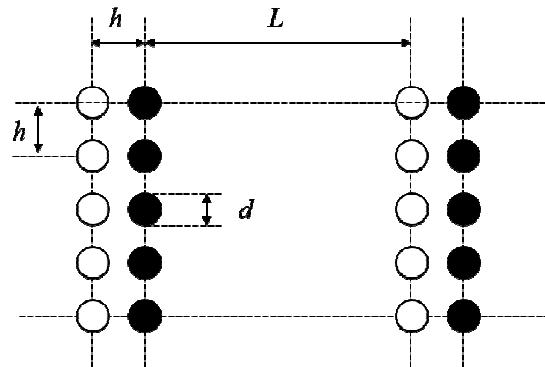


Рис. 3. Геометрия ступени филаментов.

Для описания взаимодействия газа с поверхностью использовалось ядро рассеяния Максвелла с полной аккомодацией импульса и энергии. В этом случае плотность вероятности для скорости молекулы после отражения от стенки будет

$$\rho(\vec{u}) = \frac{2\beta_w^4 u_n}{\pi} \exp(-\beta_w^2 u^2)$$

где $\beta_w = \sqrt{m/2kT_w}$, T_w – температура поверхности, k – константа Больцмана, m – масса молекулы. На открытых границах задачи (границах с резервуарами) ставилось равновесное граничное условие с параметрами соответствующего резервуара.

Таблица 1. Геометрические конфигурации, которые были рассмотрены в работе

№	L/d	h/d	g/d	$Kn_L = \lambda/L$	$Kn_h = \lambda/h$	$Kn_g = \lambda/g$
0	40	2	1	0,10	1,92	3,85
1	35	2	1	0,11	1,92	3,85
2	30	2	1	0,13	1,92	3,85
3	25	2	1	0,15	1,92	3,85
4	20	2	1	0,19	1,92	3,85
5	15	2	1	0,26	1,92	3,85
6	10	2	1	0,38	1,92	3,85
7	5	2	1	0,77	1,92	3,85
8	40	1,5	0,5	0,10	2,57	7,70
9	35	1,5	0,5	0,11	2,57	7,70
10	30	1,5	0,5	0,13	2,57	7,70
11	25	1,5	0,5	0,15	2,57	7,70
12	20	1,5	0,5	0,19	2,57	7,70
13	15	1,5	0,5	0,26	2,57	7,70
14	10	1,5	0,5	0,38	2,57	7,70
15	5	1,5	0,5	0,77	2,57	7,70
16	40	1,25	0,25	0,10	3,08	15,40
17	35	1,25	0,25	0,11	3,08	15,40
18	30	1,25	0,25	0,13	3,08	15,40
19	25	1,25	0,25	0,15	3,08	15,40
20	20	1,25	0,25	0,19	3,08	15,40
21	15	1,25	0,25	0,26	3,08	15,40
22	10	1,25	0,25	0,38	3,08	15,40
23	5	1,25	0,25	0,77	3,08	15,40

Задача решалась с помощью подхода событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD)[14,15]. Сильными сторонами разработанного метода является бессеточность, отсутствие стохастичности при моделировании межмолекулярных столкновений (по сравнению с методом прямого статистического моделирования Монте-Карло) и существенное снижение вычислительной нагрузки по сравнению с классическим молекулярно-динамическим моделированием.

Закрытая система. В резервуаре, к которому подсоединен левый конец системы, были заданы равные молярные концентрации всех компонент $x_{0i} = 0.2, i = 1, \dots, 5$, температура горячих филаментов $T_1 = 2T_0$. На рис. 4(а) представлены результаты моделирования геометрии №16 (она имеет наибольшее различие между числами Кнудсена в камере и в ступени филаментов среди всех рассмотренных геометрий). Температура в камерах между ступенями филаментов имеет линейный профиль, давление в камерах растет с каждой следующей ступенью. В результате со стороны закрытого конца системы вырабатывается давление, которое примерно в 2 раза выше, чем давление в резервуаре. Числовые концентрации компонент растут как $1/T$ в направлении холодной стороны камеры между ступенями, а в самих ступенях снижаются скачком. Разница в молярных концентрациях вырабатывается именно в камерах между ступенями, а в самих ступенях нитей состав практически не меняется.

Открытая система. В резервуаре, к которому подсоединен правый конец системы, были заданы равные молярные концентрации всех компонент $x_{0i} = 0.2, i = 1, \dots, 5$. В резервуаре, к которому подсоединен левый конец системы, моделировалось нулевое давление. Чтобы установить эффекты, которые связаны непосредственно с разницей температур филаментов при таком течении, было проведено две серии расчетов: (2.1) все филаменты ступени имели одинаковую температуру (то есть $T_1 = T_0$) и (2.2) правый ряд в каждой ступени нагрет до $T_1 = 2T_0$. На Рисунке 4(б) представлены результаты моделирования геометрии №16 при $T_1 = 2T_0$. Температура в камерах между ступенями филаментов имеет линейный профиль со скольжением. Давление между ступенями практически постоянно, а в ступенях меняется скачком. Числовые плотности компонент убывают как $1/T$ от холодной стороны камеры к горячей. Молярная концентрация легкого компонента увеличивается, а тяжелого уменьшается при движении в сторону вакуумированного резервуара. Шум в кривых молярных концентраций в левой камере вызван тем, что в ней практически нулевое давление. В случае открытой системы без перепада температур нитей ($T_1 = T_0$) поведение молярных концентраций принципиально отличается – молярная концентрация легкого компонента уменьшается, а тяжелого увеличивается при движении в сторону вакуумированного резервуара.

В отличие от постановки задачи о закрытой системе в рассматриваемом случае стационарного истечения интерес представляют не столько молярные концентрации, установившиеся в системе, сколько соотношение потоков различных компонент, протекающих через систему в единицу времени. Когда все филаменты имеют одинаковую температуру, потоки различных компонент через систему тоже отличаются (за счет разницы тепловых скоростей). Наличие разницы температур филаментов позволяет незначительно увеличить эту разницу, благодаря отличию в поведении молярных концентраций между случаями ($T_1 = T_0$) и ($T_1 = 2T_0$), описанному выше.

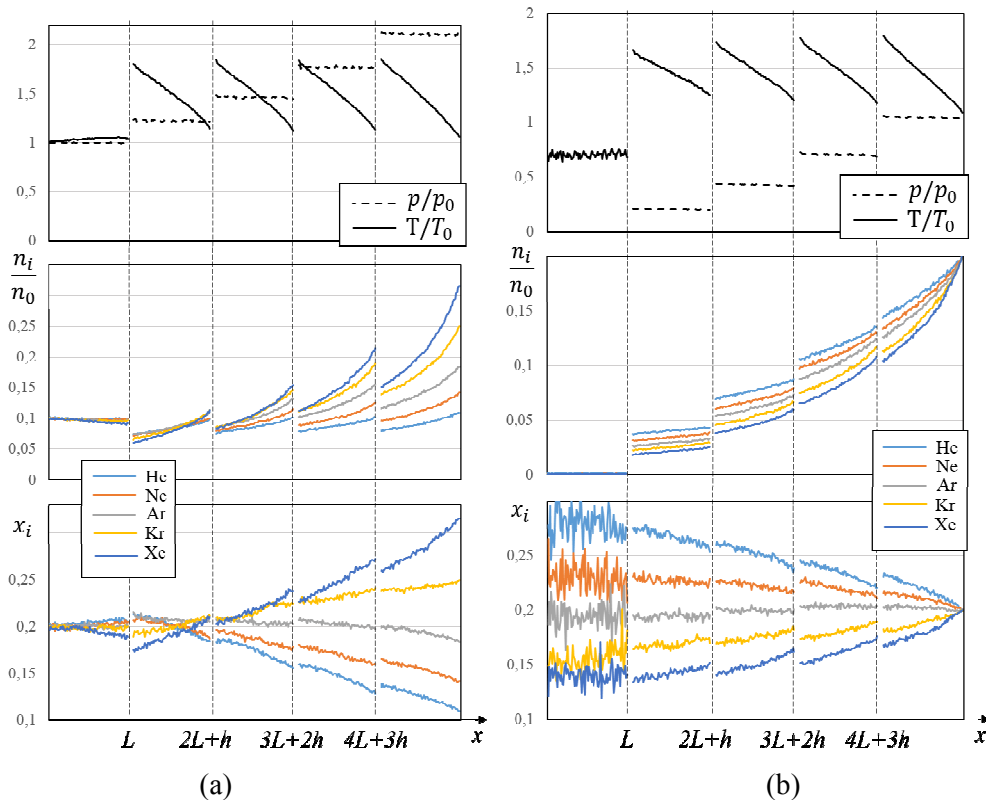


Рис. 4. Температура, давление, числовая плотность и молярная концентрация компонент в закрытой (а) и открытой системе (б) для геометрии №16.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования сверхвысокопроизводительными вычислительными ресурсами МГУ имени М.В. Ломоносова и вычислительных ресурсов МСЦ РАН. Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 17-71-10227).

Литература

1. J.C. Maxwell, On Stresses in Rarefied Gases Arising from Inequalities of Temperature, Philos. Trans. R. Soc. London. 170 (1879) 231–256. doi:10.1098/rstl.1879.0067.
2. O. Reynolds, On Certain Dimensional Properties of Matter in the Gaseous State. Part I. Experimental Researches on Thermal Transpiration of Gases through Porous Plates and on the Laws of Transpiration and Impulsion, Including an Experimental Proof That Gas is Not a Con, Philos. Trans. R. Soc. London. 170 (1879) 727–845. doi:10.1098/rstl.1879.0078.
3. M. Knudsen, Eine Revision der Gleichgewichtsbedingung der Gase. Thermische Molekularströmung, Ann. Phys. 336 (1909) 205–229. doi:10.1002/andp.19093360110.
4. M. Knudsen, Thermischer Molekulardruck der Gase in Röhren, Ann. Phys. 338 (1910) 1435–1448. doi:10.1002/andp.19103381618.
5. K. Aoki, P. Degond, L. Mieussens, S. Takata, H. Yoshida, A Diffusion Model for Rarefied Flows in Curved Channels, Multiscale Model. Simul. 6 (2008) 1281–1316. doi:10.1137/070690328.
6. D.M. Bond, V. Wheatley, M. Goldsworthy, Numerical investigation of curved channel Knudsen pump performance, Int. J. Heat Mass Transf. 76 (2014) 1–15. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.04.021.
7. D.M. Bond, V. Wheatley, M. Goldsworthy, Numerical investigation into the performance of alternative Knudsen pump designs, Int. J. Heat Mass Transf. 93 (2016) 1038–1058. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.10.069.
8. N.K. Gupta, S. An, Y.B. Gianchandani, A Si-micromachined 48-stage Knudsen pump for on-chip vacuum, J. Micromechanics Microengineering. 22 (2012) 105026. doi:10.1088/0960-1317/22/10/105026.

9. S. Naris, D. Valougeorgis, D. Kalempa, F. Sharipov, Gaseous mixture flow between two parallel plates in the whole range of the gas rarefaction, *Phys. A Stat. Mech. Its Appl.* 336 (2004) 294–318. doi:10.1016/j.physa.2003.12.047.
10. S. Kosuge, S. Takata, Database for flows of binary gas mixtures through a plane microchannel, *Eur. J. Mech. B/Fluids.* 27 (2008) 444–465. doi:10.1016/j.euromechflu.2007.08.002.
11. M. Matsumoto, S. Nakaye, H. Sugimoto, Gas separation by the molecular exchange flow through micropores of the membrane, in: *AIP Conf. Proc.*, 2016: p. 80011. doi:10.1063/1.4967604.
12. S. Nakaye, H. Sugimoto, N.K. Gupta, Y.B. Gianchandani, Thermally enhanced membrane gas separation, *Eur. J. Mech. B/Fluids.* 49 (2015) 36–49. doi:10.1016/j.euromechflu.2014.07.004.
13. H. Sugimoto, T. Abe, Experiment on the Gas Separation Effect of the Pump Driven by the Thermal Edge Flow, in: *AIP Conf. Proc.*, AIP, 2008: pp. 1123–1128. doi:10.1063/1.3076450.
14. Якунчиков А.Н., Метод событийного молекулярно-динамического моделирования для изучения течения газа в микроэлектромеханических системах, in: *Современные Проблемы Аэрогидродинамики Тезисы Докладов XVIII Всероссийской Конференции, Посвященной 60-Летию Российского Национального Комитета По Теоретической И Прикладной Механике И 125-Летию Со Дня Рождения Академика АН СССР Н.И. Мухоморова*, 2016.
15. Якунчиков А.Н., Метод событийного молекулярно-динамического моделирования течений разреженного газа, in: *ЛОМОНОСОВСКИЕ ЧТЕНИЯ Научная Конференция Секция Механики 17–26 Апреля 2017 Года Тезисы Докладов, Серия Секция Механики. 17-26 Апреля 2017*, Издательство МГУ, 2017.

Моделирование течения разреженного газа в устройствах с быстро осциллирующими элементами

В.В. Косьянчук, А.Н. Якунчиков

Москва, Механико-математический ф-т МГУ им. М.В.Ломоносова;

Москва, Институт механики МГУ им. М.В.Ломоносова;

Москва, Институт машиноведения им. А.А.БлагонравоваРАН

E-mail: vasilliy.kosyanchuk@gmail.com

В данной работе проводилось численное исследование свободномолекулярного ($Kn > 10$) течения газов в двух устройствах с быстро осциллирующей границей: (1) течение в прямом микроканале с рядом осциллирующих перегородок; (2) течение в микроканале, стенки которого вынужденно изгибаются по волновому закону. Расчеты проводились с помощью упрощенной бесстолкновительной версии метода событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD). Было показано, что высокочастотные колебания оказывают существенное влияние на движение газа, и это влияние зависит от характерной тепловой скорости молекул. Показано, что таким образом, это влияние будет различным для газов с разной молекулярной массой, что приводит к эффекту разделения смеси.

Modeling of rarefied gas flow in devices with high-frequency oscillating elements. V.V.Kosyanchuk, A.N. Yakunchikov. *This paper presents a numerical study of a free-molecular ($Kn > 10$) gas flow in two devices with high-frequency oscillating boundary: (1) flow in plane channel with a series of oscillating barriers, (2) flow in a channel with wall performing forced harmonic motion. All calculations are performed using simplified collision-free version of Event-Driven Molecular Dynamics method (EDMD). It is shown that high-frequency oscillations have a significant influence on the gas flow, and this influence depends on molecules characteristic thermal speed. Thus, it is shown, that this influence will be different for gases with different molecular masses, which leads to gas separation effect.*

Введение. Развитие современной микроэлектроники и микротехники привело к появлению множества новых приложений микроэлектромеханических систем (МЭМС). Отдельным

подклассом всех МЭМС можно выделить микроустройства с подвижными частями, которые нашли приложения в различных областях микрофлюидики [1-3]. Относительно недавно появились работы, посвященные использованию микроустройств с применением поверхностных акустических волн (ПАВ) для разделения смесей твердых микрочастиц [4-6]. Вместе с тем, упоминания об использовании МЭМС с подвижными частями применительно к газам более редки.

Авторами данной работы был впервые открыт ряд новых эффектов, реализующихся при свободномолекулярном течении газа в микроструктурах с подвижными элементами [7-10]. Основная идея заключается в том, что при свободномолекулярном течении единственным фактором, влияющим на движение газа в канале, являются количество и характер соударений с поверхностью. Например, отмечено, что при движении в прямом неподвижном канале и диффузном законе отражения молекул на стенках вероятность того, что молекула пролетит через канал, экспоненциально снижается с увеличением количества столкновений. Таким образом, при движении в микроструктурах с подвижными элементами вероятность прохождения молекул газа через канал (и, соответственно, поток газа) существенно изменяется, когда соотношение характерной скорости колебаний в микроструктуре сопоставимо с тепловой скоростью молекул.

В данной работе изучается свободномолекулярное течение газа в двух устройствах: микроканале с рядом осциллирующих перегородок, и канале, стенки которого движутся по волновому закону. Показано, что можно управлять проводимостью канала для того или иного газа за счет вынужденных колебаний элементов границы. Дано объяснение, каким образом данный эффект можно использовать для разделения газовых смесей

Постановки задач. *Первая задача* – течение в плоском канале диаметра D с рядом колеблющихся затворов (рис. 1). Затворы расположены на расстоянии L друг от друга, и колеблются с частотой ω . Начальные фазы движения затворов выбираются таким образом, чтобы движение нижних точек затворов представляло собой бегущую “псевдоволну” длины λ . Характерной волновой скоростью k при таком движении считается произведение $\lambda\omega$.

Вторая задача – течение газа в изгибающемся канале (рис. 2), имеющем длину L и толщину D в неподвижном состоянии (т.е. при отсутствии колебаний, когда стенки канала прямые). Стенки канала изгибаются по волновому закону с амплитудой A , длиной волны λ и волновой скоростью k :

$$y_{\pm} = y_{0,\pm} + A \sin \left(2\pi \frac{x - kt}{\lambda} + \psi \right), \quad y_{0,+} - y_{0,-} = D$$

индекс \pm соответствует верхней и нижней границе.

Взаимодействие молекул газа с поверхностью канала описывается ядром рассеяния Максвелла с полной аккомодацией энергии и импульса. Это означает, что молекула при соударении приходит в тепловое равновесие со стенкой, и ее скорость после отражения распределена согласно равновесной максвелловской функции, соответствующей температуре стенки. Задача исследовалась в изотермической постановке – температура стенок и газа на входе в канал равны и не меняются со временем. Течение молекул газа в канале предполагалось свободномолекулярным (соударениями между молекулами пренебрегается), молекулы моделировались как материальные точки, внутренние степени свободы не учитывались, влияние внешних массовых сил не учитывалось.

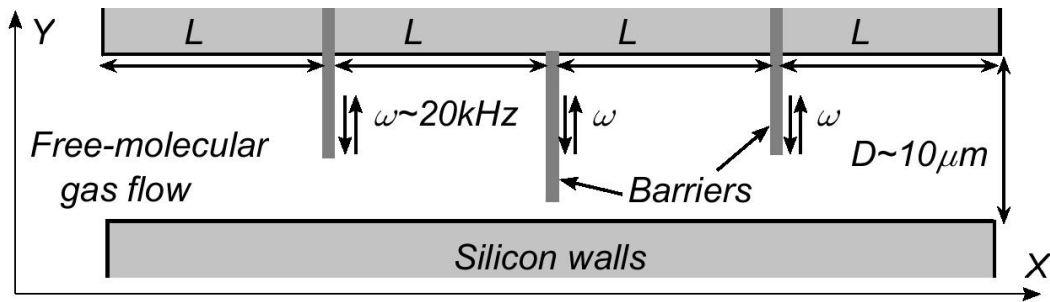


Рис. 1. Геометрия первой задачи. Канал с рядом осциллирующих перегородок (барьеров).

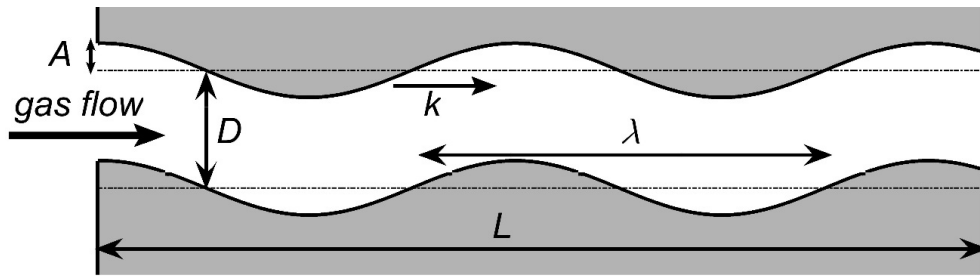


Рис. 2. Геометрия второй задачи. Канал с вынужденно изгибающимися по волновому закону стенками.

Метод решения. Алгоритм расчета данных задач подробно описан в работах авторов [7-9]. Предположение о свободномолекулярном течении дает возможность не учитывать столкновения молекул газа внутри канала и рассчитывать траектории молекул независимо друг от друга. Это позволяет существенно упростить алгоритм, который можно рассматривать как упрощенную версию метода событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD [11]) или прямого статистического моделирования Монте-Карло (DSMC).

Для каждой молекулы расчет состоял из трех этапов. Сначала на входном сечении создавалась молекула в соответствии с заданными распределениями координат и скорости. Потом рассчитывалась точка столкновения с каналом. После столкновения по ядру рассеяния рассчитывалась скорость после отражения, и находилась новая точка столкновения. Процесс столкновения и отражения повторялся до тех пор, пока молекула не вылетит из канала.

В результате расчета траекторий большого количества ($N = 10^7$) молекул получалась вероятность прохождения канала P – отношение кол-ва молекул пролетевших канал, к общему числу созданных на входном сечении молекул, и получались зависимости $P(k/c)$, где k – характерная скорость колебаний элементов устройства, $c = \sqrt{2k_B T/m}$ – характерная тепловая скорость (T – температура, k_B – константа Больцмана, m – масса молекулы). Т.к. в свободномолекулярном режиме поток газа J прямо пропорционален величине P , то для удобства полученные результаты будут представлены как графики нормированного потока $J(k/c)/J_0 \equiv P(k/c)/P_0$. Здесь P_0, J_0 – вероятность прохождения и поток через прямой неподвижный канал.

Результаты. Стоит отметить, что в свободномолекулярном режиме газы с разной молекулярной массой будут разделяться и без внешних воздействий, за счет разницы характерных тепловых скоростей. Этот эффект называется Кнудсеновской диффузией, а коэффициент разделения для пары газов A, B равен корню из обратного отношения масс молекул этих газов:

$$\alpha = \frac{J_A}{J_B} = \frac{c_A}{c_B} = \sqrt{\frac{m_B}{m_A}}$$

Однако при наличии внешних воздействий выражение для α примет вид:

$$\alpha = \frac{J_A}{J_B} = \frac{c_A P(k/c_A)}{c_B P(k/c_B)} = \frac{P(k/c_A)}{P(k/c_B)} \sqrt{\frac{m_B}{m_A}}$$

Для фиксированной пары газов и при фиксированной температуре выражение $\gamma(k) = P(k/c_A)/P(k/c_B)$ является функцией только скорости колебаний элементов устройства k , и представляет собой коэффициент усиления разделения (по сравнению с Кнудсоновской диффузией при отсутствии колебаний). Все последующие результаты будут представлены как графики $\gamma(k)$ для гелий-аргоновой (**He – Ar**) смеси при различных значениях других определяющих параметров.

Канал с перегородками. Результаты расчетов для второй задачи представлены на рис.3. Характерной скоростью колебаний в данном случае является произведение длины псевдоволны на частоту колебаний затворов. Основными параметрами исследования также являются расстояние между затворами L , и длина псевдоволны (определяемая при фиксированном L количеством затворов и разностью фаз $\Delta\psi$ движения соседних затворов). Результаты на Рис. 3а свидетельствуют о том, что при малом количестве затворов усиление разделения возможно только при малых значениях L/D , однако на практике получить такое расстояние между затворами не представляется возможным. Вместе с тем, при увеличении количества затворов, можно добиться разделения и при больших значениях L/D . Более того, увеличением количества затворов, и соответственно увеличением длины псевдоволны λ , можно добиться значений характерной скорости $\lambda\omega$, сопоставимой с характерной тепловой скоростью молекул даже при относительно низких частотах ω колебаний (порядка кГц), что позволяет реализовать данный эффект на практике.

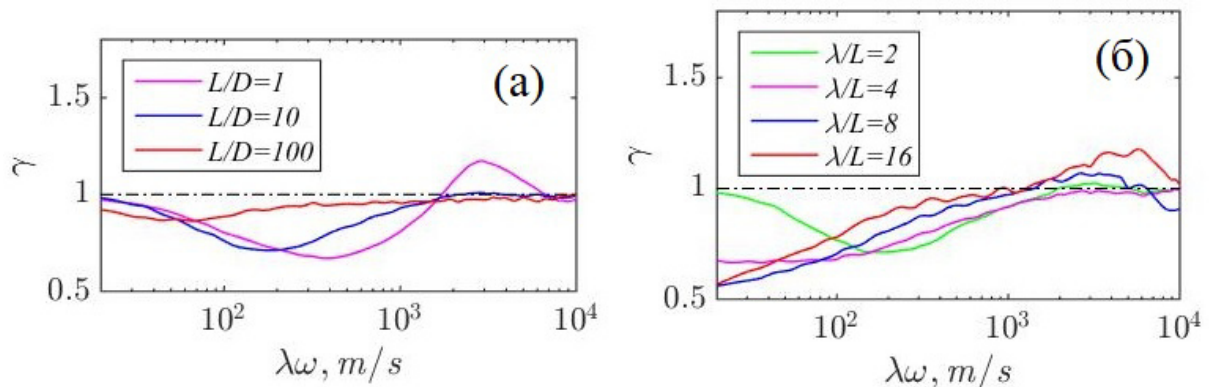


Рис. 3. Результаты моделирования в первой задаче. Зависимость коэффициента γ от характерной скорости $\lambda\omega$ для различных соотношений расстояний между перегородками L к диаметру канала D (а); для различных отношений длины “псевдоволны” к расстоянию между перегородками (б).

Канал с изгибающимися стенками. Вторая задача содержит больше параметров, и на рис. 4 представлены только основные результаты. Показано, что эффект разделения наблюдается при соотношении амплитуды волны к диаметру канала (A/D) порядка 0.2 (рис. 4а). При больших и меньших значениях эффект прокачки газа начинает доминировать, и устройство работает скорее, как газовый насос. Отмечено, что с увеличением длины волны λ эффект усиливается, но требует большей скорости волны k для достижения максимального эффекта (рис. 4а). Также отмечено, что с увеличением относительной длины канала L/D эффект разделения также усиливается (рис. 4б).

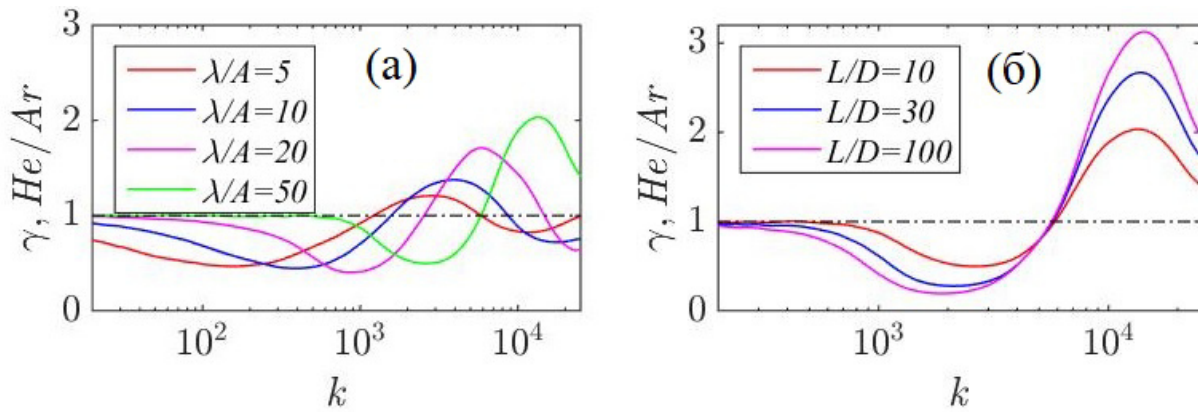


Рис. 4. Результаты моделирования во второй задаче. Зависимость коэффициента γ от характерной скорости k для различных соотношений длины волны λ к амплитуде колебаний A (а); и для различных отношений длины канала L диаметру канала D (б).

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования сверхвысокопроизводительными вычислительными ресурсами МГУ имени М.В. Ломоносова [12] и вычислительных ресурсов МСЦ РАН. Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 17-71-10227).

Литература

1. Friend J., Yeo L. Y. Microscale acoustofluidics: Microfluidics driven via acoustics and ultrasonics //Rev. Mod. Phys. 2011. V. 83. № 2. P. 647.
2. Nisar A., Afzulpulkar N., Mahaisavariya B., Tuantranont A. MEMS-based micropumps in drug delivery and biomedical applications //Sens. Actuators, B. 2008. V. 130. № 2. P. 917-942.
3. Iverson B. D., Garimella S. V. Recent advances in microscale pumping technologies: a review and evaluation //Microfluid. Nanofluidics. 2008. V. 5. № 2. P. 145-174.
4. Shi J., Ahmed D., Mao X., Colletti A., Huang T. J. Focusing microparticles in a microfluidic channel with standing surface acoustic waves (SSAW) //Lab on a Chip. 2008. V. 8. № 2. P. 221-223.
5. Shi J., Ahmed D., Mao X., Lin S., Lawit A., Huang T. J. Acoustic tweezers: patterning cells and microparticles using standing surface acoustic waves (SSAW) //Lab on a Chip. 2009. V. 9. № 20. P. 2890-2895.
6. Devendran C., Gunasekara N. R., Collins D. J., Neild A. Batch process particle separation using surface acoustic waves (SAW): integration of travelling and standing SAW //RSC Advances. 2016. V. 6. № 7. P. 5856-5864.
7. Ковалев В. Л., Косьянчук В. В., Якунчиков А. Н. Свободномолекулярное течение газа через колеблющуюся мембрану //Изв. РАН. МЖГ. 2014. № 4. С. 119-124.
8. Yakunchikov A., Kovalev V., Kosiantchouk V. Free-molecular gas flow through the oscillating membrane //Microfluid. Nanofluidics. 2015. V. 18. №. 6. P. 1039-1043.
9. Kosyanchuk V. V., Yakunchikov A. N., Bryukhanov Y. A., Konakov S. A. Numerical simulation of novel gas separation effect in microchannel with a series of oscillating barriers //Microfluid. Nanofluidics. 2017. V. 21. № 7. P. 116.
10. Косьянчук В. В., Якунчиков А. Н. Свободномолекулярное течение газа в канале с изгибающейся границей //Изв. РАН. МЖГ. 2018. № 3.
11. Bannerman M. N., Sargant R., Lue L. DynamO: a free O(N) general event-driven molecular dynamics simulator //J. Comput. Chem. 2011. V. 32. № 15. P. 3329-3338.
12. V. Sadovnichy, A. Tikhonravov, V. Voevodin, V. Opanasenko "Lomonosov": Supercomputing at moscow state university // Contemporary High Performance Computing: From Petascale toward Exascale. Chapman&Hall: Boca Raton, United States. 2013. P. 283-307.

СЕКЦИЯ 2

НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

О возможностях новой технологии минеральных покрытий для повышения износостойкости металлической поверхности при создании деталей вакуумной техники

*А.В. Сказочкин, *Г.Г. Бондаренко, **С.В. Кислов*

Калуга, Калужский филиал Российской академии народного хозяйства и государственной службы при Президенте Российской Федерации, 248021, Калуга, ул. Окружная 4, корп.3, avskaz@rambler.ru

** Москва, МИЭМ НИУ «Высшая школа экономики», 123592, Москва, ул. Таллинская, 34, gbondarenko@hse.ru*

*** Москва, ООО «Научно-производственный центр «Технологии минеральных покрытий», 119313, Москва, ул. Ленинский проспект 95, info@mico-tech.com*

В докладе представлены результаты экспериментов и испытаний образцов и деталей из стали, титана и дюралюминия с минеральными покрытиями, выполненными за последние три года. Показано, что создание минеральных покрытий значительно повышает износостойкость пар трения из металла, создает антикоррозионную защиту, стабилизирует коэффициент трения при нагреве, у образцов отсутствуют признаки схватывания, образцы выдерживают испытание на пластичность. Обзор сделан для оценки экспертами возможности применения технологии минеральных покрытий для повышения ресурса деталей, используемых при создании вакуумной техники.

Possibilities of a new technology for mineral coatings to increase the wear resistance of the metal surface for vacuum technology. A.V. Skazochkin, G.G. Bondarenko, S.V. Kislov. Results of experiments and tests of samples and details from steel, titanium and duralumin with the mineral coatings produced for the last three years are presented in the report. It is shown that creation of mineral coatings considerably increases wear resistance of couples of sliding friction from metal, creates anti-corrosive protection, stabilizes the friction coefficient when heating. Samples have no setting signs, samples pass pliability test. The review is made for the experts to evaluate the possibility of applying mineral coating technology to increase the life of parts used in vacuum technology.

Одним из перспективных направлений поверхностного упрочнения материалов является формирование минеральных покрытий на поверхности металлической детали [1,2]. Минеральные покрытия осуществляют защиту от изнашивания металлических деталей эксплуатируемых механических систем различного назначения, в том числе работающие в условиях агрессивной среды (высоких температур, абразива, кислот, морской воды), повышают их ресурс, снижают энергопотребление за счёт снижения механических потерь в машинах и механизмах [3].

Суть технологии заключается в создании модифицированного слоя (глубиной 5-50 мкм от поверхности металла) путем пластического деформирования поверхности, используя ультразвуковое, механическое и другого вида воздействия, активирующих вхождение ультрадисперсных частиц минералов природного происхождения в объем металла [2, 4-5].

Технология не изменяет геометрические размеры деталей, минеральные слои могут быть созданы локально, все технологические операции проводятся на воздухе при комнатной температуре [2-4].

При этом следует отметить, что технология минеральных покрытий не создает покрытия как такового, а создает модифицированный слой глубиной [2].

Микроструктурные исследования показали, что наблюдается поверхностный слой с зернистой структурой, четко отличающейся от структуры в объеме (отличающийся размером зерна), рис. 1.

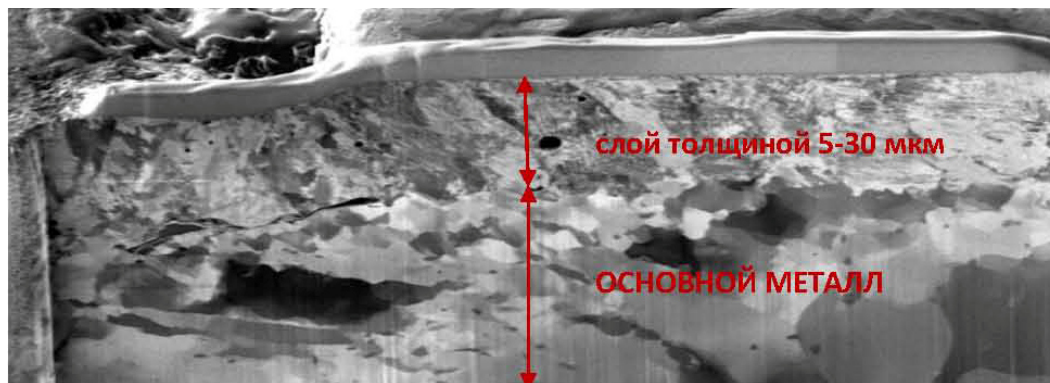


Рис.1. Поперечное сечение образца из стали 12X13 с минеральным покрытием (микроснимок получен методом трансмиссионной электронной микроскопии; сечение получено с помощью сфокусированного ионного пучка) [2].

После экспериментального и эксплуатационного подтверждения свойств минеральных покрытий, созданных в НПЦ «Технологии минеральных покрытий» (НПЦ ТМП) и НПО «Геоэнергетика», специалистами из Федерального института исследования и тестирования материалов (ВАМ, Германия) [2, 3], РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина, МИЭМ НИУ ВШЭ [3, 4], начался этап использования технологии промышленными предприятиями России и ЕС.

Минеральные покрытия значительно повышают износостойкость пар трения, осуществляют антикоррозионную и противоабразивную защиту, уменьшают коэффициент трения. В процессе практического применения минеральные покрытия были созданы на поверхности деталей из различного вида сталей, титане, чугуне, бронзе, меди. Также оказалось, что детали с минеральными слоями хорошо работают, во многих случаях демонстрируя преимущество над многими существующими в настоящее время покрытиями:

- в морской воде, соляном тумане, сероводороде, повышенной влажности, абразивной пыли, в присутствии различных кислот и другой агрессивной среде;
- высокой температуре (до 900°C), а также при термоциклических нагрузках в широком диапазоне температур [3].

Вопросы теоретического объяснения эффектов, возникающих при легировании металлов ультрадисперсными частицами минералов природного происхождения, пока носят характер предположений [5, 9]. В этих работах выделена специфика природных материалов, которые, возможно, способствуют достижению уникальных параметров деталей с минеральными покрытиями.

- минералы сформировались под воздействием высоких давлений и температур, которые недостижимы при промышленном получении;
- минералы содержат до сотни различных атомов различных веществ в одной молекуле, при этом атомы могут быть объединены в группы, которые могут менять свои аллотропические состояния при различном воздействии на поверхность детали при эксплуатации. Учет конкретных характеристик таких веществ затруднен, что вызывает необходимость в специальных приемах при определении и прогнозировании их физико-химических свойств.

Помимо причины, указанной выше, еще одной из причин является изменение свойств минералов при измельчении, а именно [5]:

- увеличение удельной поверхности, повышение поверхностной активности;
- переход вещества в новую модификацию;
- морфизация кристаллических веществ;
- дегидратация.

Настоящий доклад посвящен особым свойствам деталей с минеральными покрытиями, которые детали приобретают после создания на их поверхности модифицированного слоя, обогащенного минералами. Учитывая небольшое время доклада, мы постарались дать как ретроспективу основных результатов исследований, стендовых и эксплуатационных испытаний металлических деталей из некоторых видов сталей с созданными на их поверхности минеральными слоями, так и новые результаты исследований деталей из титана и дюралюминия с минеральными покрытиями. Обзор результатов экспериментов, выполненных за три последних года, сделан для оценки экспертами конференции возможности применения технологии минеральных покрытий для повышения ресурса деталей, используемых при создании вакуумной техники.

1. Повышение износостойкости деталей из стали с минеральным покрытием

Был исследован износ образцов с минеральными слоями в эксперименте по скольжению поршневого кольца в гильзе цилиндра со смазкой машинным маслом [6-7]. Исследования выполнены совместно с ВАМ, Германия.

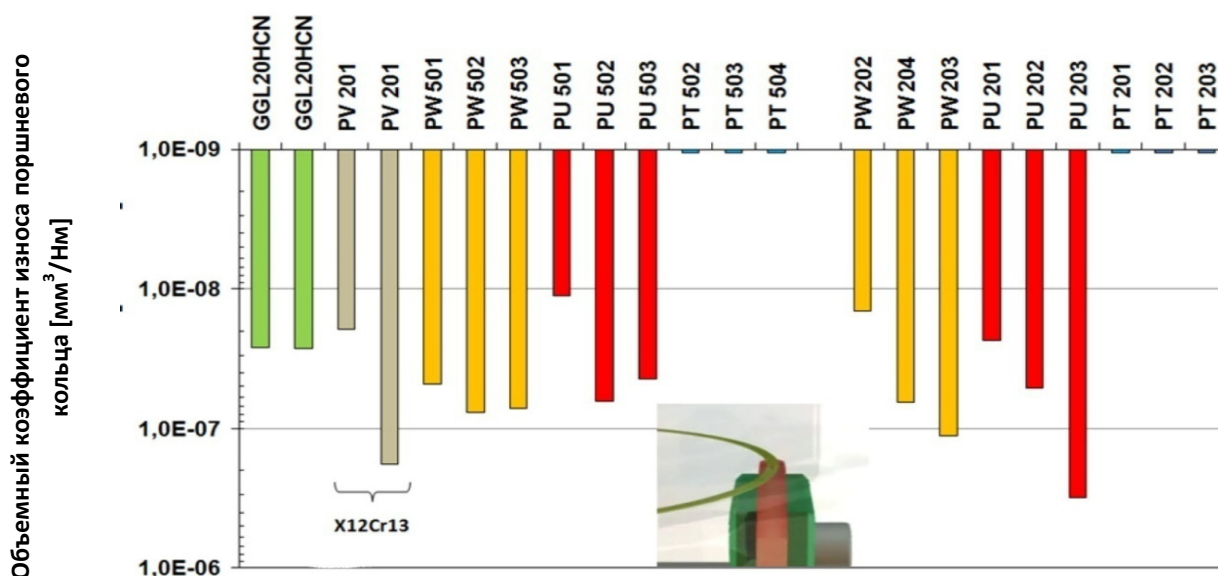


Рис. 2. Коэффициенты объемного износа поршневых колец, выполняющих скользящее перемещение при смешанных условиях смазки по чугуну и обработанной НПО «Геоэнергетика» стали 12X13 в машинном масле ($F_N = 50$ Н; $v = 0,3$ м/с; $T_{\text{масла}} = 170^\circ\text{C}$; $s = 24$ км).

Результаты, исследования демонстрируют, что создание минеральных слоев на поверхности колец серии РТ позволило получить степень износа на два порядка ниже, чем у стандартных образцов из серого литейного чугуна и необработанных колец из стали 12X13 и 20X13.

2. Комплексное испытание деталей из стали с минеральным покрытием на образцах имитаторах

В 2015-16 годах совместно со специалистами АО «Пензтяжпромарматура» НПЦ ТМП был проведен цикл комплексных испытаний имитаторов уплотнительных поверхностей арматуры. Испытания включали в себя эксперименты по определению износостойкости, фрикционных свойств, противозадирных свойств, испытание на пластичность и коррозионную стойкость имитаторов деталей с минеральным покрытием и без покрытий. Материал образцов: сталь 20X13, сталь 20, сталь 45X.

По результатам испытаний были сделаны следующие выводы [7]:

Образцы с минеральным покрытием демонстрируют значительное повышение износостойкости (в 4-5 раз по сравнению с образцами без минерального покрытия), отсутствуют признаки схватывания, образцы выдерживают испытание на пластичность (соответствуют ГОСТ Р 9.317-2010) и коррозионную стойкость в течение 650 часов в камере повышенной влажности.

3. Исследование температурной зависимости коэффициента трения

Стабилизация коэффициента трения при нагреве трущихся металлических поверхностей является важной и актуальной научно-технической задачей. Для решения этой задачи были исследована температурная зависимость образцов из стали с минеральным покрытием [8].

Весьма интересным для практического использования оказалось то, что для всех образцов с минеральным покрытием, как закаленных перед созданием слоя, так и не закаленных, коэффициент трения в указанном диапазоне температур остается практически неизменным. Диапазон изменений коэффициента трения в указанных температурных пределах не превышает 0.02.

4. Коэффициент объемного износа деталей с минеральным покрытием в режиме работы в дистиллированной и морской воде

В эксперименте был исследован износ образцов с минеральными слоями и без специальной обработки в эксперименте по скольжению дисков на тороиде со смазкой маслом Mobil SHC 639 (ссылка на методологию в работе [8]). Исследование скольжения в режиме смешанной/граничной смазки осуществлялось в дистиллированной воде и в синтетической морской воде.

По результатам экспериментов сделан вывод о том, что создание минеральных слоев по технологии [1] существенно понижает степень износа пар трения, работающих в воде, однако при этом необходим правильный подбор трущихся материалов.

5. Повышение износостойкости резьбовых соединений (труба-муфта) из хромсодержащих коррозионно-стойких сталей

Качественный результат был получен в стендовом эксперименте при создании износостойких, противозадирных резьбовых соединений труб из немагнитной стали Magnadur совместно с ООО «Ковровский завод бурового оборудования» [5]. Цель проведенных испытаний – определение ресурса работы комплекта ниппель-муфта соединения труб из стали Magnadur 501 с минеральным покрытием в сравнении с комплектом без минерального покрытия.

В результате стендовых испытаний комплект образцов трубы ниппель-муфта из стали Magnadur 501 с износостойким минеральным покрытием успешно выдержал планируемое число циклов свинчивания-развинчивания (400 циклов), что более чем на порядок больше, чем комплект образцов из этой стали без минерального покрытия (30 циклов).

6. Повышение износостойкости деталей из дюралюминия и титана

Для демонстрации возможностей технологии были выполнены сравнительные испытания деталей из дюралюминия Д16 Т и титана ВТ-6 с минеральными покрытиями и без покрытий. Измерение твердости, модуля упругости и износостойкости были выполнены специалистами ФГБНУ «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов» (ФГБНУ ТИСНУМ). Толщина минерального покрытия была не более 10 мкм. Измерения твердости проведены в диапазоне глубин от 1 до 4 мкм. Установлено, что минеральное покрытие увеличило твердость образца из титана примерно на 50% и уменьшило твердость образца из дюралюминия примерно на 30%. С другой стороны, создание минеральных слоев повысили износостойкость образца из титана в 5 раз, а образца из дюралюминия – более чем в 10 раз [9].

Детали экспериментов – в статьях и публичном докладе на конференции.

Заключение

Минеральные покрытия значительно повышают износостойкость пар трения из металла (сталь, титановый сплав, дюралюминий), осуществляют антикоррозионную и противоабразивную защиту, уменьшают и стабилизируют коэффициент трения при нагреве до 140°C, у металлических образцов (некоторые виды сталей) отсутствуют признаки схватывания, образцы выдерживают испытание на пластичность. В результате модификации поверхностных слоев металла минералами природного происхождения улучшаются трибологические параметры поверхности металлической детали, что влияет на ее износостойкость и ресурс.

Технологически минеральные покрытия можно создавать на сложных металлических поверхностях, в том числе поверхностях с оксидными пленками, направками, многослойными структурами.

Минеральные покрытия представляют собой перспективный технологический инструмент для повышения износостойкости и коррозионной стойкости деталей, узлов и механизмов из различных видов стали, а также потенциально из титана и алюминиевых сплавов для использования в различных отраслях промышленности.

Литература

1. Кислов С.В., Кислов В.Г., Лазарев С.Ю. «Способ формирования комбинированного минерального поверхностного слоя на металлических деталях, защищающего их от воздействия агрессивных сред и с заданными триботехническими свойствами». Патент на изобретение №2421548 от 20.06.2011 г., заявка 2009142259/02, дата подачи 18.11.2009 г.
2. Кислов С.В., Кислов В.Г., Сказочкин А.В., Бондаренко Г.Г., Тихонов А.Н. Эффективные минеральные покрытия для упрочнения поверхности металлических материалов / *Металлы*, 2015, №4, с.56-63.
3. Балаш П.В., Кислов С.В., Сказочкин А.В. Малое инновационное предприятие: возможности развития технологии и масштабирования бизнеса, журнал «Инновации», 2015, №12, с.95-105.
4. Кислов С.В., Кислов В.Г., Балаш П.В., Сказочкин А.В., Бондаренко Г.Г., Тихонов А.Н. Повышение износостойкости резьбового соединения стальных насосно-компрессорных труб при нанесении минерального покрытия / *Нефтегазовое дело*, 2015, №4, с.216-230.
5. Кислов С.В., Балаш П.В., Кислов В.Г., Сказочкин А.В. Использование минеральных покрытий для повышения износостойкости хромсодержащих коррозионно-стойких сталей / *Химическая техника*, 2016, №8, с.20-30.
6. Kislov S.V., Kislov V.G., Balasch P.V., Skazochkin A.V., Bondarenko G.G. and Tikhonov A.N. Wear resistance of a metal surface modified with minerals / *Materials Science and Engineering / IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 110 (2016).
7. Кислов С.В., Балаш П.В., Кислов В.Г., Сказочкин А.В. Минеральные многофункциональные покрытия – новый вид защитных покрытий для конструкционных материалов / *Коррозия территории «Нефтегаз»*, 2016 №3, с.80-84.
8. Кислов С.В., Балаш П.В., Кислов В.Г., Сказочкин А.В. Исследование некоторых трибологических параметров металлической поверхности, модифицированной минералами / журнал «Насосы. Турбины. Системы», 2016, №4, с.35-45.
9. Сказочкин А.В., Усейнов А.С., Кислов С.В. Поверхностное упрочнение титанового сплава минералами, Письма о материалах, 2018, №1 (статья принята к публикации).

Изучение эпитаксиального соответствия карбида кремния на кремнии

*В.К. Егоров, *Е.В. Егоров, **С.А. Кукушкин, **А.В. Осипов*
ИПТМ РАН, Черноголовка, Московская область, 142432 Россия, egorov@iptm.ru
**РУДН, Москва, Россия*
***ИПМ РАН, Санкт-Петербург, Россия*

В работе дана краткая характеристика метода каналирования ионов в материале, позволяющего однозначно интерпретировать наличие/отсутствие структурной гетероэпитаксии. Описаны структурные особенности кристаллического строения Si и SiC. Приведены экспериментальные данные, доказывающие наличие гетероэпитаксии в структурной композиции SiC (001)/Si (111) для пленки политипа карбида кремния 6H толщиной 100 нм.

Study of silicon carbide epitaxy on silicon substrate. V.K. Egorov, E.V. Egorov, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. The work presents a short description of the ion beam channeling method for material diagnostics. It makes possible to explain the presence / absence of structure heteroepitaxy. Peculiarities of Si and SiC crystal construction are discussed. Experimental data are presented proving the heteroepitaxy existence in SiC (001)/Si (111) structural composition when the carbon silicide coating has 6H polytype modification with the thickness 100 nm.

ВВЕДЕНИЕ

Главной отличительной чертой монокристаллического строения материала является наличие строго упорядоченного расположения атомов в их кристаллографических позициях, соответствующего группе симметрии его кристаллической решетки, с жестко фиксированными расстояниями между центрами атомов. В этих центрах сосредоточена масса атомов, в основном определяемая массой их ядер, и положительный заряд, соответствующий их атомному номеру. Наличие строгого упорядочения позволяет рассматривать монокристаллический материал как совокупность атомных цепочек, ориентированных вдоль главных кристаллографических направлений в кристалле. Поскольку диаметр ядер значительно меньше атомных размеров, потенциал между атомными цепочками может быть представлен функцией, по форме близкой к английской букве джу (u) [1]. При попадании в такую потенциальную яму быстрые ионы начинают двигаться по осциллирующим траекториям (рис. 1). Такой тип движения ионов в кристаллическом материале принято называть осевым каналированием ионного потока [2]. Он характеризуется более глубоким проникновением потока ионов в объем материала, с которым он взаимодействует, в сравнении с глубиной, на которую он проникает в случайно ориентированный монокристалл.

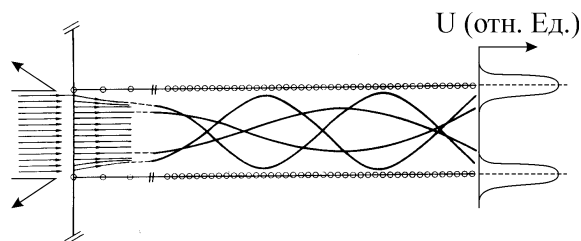


Рис. 1. Модель осцилляционного распространения потока высокоэнергетических ионов в пространстве между цепочками упорядоченно расположенных ядер атомов и функция потенциала в этом пространстве.

Монокристаллическое строение материала может быть представлено не только в форме упорядоченного расположения атомных цепочек, но и атомных плоскостей. При ориентированном попадании ионного потока в межплоскостные области кристалла также наблюдается каналирование, которое принято называть плоскостным. В сравнении с осевым, плоскостное каналирование ионов является менее ярким эффектом и используется в экспериментальных исследованиях лишь для решения узко специализированных задач [3].

В экспериментальном плане явление каналирования ионов в монокристаллах приводит к резкому снижению интенсивности выхода их рассеяния на ядрах атомов зондируемого материала. Этот эффект достаточно точно описывается формулой Резерфорда, предполагающей упругое взаимодействие положительно заряженного иона, налетающего на положительно заряженное покоящееся ядро атома [4]. Такой подход годится для описания взаимодействия ионных пучков средних энергий ($E_0=0.5-2.5$ МэВ) в предположении статистически распределенных атомов по объему тестируемого материала, т.е. для монокристаллов при их случайной ориентации относительно направления распространения ионного потока. С учетом атомной плотности материалов резерфордовский подход позволяет адекватно описывать эффект взаимодействия ионного потока с веществом [5]. В случае наличия ориентационного соответствия между направлением распространением ионного потока и одной из главных кристаллографических осей исследуемого монокристалла, наблюдается существенное уменьшение эффективности рассеяния этого потока за счет захвата части ионов в осевые кристаллические каналы. На рисунке 2 приведен пример, наглядно иллюстрирующий такое изменение. На нем показаны спектры резерфордовского обратного рассеяния (РОР) потока ионов гелия на ядрах атомов монокристалла кремния, полученные в условиях его случайной ориентации относительно направления потока распространения ионов, и при их осевом каналировании вдоль кристаллографического направления [100]. Спектры демонстрируют реальное уменьшение выхода рассеяния ионов в условиях осевого каналирования более чем в 20 раз. При осевом каналировании глубина проникновения ионов внутрь кристалла увеличивается в 3-5 раз вследствие уменьшения тормозных потерь. Такое уменьшение является отражением снижения степени взаимодействия с электронами внутренних оболочек атомов. Поэтому в условиях каналирования помимо уменьшения выхода рассеяния ионов снижается и выход рентгеновской флуоресценции, вызываемой ионным возбуждением. Но одновременно увеличивается выход ионolumинесценции, обусловленной взаимодействием с внешними электронами [6].

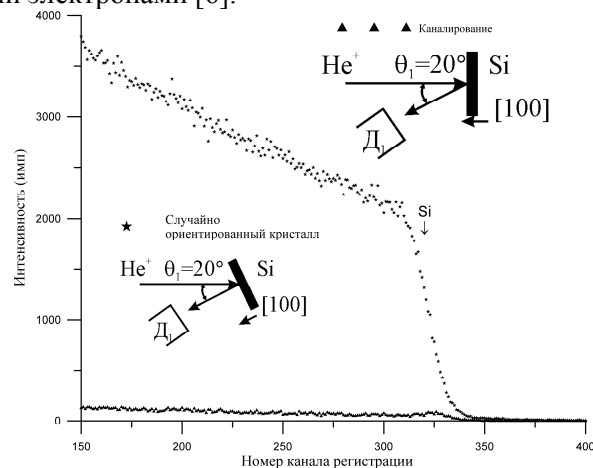


Рис. 2. Экспериментальные спектры РОР потока ионов He^+ ($E_0=1.22$ МэВ), полученные для монокристалла Si в его случайной ориентации относительно направления распространения ионов (*) и в условиях каналирования ионного потока вдоль кристаллографической оси [100]. Стрелкой отмечена энергия, соответствующая рассеянию на ядрах поверхностных атомов. Энергетический шаг 1.9 кэВ/канал.

Явление каналирования сопровождается и целым рядом других интересных эффектов [7], но его главной особенностью является возможность непосредственно отличать наличие монокристалличности (или гетероэпитаксии) от высококачественного текстурирования. В рентгенодифракционном анализе материалов принято, что для установления монокристалличности материала или наличия эпитаксии в гетерокомposite необходимо и достаточно регистрации в специальной геометрии отражений общего вида (hkl) [8]. Однако наши последние исследования гетероструктуры Au /мусковит убедительно показали, что наличие рефлексов общего положения не является достаточным фактором, доказывающим полное ориентационное соответствие пленочной и подложечной структуры [9]. Реальным фактором, доказывающим наличие гетероэпитаксии в гетерокомposite структурах представляется наблюдение в них осево-

го каналирования ионных потоков. Возможность каналирования ионов – это прямое следствие наличия ориентационного соответствия между сопрягаемыми кристаллическими структурами по всем трем кристаллографическим осям. Поэтому в данной работе для исследования возможного ориентационного согласия гексагональной структуры SiC и кубической структуры кремния помимо дифрактометрических исследований был выполнен анализ экспериментальных гетероструктур SiC/Si с помощью каналирования потоков ионов гелия и водорода. Для этих исследований были использованы аналитические возможности ионно-пучкового комплекса Сокол-3 [10].

МЕТОД ТВЕРДОФАЗНОГО НАРАЩИВАНИЯ ПЛЕНКИ SiC НА КРЕМНИИ

Разработка технологий получения монокристаллических пленок карбида кремния с совершенной кристаллической структурой на кремниевых подложках представляется весьма актуальным направлением развития нанoeлектроники и фотоники. В настоящее время развита технология выращивания монокристаллов карбида кремния и освоено производство подложечного материала на базе этого соединения [11]. Однако стоимость подобных пластин крайне высока и их использование плохо сочетается с кремниевой технологией. Поэтому, несмотря на существенные структурные и термические различия кремния и его карбида (Si характеризуется кубической решеткой типа алмаз $a=0.357$ нм; SiC кристаллизуется с образованием нескольких политипов с гексагональной структурой 2H, 4H, 6H и с кубической решеткой $a=0.357$ нм [12]) предпринимались попытки получения пленок SiC на кремнии [13]. При этом основное внимание акцентировалось на разработке типа буферной зоны между пленкой и подложкой, которая позволила бы обеспечить ориентационное соответствие между ними и минимальную дефектность кремний-карбидного покрытия. Исследования показали, что природа позволяет получить буферную зону с необходимыми свойствами на основе использования метода твердофазной эпитаксии с применением газообразных компонентов [14-16]. Основанием разработки этого метода явились экспериментальные данные о высокой диффузионной подвижности молекул CO и SiO в кристаллической структуре карбида кремния [17,18]. Технически метод реализуется помещением монокристаллической кремниевой подложки выбранной ориентации в газовую среду монооксида углерода и подбора давления газа и температуры нагрева кремния. При определенных условиях между кремнием и моноокисью углерода происходит химическая реакция с образованием конденсированных молекул карбида кремния и газообразных молекул монооксида кремния. При этом существенно, что в конденсированном состоянии одна молекула SiC заменяет два атома кремния, т.е. в области протекания твердофазной реакции появляются структурные вакансии. Возникновение вакансий позволяет существенно снизить значения упругих напряжений, связанных с различием размеров элементарных ячеек кремния и его карбида, а также унаследовать ориентационную зависимость структуры появляющейся карбидной фазы от исходной кремниевой материнской структуры. Эксперименты показали, что при температуре 1300°C может быть получена гетероструктура SiC/Si с толщиной покрытия около 100 нм.

Важной технологической особенностью метода твердофазной эпитаксии с участием газовой составляющей является тот факт, что структурные вакансии, возникающие в кремнии в ходе химической реакции, оказываются не связанными с кристаллической решеткой кремний-карбидной пленки, а сосредотачиваются под покрытием, тем самым образуя буферную зону пористого кремния между структурой подложки и пленки. Эта зона с одной стороны, сохраняет ориентационные свойства гетероструктуры, а с другой – позволяет компенсировать различие в коэффициентах термического расширения кремния и его карбида.

Модель технологического метода твердофазной эпитаксии с участием газовой фазы и предварительные измерения [15,16,19] дали основание предполагать, что получаемые гетероструктуры характеризуются действительным эпитаксиальным соответствием пленок карбида кремния и кремниевых подложек. Поскольку однозначный ответ на этот вопрос может быть получен только с использованием каналирования ионов в гетероструктурах, в работе проведено исследование гетероструктур данного типа с использованием ионно-пучкового комплекса Сокол-3 (УНУ №45) [20] совместно с их дифрактометрическим изучением.

ИОННО-ПУЧКОВЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС СОКОЛ-3

Основным узлом ионно-пучкового аналитического комплекса Сокол-3 является электростатический генератор Ван де Граафа – ЭСУ-2, который позволяет генерировать поток ио-

нов He^+ и H^+ в энергетическом интервале 0.05-2.00 мегаэлектронвольта с разбросом энергии в пучке 0.1-0.3 килоэлектронвольта.

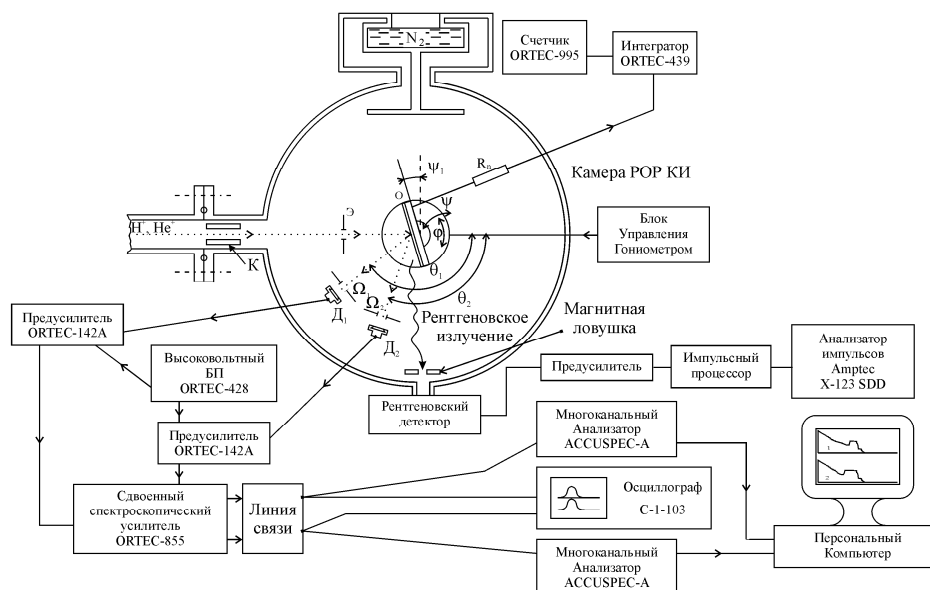


Рис. 3. Схема расположения гониометра с образцедержателем, детекторов рассеянных ионов и регистратора выхода рентгеновской флуоресценции в камере POP ионно-пучкового комплекса Сокол-3 и электронных систем внешней записи сигналов.

Аналитическая камера комплекса, схема которой показана на рисунке 3, оснащена гониометром, который имеет две угловые и одну поступательную степени свободы, и системой ионоколлимирующих устройств. В камере предусмотрена возможность фиксации величины ионного тока пучка, рассеянного образцом, имеется двухдетекторная система параллельной регистрации выхода рассеяния ионов для двух различных угловых направлений. Камера располагает детектором выхода характеристической рентгеновской флуоресценции, инициированной ионными пучками. Вакуум в измерительной камере обеспечивается тандемом турбомолекулярного и магниторазрядного насосов на уровне $1 \cdot 10^{-6}$ торр ($7 \cdot 10^{-3}$ Па).

Камера используется для реализации всего комплекса ионно-пучковых аналитических методов элементной диагностики материалов. Все ионно-пучковые диагностические методы являются неdestructивными [5,7]. Базовым методом диагностики является резерфордовское обратное рассеяние (РОР). При этом в условиях рассеяния потоков ионов водорода необходимо иметь в виду существенное значение нерезерфордовского вклада в величину выхода рассеяния, которое особенно существенно при диагностике легких элементов [21]. Главной особенностью РОР измерений является его абсолютность, т.е. отсутствие необходимости использования стандартов и эталонов. Метод многоэлементен и позволяет получать концентрационные профили по толщине исследуемой мишени для элементов от Li до U с разрешением по глубине вплоть до 2 нанометров. Метод РФА при ионном возбуждении, также реализованный в рамках установки Сокол-3, позволяет фиксировать наличие примесных элементов в исследуемых пробах для всех элементов начиная со фтора на уровнях 10^{-6} - 10^{-9} % ат. (в зависимости от типа примеси). Кроме того, на установке Сокол-3 возможна диагностика концентрационного профиля содержащая водород методом ядерной отдачи [22], а также анализ наличия изотопов различных атомов в материалах методом ядерных реакций [23].

ИЗУЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ КАРБИДА КРЕМНИЯ СТРУКТУРНОГО ПОЛИТИПА 6H

Карбид кремния способен кристаллизоваться в целом ряде структурных модификаций, называемых политипами [24]. Среди них наиболее часто встречающимися являются 2H-SiC, 4H-SiC, 6H-SiC и 3C-SiC. Первые три модификации относятся к гексагональным политипам, а

последний является кубической структурой. Все кристаллографические модификации карбида кремния кристаллизуются в соответствии с законом сферической плотной упаковки (рис. 4а). Поскольку размер атомов кремния существенно превосходит диаметр атомов углерода, плотноупакованными структурными элементами оказываются атомы Si. В зависимости от типа последовательности слоев результирующая структура может характеризоваться кубической или гексагональной симметрией. Гексагональный политип 6H, который является наиболее распространенным, характеризуется последовательностью плотноупакованных слоев атомов кремния ABCACB... Проекция этого политипа в направлении [1120] показана на рисунке 3б. Такую структуру принято называть «вюрцитоподобной», в которой атомы углерода занимают половину образованных плотной упаковкой атомов Si тетраэдрических пустот. Данный политип характеризуется размерами кристаллической решетки $a=0.308$ нм, $c=1.512$ нм. Карбид кремния имеет плотность 3.21 г/см³. 6H политип является высокотемпературной структурной модификацией, стабильной при $t>1700^{\circ}\text{C}$. При быстром охлаждении политип сохраняет свои структурные особенности [24]. Монокристаллы этой структурной модификации размером порядка $10\times 10\times 1$ мм³ могут быть легко приготовлены методом Лели [25]. Выращенные этим методом кристаллы имели форму тонких пластин площадью около 1 см² толщиной 1 мм и характеризовались слабой зеленой окраской. Плоскости пластин имели ориентацию (001).

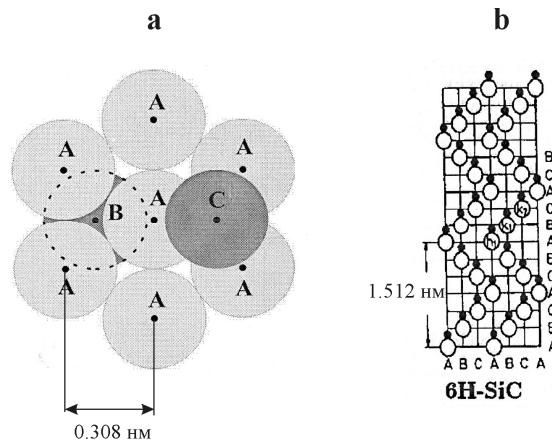


Рис. 4. Схематическое расположение атомов Si и C в структуре политипа 6H-SiC в проекции [1120] (б) и проекции [0001] (а). A, B, C – плоскости плотнейшей упаковки, образованные атомами кремния.

На рисунке 5 приведен фрагмент дифрактограммы, полученной в фокусирующей геометрии Брега-Брентано на дифрактометре HZG-4, монокристаллической пластины 6H-SiC, приготовленной классическим методом Лели. Помимо основного структурного пика $d_{006}=0.253$ нм ($\theta K\alpha=8.08^{\circ}$), на дифрактограмме отчетливо наблюдается сверхструктурный максимум $d_{001}=1.52$ нм ($\theta K\alpha=1.68^{\circ}$), что является прямым доказательством наличия политипного упорядочения типа 6H. Дифрактометрические измерения данного образца в условиях «косых» съемок (т.е. в условиях вывода поверхности образца из отражающего положения) показали, что данный образец характеризуется дифрактометрическими отражениями общего положения, что позволяет предполагать, что данный объект может являться монокристаллом.

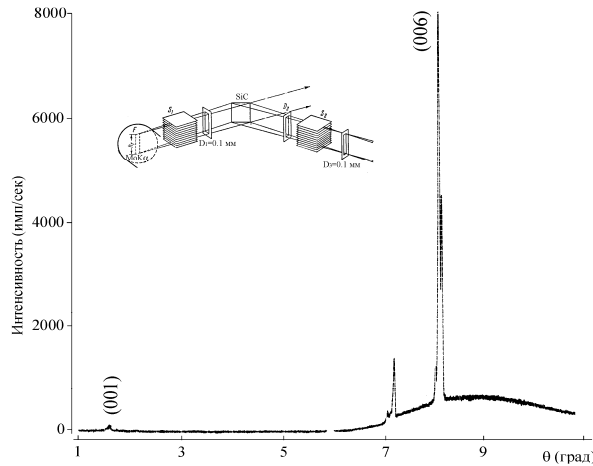


Рис. 5. Фрагмент дифрактограммы кристаллической пластины SiC, имеющей предпочтительную ориентацию [001] перпендикулярно плоскости пластины. Наличие рефлекса (001) позволяет утверждать, что пластина характеризуется политипией типа 6H. Дифрактометрия выполнена с использованием излучения MoK α .

На рис. 6 представлены спектры РОР потоков ионов гелия и водорода на пластине 6H-SiC, приготовленной классическим методом Лели, полученные в условиях случайной ориентации пластины относительно направления распространения ионных потоков и в ориентированном положении. В ориентированном положении наглядно наблюдается эффект осевого каналирования ионных потоков в структуре карбидо-кремниевой пластины, доказывает ее монокристалличность. Рентгенофлуоресцентный анализ в условиях полного внешнего отражения (РФА ПВО) показал наличие в структуре карбида кремния до 1% ат. атомов Ca, Fe и Cu, суммарно.

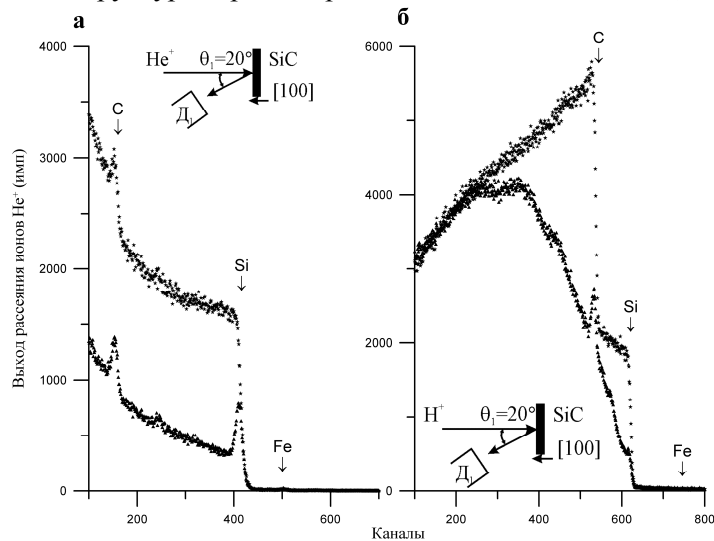


Рис. 6. Спектры РОР, ионов He⁺ ($E_0=1.575$ МэВ) (а) и H⁺ ($E_0=1.526$ МэВ) (б) полученные в условиях каналирования (Δ) и случайной ориентации (*) монокристалла 6H-SiC, приготовленного методом Лели. Острые пики, наблюдаемые на спектрах каналирования, соответствуют рассеянию на ядрах атомов Si и C, находящихся на поверхности кристалла. Энергетический шаг 1.9 кэВ/канал.

Полезной особенностью наблюдения эффекта каналирования потока ионов водорода в монокристаллах является возможность оценить глубину, на которой эффект каналирования прекращается. Физическая причина деканалирования ионного потока на некоторой глубине материала связана с тем, что по ходу его движения у ионов появляется перпендикулярная составляющая скорости, и по мере углубления потока в объем материала количество ионов, дви-

гающихся вдоль каналов, сокращается. Расчеты показывают, что в материале 6H-SiC имеющего структурного качества для потока ионов водорода с энергией $E_0=1.526$ МэВ глубина деканалирования составляет 4.5 микрометра.

ИЗУЧЕНИЕ ЭПИТАКСИАЛЬНОСТИ В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ SiC/Si

Изучение гетероструктур SiC/Si (111), получаемых методом твердофазного синтеза, было начато с их дифрактометрии. На рис. 7 показан фрагмент дифрактограммы одной из таких гетероструктур, полученной с использованием источника излучения БСВ-27 (Cu) в фокусирующей геометрии Брега-Брентано. На рентгенограмме представлены интенсивные рефлексы Si (111) α и Si (111) β линий, характеризующие ориентацию структуры подложки кристаллографической осью [111] перпендикулярно поверхности гетероструктуры. Там же наблюдаются пики SiC (006) α , SiC (006) β , также показывающие ориентацию пленочной структуры карбида кремния своей гексагональной осью перпендикулярно плоской поверхности гетероструктуры. Такое соответствие может наблюдаться как при наличии эпитаксии, так и в условиях образования текстуры [9]. При этом существенно отметить, что плоскость (111) кремниевой структуры характеризуется сеткой плотной упаковки с межатомным расстоянием 0.384 нм, а аналогичная сетка плотной упаковки атомов Si в плоскости (001) структуры 6H-SiC – 0.308 нм. При столь значительной разнице в межатомном расстоянии прямое эпитаксиальное сращивание пленочной и подложечной структур практически невозможно [26]. Именно по этой причине технология твердофазной эпитаксии, кратко изложенная выше, предполагала создание буферной зоны между сложно соизмеримыми структурами пленки и подложки [27].

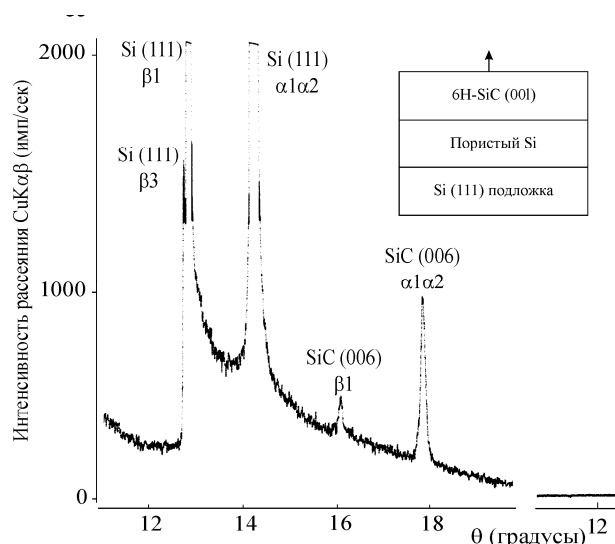


Рис. 7. Фрагменты дифрактограммы гетероструктуры 6H-SiC (001)/Si (111), полученные в фокусирующей геометрии Брега-Брентано, позволяющие утверждать наличие осевого соответствия между кристаллографическим направлением подложки [111] и гексагональной осью пленки 6H-SiC, графически показанного на врезке.

В качестве первой задачи ионно-пучковой диагностики SiC/Si гетероструктур рассматривался анализ распределения элементов по их толщине, который позволяет аналитически реконструировать результаты технологического процесса. На рисунке 8 представлены экспериментальные спектры РОР ионных пучков гелия (а) и водорода (б), полученные для гетероструктуры 6H-SiC/Si, и теоретические огибающие, которые позволяют аппроксимировать элементный концентрационный профиль по ее толщине.

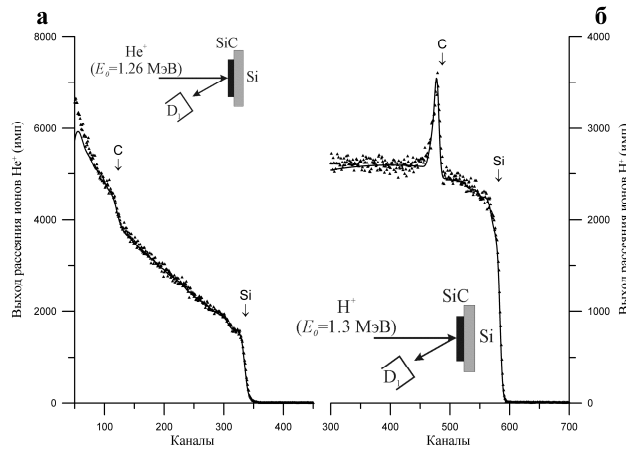


Рис. 8. Экспериментальные и теоретические спектры POP потоков ионов He^+ ($E_0=1.26$ МэВ) (а) и H^+ ($E_0=1.3$ МэВ) (б) для гетероструктуры $6H-SiC/Si$, полученные в условиях случайной ориентации мишени относительно направления распространения ионных потоков. Энергетический шаг 1.9 кэВ/канал.

Аппроксимация спектров, показанных на рисунке 8, вместе со спектрами, зарегистрированными вторым детектором, установленным под углом к направлению распространения ионных потоков 120° , проводилась с помощью пакета программ RUMPP, который является результатом выполненной нами модификации аппроксимационной интерактивной программы RUMP [28]. Результаты аппроксимации представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты аппроксимации комплекта спектров POP ионов He^+ и H^+ , полученных для гетероструктуры $6H-SiC/Si$ приготовленной методом твердофазной эпитаксии с использованием газовой фазы при температуре $1300^\circ C$.

№	Состав, усредненный по толщине слоя	Толщина, нм	Примечание
1	Si_1C_1	75 ± 5	Гомогенен по толщине
2	$Si_1C_{0.6}$	45 ± 6	Наблюдается вариация состава
3	$0.85Si_{0.75} \square_{0.25} + 0.15Si_1C_1$	100 ± 10	Не гомогенен
4	$0.9Si_{0.8} \square_{0.2} + 0.1Si_1C_1$	100 ± 10	Не гомогенен
5	$0.95Si_{0.9} \square_{0.1} + 0.05Si_1C_1$	100 ± 10	Не гомогенен
6	$Si_{0.94} \square_{0.06}$	500 ± 50	Не гомогенен
7	$Si_{0.98} \square_{0.02}$	500 ± 50	Не гомогенен
8	Si_1	$0.5 \cdot 10^6$	Подложка

Следующей задачей ионно-пучковой диагностики гетероструктуры $6H-SiC/Si$ являлось экспериментальное установление факта наличия-отсутствия структурной эпитаксии. Для решения этой задачи были проведены поиски условий возможного каналирования потоков ионов гелия и водорода вдоль оси согласия, соответствующей кристаллографическому направлению $[001]$ в поверхностной пленочной структуре $6H-SiC$ и кристаллографическому направлению $[111]$ кремниевой монокристаллической подложки.

На рисунке 9 показаны экспериментальные спектры POP потока ионов водорода ($E_0=1.1$ МэВ), полученные для случайной ориентации гетероструктуры $6H-SiC/Si$ относительно направления распространения ионного потока, а также в условиях совпадения этого направления с осью ориентационного согласия монокристаллической пленки карбида кремния и кремниевой подложки.

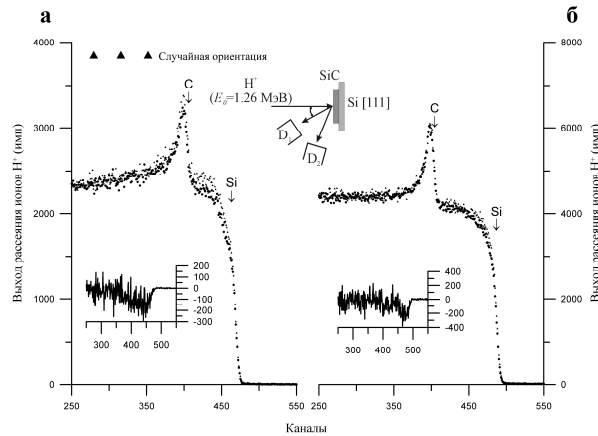


Рис. 11. Спектры ROP потока ионов H^+ ($E_0=1.1$ МэВ), полученные для случайной ориентации гетероструктуры 6H-SiC/Si относительно направления распространения потока ионов и в условиях согласия оси сопрягаемых структур с направлением распространения потока. Спектры были зарегистрированы одновременно под углами рассеяния $\theta_1=160^\circ$ (а) и $\theta_2=120^\circ$ (б). На врезках изображена геометрия измерений и разностные спектры между неориентированным и ориентированным положениями гетероструктуры. Энергетический шаг 1.9 кэВ/канал. Стрелками указаны энергии рассеяния ядрами поверхностных атомов.

Сравнение спектров, зарегистрированных в ориентированном и неориентированном положении гетероструктуры, демонстрирует некоторое уменьшение выхода рассеяния в ее ориентированном положении для поверхностного слоя толщиной около 2 микрон. Сопоставление данных по каналированию потока ионов водорода в гетероструктуре 6H-SiC/Si, полученной методом твердофазной эпитаксии с участием газовой фазы, и результатов элементного концентрационного профилирования по толщине этой мишени, представленных в таблице 1, позволяет утверждать, что в ней действительно наблюдается эпитаксиальное соответствие, причем по всей слоистой структуре.

В целом выполненный ионно-пучковый анализ гетероструктуры 6H-SiC/Si подтверждает наличие эпитаксиального соответствия во всей полученной структурной композиции, но при этом констатирует крайне низкое качество структурных элементов, составляющих эту композицию.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе кратко изложены особенности исследований материалов с помощью каналирования ионов средних энергий в монокристаллических и эпитаксиальных структурах. Дано описание кристаллического строения структур кремния и карбида кремния и кратко изложены принципы гетерофазного эпитаксиального роста в условиях использования газофазовых реакций. Приведены рентгеновские и ионно-пучковые данные, позволяющие утверждать наличие эпитаксиального согласия между кремниевой подложкой и пленкой карбида кремния. При этом выявлено, что пленка SiC и переходный слой, имеющий высокую концентрацию вакансий, характеризуется значительной структурной неидеальностью.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность за помощь в работе М.С. Афанасьеву. Работа выполнена в соответствии с государственным заданием №007-00220-18-00 и при частичной финансовой поддержке РФФИ (№16-07-00665). Публикация подготовлена при поддержке Программы РУДН «5-100».

Литература

1. L.C. Feldman, J.W. Mayer, S.T. Picraux. Material analysis by ion channeling. Academic Press: New York. 1982. 300 p.

2. Э.Т. Шипатов. Каналирование ионов. Изд. Ростовского Университета: Ростов-на-Дону. 1986. 140 стр.
3. High energy ion beam analysis of solids / Eds. by G. Gotz, K. Gartner. Academic-Verlag: Berlin. 1988. 376p.
4. К.Н. Мухин. Введение в ядерную физику. Атомиздат: М. 1965. 720 стр.
5. Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, И.С. Ташлыков. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Изд. Университетское: Минск. 1987. 256 стр.
6. V.K. Egorov, A.P. Zuev, E.V. Egorov. Scintillation response of monocrystal PbWO₄ to random and channeling ions // NIM, 1996. B119. P. 418.
7. B. Schmidt, K. Wetzig. Ion beams in material processing and analysis. Springer: Wien. 2013. 418 p.
8. Ю.Н. Дроздов. Рентгеновская дифрактометрия гетероэпитаксиальных слоев и многослойных структур на их основе. Диссертация на соискание степени д.ф.м.н. изд. ИФМ РАН: Н. Новгород. 2006. 404стр.
9. В.К. Егоров, Е.В. Егоров, Ю.М. Миронов. Исследование гетероструктуры Au/мусковит. Сб. научных трудов 20 Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России». Изд. МГТУ им. Н.Э. Баумана: М. 2015. С. 178-184.
10. В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев. Ионно-пучковая диагностика тонкопленочных перовскитовых покрытий // Наноинженерия, 2012. №11. С. 38.
11. В. Лушкин, Ю. Таиров. Отечественный полупроводниковый карбид кремния, шаг к паритету // Современная электроника, 2009. №7. С. 12.
12. A.A. Lebedev. Heterojunctions and superlattices based on silicon carbide (topical review) // Semicond. Sci. Technol., 2006. v21. P. R17.
13. C. Ricciardi, E.A. Boot, F. Georgis, P. Mardracci, U.M. Meotto, G. Barucca. Polycrystalline SiC growth and characterization // Appl. Surf. Sci., 2004. v238. P. 331.
14. С.А. Кукушкин, А.В. Осипов, Н.А. Феоктистов. Способ изготовления изделия, содержащего кремниевую подложку с пленкой из карбида кремния на ее поверхности. Патент РФ №2363067, приоритет от 22.01.2008.
15. С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. Новый метод твердофазной эпитаксии карбида кремния на кремнии, модель и эксперимент // ФТТ, 2008. т50(7). С. 1188.
16. С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. Анизотропия твердофазной эпитаксии карбида кремния на кремнии // ФТП, 2013. т47(12). С. 1575.
17. D. Ventra, S.T. Pantelides. Atomic-scale mechanism of oxygen precipitation and thin film oxidation of SiC // Phys. Rev. Lett., 1999, v83. P. 1624.
18. S. Wang, M.D. Ventra, S.G. Kim, S.T. Pantelides. Atomic-scale dynamics of the formation and dissolution of carbon clusters in SiO₂ // Phys. Rev. Lett., 2001, v86. P. 5946.
19. С.А. Кукушкин, А.В. Лукьянов, А.В. Осипов, Н.А. Феоктистов. Эпитаксиальный карбид кремния на 6-дюймовой пластине кремния // Письма в ЖТФ, 2014. т.40, вып. 1. С. 71.
20. В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев. Возможности ионно-пучковой диагностики тонкопленочных эпитаксиальных и неориентированных структур // Изв. РАН, серия Физическая, 2014. т78(6). С. 700.
21. E. Rauhala. Proton elastic scattering cross-sections of carbon, nitrogen and silicon for backscattering analysis in the energy range 0.7-2.5 MeV // Nucl. Inst.&Meth., 1986. B12. P. 447.
22. J. Tirira, Y. Serruys, P. Trocellier. Forward recoil spectrometry, application to hydrogen determination in solids. Plenum: New York. 1996. 440 p.
23. А. Верна, П. Кришна. Полиморфизм и политипизм в кристаллах. Мир: М. 1969. 274 стр.
24. Г.Г. Гнесин. Карбинокремниевые материалы. Металлургия: М. 1977. 216 стр.
25. J.A. Lely. Darstellung von einkristallen von silicium cardib und beherrschung von art und menge der eingebauten verunreinigungen // Ber. Dtsch. Keram. Ges., 1955. v32. P. 226.
26. Л.С. Палатник, И.И. Папиров. Эпитаксиальные пленки. ГРФМЛ: М. 1971. 480 стр.

27. С.А. Кукушкин, А.В. Осипов, Н.А. Феоктистов. Синтез эпитаксиальных пленок карбида кремния методом замещения атомов в кристаллической решетке кремния (обзор) // Физика твердого тела, 2014. т56(8). С. 1457.
28. R.L. Doolittle. Algorithm for the rapid simulation of Rutherford backscattering spectra // NIM, 1985. B9. P.344.

Разработка инверсных интегрированных покрытий с использованием фотонно-кристаллической структуры

Е.Н. Галаганова, Е.В. Панфилова

Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-ая Бауманская, д.5, lenagalaganowa@mail.ru

В данной работе рассмотрен процесс получения инверсной структуры металлической пленки для разработки технологии изготовления тонкопленочных селективных слоев абсорберов солнечной энергии, выполненных на основе фотонно-кристаллических структур. Актуальность темы состоит в получении современной технологии производства поглощающих покрытий для абсорберов солнечной энергии.

Development of inverse integrated coatings using a photonic crystal structure. E.N. Galaganova, E.V Panfilova. The process of obtaining an inverse structure of a metal film to develop the technology of manufacturing thin-film selective layers of solar energy absorbers based on photonic crystal structures is considered. The actuality of the issue consists in obtaining a modern technology for the production of selective coatings for solar energy absorbers.

Введение

Перспективным способом повышения эффективности солнечных элементов является встраивание в их конструкцию фотонно-кристаллического слоя, увеличивающего вероятность абсорбции фотонов в рабочей среде элемента [1]. Имеющиеся в настоящий момент разработки предполагают использование литографических способов получения таких слоев [2]. В данной работе отражены основные этапы получения таких слоев с помощью комбинации методов самоорганизации коллоидных частиц и вакуумных методов осаждения материалов таких покрытий.

Такая технология позволит, во-первых, сформировать фотонно-кристаллический подпоглощающий слой. Такой вариант конструкции солнечного элемента будет предотвращать выход излучения из абсорбера за счет его отражения и преломления фотонно-кристаллическим слоем. Во-вторых, будет возможно получить ячеистое покрытие, применение которого сможет поглощать вторичные лучи, то есть частично отраженные при падении на абсорбер (рис. 1). Применение данного покрытия в качестве верхнего слоя композитного солнечного элемента сможет увеличить КПД всего устройства.

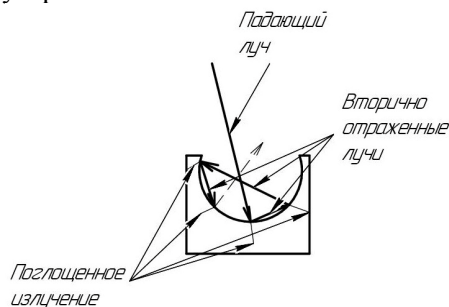


Рис. 1. Оптический эффект ячейки абсорбера.

Классический вариант применения покрытий с высоким коэффициентом поглощения - это бытовые коллекторы солнечной энергии. Однако предлагаемая технология позволяет уменьшить размер абсорбера без потери эффективности, а, значит, дает возможность применения и в других областях техники, например, солнечные панели на космических спутниках и станциях, оптические устройства, например, пирометр или дымомер.

На данном этапе исследований проводятся эксперименты по отработке технологии получения композитных и инверсных структур, формируемых внедрением в межсферическое пространство опаловой пленки материала заполнения методом реактивного магнетронного распыления нанесения .

Получение образцов

Образцы предназначенных для исследования композитных структур были получены следующим образом. На обработанную машинным маслом ситалловую подложку методом естественной седиментации из коллоидного раствора диоксида кремния со средним размером микросфер порядка 250 нм была нанесена опаловая пленка толщиной в 2-3 сферических слоя. На ее поверхности методом магнетронного распыления была сформирована медная пленка толщиной ~750 нм. Выбор наносимого материала был обусловлен удобством организации эксперимента и возможностью отработки процесса нанесения металлических пленок на поверхность опаловой матрицы [3]. Полученная структура была отделена от поверхности подложки скотчем. При этом за счет предварительной обработки подложек маслом удалось без нарушения целостности структур получить фрагменты достаточных для исследования размеров (рис. 2).



Рис. 2. Образцы структур до их отслаивания от подложек.

Параметры образцов и технологического процесса представлены в табл. 1.

Таблица 1. Параметры образцов и технологического процесса.

Параметр	Значение
Размер образца, мм	10×10
Толщина тонкой пленки меди, нм	~750
Толщина тонкой пленки опала, нм	~500
Материал подложки	ситалл
Количество образцов	10
Рабочее давление, Па	5
Сила тока, А	1,34
Напряжение, В	608
Продолжительность, мин	15

Исследование образцов и обсуждение результатов

Полученные описанным выше образом образцы структур были исследованы на атомно-силовом микроскопе Solver Next полуконтактным методом. Изображение одного из фрагментов со стороны опаловой пленки представлено на рис. 3.

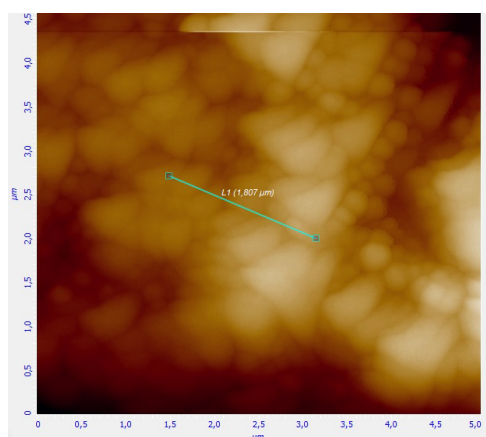


Рис. 3. АСМ-изображение полученной пленки.

На данном снимке участка образца видно, что на медной пленке остались частицы диоксида кремния. Это говорит о том, что медь хорошо взаимодействует с седиментированным коллоидным раствором и успешно внедряется в межсферичное пространство опаловой пленки. Профиль поверхности структуры со стороны опаловой пленки представлен на рис. 4. Заметно, что отслаивание структуры от подложки не привело к разрушению упорядоченной структуры опаловой матриц, элементы которой были дополнительно зафиксированы осажденной в пустоты медью.

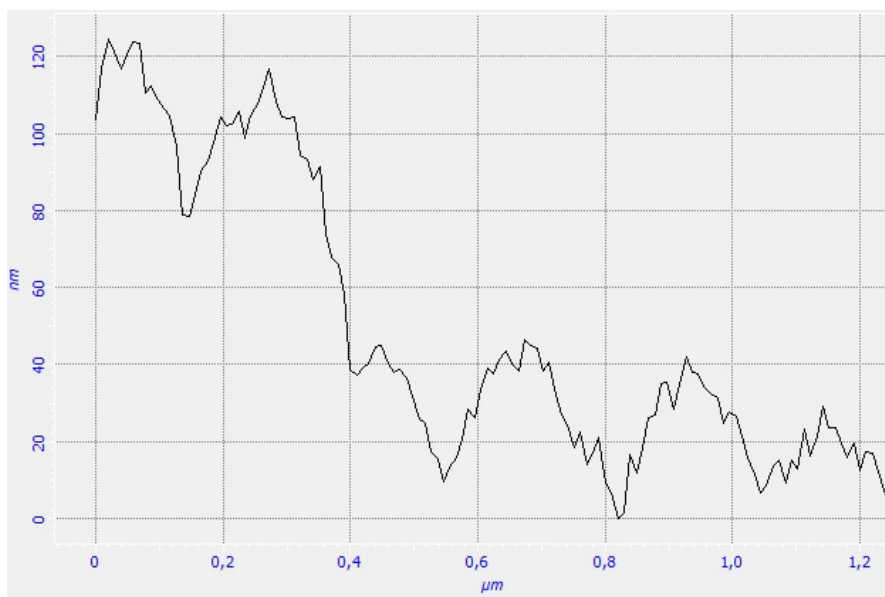


Рис. 4. График измерения высоты пленки.

Для получения инверсной или ячеистой (в зависимости от конструкции абсорбера) структуры необходимо удалить из композита микросферы диоксида кремния. Основным методом удаления кремнезема является травление во фтороводородной (плавиковой) кислоте [4]. На рисунке 5 представлен результат инвертирования, смоделированный в программе Image Analysis 3.5.0.1050 (рис. 5).

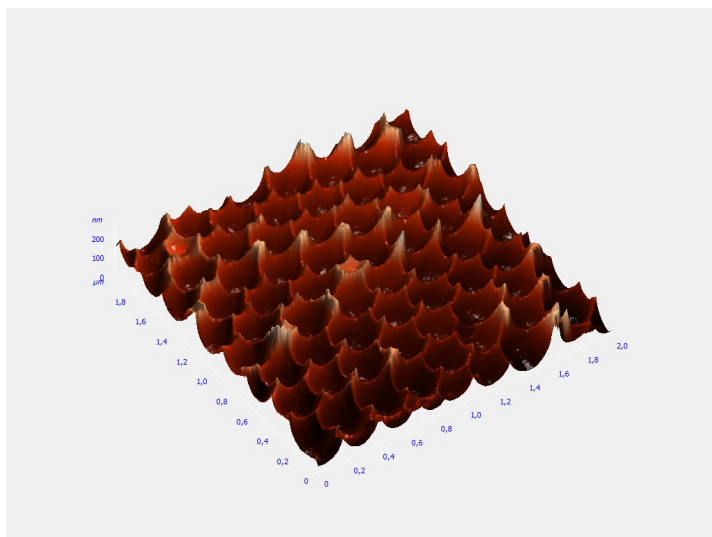


Рис. 5. Изображение инверсной структуры.

Анализ изображения, представленного на рис. 5 подтверждает факт получения целостной периодической структуры, которая может играть роль как фотонно-кристаллического слоя при его формировании перед нанесением поглощающей пленки, так и ячеистой пленки при ее формировании на поверхности абсорбера.

Заключение

Представленные результаты подтверждают возможность использования инверсных структур на основе опаловых матриц, полученных с помощью магнетронного осаждения материалов, в конструкции абсорберов солнечной энергии. Дальнейшее исследование образцов предполагает получение многослойных структур абсорберов и проведение их спектрометрического анализа. Работа будет проводиться в рамках гранта УМНИК-Энерджинет при поддержке Фонда содействия инновациям.

Литература

1. H. Hoppe and N. S. Sariciftci, J. of Mat. Res. 19, 1924 . Solar Energy Materials & Solar Cells 91 (2007) 420–423 (2007)
2. Varghese, L. T., Xuan, Y., Niu, B., Fan, L., Bermel, P. and Qi, M. (2013), "Enhanced Photon Management of Thin-Film Silicon Solar Cells Using Inverse Opal Photonic Crystals with 3D Photonic Bandgaps." Advanced Optical Materials, 1: 692–698. DOI: 10.1002/adom.201300254
3. Доброносова А.А., Панфилова Е.В. Исследование образцов опаловых пленок со сформированным на них массивом наночастиц. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XI Международной научно-технической конференции, М., 2016 – С. 152-157.
4. Choi, D. G.; Kim, S.; Jang, S. G.; Yang, S. M.; Jeong, J. R.; Shin, S. C. Chem. Mater. 2004, 16, 4208- 4211.

Исследование технологических и конструктивных особенностей мемристоров, изготовленных магнетронным распылением

А.В. Мороз, Н.И. Сушенцов

*г. Йошкар-Ола, Поволжский государственный технологический университет,
Йошкар-Ола, пл. Ленина, 3
E-mail: sniyola@mail.ru*

Показана возможность формирования мемристоров на основании активного слоя TiO_2/TiO_x методом реактивного магнетронного распыления. Показана зависимость Получен мемристор с отношением сопротивлений в высокоомном состоянии, почти в два раза превышающем сопротивление в низкоомном состоянии.

Research of technological and design features of memristors made by magnetron sputtering. A.V. Moroz, N.I. Sushentsov. The possibility of memristors formation on the basis of the active layer TiO_2 / TiO_x by reactive magnetron sputtering is shown. The dependence is given. A memristor is obtained with a resistance ratio in the high-resistance state almost two times higher than the resistance in the low-resistance state.

Требования микроминиатюризации диктует свои условия разработчиком компонентной базы. Память на транзисторах практически достигла теоретического предела уменьшения площади элементов [1]. В связи с этим предпринимаются попытки по созданию альтернативных видов памяти на основании элементов, позволяющих обеспечить такие параметры как энергонезависимость, долговечность, малые размеры, высокое быстродействие. В настоящее время на роль этих элементов претендуют мемристоры – элементы, состояние которого зависит от прошедшего через него тока [2]. Это двухвыводной элемент, выполненный по технологии металл-диэлектрик металл, сопротивление которого может находиться в двух состояниях низкоомном и высокоомном [3]. Переключение мемристора из одного состояние в другое осуществляется за счет перераспределения легирующей примеси (положительных ионов) под действием напряжения. При этом расширяется или сужается недоокисленная область активного слоя, а следовательно изменяется сопротивление активного слоя. Поскольку сопротивление не зависит от накопленного заряда, то сопротивление не изменяется со временем, что гарантирует ее долговечность. В качестве активного слоя мемристора могут использоваться тонкие пленки большого класса материалов на основе окислов: MgO, TiO_x, ZrO_x, HfO_x, VO_x, NbO_x, TaO_x, CrO_x, MoO_x, WO_x, MnO_x, FeO_x, CoO_x, NiO_x, CuO_x, ZnO_x, AlO_x, GaO_x, SiO_x, SiO_xN_y, GeO_x, SnO_x, BiO_x, SbO_x; окислов редкоземельных металлов: Y, Ce, Sm, Gd, Eu, Pr, Er, Dy и Nd; перовскитов: SrTiO₃, Ba_{0,7}Sr_{0,3}TiO₃, SrZrO₃, BiFeO₃) и в нитридах, например таких как AlN [4]. Как правило, активный слой мемристора формируется при помощи технологий химического осаждения, например атомное-слоевое осаждение [].

Целью данной работы является показать возможность формирования мемристоров методом реактивного магнетронного распыления.

Для достижения поставленной цели было решено ряд задач:

1. выбор конструкции мемристора.
2. подбор материалов проводящих и активных слоев мемристоров с точки зрения их технологической сочетаемости в методе магнетронного распыления.
3. разработка технологии формирования мемристора методом магнетронного распыления.
4. исследование полученных образцов.

Предварительные исследования показали, что при формировании конструкции мемристора с одним общим электродом (рис.1.) и активным слоем TiO_2/ TiO_x , с точки зрения технологической совместимости оправданно использовать в качестве материала для нижнего электрода медь с адгезионным подслоем хрома, а для верхнего электрода – медь.

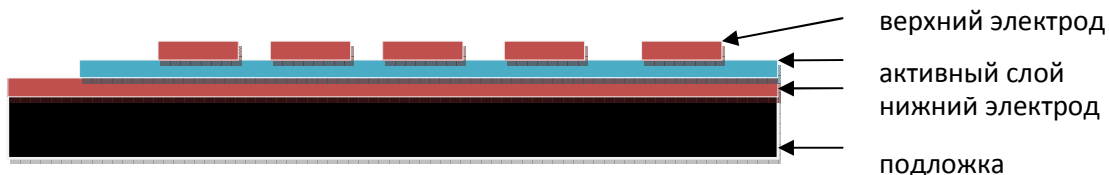


Рис.1 Конструкция мемристора.

Формирование мемристора осуществлялось при помощи автоматизированной установки магнетронного распыления [5]. Данная установка оснащена тремя несбалансированными магнетронами диаметром 80 мм с расширенной зоной эрозии мишени. Такая конструкция магнетрона обеспечивает большую равномерность нанесения слоев, что в сочетании с вращением подложки позволяет уменьшить неравномерность толщины пленки, формируемой на расстоянии мишень-подложка 50 мм, до 1%. Магнетроны оснащены мишенями из хрома, меди, титана. Питания магнетронов осуществляется при помощи импульсных блоков питания. Для формирования реактивной среды в камере использовались пара электронный вакуумметр и натекаатель фирмы «Метахром», которые позволяют с высокой точностью до 1% формировать смесь из рабочего и реактивного газов и поддерживать необходимое давление смеси газов в камере во время распыления с точностью 10%. На пыление активного слоя и верхних контактов осуществлялось масочным методом. Было изготовлено 5 вариантов мемристоров, основные характеристики которых приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики опытных образцов мемристоров.

№ образца	Активный слой	Толщина активного слоя, мкм	Размер верхних обкладок, мм ²	R _H /R _L	Напряжение записи, В
1.	TiO ₂	0,8	2*3	1,03	1,1
2.	TiO _x	0,9	2*3	1,07	1,1
3.	TiO ₂ /TiO _x	1,7	2*3	1,2	0,9
4.	TiO ₂ /TiO _x	1,7	1*1	1,4	1
5.	TiO ₂ /TiO _x	1,7	0,8*0,8	2,1	1

Проводящие слои обкладок мемристора формировались в атмосфере аргона при давлении 1 Па. Диоксид титана формировался в газовой среде, содержащей 80% аргона и 20 % кислорода при давлении 1 Па. Слой TiO_x формировался в условиях недостатка кислорода его содержание в камере во время распыления составляло 5%. Ток разряда магнетронов во всех случаях поддерживался на уровне 1 А. Толщина измерялась при помощи атомно-силовой микроскопии по ступеньке в активном слое. Далее снимались вольт-амперные характеристики образцов (рис. 2). Наилучшего результата (большого гистерезиса) удалось добиться при использовании сложного активного слой TiO₂/TiO_x, тогда как в структурах, содержащих только один слой TiO₂ или TiO_x, гистерезиса практически не наблюдалось. Также наблюдается увеличение отношения сопротивления в двух состояниях при уменьшении площади верхнего контакта.

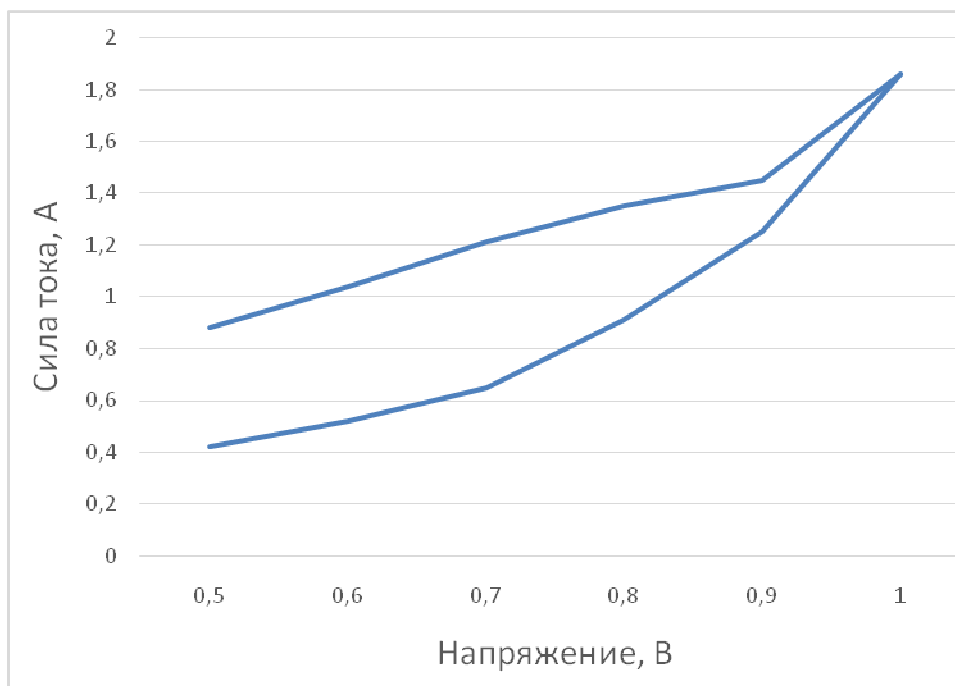


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика образца №5.

Таким образом, в ходе проведенных работ была показана принципиальная возможность формирования мемристоров методом реактивного магнетронного распыления. Установлено что для получения гистерезиса вольт-амперной характеристики мемристора нужно применять двухслойные активные слои. Дальнейшие исследования будут направлены на отработку технологического процесса формирования мемристоров, уменьшения площади перекрытия контактных площадок путем применения фотолитографии. Это позволит уменьшить толщину активного слоя мемристора и увеличить его сопротивление и отношение сооппротивлений в высокоомном и низкоомном состояниях.

Литература

1. Хэйер, Дж., Полупроводниковые технологии в Европе. Пути развития/ Дж.Хэйер, А.Пятенко// Электроника: наука, технологии, бизнес. – 2014. – № 137. – С. 126-128
2. Pershin, Y. V. Memory effects in complex materials and nanoscale systems/ Y. V. Pershin, M. D.Ventra //Advances in Physics – 2011. – Vol. 60. – No. 2. – 2011. – С. 145–227.
3. Гудков, А. Мемристоры – новый тип элементов резистивной памяти для наноэлектроники/ А.Гудков, А.Гогин., М. Кик, А. Козлов, А.Самусь// Электроника: наука, технологии, бизнес. – 2014. – № 137. – С. 156-162
4. Yang, J., Stewart D.R. Memristive devices for computing./ J. Yang, D.B. Strukov, D.R. Stewart//Nature Nanotechnology, 2013, v.8, p.13-24.
5. Сушенцов, Н.И.. Автоматизированная установка магнетронного распыления/ Н.И. Сушенцов, Д.А. Двоглазов, С.А. Степанов, А.В. Мороз // Материалы XV Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России» и XXI Международного симпозиума «Тонкие пленки в электронике».– М.: ОАО ЦНИТИ «Техномаш», 2009. – С. 462–465.

Исследование оптических характеристик тонких пленок диоксида титана, полученных 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

В данной статье исследованы оптические свойства тонких пленок диоксида титана.

Research of influence of technological parameters of magnetron sputtering on optical properties of titanium dioxide. N.I. Sushentsov, S.A. Stepanov, D.E. Shashin. The influence of technological parameters of magnetron sputtering on optical properties of thin films of titanium oxide is investigated.

Введение

Диоксид титана (TiO₂) является одним из перспективных материалов среди прозрачных оксидов. Тонкие пленки TiO₂ широко используют в разных фотоэлектрических приборах благодаря их высокой прозрачности в видимой области длин волн и электрическим свойствам, которые изменяются в широких пределах в зависимости от технологических условий. Значительный интерес к исследованию электрических и оптических свойств тонких пленок чистого и легированного диоксида титана обусловлен н возможностью их использования в высокоэффективных тонкопленочных солнечных элементах и информационно-измерительных приборах. Для изготовления тонких пленок TiO₂ используют ряд технологических методов, в частности, реактивное магнетронное распыление, электронно-лучевое испарение, осаждение из газовой фазы, пульверизация с последующим пиролизом, термическое окисление[1]. В настоящей работе исследовались технологические параметры магнетронного распыления на оптические свойства тонких пленок TiO₂, изготовленных методом магнетронного распыления[2]. Для определения оптических констант материала исследуемых тонких пленок использовался конвертный метод. Конвертный метод был разработан для анализа спектров пропускания с экстремальными точками, которые обусловлены интерференционными явлениями в тонких пленках, с целью определения толщины пленок, показателя преломления, коэффициента поглощения и экстинкции.[3]

Методика эксперимента

Напыление тонких пленок TiO₂ проводилось на предварительно очищенные подложки стекла в вакуумной установке УВН с помощью магнетронного распыления мишени титана в смеси аргона и кислорода.

Процесс напыления продолжался 2,5 и 5 минут при температуре подложки 100°C. Спектры пропускания тонких пленок TiO₂ получены с помощью спектрофотометра СФ-2000[2]. Экспериментальные точки снимались в области длин волн 190–1100 nm с шагом 1 nm.

Результаты и обсуждение

К основным оптическим характеристикам тонких пленок относятся дисперсионные зависимости показателя пропускания $T(\lambda)$, преломления $n(\lambda)$ и поглощения $\alpha(\lambda)$, входящие в действительную часть диэлектрической проницаемости, выражаемую по формуле [4]:

$$\varepsilon = n^2 - k^2, \quad (1)$$

а также оптическая ширина запрещенной зоны E_g . Величина k , характеризующая степень затухания электромагнитной волны в материале, связана с коэффициентом экстинкции α известным отношением $\alpha = 4\pi k/\lambda[\text{см}^{-1}]$. Обычно эти параметры пленок вычисляются из спектров пропускания и отражения, а также из измерения толщины пленки[5].

На рис.1 приведены зависимости процента пропускания тонких пленок оксида титана от длины волны.

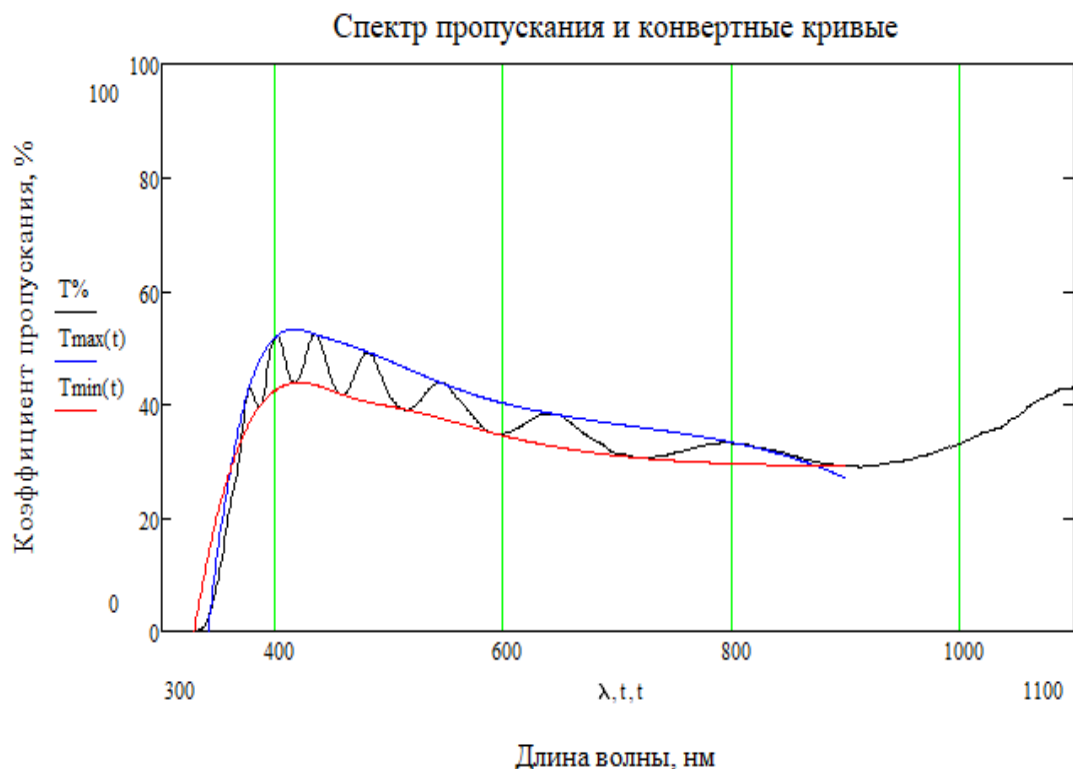


Рис.1 Спектр пропускания оксида титана.

Таблица 1 Технологические параметры при нанесении тонких пленок оксида титана

Параметры	Значения
Мишень	Ti (чистота 99,9%, диаметр 100 мм, толщина 5 мм)
Состав газовой смеси	50% Ar/50% O2 (чистота 99,9%)
Время напыления	5; 2,5 мин
Температура подложки	100°C
Разрядный ток магнетрона	1 А
Напряжение разряда	348-356 В
Рабочее давление	1 Па

Получив конвертные кривые, можно определить зависимость показателя преломления $n(\lambda)$ исследуемых тонких пленок, используя формулу (2):

$$n(\lambda) = \left[\left(\frac{2n_s(T_{max}(\lambda) - T_{min}(\lambda))}{T_{max}(\lambda)T_{min}(\lambda)} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \right) + \sqrt{\left(\frac{2n_s(T_{max}(\lambda) - T_{min}(\lambda))}{T_{max}(\lambda)T_{min}(\lambda)} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \right)^2 - n_s^2} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (2)$$

где n_s - показатель преломления подложки, который находится по следующему выражению[6]:

$$n_s = \frac{1}{T_s} + \sqrt{\frac{1}{T_s^2} - 1}, \quad (3)$$

Показатель преломления напыленных образцов составил 2,2-2,3.

Для определения толщины исследуемых образцов можно использовать следующую формулу:

$$d = \frac{A\lambda_1\lambda_2}{2(n(\lambda_1)\lambda_2 - n(\lambda_2)\lambda_1)} \quad (4)$$

где λ_1 и λ_2 – длины волн, которые соответствуют соседним экстремальным точкам на спектре пропускания исследуемой пленки, коэффициент $A=1$, для двух экстремальных точек одного типа (min-min, max-max), и $A=0,5$, для двух экстремальных точек разного типа (min-max, max-min). Толщина образцов составила 461 нм, для образца, время напыления которого составило 2,5 мин, и 930нм, время напыления-5 мин.

Результаты

- 1) В ходе проведения эксперимента исследованы оптические характеристики тонких пленок оксида титана;
- 2) Определен показатель преломления тонких пленок оксида титана (2,2-2,3), что меньше, чем у объемного материала (2,5-2,7);
- 3) С помощью конвертного метода, была рассчитана толщина тонких пленок оксида титана.

Литература

1. Белянин А.Ф. Борисов В.В.. Влияние термической обработки на строение и характеристики автоэмиссионных катодов на слоистых структурах нитрида титана и углеродных наностенок/ Н.И. Сушенцов, С.А. Степанов, Д.Е. Шашин //Нанотехнологии: разработка, применение 21 век . – 2017. – № 1(9), – С. 4-11.
2. Н.И. Сушенцов, С.А. Степанов, Д.Е. Шашин Разработка методики формирования функциональных покрытий на основе комплексного нитрида титана и алюминия и исследование их свойств //Упрочняющие технологии и покрытия. – 2017. – № 3(147). – С. 105-107.
3. Н.И. Сушенцов, С.А. Степанов, Д.Е. Шашин. Формирование и исследование тонкопленочных структур на основе оксида меди и оксида цинка, получаемых методом реактивного магнетронного распыления, для применения в солнечной энергетике/ //Вестник Поволжского Государственного Технологического Университета. Радиотехнические и инфокоммуникационные системы. – 2017. – №3(35). – С. 69-77.
4. В.В. Брус, З.Д. Ковалюк, П.Д. Марьянчук Оптические свойства тонких пленок TiO_2-MnO_2 , изготовленных по методу электронно-лучевого испарения Журнал технической физики, 2012, том 82, вып. 8-С 110-113.
5. Aita, C.R. VA_{as} el 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.
6. Сушенцов, Н.И. Основы технологии микроэлектроники: Лабораторный практикум / Н.И. Сушенцов, В.Е. Филимонов. – 2-е изд., перераб. и доп.. – Йошкар-Ола: МарГТУ, 2004. – С 156.

Синтез и структура нанопорошков, керамики и тонких слоев на основе системы ZnO-C

А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, *К.Ш. Рабаданов

Институт физики Дагестанского научного центра РАН, Махачкала, Россия

*Аналитический центр коллективного пользования ДНЦ РАН, Махачкала, Россия

Изучены процессы трансформации микроструктуры порошковой смеси ZnO-графит в ходе ее диспергирования в шаровой мельнице и спекании в зависимости от времени диспергирования. Исследования комбинационного рассеяния показали, что диспергирование приводит к формированию композитных частиц, образованных ядром ZnO и оболочкой оксида графена. При спекании дисперсных порошков ZnO-C методом электроискрового спекания на межзеренных границах керамики в процессе спекания в вакууме формируется фаза восстановленного оксида графена. Слои, синтезированные методом магнетронного распыления мишеней ZnO:G-C, имеют удельные сопротивления около $2.5 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ при $T_{\text{подл}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$.

Synthesis and structure of nanopowders, ceramics and thin films of ZnO-C system. A.Kh.Abduev, A.K. Akhmedov, A.Sh. Asvarov, K.Sh. Rabadanov. The transformation processes of the microstructure of ZnO-graphite powder mixture, formed during the ball milling process and by the following spark-plasma sintering as a function of the dispersion time have been studied. Based on Raman scattering studies it is shown that the continuous grinding of the mixture leads to the formation of composite particles formed by the ZnO nucleus and a shell of graphene oxide. In the SPS sintering of the grinded ZnO-C mixture the formation of reduced graphene oxide on the grain boundaries of ZnO ceramics is revealed. Transparent conductive thin films deposited further by magnetron sputtering of the composite ZnO:G-C target have a resistivity of $2.5 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ at $T_{\text{SUB}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$.

Исследование интерфейсов структур ZnO-C представляет большой интерес в связи с перспективами создания прозрачных электродов на основе систем ZnO-графен для систем отображения информации, солнечных панелей, светоизлучающих устройств [1,2]. В настоящей работе изучены изменения структуры при длительном диспергировании сухих порошков ZnO и смесей порошков ZnO-C. Исследованы также процессы SPS спекания (spark plasma sintering) керамических материалов на основе ZnO и ZnO-C с различной дисперсностью. Исследованы процессы синтеза прозрачных проводящих слоев при магнетронном распылении мишеней ZnO:Ga-C, синтезированных SPS методом.

Эксперимент

Для синтеза исходных смесей были использованы порошок ZnO чистотой 3N и графит чистотой 5N в пропорции, соответствующей молярному соотношению ZnO : C = 10 : 1. Механоактивация порошков проводилась в шаровой мельнице с мелющими телами из стабилизированного ZrO₂ в атмосфере аргона при начальном соотношении массы мелющих тел к массе порошка 16/1. Синтез керамики производился путем электроискрового спекания SPS (spark plasma sintering) в вакууме (0.5 Па) порошков ZnO и ZnO-C, прошедших процедуру механоактивации от 0 до 100 часов. Спекание проводилось в течение 3 минут при температуре 800°C и давлении 50 МПа. Для характеристики механоактивированных порошков и синтезированной керамики использовались методы порошковой рентгеновской дифракции (дифрактометр Empyrean, PANalytical B.V., Нидерланды), комбинационного рассеяния (КР-микроскоп Senterra, Bruker, Германия) и математического описания физической адсорбции (метод БЭТ, прибор СОРБИ-MS, ЗАО «МЕТА», Новосибирск).

Сравнение структуры порошков и керамики ZnO и ZnO-C

Для исследования влияния углерода на процессы диспергирования была проведена механохимическая активация в идентичных условиях порошка чистого оксида цинка и порошковой смеси ZnO-C. На рис. 1 приведены зависимости удельной поверхности (а), среднего размера кристаллитов (б), микроискажений $\Delta d/d \times 100\%$ (в) и соотношения параметров решетки c/a (г) порошков ZnO и ZnO-C от длительности активации.

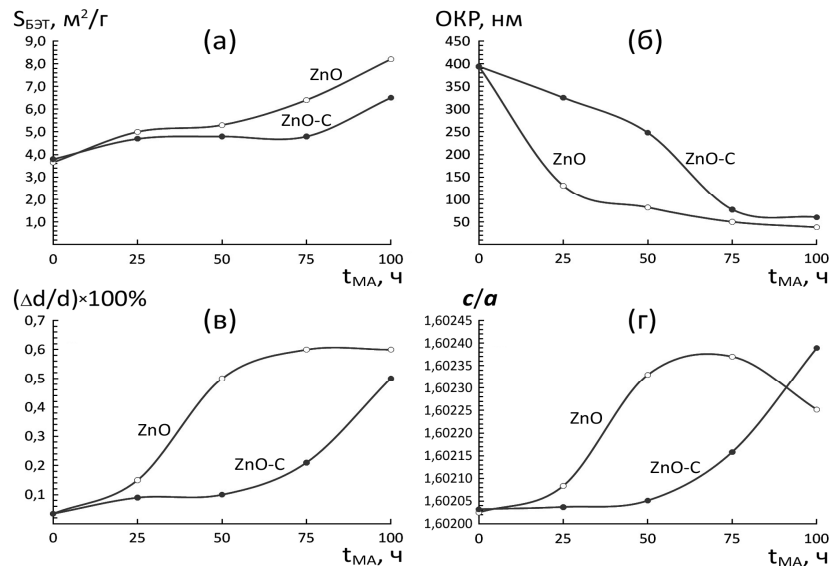


Рис. 1. Зависимости удельной поверхности S_{BET} (а), среднего размера области когерентного рассеяния (б), микроискажений $(\Delta d/d) \times 100\%$ (в) и соотношения параметров элементарной ячейки c/a (г) порошка ZnO и смеси порошков ZnO–C от длительности механоактивации t_{MA} .

Кривые зависимости удельной поверхности от времени активации обнаруживают рост удельной поверхности с промежуточной «полкой». Можно предположить, что нарастание величины удельной поверхности порошков ZnO и ZnO-C на временном участке до 25 ч обусловлено разрушением исходных слабосвязанных агрегатов. При их разрушении происходит увеличение удельной поверхности чистого порошка ZnO и ZnO-C. Последующая полка обусловлена периодом времени, необходимым для накопления механических напряжений до уровня, приводящего к стадии разрушения зерен и к соответствующему этапу роста удельной поверхности. При этом для порошков ZnO наблюдается существенное нарастание напряжений, в то время как для порошков ZnO-C оно незначительно (рис. 1в). Это может быть вызвано антифрикционными свойствами графита, приводящими к уменьшению трения между частицами ZnO и, как результат, к уменьшению скорости диспергирования (рис. 1б).

Как показывает зависимость размера зерен от времени диспергирования порошка ZnO, дальнейшее механическое воздействие мелющих тел на временном участке от 25 до 50 ч не ведет к заметному диспергированию частиц. Из рис. 1в можно видеть, что на данном участке происходит увеличение микроискажений в кристаллической решетке ZnO. После 50 ч диспергирования напряжения достигают некоторой пороговой величины, приводящей к механическому разрушению частиц и росту величины удельной поверхности.

На рис. 1г показаны зависимости отношения величин параметров решетки c/a порошков ZnO (а) и ZnO-C (б) от времени диспергирования. Зависимость для порошка ZnO обнаруживает максимум отношения в окрестностях 75 ч, в то время как отношение c/a для порошка ZnO-C монотонно возрастает во всем временном интервале диспергирования. Наблюдаемый на рис. 1г рост соотношения величин параметров решетки c/a может быть обусловлен трансформацией структуры в результате формирования кислородных вакансий при высокоэнергетичном механическом воздействии в бескислородной среде [3].

Спектры КР порошков ZnO (рис. 2а) обнаруживают характерный набор полос в спектральной области $100-1200 \text{ cm}^{-1}$. В спектре КР исходного порошка ZnO наблюдаются следующие колебательные моды: $2E_2(L)$ (201.16 cm^{-1}); $E_2(H) - E_2(L)$ (330.65 cm^{-1}); $A_1(TO)$ (379.36 cm^{-1}); $E_2(H)$ (436.57 cm^{-1}); составная широкая полоса, образованная модами $E_1(LO)$ и $A_1(LO)$, в области 600 cm^{-1} ; и составная полоса ($2E_1(LO)$, $2A_1(LO)$) в области $1100-1200 \text{ cm}^{-1}$. Мода $A_1(LO)$ в ZnO обусловлена присутствием в решетке собственных дефектов Vo и Zn_i [4]. Наблюдаемое увеличение интенсивности и уширение рефлекса 1147 cm^{-1} с увеличением времени диспергирования свидетельствует о снижении кристалличности, десорбции кислорода и встраивании избыточного цинка в междоузлия при механообработке в инертной атмосфере.

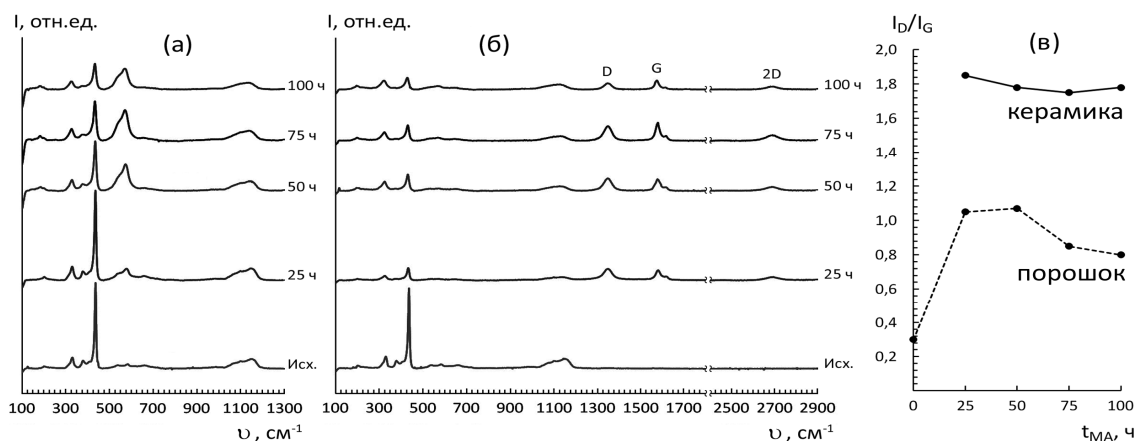


Рис. 2. Спектры комбинационного рассеяния порошков ZnO (а) и ZnO-C (б), исходных и прошедших процедуру механоактивационного измельчения различной длительности и зависимость отношения интенсивностей колебательных мод I_D/I_G механоактивированных порошков и керамики ZnO-C в зависимости от времени диспергирования порошков t_{MA} (в).

Спектры КР смесей порошков ZnO-C с различной длительностью диспергирования (рис. 2б) содержат блок рефлексов, соответствующий оксиду цинка, и самостоятельный блок, относящийся к углеродной фазе композитного порошка. После 25 ч диспергирования в спектрах КР смеси ZnO-C, помимо появления в окрестностях $1200\text{-}1500$ и 2500 см^{-1} основных колебательных мод, присущих углероду, наблюдается заметное подавление основной моды оксида цинка $E_2(H)$, соответствующей колебаниям атомов кислорода, которое может быть обусловлено, как десорбцией кислорода с поверхности частиц при механоактивации в инертной атмосфере, так и экранированием излучения решетки ZnO оболочкой углерода.

Рефлексы в окрестностях $1200\text{-}1600$ и 2500 см^{-1} отвечают состоянию графитовых оболочек на поверхности частиц ZnO. Согласно литературным данным рефлексы в окрестности частот 1350 см^{-1} (D) и 1600 см^{-1} (G) связаны с колебаниями sp^3 -гибридизованных (полоса D) и sp^2 -гибридизованных (полоса G) фрагментов оксида графена. Отношение интенсивностей D и G полос (I_D/I_G) пропорционально количественному отношению областей со связями углерода sp^3 -гибридизации и областей со связями углерода sp^2 -гибридизации [5]. На рисунке 2в можно видеть, что SPS спекание в вакууме обработанных порошков ZnO-C приводит к росту величины I_D/I_G до значения 1,8, что обусловлено формированием фазы восстановленного оксида графена в керамике [6].

На рис. 3 приведены величины размеров зерен порошков и керамики ZnO и ZnO-C, рассчитанным по данным анализа рефлексов 002 и 100 ZnO. Примечательно, что после 25 часов диспергирования порошка ZnO и после 50 часов – ZnO-C рост размеров зерен керамики минимизируется.

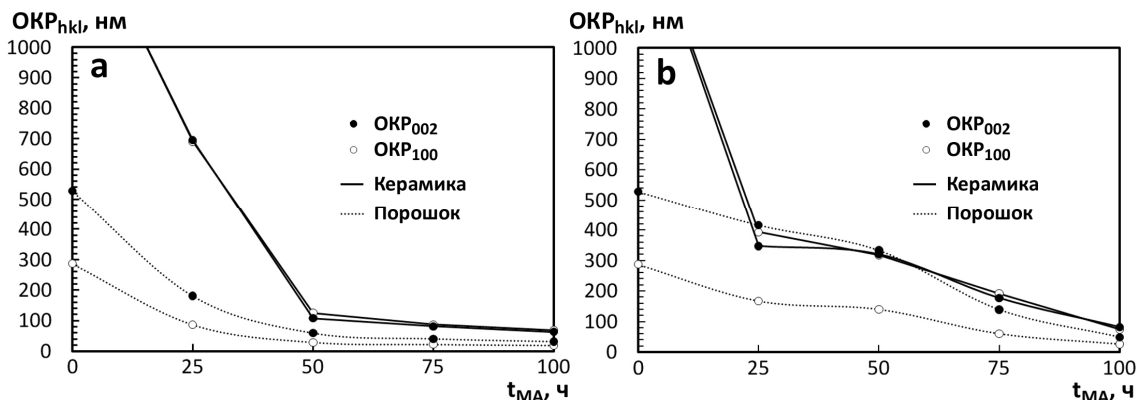


Рис. 3. Зависимость размеров зерен порошков и керамики ZnO и ZnO-C от времени диспергирования пресс-порошков.

Снижение размеров зерен керамики ZnO и ZnO-C по мере роста времени диспергирования обусловлено формированием на межзеренных границах новых фаз. Известно, что при механоактивации материалов сложного состава на поверхности частиц могут формироваться оксидно-армированные композиты [7]. В нашем случае активация порошков ZnO приводит к формированию на поверхности зерен армированных цинком поверхностных металло-керамических оболочек, а порошков ZnO-C – покрытий восстановленного оксида графена.

Формирование покрытий на основе оксида графена на поверхности частиц порошка ZnO протекает в результате механического воздействия, аналогичного «ленточному методу», примененному Геймом и Новоселовым [8]. Получивший в дальнейшем широкое распространение метод «micro-mechanical cleavage» [9] в нашей работе реализован путем диспергирования смеси порошков ZnO- графит в шаровой мельнице.

Синтез слоев ZnO:Ga-C

Для оценки электрических и оптических характеристик прозрачных проводящих слоев на основе систем ZnO-C были синтезированы мишени методом SPS спекания предварительно диспергированных в шаровой мельнице смесей порошков ZnO:Ga и графита. Далее путем dc магнетронного распыления синтезированной мишени были напылены слои ZnO:Ga при различных температурах подложки. На рис. 5а приведены спектры оптического пропускания синтезированных слоев. Тонкие пленки, полученные при $T_{SUB} \geq 100$ °C, характеризовались высоким коэффициентом пропускания в видимой области ($T\% > 80\%$). Увеличение температуры синтеза пленок также приводит к монотонному сдвигу края оптического поглощения в ультрафиолетовую область и снижению коэффициента пропускания в ближней инфракрасной области. На рис. 5 также представлены результаты измерения удельного сопротивления, концентрации носителей заряда и холловской подвижности, слоев ZnO:Ga, напыленных с использованием керамической ZnO:Ga и композитной ZnO:Ga-C мишеней. Можно видеть, что с ростом температуры подложки удельное сопротивление пленок, напыленных с использованием композитной мишени, становится заметно ниже по сравнению с традиционной керамической мишенью и достигает значения $2.5 \times 10^{-4} \Omega \text{ см}$ при $T_{подл} = 300$ °C.

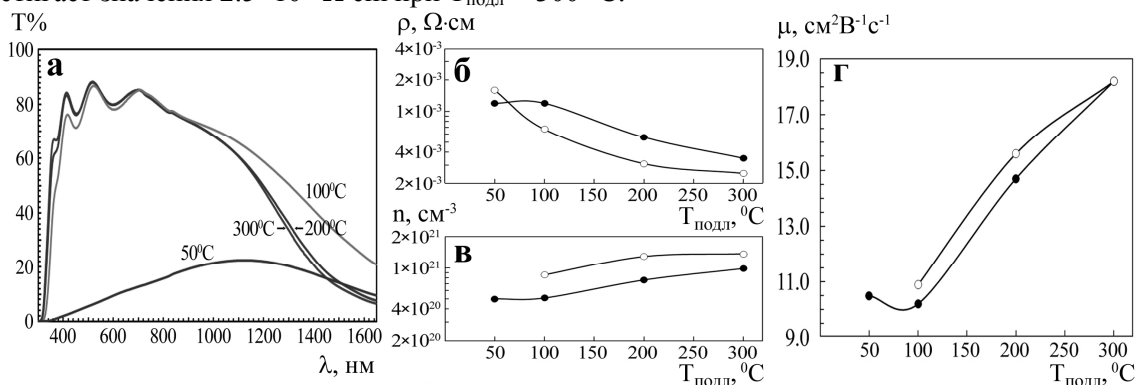


Рис. 4. Спектры оптического пропускания слоев, синтезированных с использованием ZnO:Ga-C мишени (а) и зависимости удельного сопротивления (б), концентрации носителей заряда (в) и холловской подвижности (г) тонких пленок ZnO:Ga, напыленных с использованием керамической (●) и композитной (○) мишеней.

Заключение

Проведенные исследования позволяют сделать следующие выводы:

1. Механоактивация порошков ZnO в инертной атмосфере приводит к формированию на поверхности частиц нестехиометричных поверхностных слоев ZnO_{1-x} .
2. Механохимическая смесь порошков оксида цинка и графита приводит к формированию на поверхности частиц оксида цинка слоев оксида графена в результате механического переноса чешуек графита на поверхность частиц оксида цинка.
3. Отжиг при 800°C механоактивированных нанопорошков ZnO-C приводит к формированию композитного керамического материала на основе ZnO с межзеренными границами на основе восстановленного оксида графена.

4. Слои, синтезированные методом магнетронного распыления мишеней ZnO:G-C имеют удельные сопротивления около $2.5 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ при $T_{\text{SUB}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$ при сохранении высокой прозрачности в видимом диапазоне ($T\% > 80\%$).

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования Аналитического центра коллективного пользования ДНЦ РАН и ЦКП «Аналитическая спектроскопия» ДГУ, в рамках выполнения Госзадания и частичной финансовой поддержке РФФИ (гранты №16-07-00503, 16-07-00469, 17-47-500752).

Литература

1. B.J. Kwon, J.-Y. Kim, S.-M. Choi, et al. // Nanotechnology. 2014. V. 25. P. 085701.
2. P.-P. Li, Ch.-L. Men, Z.-P. Li, et al. // J. Shanghai Jiaotong Univ. 2014. V. 19(3). P. 378.
3. N. Salah, S. S. Habib, Z. H. Khan, et al. // Int. J. of Nanomed. 2011. V. 6. P. 863.
4. A. Ismail, M.J. Abdullah. // Science. 2013. V. 25. P. 209.
5. Е.П. Неустров, Г.Н. Александров, М.В. Ноговицына // Вестник СВФУ. 2015. Т. 6(50). С. 87.
6. Narayana M.V., Jammalamadaka S.N. // Graphene. 2016. V. 5. P. 73.
7. A. Hedayati, Z. Golestan, Kh. Ranjbar, et al. // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. 2011. V. 50. P. 268.
8. K. Novoselov, A. Geim, S. Morozov, et al. // Science. 2004. V. 306. P. 666.
9. П.Б. Сорокин, Л.А. Чернозатонский // УФН. 2013. Т. 183. С. 113.

Формирование структур SiC/Si методом замещения атомов и их использование для роста III-нитридов

*А.В. Редьков, А.В. Осипов, С.А. Кукушкин
Санкт-Петербург, ИПМаш РАН, Большой пр. В.О., д. 61;
E-mail: avredkov@gmail.com*

Рассмотрены особенности роста тонких плёнок карбида кремния на кремнии методом замещения атомов и продемонстрирована возможность получения низкодефектных слоев III-нитридов при использовании подобных подложек SiC/Si. Предложен способ уменьшения локальных механических напряжений в подобных структурах, вызванных разницей в коэффициентах термического расширения материалов, путем предварительного формирования системы периодических пор на подложке. Методом численного моделирования показана его эффективность.

Formation of SiC/Si structures by the method of atom substitution and their use for growth of III-nitrides, A.V. Redkov, A.V. Osipov, S.A. Kukushkin. The work is devoted to the growth of thin SiC films on silicon by the method of atoms substitution and the possibility of obtaining low-defect III-nitride layers using such SiC/Si substrates is demonstrated. A method is proposed for reducing local mechanical stresses in such structures, caused by differences in coefficients of thermal expansion of materials. The method is based on preliminary formation of periodic system of pores, and its efficiency is shown by numerical simulation.

В последние годы одним из актуальных направлений развития тонкопленочных технологий является разработка методов роста малодефектных плёнок широкозонных полупроводников, таких как: нитрид алюминия (AlN), нитрид галлия (GaN), карбид кремния (SiC) и других. Основная трудность при эпитаксии подобных материалов состоит в том, что их собственные подложки либо отсутствуют, либо дороги. В связи с этим продолжают поиски чужеродных подложек, позволяющих выращивать тонкие плёнки GaN и AlN качества, необходимого для приборных структур. Наиболее подходящими для этой цели являются сапфир, широко применяемый в на-

стоящее время, карбид кремния (SiC) и кремний (Si), которые постепенно вытесняют сапфир. Каждый из этих материалов обладает своими преимуществами и недостатками [1]. В серии работ, обобщенных в обзоре [2], был предложен метод химического замещения атомов, позволяющий успешно сочетать достоинства как карбида, так и кремния, и получать тонкие плёнки монокристаллического SiC на подложках Si в относительно недорогом процессе. Принципиальным отличием этого метода является то, что карбида кремния образуется непосредственно в приповерхностном объеме подложки путем замещения части атомов Si на C в результате химической реакции:



Вследствие того, что объемы кристаллических ячеек карбида кремния и кремния отличаются практически в два раза ($160.1\text{Å}^3\text{Si}$ и $81.5\text{Å}^3\text{SiC}$), при трансформации кремния в SiC неизбежно происходит релаксация объема, которая приводит к формированию пористой структуры под поверхностью плёнки SiC [2]. Подобная структура механически «отвязывает» плёнку карбида кремния от подложки, сокращает площадь контакта и позволяет эффективно уменьшить упругие напряжения, возникающие вследствие разницы в КТР и параметрах решеток при росте последующих слоев на подложке SiC/Si. Подробное описание пористой структуры под слоем SiC и её влияния на дальнейший рост приведена в обзоре [2] и ссылках в нем. К настоящему моменту на подобных подложках уже были выращены тонкие плёнки GaN, AlN и других материалов высокого качества различными методами: хлорид-гидридной (HVPE), молекулярно-пучковой (MBE), метал-органической газовой (MOCVD) эпитаксии и др.

В связи с этим представляются актуальными дальнейшие исследования процесса формирования пористой структуры в системе SiC/Si и её влияния на упругие напряжения в системе. Следует отметить, что несмотря на свою позитивную роль в существенной релаксации напряжений, поры в структурах SiC/Si, полученных методом замещения атомов, расположены хаотично, в результате чего поле напряжений может быть неоднородным. Для преодоления этих недостатков в настоящей работе предлагается перед ростом слоя SiC наносить на поверхность кремния искусственную периодическую систему глубоких пор. Во-первых, такая система позволит существенно увеличить толщину получаемого слоя SiC, поскольку глубина проникновения CO в подложку будет определяться лишь глубиной пор. Во-вторых, наличие «остова» из заранее сформированной системы пор позволит ликвидировать беспорядок. Регулируя период и геометрические размеры пор «остова», можно оптимизировать распределение упругих напряжений в системе. В-третьих, наличие периодической пористой структуры на поверхности SiC/Si позволяет использовать эту подложку для пендео-эпитаксии различных полупроводников [3].

В настоящей работе исследуются процессы формирования карбида кремния методом замещения атомов на подложках кремния с предварительно нанесенной системой пор и изучается влияние геометрии подобной системы пор на рост последующих тонких плёнок III-нитридов. Система пор наносилась посредством следующей методики: сперва с помощью фотолитографии на поверхности Si (111) были созданы окна в окисной маске. Затем производилось щелочное травление затравочных ямок через маску. Следующим этапом было анодирование в растворе HF. После этого на поверхности сформировалась система периодических пор диаметром порядка ~ 500 нм и глубиной ~150 мкм. Затем образец был подвергнут отжигу в атмосфере смеси газов монооксида углерода (CO) и силана (SiH₄) для формирования карбида кремния при условиях: температура роста – 1290 С, время отжига, 20 минут, общее давление газовой смеси 53 Па, поток газа CO– 12 см³/мин, поток газа SiH₄ – 3.5 см³/мин. СЭМ – изображения скола образца до и после отжига представлены на Рисунке 1. Хорошо видно, что образец сохранил исходную структуру в виде сетки пор на поверхности. Однако, диаметр пор по данным СЭМ, уменьшился практически в 2 раза, до 250-300 нм. Пространство между порами, ранее занимаемое кремнием, стало пустым, а стенки, окружающие поры, имеют толщину порядка 150 нанометров. Таким образом, учитывая уменьшение диаметра пор, можно сделать оценку, что освободившийся от кремния объем близок к объему, занимаемому карбидом кремния после процесса роста. Это хорошо согласуется с тем фактом, что объем кристаллической ячейки SiC кубического политапа (81.5Å) примерно в 2 раза меньше, чем объем ячейки кремния (160.1Å). По данным рентгеновской дифракции и рамановского рассеяния верхний (преобразованный) слой подложки после отжига в CO состоит только из кубической фазы карбида кремния.

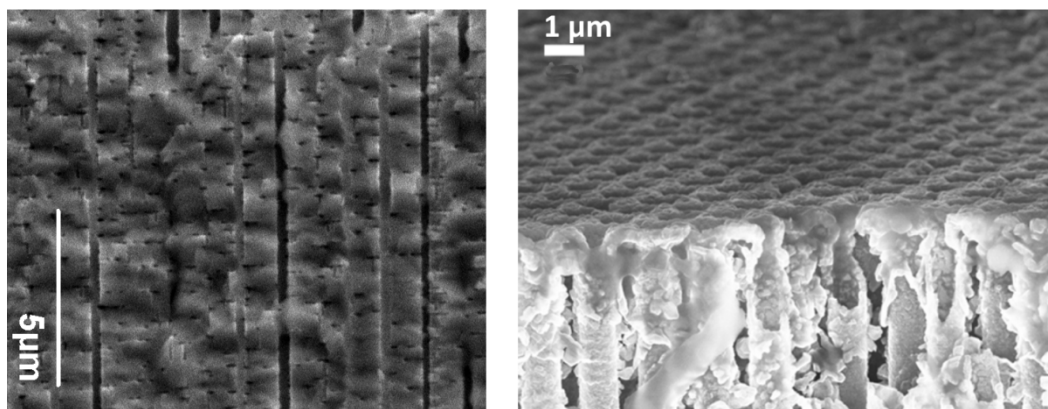


Рис. 1. СЭМ-изображение скола поверхности образца Si с нанесенной системой пор до (слева) и после (справа) отжига в атмосфере CO.

Механизм формирования пустот между порами можно представить следующим образом (см. рис.2). На первом этапе процесса отжига в приповерхностной области подложки формируется так называемый «предкарбидный» кремний. Детальное описание этого состояния описано в обзоре [2]. Затем происходит его «схлопывание» в плёнку карбида кремния. Процесс «схлопывания» происходит очень быстро, и, по-видимому, начинается с поверхности, а, поскольку при преобразовании Si в SiC существенно, в два раза, уменьшается объем кристаллической ячейки, полые «трубы» образуемые карбидом кремния из стенок пор, стремятся «сжаться» и уменьшиться в диаметре. В тех местах между ними, где ранее был кремний, с геометрической необходимостью образуются пустоты, что и наблюдается в эксперименте. В результате, весь предкарбидный кремний «схлопывается» на сформированном у поверхности «остове» карбида кремния, значительно превышающего по механической прочности и твердости кремний.

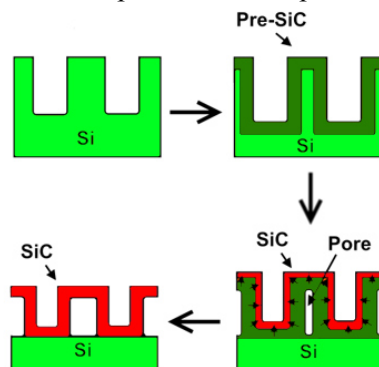


Рис. 2. Механизм формирования пористой структуры карбида кремния.

Для качественной оценки эффекта демпфирования упругих напряжений в подобных пористых структурах SiC/Si и их применимости в качестве подложек для роста последующих слоев III-нитридов было проведено численное моделирование методом конечных элементов в программном пакете Comsol Multi Physics. При моделировании изучалось влияние пор на упругие напряжения, возникающие в плёнках с различающимися КТР при остывании и нагреве. Толщина буферного слоя и период следования пор варьировались с целью изучения зависимости упругих напряжений от геометрии буферного слоя. Коэффициенты термического расширения α и модули Юнга E материалов подложки, буферного слоя и плёнки были выбраны соответствующими кремнию ($E=170$ GPa, $\alpha=2.6 \cdot 10^{-6}$ 1/K), карбиду кремния кубического политипа ($E=450$ GPa, $\alpha=3.8 \cdot 10^{-6}$ 1/K), и нитриду галлия ($E=300$ GPa, $\alpha=3.2 \cdot 10^{-6}$ 1/K). Распределение механических напряжений в них при остывании от температуры 800°C до комнатной температуры для одной из геометрий представлены на рис. 3.

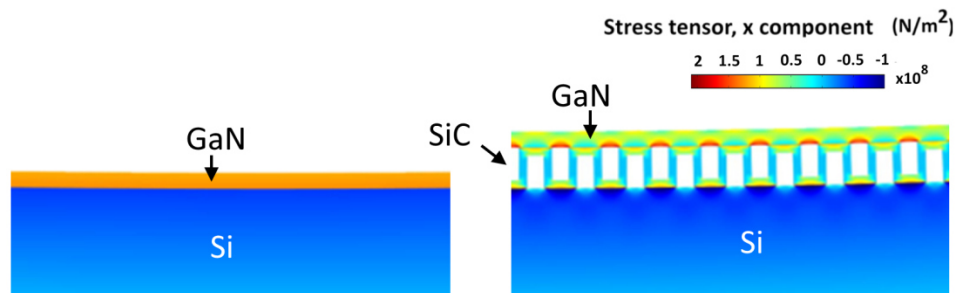


Рис. 3. Распределение упругих напряжений в плёнке GaN на SiC/Si (справа) и на Si (слева) при остывании от 800С до комнатной температуры.

В случае наличия пористого буферного слоя у поверхности плёнки наблюдается периодическая модуляция механических напряжений в диапазоне 30-103 МПа со средним значением ~65 МПа. При отсутствии буферного слоя механические напряжения распределены однородно вдоль поверхности плёнки, однако они значительно выше и составляют ~125 МПа. Следует отметить, что непосредственно в зоне соприкосновения буферного слоя и плёнки механические напряжения достигают величины 140 МПа, однако очень быстро спадают при увеличении толщины плёнки. Это позволяет сделать вывод о положительном влиянии системы пор на релаксацию упругих напряжений.

Авторы благодарны В.В. Кидалову и И.П. Сошникову за помощь в изготовлении и исследовании образцов.

Литература

1. S.A. Kukushkin, A.V. Osipov V.N. Bessolov, B.K. Medvedev, V.K. Nevolin and K.A. Tsarik// Reviews on Advanced Materials Science 16 (2008) 1.
2. S. A. Kukushkin and A. V. Osipov // J. Phys. D: Appl. Phys. 47 (2014) 313001.
3. V.N. Bessolov, D.V. Karpov, E.V. Konenkova, A.A. Lipovskii, A.V. Osipov, A.V. Redkov, I.P. Soshnikov, S.A. Kukushkin. Pendeo-epitaxy of stress-free AlN layer on a profiled SiC/Si substrate//Thin Solid Films 606 (2016) 74.

Исследование влияния толщины тонкопленочного слоя MoS₂ на износостойкость покрытия системы TiC-MoS₂

В.В. Петров, А.И. Беликов, Е.А. Ивченко

Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-ая Бауманская, д.5, petrov.v.v@bmstu.ru

В данной работе приведена сравнительная оценка влияния толщины тонкопленочного покрытия MoS₂ на общий упрочняющий эффект системы покрытий TiC-MoS₂, выраженный через износостойкость упрочняющего покрытия TiC.

How the thickness of thin films layer MoS₂ effects the wear resistance of the system "TiC-MoS₂" coating. V.V. Petrov, A.I. Belikov, E.A. Ivchenko. Comparative assessment of MoS₂'s thin-film coating thickness influence on the cumulative strengthening effect of TiC-MoS₂'s coating system is given. It is expressed through wear resistance of the strengthening TiC coating.

Введение

Современные методы развития области тонкопленочных упрочняющих покрытий, формируемых с использованием технологий вакуумного нанесения тонких пленок, связаны с формированием наноструктурных и нанокompозитных покрытий, обладающих высокими механическими и трибологическими характеристиками. Недостатком большинства сверхтвердых

наноструктурных покрытий является высокий коэффициент трения в паре с металлами. Улучшение трибологических характеристик таких покрытий связано с добавлением в состав компонентов, которые обладают высокими антифрикционными свойствами, например, твердосмазочных материалов переходных металлов (MoS_2 , WS_2 , MoSe_2 и т.п.).

В твердых упрочняющих покрытиях в контакте пары трения возникают высокие локальные контактные напряжения и сдвиговые напряжения, которые увеличиваются с повышением коэффициента трения. Данные эффекты проявляются на ранних стадиях процесса, которые характеризуются как этап приработки и приводят к снижению износостойкости твердых покрытий. Для решения проблемы используют мягкие притирочные покрытия, которые наносятся поверх твердых пленок, уменьшающие негативный эффект «жесткой» приработки. Тонкопленочные покрытия дисульфида молибдена снижают коэффициент трения скольжения по стали и сохраняют значения на уровне 0.1 и менее, обеспечивают работоспособность при высоких контактных нагрузках [1].

Актуальность работы и практический интерес представляет использование дисульфида молибдена в упрочняющих покрытиях, в том числе, и в качестве вершинного притирочного слоя. Покрытие дисульфида молибдена может быть нанесено поверх твердого покрытия на поверхности технологического инструмента или деталей узлов трения.

Подготовка образцов для исследований

При формировании двухслойных покрытий в качестве базового износостойкого покрытия использовалось покрытие TiC. Для сравнительной оценки влияния толщины тонкопленочного слоя MoS_2 на износостойкость системы TiC- MoS_2 были подготовлены образцы. Толщина нижнего износостойкого слоя TiC двухслойного покрытия TiC- MoS_2 была одинаковой и составляла величину 2.2 мкм. Толщина вершинного слоя MoS_2 выбиралась из ряда значений 0.5, 1.0, 1.5 и 2.0 мкм. Тонкопленочные покрытия MoS_2 наносили одновременно как на подложки с предварительно нанесенным покрытием TiC, так и на образцы без покрытий. Параметры структуры и толщины покрытий подготовленных образцов представлен в таблице 1.

Под образцы в качестве подложек использовались вырезанные листы из стали X18H10T толщиной 1,5 мм и размером 20x20 мм. Подготовка образцов включала механическую полировку до шероховатости $Ra=0.2$, обработку в ультразвуковой ванне, обезжиривание спиртовым раствором.

Таблица 1. Параметры структуры полученных на подложках покрытий.

№	Покрытие	Фактическая толщина слоя TiC, мкм	Планируемая толщина слоя MoS_2 , мкм	Фактическая толщина слоя MoS_2 , мкм
1	TiC	2,2	-	-
2	TiC+ MoS_2	2,2	0,5	0,4
3	MoS_2	-	0,5	0,4
4	TiC+ MoS_2	2,2	1	1,1
5	MoS_2	-	1	1,1
6	TiC+ MoS_2	2,2	1,5	1,7
7	MoS_2	-	1,5	1,7
8	TiC+ MoS_2	2,2	2	2,1

Формирование износостойкого покрытия TiC осуществлялось методом электродугового осаждения титана в атмосфере ацетилена на установке PLATIT л80. Предварительно образцы очищались с использованием плазмы тлеющего разряда. В качестве мишени использовался цилиндрический титановый катод диаметром $\varnothing 80$ мм и длиной $L=300$ мм. В процессе формирования покрытий подложки нагревались до температуры $T=450$ К.

Нанесение твердосмазочного покрытия осуществлялось методом магнетронного распыления пресованной мишени MoS_2 диаметром 78 мм на вакуумной технологической установке кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ имени Н.Э. Баумана. Рабочая камера установки откачивалась до остаточного давления 10^{-3} Па, нанесение покрытий осуществлялось при давлении аргона 10^{-1} Па. Предварительно, перед нанесением покрытий, поверх-

ность образцов обрабатывалась с помощью автономного источника ионов с холодным катодом типа «Радикал».

Фактическая толщина полученных покрытий измерялась на толщиномере Calotest Compact компании CSM Instruments SA.

Исследование образцов

Изучение трибологических характеристик и оценка износостойкости покрытий образцов проводились на трибометре TRB-S-CE (CSM Instruments SA) по методу «шар-плоскость» с линейным возвратно-поступательным перемещением образца относительно неподвижного индентора, в качестве которого выступал шар диаметром 6 мм из WC. Использовались следующие режимы испытаний:

- прикладываемая нагрузка – 1 Н;
- длина хода (амплитуда перемещений) – 8 мм;
- скорость перемещения – 10 см/с;
- длина пробега (путь трения) – 1500 м (31250 циклов).

В процессе измерения коэффициент трения фиксировался в виде зависимости от пути трения (в метрах). График изменения коэффициента трения от пути трения для образца с двухслойным покрытием TiC-MoS₂ представлен на рис. 1.



Рис. 1. Зависимость коэффициента трения от пути для образца с покрытием TiC-MoS₂ ($h_{TiC}=2,2$ мкм; $h_{MoS_2}=2,1$ мкм) в паре с контртелом - шаром из WC.

Износостойкость образцов определялась исходя из объема потерянного во время испытания материала. Объемный износ образцов оценивался в мм³/(Н·м) с использованием среднего значения площади сечения дорожки износа по результатам измерения 5 поперечных профилей на профилометре Dektak 150.

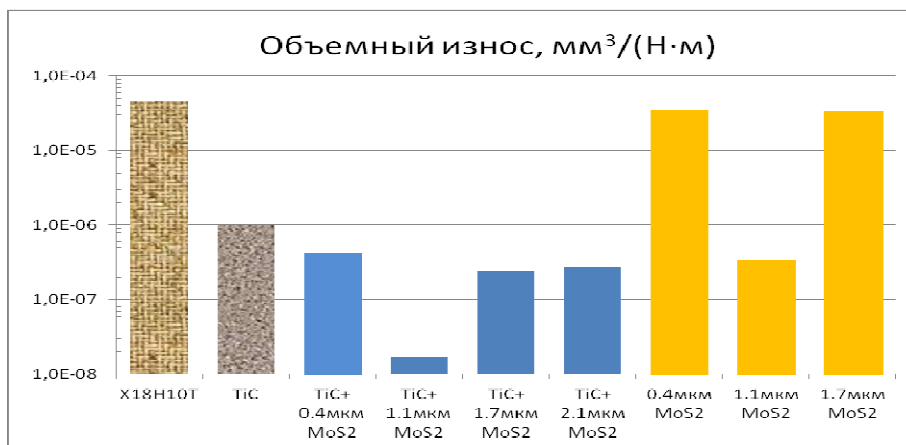


Рис. 2. Гистограмма значений объемного износа образцов.

Обсуждение результатов

Исследования показали, что для большинства образцов происходило повышение износостойкости поверхности, однако для рассматриваемых вариантов упрочнения можно отметить следующие особенности. При нанесении покрытий дисульфида молибдена на стальную подложку наблюдалось снижение объемного износа для покрытия MoS₂ толщиной 1.1 мкм. Покрытие полностью не изнашивалось за время испытаний. При одинаковых условиях испытаний износ покрытия на два порядка был ниже износа подложки. Проявив общее снижение износа на 30% по отношению к износу стальной подложки, покрытия MoS₂ толщиной 0.4 и 1.7 мкм полностью разрушились за время испытаний.

В свою очередь, для покрытий MoS₂ разной толщины на твердом покрытии TiC наблюдалось повышение износостойкости во всех случаях, по отношению к покрытиям MoS₂ на стальной подложке, без твердого подслоя.

Формирование тонкопленочных покрытий MoS₂ на поверхности твердого покрытия TiC приводило к снижению суммарного износа более чем в два раза. Максимальный эффект наблюдался для покрытия MoS₂ толщиной 1.1 мкм, приведший к снижению износа почти в 60 раз.

Заключение

Результаты проведенной работы свидетельствуют о влиянии тонкопленочного покрытия MoS₂, формируемого на поверхности износостойкого покрытия TiC на износостойкость последнего.

Исследования показали, что использование в качестве твердого подслоя для дисульфида молибдена покрытия TiC приводит к существенному повышению износостойкости покрытия MoS₂ (разница составляет до 2-х порядков).

Литература

1. Иванов В.В., Марченко Ю.В. Перспективы применения дисульфида молибдена для формирования вибрационных механохимических твердосмазочных покрытий // Вестник ДГТУ, 2010. Т.10. № 3(46), с.381-385.
2. Беликов А.И., Шарапов М.А., Караулов Д.А., Осирко К.П. Исследование упрочняющих покрытий на основе тонких пленок, содержащих слои дисульфида молибдена // Наноинженерия, 2011. №5, с.32-35.

Источник электронов для установки исследования вторичной ЭМИССИИ

А.Н. Козлов

Москва, E-mail: elbeem@inbox.ru

В статье рассмотрены причины плохой фокусировки электронного пучка для приведенной конструкции электронной пушки с электростатической фокусировкой. Показан путь исправления фокусировки и получения заданных параметров пучка.

An electron source for equipment of secondary emission study. A.N. Kozlov. The reasons of bad focusing of electron beam for the given design of the electron gun with electrostatic focusing system are given. The way to correct focusing and to obtain the set parameters of an electron beam is shown.

В учебный институт была приобретена вакуумная установка с электронной пушкой для проведения лабораторных работ по изучению вторичной электронной эмиссии. Одной из проблем этой установки было отсутствие электронного луча. Невозможно было получить луч, так как не получалась фокусировка луча. Конструкция электронной пушки, примененная в данной установке, представлена на рис. 1.

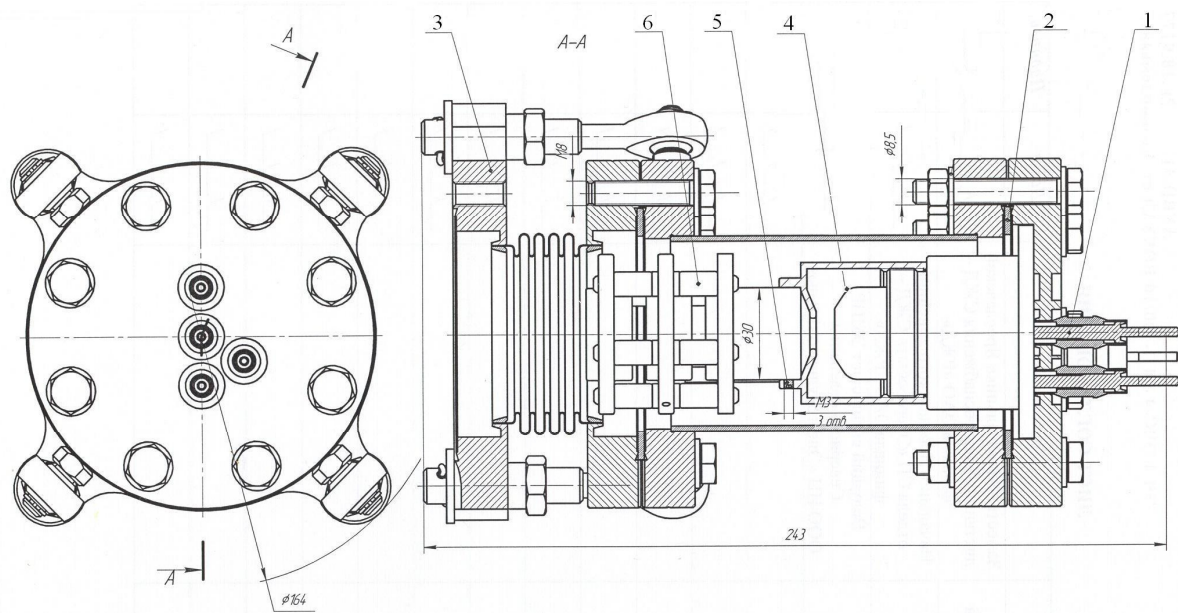


Рис. 1. Электронная пушка. 1 гермоввод, 2 медное уплотнение, 3 посадочный фланец, 4 венельт, 5 анод, 6 фокусирующая электростатическая линза.

Конструктивно все элементы электронной пушки закреплены на фланце. На фланце сварены металлокерамические вводы для подачи необходимых напряжений на электроды пушки. На этот фланец через изоляторы закреплены подводящие контакты нити прямого накала катода. Через изоляторы закреплен электрод венельта. Так же на фланце закреплен анод, имеющий потенциал корпуса установки. На анод крепится электростатическая фокусирующая система. Вся конструкция электронной пушки развязана относительно корпуса вакуумной камеры через сильфонное соединение. Четыре регулировочных болта удерживают сильфон от полного сжатия при откачке камеры и позволяют регулировать наклон электронной пушки относительно стенки вакуумной камеры. Такая конструкция подразумевала направлять электронный луч в ту область мишени, в которой расположен исследуемый материал. В этой конструкции электронной пушки для фокусировки пучка применена одиночная электростатическая лин-

за. Под такой линзой понимается область аксиально-симметричного электрического поля, у которого электростатические показатели преломления, а следовательно, и потенциалы справа и слева от линзы постоянны и равны между собой [1]. В приведенном случае крайние электроды имеют потенциал земли, а на средний электрод подается фокусирующее напряжение.

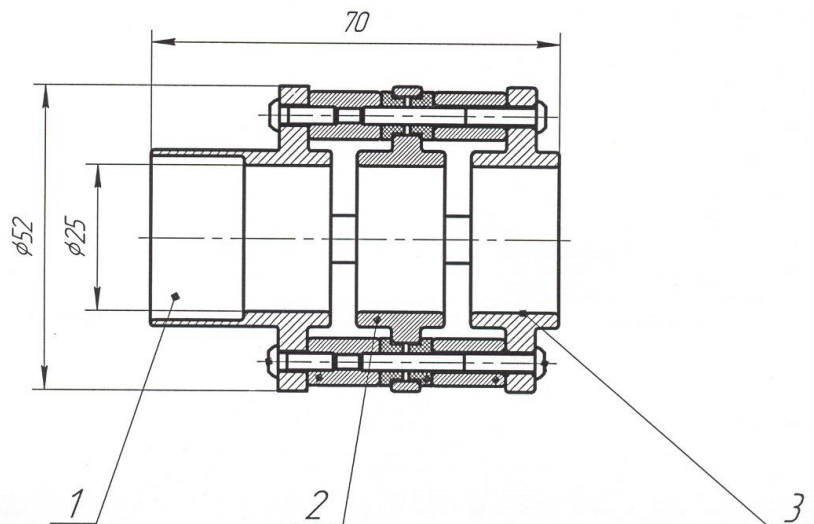


Рис. 2. Электростатическая одиночная линза. 1 и 3 внешние электроды, 2 средний электрод.

Сила линзы зависит от геометрии электродов и приложенных потенциалов. Оптическая характеристика, обратная величина фокусного расстояния, для одиночной линзы представлена на рис. 3.

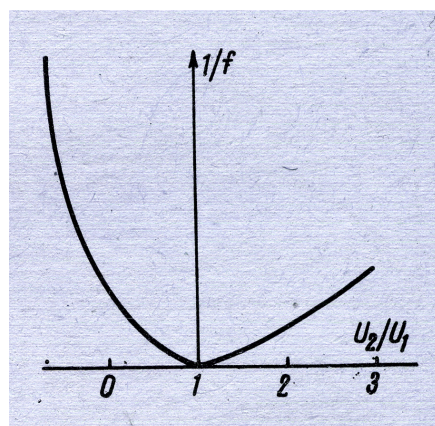


Рис. 3. Оптическая характеристика одиночной линзы. Где U_2 , потенциал среднего электрода, U_1 потенциал внешних электродов

Из рис. 3 видно, что оптическая сила линзы растет гораздо быстрее, когда $U_2 < U_1$, чем в случае, когда $U_2 > U_1$. Это объясняется тем, что в последнем случае с ростом потенциала среднего электрода растет скорость изменения напряженности поля вдоль оси линзы, но одновременно растет и скорость электронов в её поле, что замедляет рост оптической силы. Оптическая сила одиночной линзы зависит главным образом от расстояния между электродами и диаметром отверстия в среднем электроде. Сила линзы увеличивается с уменьшением расстояния между электродами и с уменьшением отверстия в среднем электроде. Так как на внешних электродах одиночной линзы потенциал земли, то на средний электрод надо подавать отрицательный потенциал относительно земли. Электростатические линзы имеют большие aberrации, так как

поле на оси линзы сильно отличается от электрического поля возле электродов. В электростатических системах обычно пучок ограничивают диафрагмами.

Расстояние от катода до электростатической фокусирующей линзы 45 мм. Расстояние от линзы до объекта 260 мм. То есть фокусирующая система работает с увеличением примерно 5,8 раза, и должна иметь большое фокусное расстояние. Здесь подойдет слабая линза. Если диаметр катодного пятна принять за 1 мм, то мы получим диаметр на мишени порядка 6 мм без учета размытости от aberrаций. Это возможно если мы получаем слабо расходящийся пучок из анодного отверстия, и он попадает на оптическую ось фокусирующей линзы. Для этого электронный пучок должен иметь угол расходимости не больше 10 градусов. Это возможно обеспечить с помощью диафрагм, расположенных после анода. Или изготовить анод с глубоким отверстием. Если необходимо получить диаметр электронного луча на подложке порядка 2 мм, то необходимо уменьшить диаметр катодной области в 6 раз, то есть до 0,3 мм. В данной конструкции диаметр анодного отверстия 10 мм, а диаметр отверстия в венельте тоже 10 мм. Катод изготовлен в виде навитой пружины и не имеет излучающей поверхности на оси пучка. Это явилось причиной отсутствия пучка, и соответственно фокусировки пучка.

Чтобы устранить неисправность необходимо создать имитирующую поверхность катода на оси пучка, уменьшить максимально отверстие в венельте и изготовить глубокий анод. Например, диаметр отверстия в аноде 3 мм, а глубина отверстия не менее 15 мм. При достаточном токе накала катода и запирающем потенциале на венельте возможно получение заданных параметров пучка на мишени.

Литература

1. Электронная оптика и электронно-лучевые приборы / Л.Г. Шерстнев - М. Энергия, 1971, стр. 80 – 83.

Системы питания высокоомощных импульсных магнетронов распыления HIPIMS

В.С.Мачикин

ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ»

г. Москва, Садовническая ул., д.72, стр.1, оф.6

iver@mail.ru

Предприятие ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ» продолжает разрабатывать и изготавливать системы питания для одиночных и дуальных высокоомощных импульсных магнетронов распыления. Могут быть сконфигурированы различные варианты систем питания с широким диапазоном выходных параметров. Предложена схема построения систем HIPIMS большой мощности матричного типа.

Power systems for high-power pulse magnetrons HIPIMS. V.S. Machikin. The company PLAZMA-TECH LLC continues to develop and manufacture power systems for single and dual high-power pulsed sputtering magnetrons. Different versions of power systems with a wide range of output parameters can be configured. The scheme to construct high-power HIPIMS systems of the matrix type is proposed.

Предприятием ООО «ПЛАЗМА-ТЕХ» разработаны и выпускаются на заказной основе системы питания одиночных и дуальных высокоомощных импульсных магнетронов распыления.

Отличительной особенностью этих систем питания является блочно-модульный принцип построения, позволяющий обеспечить масштабирование их выходных параметров и разнообразие модификаций практически под все возникающие технологические задачи.

Системы питания одиночных магнетронов могут быть изготовлены с выходными параметрами в диапазоне $U_{\text{вых}} = -650 \text{ В} \div -2400 \text{ В}$, $I_{\text{выхDC}} = 3 \text{ А} \div 100 \text{ А}$, $I_{\text{выхимп}} = 0,3 \text{ кА} \div 6 \text{ кА}$, $\tau_{\text{имп}} = 5 \text{ мкс} \div 2 \text{ мс}$, $F_{\text{имп}} = 100 \text{ Гц} \div 40 \text{ Гц}$, $\tau_{\text{д.з.}} = 2 \text{ мкс} \div 3 \text{ мкс}$.

Для систем питания дуальных магнетронов достигнуты выходные параметры, как для однополярных, за исключением выходного напряжения, которое может быть в диапазоне $U_{\text{вых}} = -650 \text{ В} \div -1200 \text{ В}$.

Структурно система питания одиночного магнетрона построена из пяти видов блоков: управления, силового, накопителя энергии, дугозащиты и частотной коммутации поддержания разряда и представлена на рис.1.

Выходные цепи системы питания гальванически изолированы от всех других цепей системы и в том числе от цепей заземления, а низкопотенциальная положительная допускает подачу на нее относительно «заземленных корпусов» напряжения до $\pm 500 \text{ В}$. Это позволяет питать магнетрон, имеющий в своем составе анод, изолированный от корпуса вакуумной камеры.

Входящие в систему блоки имеют модульное исполнение, которое обеспечивает вариацию выходной мощности силового блока, суммарной емкости блока накопления энергии, выходного импульсного тока блока дугозащиты и частотной коммутации. Кроме того, обеспечивается хорошая ремонтоспособность системы путем замены модулей. Также входящие в силовые блоки модули конвертора имеют встроенные корректоры коэффициента мощности, что обеспечивает потребление системой от питающей сети практически синусоидального тока.

Структурно схема системы питания дуальных магнетронов приведена на рис.2.

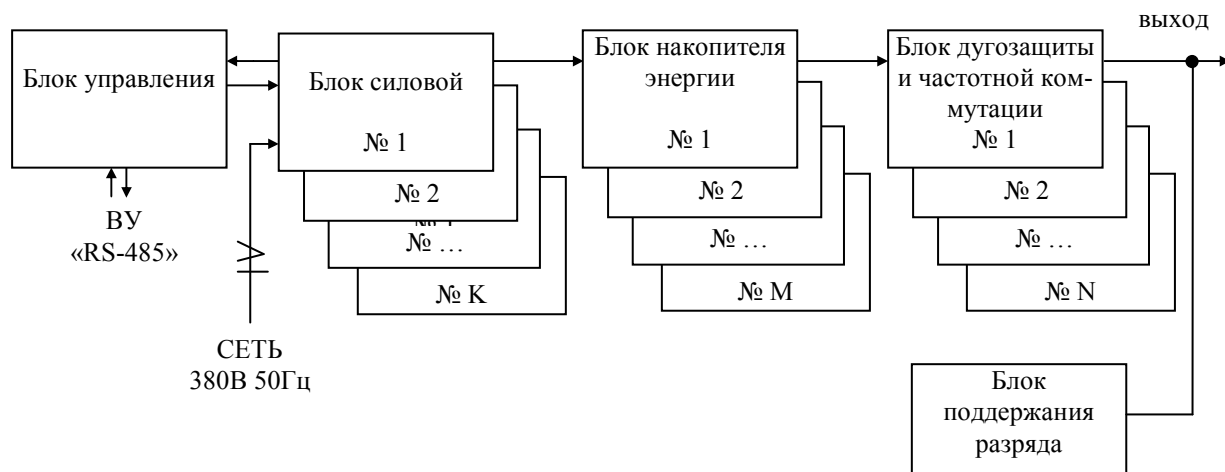


Рис.1. Структурная схема системы питания одиночного магнетрона.

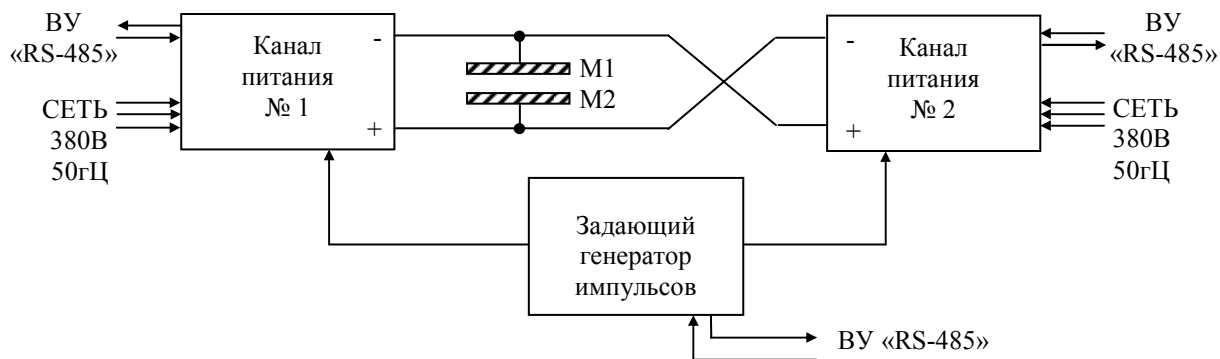


Рис.2. Структурная схема системы питания дуальных магнетронов.

Каналы № 1 и № 2 системы питания дуальных магнетронов выполнены по схеме, представленной на рис.1, но с тем отличием, что в них усилена изоляция выходных цепей на потенциал до 3 кВ, и повышена помехозащищенность цепей управления.

Вышепоименованные системы питания могут работать в трех режимах стабилизации выходных параметров: по напряжению, по среднему DC-току, по импульсному току или по средней DC-мощности.

В системе для дуальных магнетронов выходные параметры регулируются и стабилизируются независимо по двум каналам, включая задание длительности выходных импульсов $\tau_{\text{имп1}}$, $\tau_{\text{имп2}}$ и времени паузы между ними.

Внешний вид системы питания HIPIMS дуальных магнетронов с выходной мощностью первого канала 36 кВт, напряжением -1200 В, импульсным током 2,7 кА и с выходной мощностью второго канала 18 кВт, напряжением -900 В, импульсным током 1,35 кА показан на рис.3.



Рис.3. Система питания дуальных магнетронов.

Внешний вид системы питания HIPIMS для одиночного магнетрона с выходной DC-мощностью 18 кВт, напряжением -1200 В, импульсным током 1600 А и конструктивно выполненной в двух блоках, показан на рис.4.

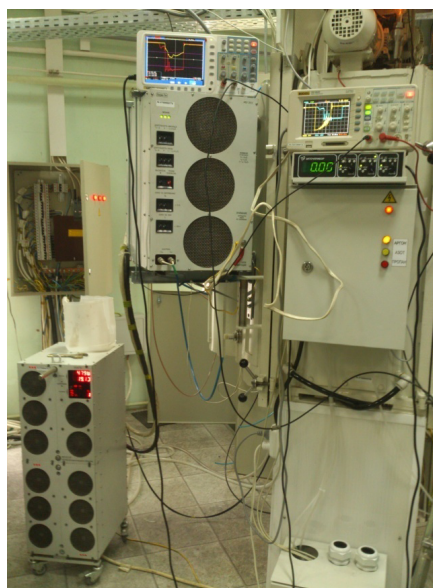


Рис.4. Система питания одиночного магнетрона.

Типовая осциллограмма тока и напряжения на дуальном магнетроне показана на рис.5.



Рис.5. Осциллограмма тока и напряжения на дуальном магнетроне.

Следует отметить, что при разработке систем высокоомощного импульсного магнетронного распыления необходимо её не разделять на два изделия: собственно сами магнетроны и систему питания. Нужно учитывать, что это единая система. Это особенно важно при проектировании систем с выходным напряжением более 1200 В и импульсным током свыше 1,5 кА. Неправильно подобранный выходной импеданс системы питания или же конструкция магнетронов распыления будут приводить к чрезмерно высокой частоте появления дуговых и диффузионных разрядов в магнетронах. Это не дает проводить нормально техпроцесс и получить качественные покрытия. Для высокоомощных импульсных систем, как показали реальные результаты их испытаний, уже полученного быстродействия «дугозащиты» в 2,5 мкс недостаточно для подавления «дуговых микровзрывов» на поверхности катодов (мишеней) магнетронов при переходе высоковольтного распределенного разряда в дуговой. Паразитная тепловая энергия дуги пропорциональна произведению времени дугозащиты на пиковое напряжение и на пиковый импульсный ток в момент возникновения дугового разряда. И если в классических средне-частотных (10 ÷ 60 кГц) одиночных или дуальных системах питания напряжение было на уровне 750 В, а ток 150 А, то в системах HIPIMS - это 1500 В и 1500 А ÷ 6000 А.

Вышеуказанное обстоятельство приводит к превышению критической энергии в катодном пятне «микродуги» и, естественно, такая «дугозащита» уже перестает выполнять свою функцию. Так как на современном уровне развития полупроводниковой элементной базы сделать реальное время дугозащиты в 0,1 мкс ÷ 0,25 мкс не представляется возможным, мы предлагаем другой метод построения систем HIPIMS. С нашей точки зрения необходимо для получения больших по площади и, естественно, по импульсному току магнетронов HIPIMS делать их составными, то есть делать сборку, состоящую из большого количества малых по площади и соответственно по импульсному току магнетронов, и питаемых каждый от своего блока (модуля) дугозащиты и частотной коммутации. Тогда при возникновении дуги на каком-либо магнетроне этой сборки энергия в дуговом пятне не будет достигать критической, и будет обеспечен бездефектный процесс распыления мишеней.

Структурная схема предлагаемой системы питания приведена на рис.6.

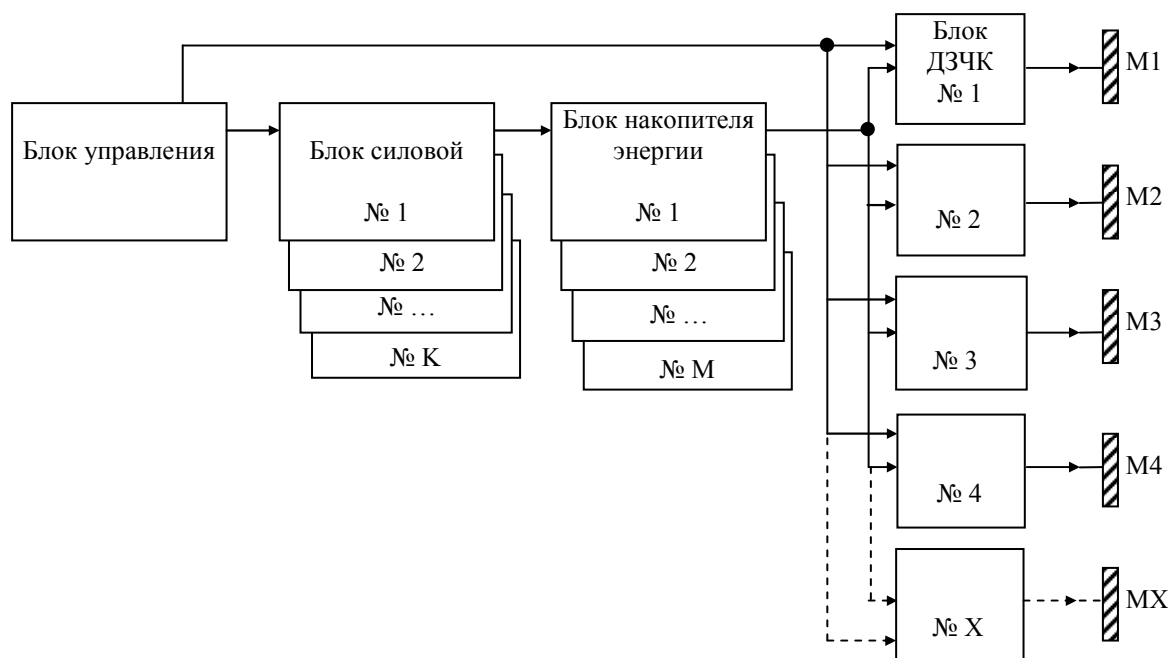


Рис.6. Структурная схема системы питания для сборки магнетронов.

Оптическая спектроскопия полупроводниковых пленок MoS₂

А.И.Беликов, Чжо Зин Пью, А.И.Семочкин
Москва, МГТУ имени Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
кафедра МТ-11 ("Электронные технологии в машиностроении")
E-mail: belikov@bmstu.ru

Представлены результаты исследования тонких пленок дисульфида молибдена, формируемых методом магнетронного распыления на подложках из кремния, методом оптической спектроскопии. Расчетно-графическим методом определены значения ширины запрещенной зоны (ШЗЗ) полученных образцов.

Optical spectroscopy of semiconductor MoS₂ films. A.I.Belikov, Kyaw Zin Phyw, A.I.Syomochkin. The results of studying the optical properties of molybdenum disulphide thin films formed by the magnetron sputtering MoS₂ target on silicon substrates are presented. Optical band gap energy (E_g) is calculated by estimating-plotting method.

Введение

В последнее время дисульфид молибдена (MoS₂) является широко исследуемым материалом, ультратонкие пленки MoS₂ обеспечивают высокие показатели эффективности электронных приборов (низкое энергопотребление, высокая чувствительность) при использовании в таких устройствах, как полевой транзистор [1] и фотодетектор [2]. Благодаря высокой подвижности носителей заряда и стабильности электрических свойств при больших деформациях ультратонкие пленки MoS₂ перспективны для применения в различных устройствах нанoeлектроники. Молекулярный слой пленки MoS₂ гексагональной структуры является прямозонным полупроводником с шириной запрещенной зоны равной 1.8 эВ, обладает высокой подвижностью носителей заряда (до 700 см²·В⁻¹·с⁻¹), большим оптическим поглощением (10⁷м⁻¹), в опытных экземплярах полевых транзисторов достигались высокие значения соотношения токов в

открытом и закрытом состоянии (10^7 – 10^8). Все это открывают широкие перспективы применения рассматриваемых пленок в перспективных устройствах электроники и оптоэлектроники, способствует интенсификации исследований в этой области [3]. Поэтому разработка методов получения и исследование свойств тонких пленок MoS_2 является актуальной задачей.

Толщина является одним из важных геометрических параметров элементов электронных устройств, определяет электронные, оптические и термические свойства пленок. Уменьшение толщины пленок материалов, обладающих непрямо́й запрещенной зоной, до монослоя, может приводить к появлению прямо́й запрещенной зоны, как в случае с MoS_2 [4].

Целью работы явилось исследование оптического спектра отражения и определение ширины запрещенной зоны тонких пленок MoS_2 различной толщины, полученных методом магнетронного распыления на кремниевых подложках. Спектральные характеристики пленок изучались с помощью спектрофотометра "Epsilon". Для измерения толщины пленок использовался атомно-силовой микроскоп АСМ "Solver Next".

Методика исследования

Для определения величины ширины запрещенной зоны полупроводников, используется подход, основанный на оценке энергии фотонов, близких по значению к ширине запрещенной зоны (E_g), при которой наблюдаются процессы поглощения фотонов. Постепенное увеличение энергии фотонов вблизи ширины запрещенной зоны, приводит к плавному переходу от пропускания фотонов к их поглощению. Если энергия фотонов значительно превышает значение ширины запрещенной зоны, то вероятность поглощения фотонов увеличивается и растет количество переходов электронов из валентной зоны в зону проводимости.

Известно, что мономолекулярные пленки MoS_2 , обладают свойствами прямозонного полупроводника, при наличии в пленке двух и более молекулярных слоев MoS_2 становится непрямо́зонным полупроводником, а ширина запрещенной зоны уменьшается с увеличением количества слоев и достигает значения в 1.3 эВ для массивного кристалла. В зависимости от типа полупроводника оценка процессов поглощения фотонов для прямого и непрямого перехода электронов проводится на основании формул, полученных Тауцем [5] для частотной зависимости коэффициента поглощения (1) и (2). Так, спектральная зависимость коэффициента поглощения характеризуется формулами:

$$(\alpha h\nu)^2 \approx (h\nu - E_g) \quad (1)$$

для прямого перехода и

$$(\alpha h\nu)^{1/2} \approx (h\nu - E_g) \quad (2)$$

для непрямого перехода, где $h\nu$ – энергия фотона, E_g – оптическая ширина запрещенной зоны, α – коэффициент поглощения образца.

Коэффициент поглощения может быть определен с использованием уравнения (3) Кубелка-Мунка (Kubelka-Munk) [6], связывающего коэффициент отражения и коэффициент поглощения образца:

$$\frac{\alpha}{s} = \frac{(1 - R)^2}{2R}, \quad (3)$$

где R – коэффициент отражения, s – коэффициент рассеяния.

Коэффициент рассеяния зависит от особенностей среды – размерности частиц и показателя преломления, слабо зависит от длины волны и коэффициента поглощения, поэтому в модели Кубелка-Мунка s считается величиной постоянной.

В работе [7] было показано, что на основании графических зависимостей $(\alpha h\nu)^{1/2}$ от $h\nu$ для пленок MoS_2 может быть определено значение ширины запрещенной зоны. Так, полу-

ченными авторами значения ШЗЗ для пленок MoS₂ толщиной 1.99 нм и 1.83 нм составляли 1,61 эВ и 1,36 эВ, соответственно, что хорошо согласуется с другими литературными данными [8]. Суть расчетно-графического метода заключается в использовании расчетного соотношения (2) для построения графика зависимости $(\alpha hv)^{1/2}$ от hv и определения E_g путем экстраполяции линейного участка графика, из области более высоких энергий, на ось энергии, когда $(\alpha hv)^{1/2}$ принимает значение равное нулю (рис. 2). Точка пересечения прямой с осью энергии определяет значение энергии для ширины запрещенной зоны.

Результаты

Подготовка образцов для исследований. Нанесение тонких пленок дисульфида молибдена проводили методом магнетронного распыления в вакууме прессованной мишени, изготовленной холодным прессованием порошка MoS₂ марки ДМИ-7, на подложки из кремния при давлении аргона в камере установки порядка 10⁻¹ Па. Процесс осуществлялся на постоянном токе при температуре подложек примерно 300 °С. В результате были подготовлены два образца, различающиеся толщиной. Толщину образцов определяли путем маскирования части поверхности подложки, с последующим измерением высоты, полученной таким образом, ступеньки. Измерения осуществлялись на АСМ "Solver-NEXT" компании "NT-MDT".

Измерение спектральных характеристик коэффициента отражения подготовленных образцов с покрытиями проводили на спектрофотометре "Epsilon" при нормальных условиях в диапазоне длин волн 380 – 1100 нм. Предварительно прибор тарировался с использованием кремниевых образцов. Результаты измерений приведены на рис. 1.

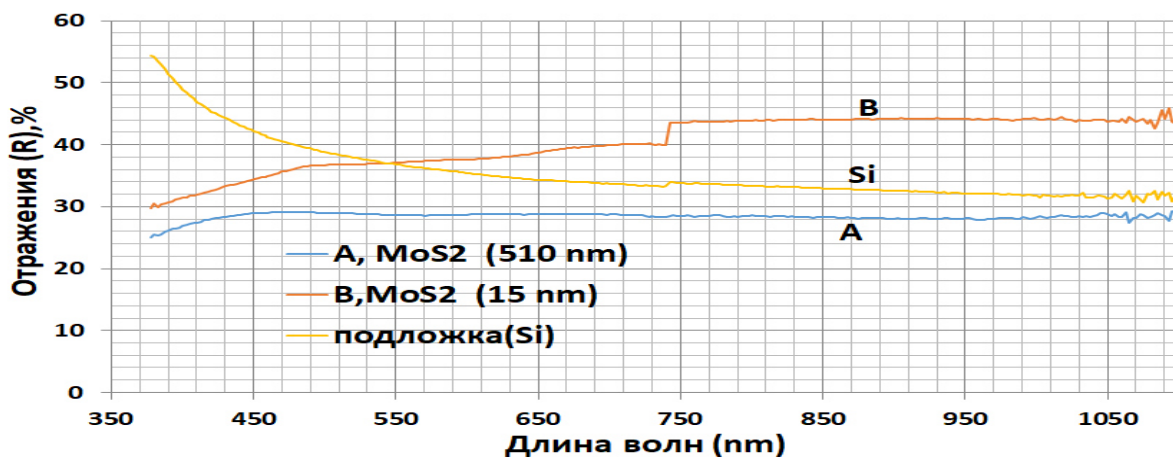


Рис. 1. Спектры отражения кремниевого образца и пленок MoS₂ толщиной 510 нм (образец A) и 15 нм (образец B), нанесенных на кремниевые подложки.

На следующем этапе, на основании полученных численных значений коэффициента отражения для разных длин волн определялись значения коэффициентов поглощения с использованием зависимости (3). По расчетным значениям коэффициентов поглощения строились графики зависимости $(\alpha hv)^{1/2}$ от hv , для образца A с покрытием дисульфида молибдена толщиной 510 нм, зависимости представлены на рисунке 2. В последующем, с помощью экстраполяции на линейных участках графиков определялись значения ШЗЗ для каждого из образцов (рис. 2).

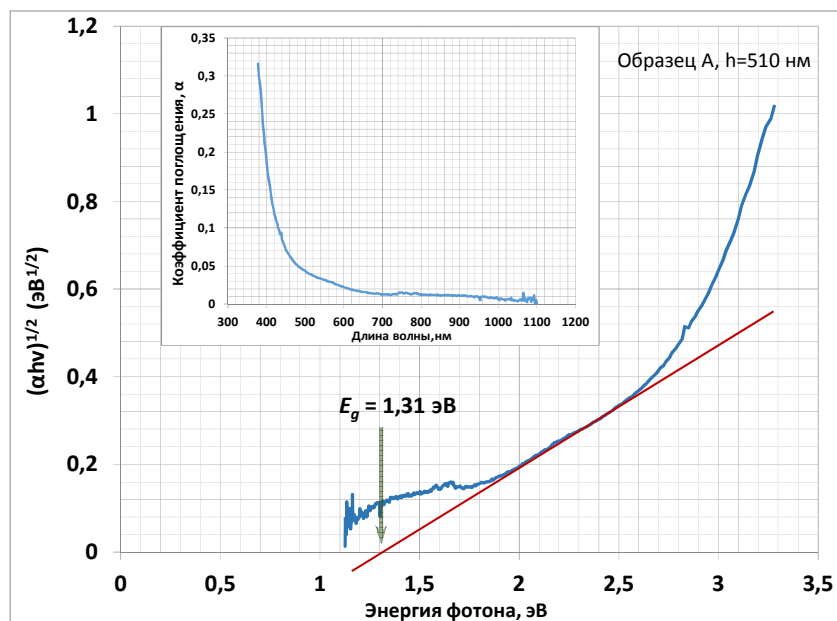


Рис. 2. Графики зависимости коэффициента поглощения от длины волны (на вставке) и $(\alpha h\nu)^{1/2}$ от $h\nu$ для плёнки MoS_2 толщиной 510 нм. Тонкая прямая линия – линия экстраполяции линейного участка графика до значения $(\alpha h\nu)^{1/2} = 0$.

Заключение

Полученные экспериментальные данные для пленки толщиной 510 нм (образец А) согласуются с имеющимися в литературных источниках сведениями о величине ШЗЗ для пленок MoS_2 . Значение ШЗЗ для образца А, определенное расчетно-графическим методом составило 1.31 эВ.

Для массивного кристалла MoS_2 величина E_g имеет значение 1.3 эВ. Также известно, что наиболее существенно величина ШЗЗ изменяется при уменьшении толщины пленки MoS_2 до значений, соответствующим менее чем 7-8 молекулярным слоям. Результаты работы свидетельствуют о том, что уже при толщинах порядка 0.5 мкм для пленок MoS_2 наблюдается увеличение ШЗЗ в сравнении с массивным кристаллом MoS_2 .

Используемая методика не позволила получить адекватное значение ШЗЗ для образца В с пленкой MoS_2 толщиной 15 нм. Как видно из спектральных характеристик коэффициента отражения, представленных на рис. 1, более тонкая пленка в диапазоне более длинных волн продемонстрировала значения коэффициента отражения, превышающие значения, полученные для кремниевой подложки, в отличие от образца А, для которого во всем диапазоне наблюдались значения коэффициента отражения ниже, чем у кремния. Таким образом, требуется дополнительное изучение и анализ для прояснения обнаруженного факта.

Литература

1. Radisavljevic B., Radenovic A., Brivio J., Giacometti V., Kis A. Single-layer MoS_2 transistors.// Nature Nanotech.- 2011, V. 6, P.147-150.
2. Yin Z., Li H., Jiang L., Shi Y., Sun Y., Lu G., Zhang Q., Chen X., Zhang H. Single-layer MoS_2 phototransistors.// ACS Nano . -2012, V.6(1), P.74–80.
2. Xia F, et al., 2014 Nature Photonics.8:899-907.
3. K. F. Mak, C. Lee, J. Hone, J. Shan, and T. F. Heinz, Atomically Thin MoS_2 : A New Direct-Gap Semiconductor, Phys. Rev. Lett., 105, 136805 (2010).
4. Тауц Я. Оптические свойства полупроводников в видимой и ультрафиолетовой областях спектра. // Успехи физических наук. – 1968, т.94, № 3, с. 501-534.
5. Kubelka and Munk Zeit 1931 Für Tekn. Physik 12 p593.
6. Chanyoung Yim, Maria O'Brien. Investigation of the optical properties of MoS_2 thin films using spectroscopic ellipsometry. Applied Physics Letters 104, 103114 (2014).

7. Miika Mattinen. Atomic Layer Deposition of Crystalline MoS₂ Thin Films: New Molybdenum Precursor for Low-Temperature Film Growth. Adv. Mater. Interfaces 2017, 4, 1700123.

Модернизация магнитной системы жидкофазного магнетрона для повышения мощности разряда

*А.А. Храмова, А.Р. Матанин, Д.А. Полин, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
E-mail: annakhramova3@gmail.com*

В статье предложен метод сравнения магнитных систем магнетрона для процесса жидкофазного магнетронного распыления. Проведено компьютерное моделирование существующей и разработанной систем, а также проведен эксперимент по сравнению магнитных систем по мощности разряда. Определено, какие характеристики магнитной системы оказывают большее влияние на значение мощности разряда.

Comparison of magnet systems of the magnetron with liquid-phase target for power improvement. A.A. Khramova, A.R. Matanin, D.A. Polin, D.D. Vasiliev, K.M. Moiseev. The method of magnet systems comparison for magnetron sputtering process with liquid-phase target has been proposed. A computer simulation of the existing and proposed systems has been carried out, as well as an experiment comparing magnetic systems due to their discharge power. The characteristics of the magnetic system are determined which produce a greater effect on the value of the discharge power.

Введение

В настоящее время толсто пленочные проводящие покрытия получили широкое применение в таких областях, как ветроэнергетика, гибридная энергетика, силовая микроэлектроника, а также производство термоэлектрических модулей.

Метод магнетронного распыления является одним из наиболее распространенных для формирования проводящих покрытий в вакууме [1]. Развитием метода магнетронного распыления является формирование покрытий с помощью магнетрона с жидкой мишенью. Катодом в этом методе является расплавленный материал мишени, который находится в изолированном от системы охлаждения тугоплавком тигле (рисунок 1). При изолировании мишени от системы охлаждения магнетрона происходит ее расплавление, вследствие чего начинается активное испарение материала мишени, что увеличивает скорость осаждения частиц. Высокое давление насыщенного пара материала мишени позволяет проводить процесс ее «самораспыления» при отсутствии инертного газа, что снижает концентрацию примесей в формируемом покрытии [1, 2]. Так же к преимуществам данного метода относят практически 100% использование материала мишени и низкие энергозатраты [3].

Для того чтобы расплавить мишень в процессе жидкофазного магнетронного распыления, нужно обеспечить необходимую мощность разряда. На мощность разряда при магнетронном распылении влияют такие параметры процесса, как напряжение разряда, рабочее давление и величина магнитной индукции на поверхности мишени. При этом под мощностью разряда подразумевается результат снятой ВАХ процесса, а именно произведение напряжения разряда на ионный ток [2]. При рассмотрении параметров, влияющих на мощность разряда, напряжение разряда и рабочее давление процесса ограничены характеристиками установки, в то время как величина магнитной индукции на поверхности мишени может быть изменена за счет конструктивных особенностей магнитной системы магнетрона.

В магнитной системе магнетрона НМСА-52М производства АО «НИИТМ» (рис. 1) установлены магниты из SmCo. Одним из возможных вариантов повышения магнитной индукции на поверхности мишени является замена существующих магнитов на более сильные по магнитным свойствам магниты из NdFeB. Однако изготовление кольцевых магнитов из NdFeB нецелесообразно по экономическим соображениям, а так же этот процесс занимает большое коли-

чество времени, поэтому было предложено составить разрабатываемую магнитную систему из составных цилиндрических магнитов, а затем сравнить кольцевую и составленную из отдельных цилиндров системы с помощью компьютерного моделирования и экспериментального сравнения ВАХ.

Компьютерное моделирование кольцевой и составленной из цилиндрических магнитов магнитных систем для магнетрона НМСА-52М

Существующая магнитная система состоит из цилиндрического и кольцевого магнитов, изготовленных из материала SmCo (остаточная магнитная индукция $B_r=1,07$ Тл)(рис. 2, а). Предлагаемая магнитная система состоит из цилиндрических составных магнитов, при этом размер составных магнитов не позволяет использовать крышку для кольцевых магнитов, а конструкция используемой крышки предполагает различие высот на 3 мм между центральным (15 мм) и периферийными (12 мм) магнитами (рис. 2, б).

Центральные магниты изготовлены из материала NdFeB марки N45 (остаточная магнитная индукция $B_r=1,35$ Тл). Магниты, из которых состоит кольцо, изготовлены из материала NdFeB марки N38H (остаточная магнитная индукция $B_r=1,17$ Тл).

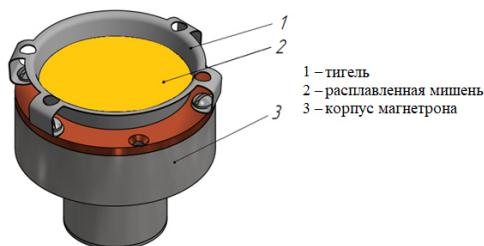


Рис. 1. Жидкофазный магнетрон НМСА-52М.

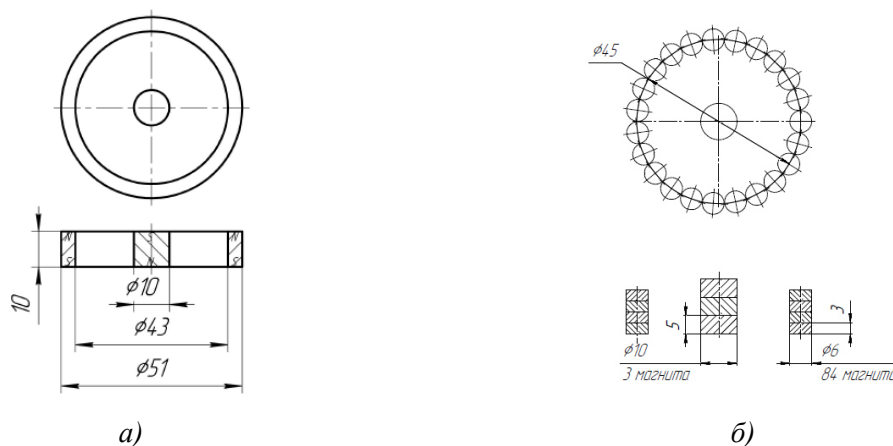


Рис. 2. Магнитные системы магнетрона НМСА-52М: а) кольцевая магнитная система из SmCo; б) составленная из цилиндров магнитная система из NdFeB.

Для сравнения магнитных систем необходимо ввести количественные показатели, характеризующие размеры области, в которой тангенциальной составляющей индукции магнитного поля достаточно для захвата электронов (области магнитной «ловушки»), и значения индукции магнитного поля для каждой из систем на расстояниях 3 мм и 5 мм от поверхности крышки магнетрона, которые обусловлены существующей толщиной медной мишени и возможностью ее утолщения. Для возможности реализации процесса жидкофазного магнетронного распыления необходимо, чтобы на поверхности мишени индукция магнитного поля была выше минимального значения, которое лежит в пределах от 30 мТл до 100 мТл [4]. Это значение также зависит от прикладываемого напряжения и давления рабочего газа. Поэтому для оценки размеров области магнитной «ловушки» можно сделать следующее приближение: область магнитной ловушки считать область, в которой значение тангенциальной составляющей индукции магнитного поля превышает 65 мТл, что обусловлено средним из диапазона значений от 30 мТл до 100 мТл.

В случае осесимметричной конструкции магнитной системы область магнитной ловушки имеет форму кольца, поэтому в качестве количественного показателя, определяющего размеры магнитной «ловушки», можно взять толщину такого кольца.

Наибольший интерес представляют значения тангенциальной составляющей индукции магнитного поля в области магнитной ловушки, так как именно в этой области в основном происходит процесс ионизации молекул рабочего газа. В качестве количественного показателя, характеризующего индукцию магнитного поля в области магнитной «ловушки», можно использовать среднее значение между экстремумом функции, соответствующим максимальному значению индукции магнитного поля, и экстремумом функции, соответствующим минимальному значению индукции магнитного поля индукции магнитного поля, в области магнитной ловушки. Результаты моделирования приведены на рис. 3 и в таблице 1.

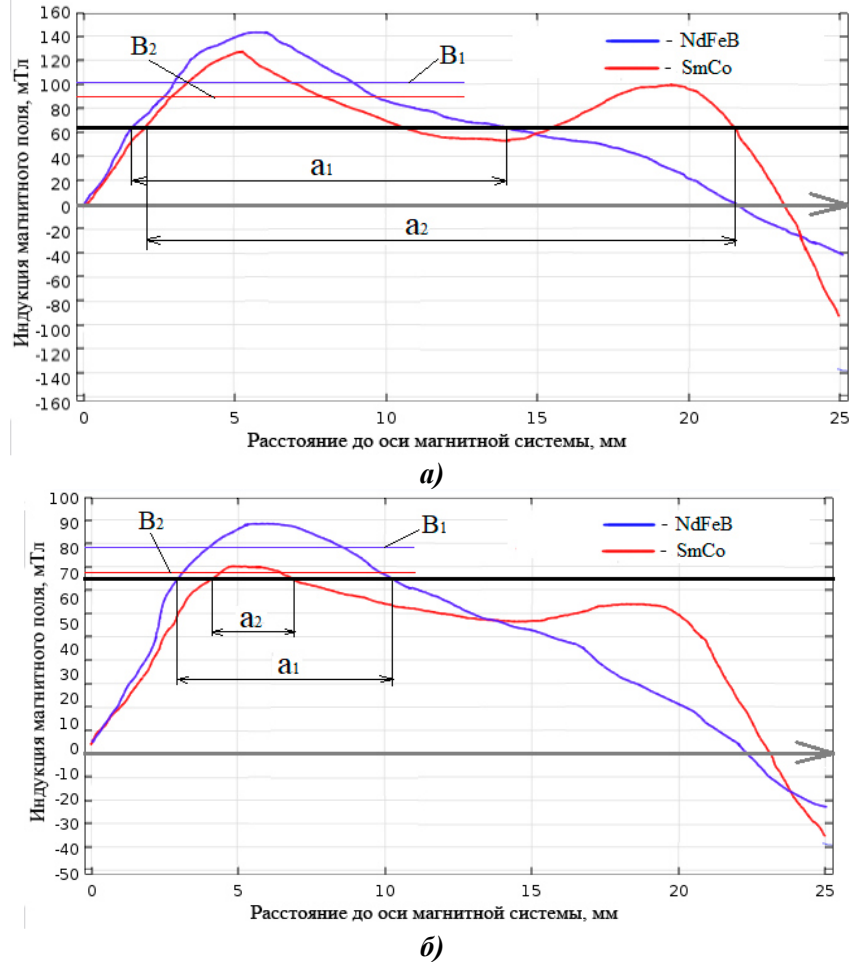


Рис. 3. Сравнение кольцевой и составленной из цилиндров магнитных систем по размеру области магнитной «ловушки» по среднему значению магнитной индукции в области магнитной «ловушки»: а) для высоты 3 мм; б) для высоты 5 мм.

Размер магнитной «ловушки» соответствует размерам a_1 и a_2 , значение индукции магнитного поля в области магнитной «ловушки» обозначены B_1 и B_2 (рис. 3).

Таблица 1 – Характеристики магнитных систем.

Магнитная система	Высота над поверхностью крышки, мм	Размер магнитной «ловушки», мм	Значение индукции магнитного поля, мТл
Составные магниты, материал NdFeB	3,0	12,10	105,0
	5,0	7,26	78,5
Кольцевые магниты, материал SmCo	3,0	18,70	92,5
	5,0	2,86	67,5

Компьютерное моделирование показало, что для высоты над поверхностью магнетрона, равной 3 мм, размер кольца магнитной «ловушки» для кольцевых магнитов из SmCo на 35% больше, чем для системы, составленной из цилиндрических магнитов из NdFeB, однако среднее значение индукции магнитного поля оказалось на 12% меньше. Для высоты над крышкой магнетрона 5 мм, размер кольца магнитной «ловушки» и среднего значения тангенциальной составляющей магнитной индукции в этой зоне для системы из NdFeB на 60,6% и 14% соответственно больше, чем для системы из SmCo (таблица 1).

Экспериментальное сравнение кольцевой и составленной из цилиндров магнитных систем магнетрона НМСА-52М

Компьютерное моделирование показало, что магнитная система, составленная из цилиндрических магнитов NdFeB, имеет большие значения магнитной индукции в зоне магнитной «ловушки». Для дальнейшего исследования разработанной системы необходимо осуществить ее сборку и провести эксперименты по сравнению мощности разряда магнитных систем: существующей кольцевой и предложенной, собранной из цилиндрических магнитов.

Для двух сравниваемых систем используются разные крышки, вследствие чего разность расстояний между магнитами и поверхностью крышки при сравнении двух конструкций крышек составила 0,7 мм. Для компенсации разности расстояний от поверхности магнитов до поверхности крышки, для системы из SmCo использовалась медная мишень толщиной 0,5 мм.

Был проведен запуск и снятие ВАХ магнетрона с установленными магнитными системами: кольцевой из SmCo с медной мишенью толщиной 0,5 мм и составленной из цилиндрических магнитов NdFeB без мишени. По результатам экспериментов были построены ВАХ разряда (рис. 4).

Сравнение ВАХ магнитных систем магнетрона НМСА-52М показало, что при различии величины расстояния между поверхностями крышек и магнитов на 0,2 мм, максимальная мощность разряда для магнетрона с магнитами NdFeB при давлении 7,0 мТорр на 12% больше, для давлений 1, 3, 5 мТорр максимальная мощность больше у магнетрона с магнитами из SmCo на 2,5%, 6,5% и 17,1% соответственно (рис. 4).

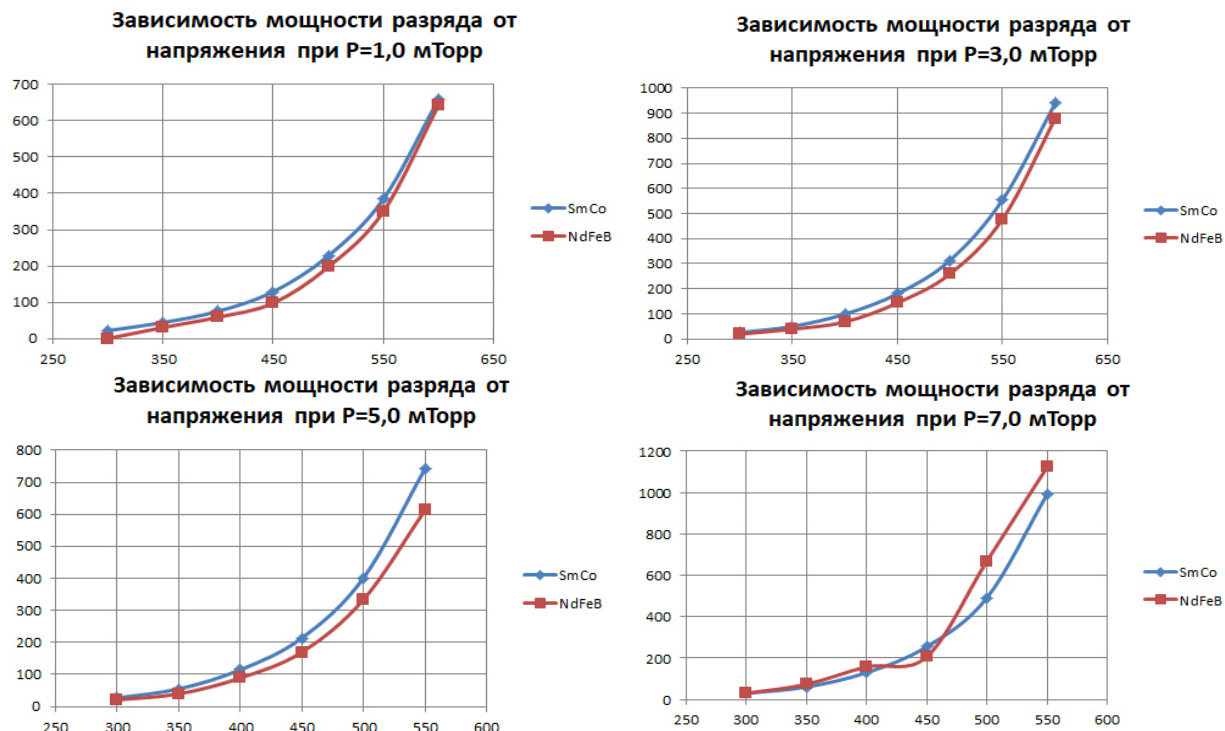


Рис. 4. Зависимость мощности разряда от напряжения для магнитных систем из SmCo и NdFeB при различных рабочих давлениях.

Заключение

В результате проделанной работы были сняты ВАХ разрядов магнетронов с двумя конфигурациями магнитных систем из SmCo и NdFeB. Значения максимальной мощности разряда для более сильных по магнитным свойствам NdFeB магнитов оказались на 2,5%, 6,5% и 17,1% ниже для давлений 1, 3, 5 мТорр соответственно. Этот факт может быть объяснен различием толщин крышек на 0,2 мм для исследуемых систем, а также использованием составных цилиндрических магнитов из NdFeB вместо кольцевого.

Таким образом, установлено, что величина остаточной магнитной индукции вносит не существенный вклад в мощность разряда. Толщина материала крышки и конфигурация магнитной системы оказывают большое влияние на мощность разряда при жидкофазном магнетронном распылении.

В дальнейшем планируется проведение работ для увеличения значений индукции магнитного поля магнетрона НМСА-52М. Одним из возможных вариантов для достижения этой цели рассматривается замена существующих магнитов из SmCo на более сильные по магнитным свойствам магниты из NdFeB в форме кольца. Так же планируется моделирование других конструкций магнитных систем для определения конструкции с наибольшей величиной магнитной индукции.

Литература

1. Осаждение металлических пленок путем распыления из жидкой фазы / Б.С. Данилин [и др.] // Электронная техника. Сер. Микроэлектроника. – 1978. – № 2. – С. 84 – 87.
2. Магнетронный разряд с расплавленным катодом / А.В. Тумаркин [и др.] // Успехи прикладной физики. – 2013. – Т. 1. – № 3. – С. 276 – 282.
3. Духопельников Д.В., Булычев В.С., Воробьев Е.В. Магнетронный разряд с жидкофазным катодом. – «Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2016 – с. 108–112.
4. Николаев М. В. Магнетронная распылительная система с жидкофазным катодом / М.В. Николаев, Д.А. Зайцев; науч. рук. А. В. Юрьева // Ресурсоэффективным технологиям – энергию и энтузиазм молодых: сборник научных трудов VI Всероссийской конференции, г. Томск, 22-24 апреля 2015 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2015. – [С. 193-200].

СЕКЦИЯ 3 НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ

Результаты экспериментальных исследований влияния различных по составу электродных структур на характеристики преобразователя и ПАВ устройства в целом

*А.Т. Гарифулина, А.С. Груздев, Т.В. Сеницына, *А.С. Багдасарян*
Москва, ООО «БУТИС», 121357 ул. Верейская, 29, стр. 135, e-mail: alis@ro.ru ;
* Москва, Институт радиотехники и электроники РАН им. В.А. Котельникова, 125009,
ул. Моховая 11, корп. 7.

Исследовано влияние различных по составу электродных слоев на стойкость ПАВ фильтра к мощному сигналу.

The results of experimental studies of the influence of different electrode structures on the characteristics of SAW devices. A.T. Garifulina, A.S. Gruzdev, T.V. Sinitsina, A.S. Bagdasaryan. The influence of different electrode layers on the resistance of the SAW filter to a high power input signal is studied.

Введение.

В настоящее время в современных системах приема, обработки и передачи информации различного функционального назначения используются фильтры на поверхностных акустических волнах (ПАВ), которые в силу конструктивных особенностей имеют ряд проблем, связанных с ограничением допустимой мощности входного радиосигнала [1]. Единственным на сегодняшний день типом конструкции ПАВ-фильтров, позволяющим решить данную задачу, являются конструкции импедансного (лестничного) типа, реализованные на основе Г-, П- и Т-образных резонаторных звеньев [2], преимуществом которых является большая протяженность электродных структур во встречно-штыревых преобразователях (ВШП) – до 400 электродов. Это позволяет распределить воздействие сигнала по гораздо большей площади пьезоэлектрической подложки и по большей площади структуры ВШП и, как следствие, уменьшить локальные напряжения в электродных структурах преобразователей даже при больших мощностях входного радиочастотного (РЧ) сигнала.

Кроме того в мировой практике для реализации ПАВ-фильтров с высокой входной мощностью применяют более сложные по составу и геометрии пленочные слои в ВШП, что требует наличия большого спектра оборудования и усложнения технологического процесса изготовления. Результаты проведенных авторами исследований показали, что использование оригинальных конструктивных приемов, основанных на применении секционированных ВШП или их параллельное/последовательное включение, позволяет реализовать на основе стандартной фотолитографии ПАВ-фильтры, обеспечивающие обработку РЧ сигналов мощностью до 12 Вт.

Результаты экспериментальных исследований.

Для проведения исследований влияния различных по составу электродных структур на характеристики преобразователя и ПАВ устройства в целом была разработана топология ПАВ-фильтра импедансного типа на номинальную частоту 655 МГц (ширина полосы пропускания 5%). Для реализации оптимального соотношения импедансов последовательного и параллельного резонаторов и улучшения равномерности распределения проходящей энергии по площади пьезоэлемента, резонаторы выполнены в виде идентичных пар резонаторов, включенных последовательно (Res1- Res1; Res3-Res3) и параллельно (Res2-Res2). При этом последовательно включенные резонаторы Res1 и Res3 выполнены в виде секционированных ВШП, что позволяет примерно в четыре раза увеличить импеданс данных элементов [3]. Основные конст-

руктивные параметры элементов фильтра приведены в табл.1. Структурная схема импедансного ПАВ-фильтра, реализованного на основе $YXl/-41^\circ$ -среза ниобата лития показана на рис.1.

Таблица 1. Конструктивные параметры элементов импедансного ПАВ-фильтра на номинальную частоту 655 МГц

Элемент	Число штырей в решетке	Число электродов в ВШП	Апертура, мкм	Коэффициент металлизации	Период электродов, мкм
Res 1	10	379	212	0,42	3,198
Res 2	3	258	112	0,42	3,464
Res 3	15	185	212	0,42	3,194

На основе данной топологии для проведения исследований были изготовлены 3 варианта фильтров, реализованных на различных типах двухслойных структур (табл.2). Резонаторные структуры сформированы методом обратной фотолитографии с применением электронно-лучевого вакуумного напыления. Толщины слоев алюминия титана и ванадия выбирались таким образом, чтобы массовая нагрузка на поверхность пьезоэлектрика была идентичной.

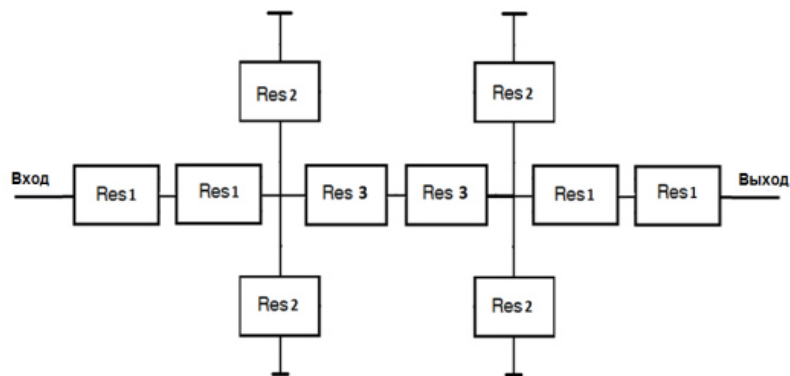


Рис.1 Структурная схема импедансного ПАВ-фильтра на номинальную частоту 655 МГц.

Таблица 2. Типы многослойных структур, использованные для реализации импедансного ПАВ-фильтра на номинальную частоту 655 МГц

Количество слоев	Толщина слоев	Общая толщина пленки
2 слоя	Ti-300Å/Al-2700Å (Ti – 10% от общей толщины)	3000Å
2 слоя	V-300Å/Al-2500Å (V – 11%)	2800Å
2 слоя	Ti-600Å/Al-2200Å (Ti – 21%)	2800Å

На рис.2 представлены экспериментальные характеристики импедансных ПАВ-фильтров на основе двухслойной структуры Ti-300Å/Al-2700Å – 1, на основе двухслойной структуры V-300Å/Al-2500Å – 2 и на основе двухслойной структуры Ti-600Å/Al-2200Å – 3.

Из рис. 2 следует, что при идентичной массовой нагрузке на поверхность пьезоэлектрика влияние различных по составу многослойных структур на характеристики ВШП и фильтра в целом незначительно.

Для проведения испытаний на воздействие сигнала повышенной мощности от 0,1 Вт до 12 Вт использовался специализированный стенд [4], обеспечивающий максимальную мощность выходного сигнала 20 Вт в диапазоне частот от 20 до 4000 МГц. Испытания проводились при повышенной температуре окружающей среды +85°C.

Рисунки 3-5 и таблицы 3-5 показывают изменение вносимого затухания от мощности входного сигнала и длительности его воздействия.

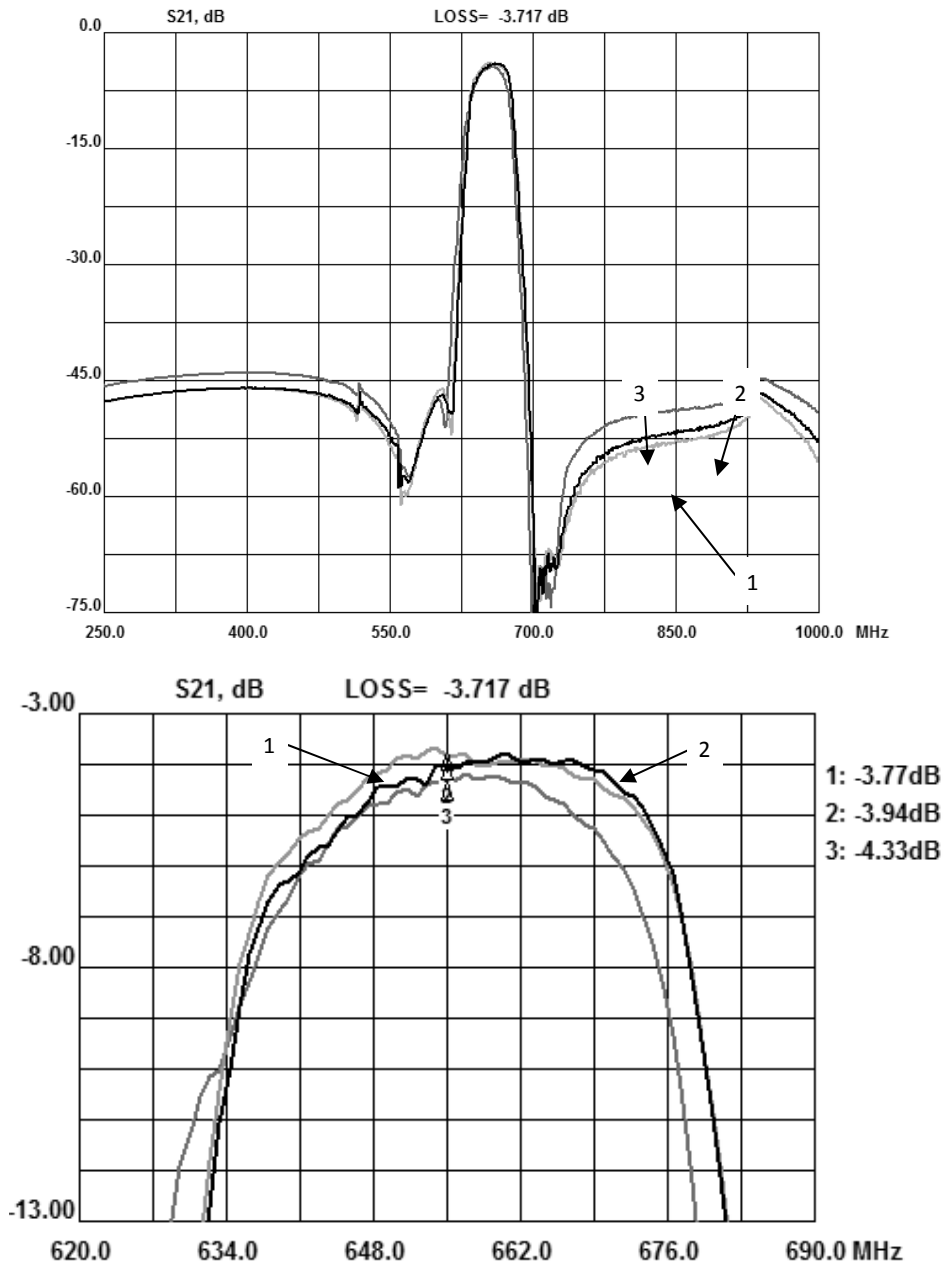


Рис.2 Сравнение характеристик ПАВ-фильтров на основе двухслойных структур.

Таблица 3. Изменение вносимого затухания от длительности воздействия и мощности входного сигнала для двухслойной структуры Ti-300Å/Al-2700Å.

Мощность, Вт	0,1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Образец №1, Вносимое затухание, МГц	3,77		3,78		3,72		3,87		3,9		3,88		3,8
Образец №2, Вносимое затухание, МГц	3,74	3,73		3,74		3,78		3,8		3,88		3,9	3,82
Время, ч		0,5	0,5	0,5	2	0,5	0,5	0,5	2	0,5	0,5	2	6

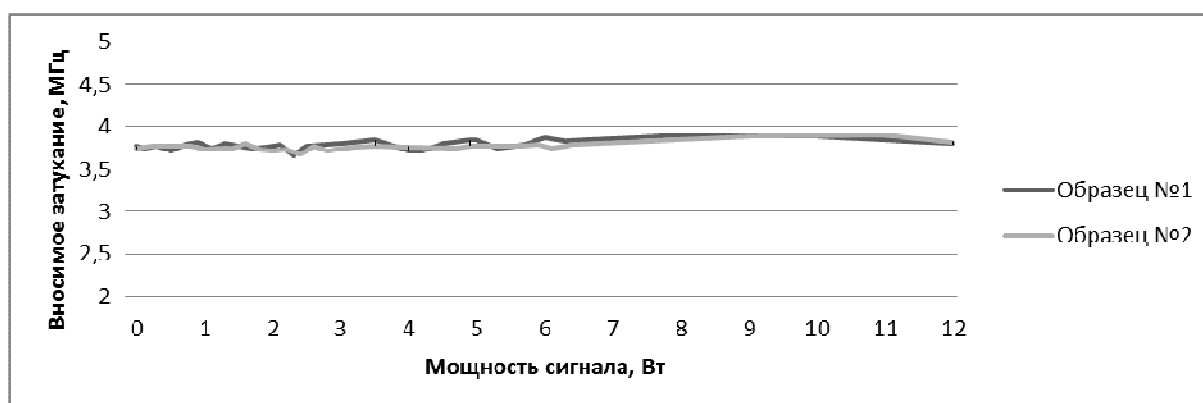


Рис.3. Результаты испытаний ПАВ-фильтра, реализованного на основе двухслойной структуры Ti-300Å/Al-2700Å.

Таблица 4. Изменение вносимого затухания от длительности воздействия и мощности входного сигнала для двухслойной структуры V-300Å/Al-2500Å

Мощность, Вт	0	1	1,3	1,5	1,8	2,5	2,8	3	3,3	3,5	3,8	4	4,2
Образец №1, Вносимое затухание, МГц	3,5		3,41		3,42		3,4		3,42		3,44		3,43
Образец №2, Вносимое затухание, МГц	3,49	3,5		3,6		3,6		3,56		3,6		3,65	3,6
Время, ч		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	2

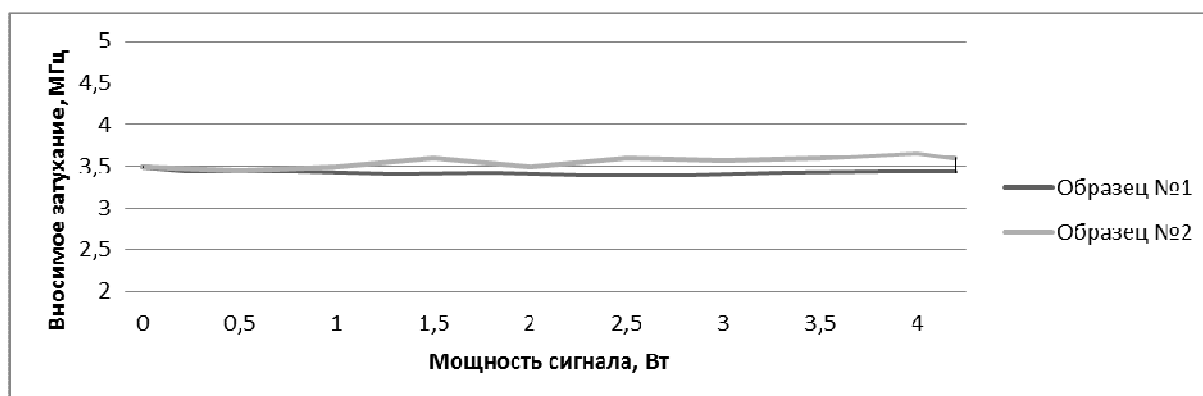


Рис.4 Результаты испытаний ПАВ-фильтра, реализованного на основе двухслойной структуры V-300Å/Al-2500Å.

Таблица 5. Изменение вносимого затухания от длительности воздействия и мощности входного сигнала для двухслойной структуры Ti-600Å/Al-2200Å.

Мощность, Вт	0	1	2	3	4	4,2
Образец №1, Вносимое затухание, МГц	3,74	3,73		3,77		3,76
Образец №2, Вносимое затухание, МГц	3,72		3,69		3,68	3,69
Время, ч	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	2



Рис.5 Результаты испытаний ПАВ-фильтра, реализованного на основе двухслойной структуры Ti-600Å/Al-2200Å.

Выводы:

1. При идентичной массовой нагрузке на поверхность пьезоэлектрика влияние различных по составу многослойных структур на характеристики ВШП и фильтра в целом незначительно.

2. Все типы двухслойных структур выдержали воздействие РЧ-сигнала мощностью 4 Вт. Двухслойная структура Ti-300Å/Al-2700Å выдержала подачу РЧ сигнала мощностью 12Вт (длительные испытания продолжаются).

Литература

1. Сеницына Т. В., Гарифулина А.Т., Груздев А.С., Багдасарян А.С. Исследование эксплуатационных характеристик ПАВ фильтров в условиях повышенной мощности входного сигнала // В сборнике: Международная научно-техническая конференция «Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике» 2017. С. 258–261.
2. Сеницына Т. В., Гарифулина А.Т. Конструктивно-технологические особенности реализации фильтров на ПАВ с высокой входной мощностью // В сборнике: Международная научно-техническая конференция «Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике» 2016. С. 191–194.
3. Багдасарян А. С., Сеницына Т. В., Груздев А.С., Гарифулина А.Т. Базовые конструкции фильтров на ПАВ с высокой входной мощностью для радиотехнических систем связи // В сборнике: Высокие технологии в промышленности России. Тонкие пленки в электронике. Нанотехнологии. Сборник научных трудов XXI Международной научно-технической конференции, XXVIII Международного симпозиума и VIII Международной научно-технической конференции. 2016. С. 35–41.
4. Сеницына Т.В., Машинин О.В., Багдасарян А. С., Львов В.Ф., Гарифулина А.Т.. Испытания ПАВ фильтров на воздействие сигнала с высокой входной мощностью // Труды НИИР. 2015. № 3. С. 9-13.

ПАВ-устройства на термокомпенсированных пластинах. Проблемы и перспективы

С.С. Дорофеева, Т.В. Сеницына, *А.С. Багдасарян

Москва, ООО «БУТИС», 121357 ул. Верейская, 29, стр. 135, e-mail: rabbit-house@mail.ru;

* Москва, Институт радиотехники и электроники РАН им. В.А. Котельникова, 125009,
ул. Моховая 11, корп.7.

Данная работа посвящена исследованию термокомпенсированных многослойных структур $LiTaO_3$ /кремний с целью их применения для реализации устройств на поверхностных акустических волнах.

SAW devices on thermo compensated plates. Problems and prospects. S.S. Dorofeeva, T.V.Sinitsina, A.S. Bagdasaryan. This work is devoted to the research of thermo compensated multi-layer structures $LiTaO_3$ /silicon to use them for the realization on surface acoustic wave devices.

Введение.

Одним из приоритетных направлений развития современной акустоэлектроники, в том числе устройств на поверхностных акустических волнах (ПАВ), является поиск новых пьезоэлектрических материалов, обеспечивающих улучшение температурной стабильности устройств в расширенных диапазонах полос пропускания [1,2]. Актуальность данных исследований связана с тем, что такие материалы как кварц, лангасит и его изоморфы, обладающие высокой температурной стабильностью - температурный коэффициент частоты (ТКЧ) составляет порядка $(0-1,6) \times 10^{-6}$ ед./град – имеют малый коэффициент электромеханической связи k^2 , что ограничивает область их применения узко- и сверхузкополосными ПАВ-устройствами. Используемые для проектирования среднеполосных и широкополосных устройств танталат лития (ТЛ) и ниобат лития (НЛ) имеют большой k^2 (от 5% до 20% для разных типов срезов), при этом величина ТКЧ составляет от -36×10^{-6} ед./град. для ТЛ до -94×10^{-6} ед./град для НЛ. Это приводит к ужесточению требований к прямоугольности амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) ПАВ-устройства, что в ряде случаев, в частности, для ПАВ-фильтров с малым вносимым затуханием, является трудновыполнимой задачей.

На сегодняшний день существуют два альтернативных пути решения данной проблемы, связанных с применением термокомпенсированных многослойных структур типа $LiTaO_3$ /кремний или $LiTaO_3$ /сапфир и $SiO_2/LiNbO_3$. Первый метод основан на использовании в качестве несущей подложки материала с низким коэффициентом теплового расширения (рис.1) [3,4]. Второй – на использовании материалов с различными по знаку ТКЧ [5,6]. Оба метода обеспечивают уменьшение ТКЧ в 2-4 раза, однако первый метод считается более перспективным, поскольку не приводит к увеличению уровня вносимого затухания, что свойственно многослойным структурам типа $SiO_2/LiNbO_3$ (от 2 дБ до 4 дБ в зависимости от толщины пленки SiO_2).

Тем не менее, исследования ПАВ-фильтра на 800 МГц, реализованного на основе многослойной структуры $LiTaO_3$ (20 мкм) /кремний (230 мкм) [7], выявили ряд проблем по их практическому применению, исследованию которых и посвящена данная работа.

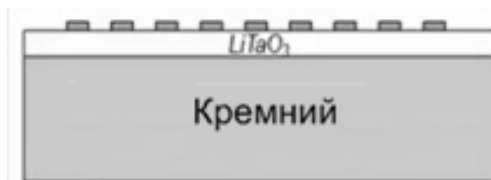


Рис.1. ПАВ-устройство на основе термокомпенсированной многослойной структуры $LiTaO_3$ /кремний.

Результаты экспериментальных исследований.

Основной задачей данной работы было исследование влияния геометрии многослойной структуры $LiTaO_3$ /кремний на ее пьезоэлектрические свойства и параметры ПАВ-устройств с целью выбора оптимальной конфигурации структуры для расширенных частотных диапазонов. Экспериментальные исследования проводились на трех типах конструкций ПАВ-фильтров, реализованных на основе многослойной структуры $LiTaO_3$ 42°УХ-срез (20мкм) /кремний (230мкм): 169 МГц (кольцевая структура на основе реверсивного многополоскового ответвителя - РМПО), 292 МГц и (импедансный тип конструкции), 435 МГц и 800 МГц (на основе продольно-связанных резонаторов) и 1880 МГц (импедансный тип конструкции). Указанный частотный диапазон соответствует изменению относительной толщины пленки более чем в 10 раз (от $0,81\lambda$ до $9,3\lambda$ для граничных значений частотного диапазона, где λ – длина волны или период электродной структуры).

Полученные экспериментальные данные по температурной стабильности ПАВ-фильтров в диапазоне температур от минут 60°C до $+85^\circ\text{C}$ подтвердили первоначальные предположения, что при тонких пленках $LiTaO_3$ будут превалировать электрофизические свойства несущей подложки. Из графика, представленного на рисунке 2, видно, что при относительной толщине пленки $h_{LT}/\lambda=5$ ТКЧ уменьшается более, чем в два раза (-16×10^{-6} ед./град.) по сравнению с исходной величиной для 42°УХ-среза $LiTaO_3$ (-43×10^{-6} ед./град.). При $h_{LT}/\lambda=0,81$ величина ТКЧ составляет -6×10^{-6} ед./град., что позволяет говорить о большой перспективности таких структур.

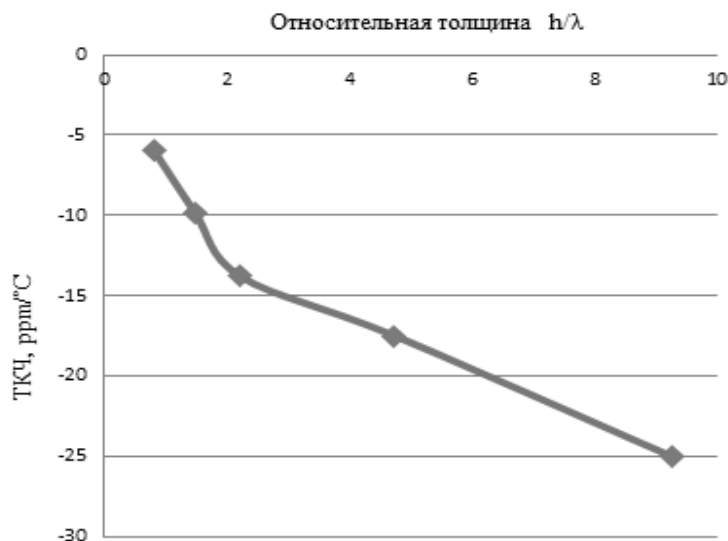


Рис.2. Зависимость ТКЧ от относительной толщины пленки $LiTaO_3$ многослойной структуры $LiTaO_3$ /кремний.

Следует отметить, что при изготовлении ПАВ-фильтров на частоты 169 МГц и 292 МГц, для формирования электродных структур которых использовался метод прямой фотолитографии (максимальная температура обработки пластин $+125^\circ\text{C}$), наблюдался сильный изгиб пластин (до 2,5 мм, рис.3). Это привело к образованию микротрещин в пленке $LiTaO_3$ и, как следствие, к увеличению вносимого затухания ПАВ-фильтров, рис.4. При формировании электродных структур остальных типов фильтров использовался метод обратной фотолитографии (максимальная температура обработки пластин $+80^\circ\text{C}$), при этом изменение уровня вносимого затухания не наблюдалось. Таким образом, данный тип фотолитографии является предпочтительным для реализации ПАВ-устройств на основе многослойных структур.

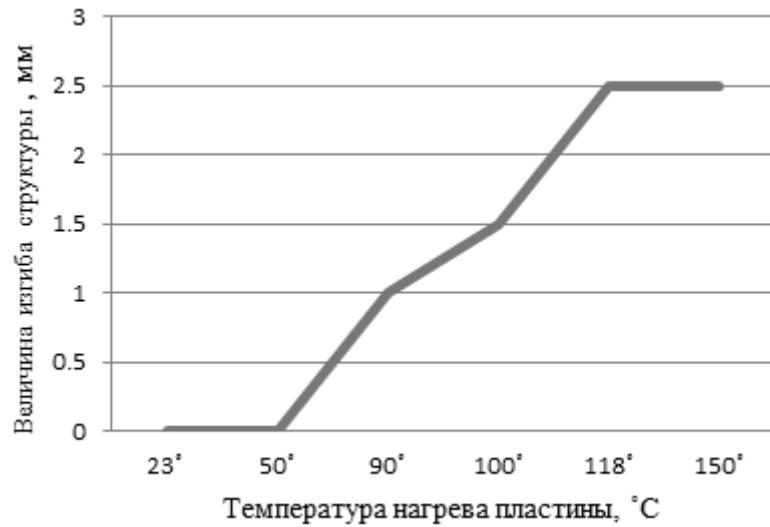


Рис.3. Величина изгиба многослойной структуры $LiTaO_3$ /кремний при нагревании.

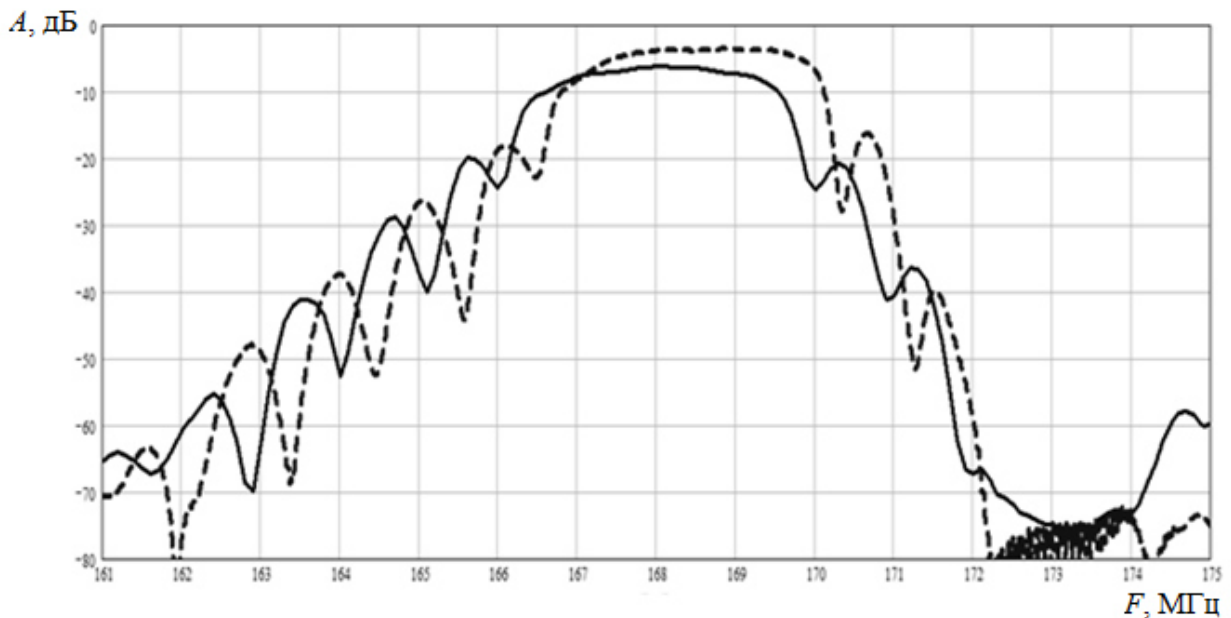


Рис.4. АЧХ ПАВ-фильтра с номинальной частотой 169 МГц: пунктирная линия – подложка $42^\circ\text{УХ-}LiTaO_3$, сплошная линия - структура $LiTaO_3$ /кремний.

Еще одной существенной проблемой при реализации ПАВ-фильтров на основе многослойных структур является возбуждение высокочастотных паразитных мод, связанное с отражением основной волны от границы раздела двух сред, и последующим ее поступлением на выходной преобразователь. Это вызывает значительные искажения АЧХ устройства в высокочастотной полосе заграждения. В качестве примера на рисунке 5 приведена АЧХ ПАВ-фильтра на номинальную частоту 435 МГц в широком диапазоне частот.

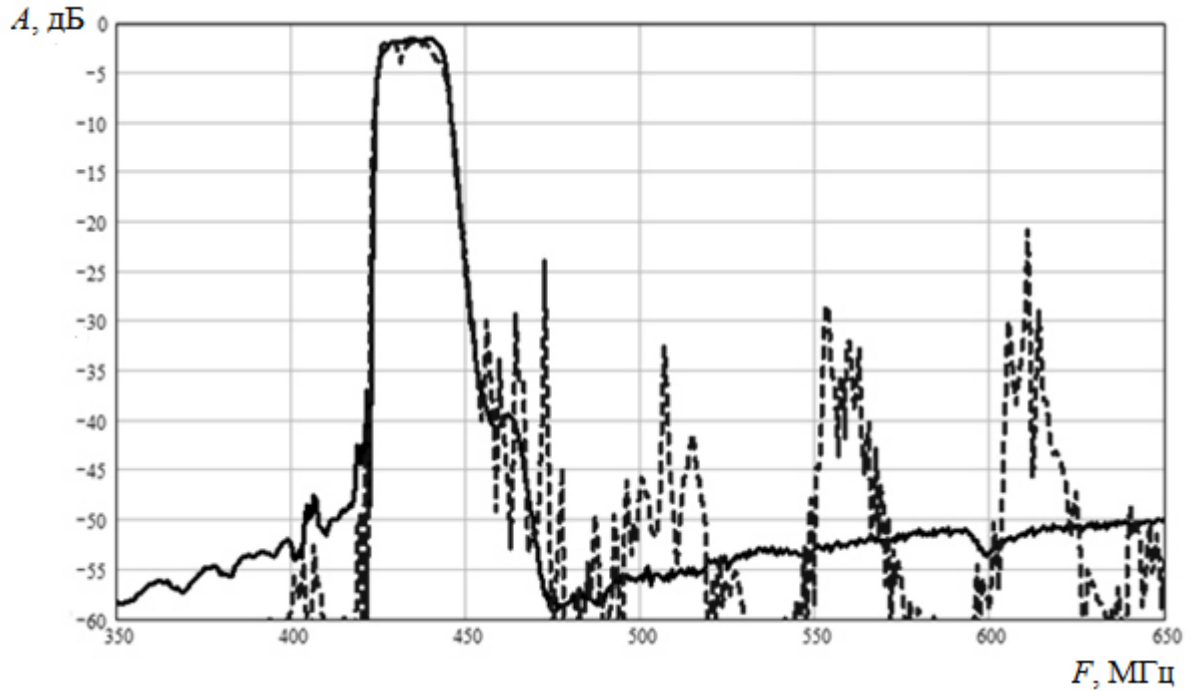


Рис.5. АЧХ ПАВ-фильтра на номинальную частоту 435 МГц: сплошная линия – подложка 42°УХ-LiTaO₃, пунктирная линия - структура LiTaO₃/кремний.

Аналогичная ситуация наблюдалась и на более высоких частотах, рис.6. Рифление обратной стороны многослойной структуры на глубину порядка 100 мкм с шагом 0,7 мм обеспечило уменьшение только одного паразитного пика на частоте порядка $1,14f_0$ на 10дБ.

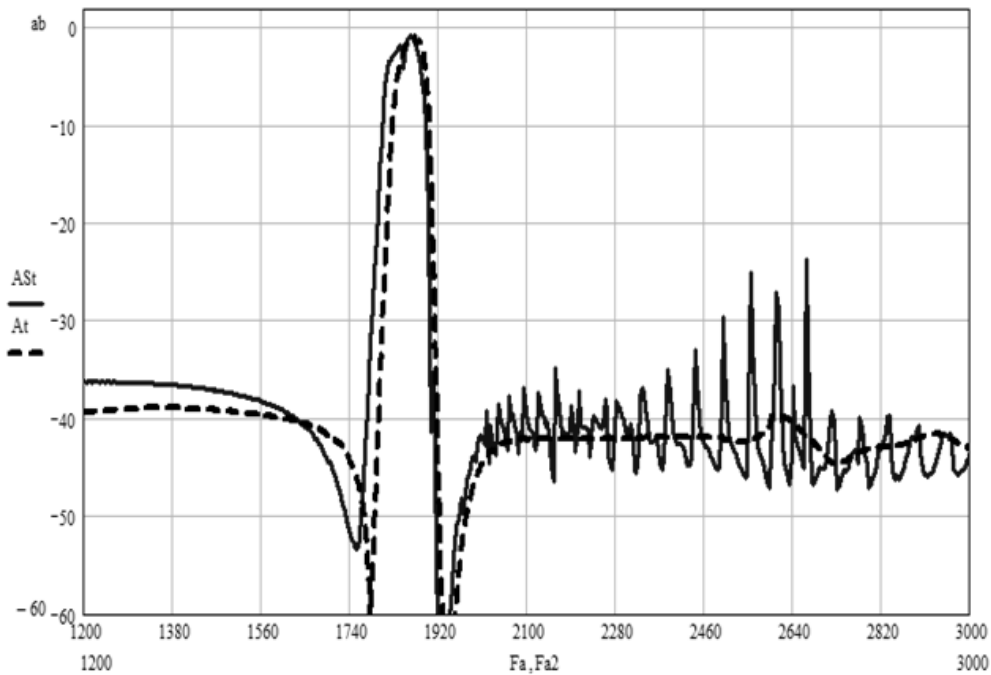


Рис.6. АЧХ ПАВ-фильтра на номинальную частоту 1880 МГц: пунктирная линия – подложка 42°УХ-LiTaO₃, сплошная линия - структура LiTaO₃/кремний.

Выводы.

Из вышесказанного следует, что не смотря на большие перспективы использования многослойных термокомпенсированных пластин в ПАВ-технике, необходимо проведение дальнейших, более глубоких исследований их пьезоэлектрических свойств. В частности, исследование влияния способа соединения несущей подложки и пьезоэлектрической пластины, толщины пьезоэлектрической пленки, геометрических соотношений толщины пленки и несущей подложки на уровень и положение высокочастотных паразитных мод.

Литература

1. Багдасарян А. С., Гуляев Ю. В., Доберштейн С.А., Сеницына Т. В. Техника ПАВ: Ближайшие перспективы // Техника радиосвязи. 2017. № 3 (34). С. 72-84.
2. Багдасарян А. С., Гуляев Ю. В., Сеницына Т. В. Устройства на поверхностных акустических волнах: ближайшие перспективы // В сборнике: Высокие технологии в промышленности России. Тонкие пленки в электронике. Наноинженерия. Сборник научных трудов XXI Международной научно-технической конференции, XXVIII Международного симпозиума и VIII Международной научно-технической конференции. 2016. С. 62–64.
3. Michio Kadota, Shuji Tanaka Improved Quality Factor of Hetero Acoustic Layer (HAL) SAW Resonator Combining LiTaO₃ Thin Plate and Quartz Substrate // Proc. IEEE Ultrason. Symp. 2017.
4. Hayashi J., Gomi M. High-Coupling Leaky SAWs on LiTaO₃ Thin Plate Bonded to Quartz Substrate // Proc. IEEE Ultrason. Symp. 2017.
5. Герасимова Т.А., Кондратьев С.Н., Сеницына Т.В. Термостабильные ПАВ-фильтры на слоистой структуре // Электронная техника, сер. Радиодетали и радиокомпоненты. 1989. вып. 1(74). С.61-63.
6. Nakamura H., Nakanishi H., Fujiwara J., Tsurunari T. A Review of SiO₂ Thin Film Technology for Temperature Compensated SAW Devices // Proc. Sixth International Symposium on Acoustic Wave Devices for Future Mobile Communication Systems. 2015. P. 67-72.
7. Багдасарян А.С., Сеницына Т.В., Дорофеева С.С. Термокомпенсированные ПАВ-устройства на основе многослойных структур // В сборнике: Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. Сборник научных трудов Международной научно-технической конференции «INTERMATIC-2017». Ч.1. 2017. С. 1-4.

Исследование морфологии поверхности контактных свойств пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековой мембраны в вакууме

Л.И. Кравец, *Р.В. Гайнутдинов, **А.Б. Гильман, **М.Ю. Яблоков,
***V. Satulu, ***B. Mitu, ***G. Dinescu

Дубна, Объединенный институт ядерных исследований, ул. Жолио-Кюри, 6 *Москва,
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», Ленинский пр., 59

**Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН,
ул. Профсоюзная, 70

***Bucharest, National Institute for Laser, Plasma and Radiation Physics, Atomistilor Str., 111
e-mail : kravets@iinj.ru

Исследованы морфология поверхности и контактные свойства наноразмерных пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековой мембраны из полиэтилентерефталата с помощью высокочастотного магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования полимера в вакууме. Показано, что морфология пленок, образующихся при использовании данных методов нанесения покрытий, существенно различается, что связано с размерами осаждающихся частиц полимера.

Study of surface morphology and contact properties of polytetrafluoroethylene films deposited onto track-etched membrane surface in vacuum. L.I. Kravets, R.V. Gainutdinov, A.B. Gilman, M.Yu. Yablokov, V. Satulu, B. Mitu, G. Dinescu. The morphology and contact properties of nanoscale films of polytetrafluoroethylene deposited on the surface of the poly(ethylene terephthalate) track-etched membrane by high-frequency magnetron and electron-beam sputtering of the polymer in vacuum is studied. It is shown that the morphology of the films produced by these coating methods differs significantly. This is due to the size of the deposited polymer particles.

В настоящее время мембранные процессы нашли широкое применение во многих областях науки и техники, таких как газоразделение, обессоливание воды, первапорация, разделение и выделение индивидуальных компонентов из растворов, очистка и концентрирование биологически активных веществ и т.п. Среди многообразия мембран, используемых в этих процессах, важное место занимают полимерные мембраны. Однако, круг существующих полимеров, пригодных для их производства, ограничен. Для расширения сферы применения промышленно производимых мембран проводятся работы по модифицированию их свойств. Одним из современных методов модифицирования мембран является нанесение на поверхность тонких полимерных пленок, приводящее к образованию композитных мембран, состоящих из пористой подложки – исходной мембраны и осажденного слоя полимера. Существуют различные методы нанесения пленок полимера на поверхность изделий [1], однако, наибольший интерес представляет формирование покрытий из активной газовой фазы путем распыления полимера в результате энергетического воздействия, такого как лазерное излучение, плазма ВЧ-разряда или пучок ускоренных электронов. Указанные методы являются высоко технологичными и позволяют регулировать структуру и состав осаждаемых слоев.

В настоящей работе проведено сравнительное исследование морфологии поверхности и контактных свойств наноразмерных пленок политетрафторэтилена (ПТФЭ), полученных на поверхности полиэтилентерефталатной трековой мембраны (ПЭТФ ТМ) с помощью ВЧ магнетронного распыления (ВЧ МР) и электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) полимера в вакууме.

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 95 нм, полученную на основе полимерной пленки лавсан (Россия) с номинальной толщиной 10.0 мкм (плотность пор $1.3 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$). В качестве мишени для нанесения покрытий использовали пластину ПТФЭ диаметром 35 мм, толщиной 10 мм (ОАО «Пластполимер», Санкт-Петербург). При осаждении пленки методом ВЧ МР [2] рабочим газом служил аргон, скорость потока которого составляла 100 см³/мин. Предварительное вакуумирование рабочей камеры проводили

до давления $\sim 10^{-2}$ Па, рабочее давление аргона составляло 6.8×10^{-1} Па, мощность разряда 50 Вт. В качестве источника электронов при осаждении покрытия методом ЭЛД [3] использовали электронно-лучевую пушку с катодом прямого накала. Начальное давление остаточных газов в вакуумной камере составляло $\sim 10^{-3}$ Па, температура поверхности подложки ~ 300 К, ток эмиссии 10 мА, энергия электронов – 1.2 кэВ. Скорость осаждения покрытия ПТФЭ методом ВЧ МР составляла 6 нм/мин, а методом ЭЛД – 35 нм/мин. Время проведения процессов варьировали.

Топографию поверхности мембран изучали с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRA Prima (NT-MDT Spectrum Instruments, Россия). Сканирование проводили в бесконтактном режиме с использованием кремниевого зонда HA_NC. Поле сканирования составляло 5×5 мкм². Основным определяемым параметром являлась шероховатость поверхности (среднеквадратичное отклонение профиля поверхности R_{ms}), рассчитанное по всем точкам скана. Статистические расчеты параметров рельефа поверхности проводили с помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1. Контактные свойства поверхности мембран характеризовали значениями краевых углов смачивания по деионизованной воде (θ), измеренными с помощью установки “EasyDrop DSA100” (KRUSS, Германия) и программного обеспечения DropShapeAnalysis V.1.90.0.14. Структурные характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда методик, подробно описанных в [2, 3].

Таблица. Изменение характеристик ПЭТФ ТМ при нанесении на поверхность слоя ПТФЭ

Параметры	Исходная ПЭТФ ТМ	Модифицированная ПЭТФ ТМ	
		Метод ВЧ МР	Метод ЭЛД
Увеличение массы образца, %	—	1.9	1.6
Толщина осажденного слоя ПТФЭ, нм	—	90	80
Поток воздуха при $\Delta P = 2 \times 10^4$ Па, мл/мин·см ²	155	115	1.5
Эффективный диаметр пор, нм	95	85	25
Краевой угол смачивания, град	65	110	120
Поверхностная шероховатость R_{ms} , нм	7.9	4.0	14.4

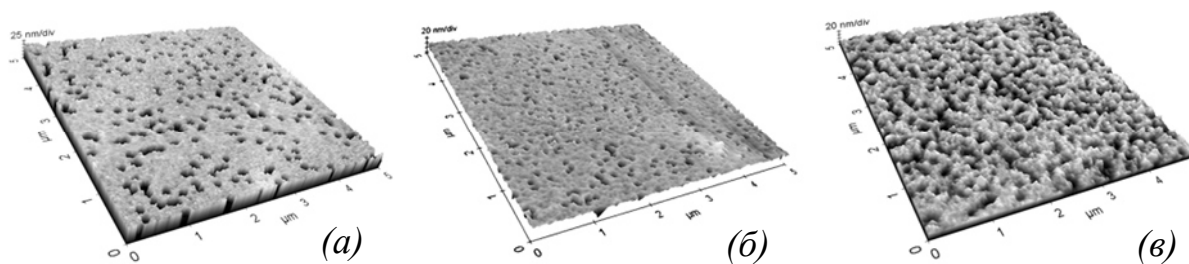


Рис. 1. Трехмерное АСМ изображение поверхности исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран после нанесения слоя ПТФЭ, полученного методами ВЧ МР (б) и ЭЛД (в).

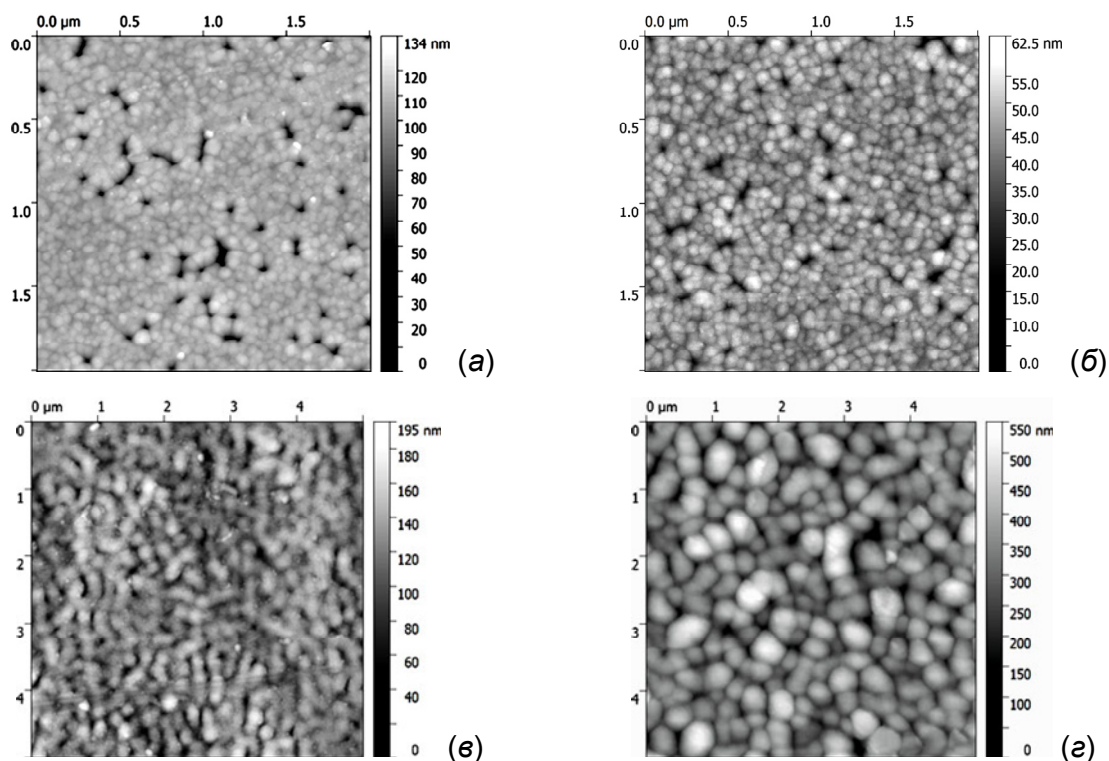


Рис. 2. Двухмерное АСМ изображение поверхности ПЭТФ ТМ после нанесения слоя ПТФЭ методом ВЧ МР толщиной 60 (а) и 180 нм (б) и после нанесения слоя ПТФЭ методом ЭЛД толщиной 200 (в) и 500 нм (г); а, б – площадь сканирования $2 \times 2 \text{ мкм}^2$; в, г – площадь сканирования $5 \times 5 \text{ мкм}^2$.

Результаты измерений характеристик исходной ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 95 нм и композитных мембран (КМ), полученных путем нанесения на ее поверхность слоя ПТФЭ методами ВЧ МР и ЭЛД, приведены в таблице, где каждое экспериментальное значение представляет собой результат усреднения трех измерений. Видно, что при осаждении слоя ПТФЭ наблюдается прирост массы образцов ТМ, их толщина при этом увеличивается, а эффективный диаметр пор уменьшается. Наибольшее уменьшение эффективного диаметра пор наблюдается при осаждении слоя ПТФЭ методом ЭЛД даже при несколько меньшей толщине покрытия, чем в случае ВЧ МР. Формирование полимерного покрытия на поверхности ПЭТФ ТМ иллюстрирует рис. 1, на котором представлены трехмерные микрофотографии поверхностного слоя исходной (а) и модифицированных мембран (б, в), полученные методом АСМ. Видно, что осаждение покрытия вызывает уменьшение диаметра пор на поверхности образующихся КМ, однако их полного закрытия не происходит. Следует также отметить, что в процессе осаждения покрытия происходит изменение шероховатости поверхности. Исходная мембрана характеризуется величиной $R_{ms} = 7.9 \text{ нм}$, а осаждение пленки ПТФЭ методом ВЧ МР приводит к сглаживанию неровностей (рис. 1б). Для типичной площади сканирования $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ величина R_{ms} модифицированной мембраны заметно уменьшается и при толщине покрытия 90 нм составляет 4.0 нм. Данный результат объясняется формированием слоя полимера в каналах пор на некоторой глубине от устья и перекрытием пор на поверхности мембран. Напротив, осаждение пленки ПТФЭ методом ЭЛД (рис. 1в) вызывает повышение R_{ms} – при формировании пленки толщиной 80 нм величина R_{ms} возрастает до 14.4 нм. Наблюдаемое различие в морфологии поверхностного слоя КМ, образующихся при использовании данных методов нанесения покрытий, может быть связано, прежде всего, с размерами осаждающихся частиц полимера. Частицы, образующиеся при диспергировании ПТФЭ под действием электронного пучка (рис. 2в, г), имеют, как правило, существенно большие размеры, чем частицы, образующиеся при магнетронном распылении полимера (рис. 2а, б).

Определение размеров частиц с помощью программы SPIP показывает, что при увеличении времени распыления ПТФЭ методом ВЧ МР размер осаждаемых частиц изменяется

мало (рис. 3), тогда как при диспергировании полимера методом ЭЛД наблюдается укрупнение частиц с увеличением времени проведения процесса (рис. 4). Так, средний размер частиц осажденного полимера при проведении процесса в течение 7 мин составляет ~300 нм, а их максимальный размер достигает 500 нм (рис. 4а). При проведении процесса в течение 15 мин средний размер частиц ПТФЭ равен 400 нм, а их максимальная величина достигает 700 нм (рис. 4б). В то же время средний размер частиц полимера, осажденного методом ВЧ МР, при проведении процесса в течение 10 мин составляет ~50 нм, а их максимальный размер достигает 120 нм (рис. 3а). При проведении процесса в течение 30 мин средний размер частиц ПТФЭ равен 60 нм, а их максимальная величина достигает 130 нм (рис. 3б).

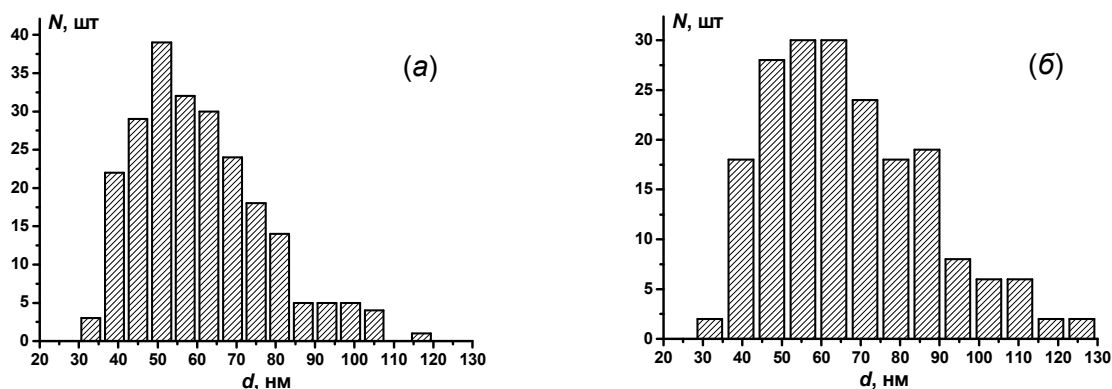


Рис. 3. Гистограммы распределения частиц ПТФЭ (N) по размерам (d), осажденных на поверхности ПЭТФ ТМ с помощью метода ВЧ МР в течение 10 (а) и 30 мин (б); площадь сканирования 5×5 мкм².

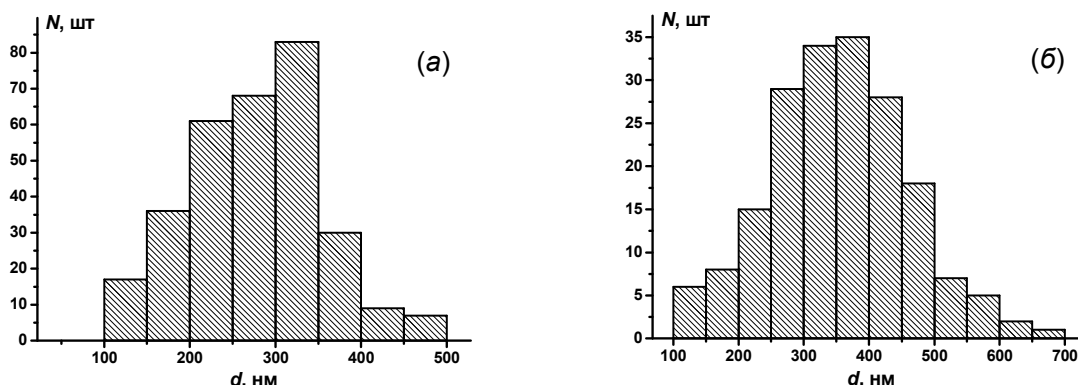


Рис. 4. Гистограммы распределения частиц ПТФЭ (N) по размерам (d), осажденных на поверхности ПЭТФ ТМ с помощью метода ЭЛД в течение 6 (а) и 15 мин (б); площадь сканирования 5×5 мкм².

В наших экспериментах по данным АСМ диаметр пор КМ на стороне, не подвергавшейся обработке, остается неизменным. Это означает, что осаждение полимера происходит лишь на модифицированной поверхности мембраны. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя ПТФЭ методами ВЧ МР и ЭЛД приводит, таким образом, к формированию КМ, 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 ранее при исследовании процесса модифицирования ПЭТФ ТМ методом полимеризации в плазме [4].

Исследование контактных свойств КМ, полученных осаждением на поверхности ПЭТФ ТМ пленки ПТФЭ методами ВЧ МР и ЭЛД, показывает, что происходит существенная гидрофобизация поверхности. Если исходная мембрана характеризуется величиной краевого угла смачивания по воде (θ) равной 65° , то для ПЭТФ ТМ со слоем полимера толщиной 80 нм,

полученным методом ВЧ МР, значение θ составляет 110° . Для ПЭТФ ТМ со слоем ПТФЭ толщиной 80 нм, полученным методом ЭЛД, $\theta = 120^\circ$, что несколько выше, чем для полимера, осажденного методом ВЧ МР. Изучение методом РФЭС химической структуры поверхностного слоя ПТФЭ, осажденного методом ЭЛД, показало, что данный полимер не содержит атомов кислорода и азота [5], с присутствием которых связана более низкая величина θ для полимера, осажденного методом ВЧ МР. Повышение значения θ до 120° для КМ со слоем ПТФЭ, полученным методом ЭЛД, связано также с большей шероховатостью поверхности [6]. Так, для КМ со слоем ПТФЭ толщиной 80 нм поверхностная шероховатость составляет 14.4 нм. Осаждение полимерной пленки толщиной 200 нм приводит к повышению величины R_{ms} до 20.2 нм и, как следствие, вызывает возрастание θ до 125° . При осаждении пленки толщиной 500 нм значение R_{ms} составляет 69.9 нм, а величина θ увеличивается до 140° .

Таким образом, нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя ПТФЭ методами ВЧ МР и ЭЛД приводит к образованию КМ, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная трековая мембрана, характеризующаяся средним уровнем гидрофильности. Второй слой имеет гидрофобную природу. Мембраны такого типа могут быть использованы в различных мембранных процессах, например, для обессоливания воды, первапорации, обратного осмоса, микро- и нанофильтрации.

Работа выполнена в соответствии с двусторонним договором о проведении совместных научно-исследовательских работ (протокол № 4648-5-17/21) между ОИЯИ (Дубна, Россия) и NILPRP (Bucharest, Romania) при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-08-00812).

Литература

1. Панфилов Ю.В. Нанесение тонких пленок в вакууме. // Технологии в электронной промышленности. 2007. № 3. С. 76-80.
2. Satulu V., Mitu B., Altynov V.A., Lizunov N.E., Kravets L.I., Dinescu G. Synthesis and characterization of porous composite membranes with hydrophilic/hydrophobic sides. // Thin Solid Films. 2017. Vol. 630. P. 92-99.
3. Kravets L.I., Gilman A.B., Yablokov M.Yu., Shchegolikhin A.N., Mitu B., Dinescu G. Properties of poly(ethylene terephthalate) track membrane with a polymer layer obtained by electron beam dispersion of polytetrafluoroethylene in vacuum. // High Temp. Mater. Proc. 2015. Vol. 19. № 2. P. 121-139.
4. Кравец Л.И., Гильман А.Б., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Формирование ‘diode-like’ композитных мембран методом полимеризации в плазме. // Перспективные материалы. 2017. № 9. С. 5-21.
5. Алтынов В.А., Кравец Л.И., Гильман А.Б. Исследование поверхности модифицированных в плазме трековых мембран методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. // Материалы XXIV Научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов “Вакуумная наука и техника.” Судак, Россия, 16-23 сентября 2017. С. 220-225.
6. Quee D. Wetting and Roughness. // Ann. Rev. Mater. Res. 2008. Vol. 38. P. 71-99.

Осаждение на поверхности трековой мембраны наноразмерных пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена методом электронно-лучевого диспергирования

Л.И. Кравец, Н.Е. Лизунов, *М.А. Ярмоленко, *А.А. Рогачев, **Р.В. Гайнутдинов,
***М.Ю. Яблоков

Дубна, Объединенный институт ядерных исследований, ул. Жолио-Кюри, 6
*Гомель, Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, ул. Советская, 104
**Москва, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский пр., 59
***Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова
РАН, ул. Профсоюзная, 70
e-mail: kravets@jinr.ru

Исследованы морфология поверхности и контактные свойства наноразмерных пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена, осажденных на поверхности трековой мембраны из полиэтилентерефталата с помощью метода электронно-лучевого диспергирования полимера в вакууме.

Deposition of nanosized films of ultra-high molecular weight polyethylene by electron-beam sputtering onto track-etched membrane surface. L.I. Kravets, N.E. Lizunov, M.A. Yarmolenko, A.A. Rogachev, R.V. Gainutdinov, M.Yu. Yablokov. The morphology and contact properties of nanoscale films of ultra-high molecular weight polyethylene deposited onto the surface of the poly(ethylene terephthalate) track-etched membrane by electron-beam sputtering of the polymer in vacuum was studied.

В настоящее время большой интерес представляет разработка методов создания двухслойных полимерных мембран, в которых один из слоев имеет гидрофильную пористую основу, а второй непористый слой обладает гидрофобными свойствами. Мембраны такого типа могут быть использованы в различных мембранных процессах, например, для обессоливания воды, первапорации, обратного осмоса, газоразделения. Один из методов создания мембран подобного рода заключается в осаждении на пористую подложку слоя полимера, синтезированного в плазме [1]. Использование плазмы имеет большие преимущества: возможность регулирования толщины осажденного слоя полимера, его высокую адгезию, малое время проведения процесса и возможность применения широкого круга органических и элементоорганических соединений. Однако, попытка применения метода плазмохимической полимеризации с целью получения гидрофобного слоя полимера на поверхности трековых мембран не приводит к положительным результатам. Проведенные исследования показали, что на поверхности нанесенных полимерных слоев при использовании органических прекурсоров, не содержащих функциональные группы, например, ацетилена [2] и 1,1,1,2-тетрафторэтана [3], присутствуют кислородсодержащие, в том числе, карбоксильные функциональные группы, образование которых связано с наличием остаточного кислорода в вакуумной реакционной камере, а также с окислением при выносе образцов на воздух [1]. Именно с наличием кислородсодержащих групп в поверхностном слое осажденных полимеров связаны недостаточно высокие значения краевого угла смачивания. В этой связи поиск новых методов синтеза двухслойных полимерных мембран, в составе которых один из слоев имеет гидрофобную природу, является весьма актуальным.

В данной работе с целью получения двухслойных композитных мембран, содержащих гидрофобный слой, на одну из сторон пористой подложки, в качестве которой была использована полиэтилентерефталатная трековая мембрана (ПЭТФ ТМ), методом электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) в вакууме наносили тонкие слои.

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 250 нм, изготовленную на основе пленки толщиной 10,0 мкм. Для получения мембраны пленку облучали ускоренными на циклотроне ионами криптона (с энергией ~3 МэВ/нуклон). Флюенс ионов со-

ставлял 2×10^8 см⁻². Химическое травление облученной пленки для получения сквозных пор проводили при температуре 75°C в водном растворе гидроксида натрия с концентрацией 3 моль/л.

Наноразмерные слои СВМПЭ на поверхность мембраны наносили осаждением из активной газовой фазы методом электронно-лучевого диспергирования полимера в вакууме. Использовали СВМПЭ со средней молекулярной массой 5×10^6 г/моль, плотность которого составляла 0.93 г/см³ (Foresight Global FZE). Диспергирование полимера проводили потоком электронов с энергией 800-1600 эВ и плотностью 0.01-0.03 А/см². Процесс осаждения покрытий производился при начальном давлении остаточных газов в вакуумной камере 4×10^{-3} Па. Среднее расстояние от электронной пушки до мишени составляло 150 мм, а от мишени до подложки – 200 мм. Контроль толщины осаждаемых пленок осуществляли с помощью кварцевого измерителя толщины. Схема установки и методика обработки подробно описаны в [4]. Средняя скорость нанесения покрытия СВМПЭ составляла 427 нг/с.

Топографию поверхности мембран изучали с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRAPrima (NT-MDT Spectrum Instruments, Россия). Сканирование проводили в бесконтактном режиме с использованием кремниевого зонда НА_НС. Поле сканирования составляло 5×5 мкм² с разрешением 256×256 линий на изображение. Для того, чтобы избежать влияния пор при определении поверхностной шероховатости, исследовали сканы меньшей площадью (1×1 мкм²), не содержащие пор. Основным определяемым параметром являлась шероховатость поверхности (среднеквадратичное отклонение профиля поверхности от базовой линии) R_{ms} , рассчитанное по всем точкам скана.

Исследование микроструктуры образцов, а также определение диаметра пор на поверхности мембран проводили с помощью растрового электронного микроскопа высокого разрешения “HITACHI” SU-8020 (Japan). Перед просмотром на образцы напыляли в вакууме тонкий слой золота. Контактные свойства поверхности мембран характеризовали значениями краевых углов смачивания по деионизованной воде (θ), измеренными с помощью установки “Easy-DropDSA100” (KRUSS, Германия) и программного обеспечения DropShapeAnalysis V.1.90.0.14. Структурные характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда методик, подробно описанных в [2, 3].

Результаты измерений характеристик исходной ПЭТФ ТМ и мембран после нанесения слоя полимера методом электронно-лучевого диспергирования СВМПЭ в вакууме на ее поверхность представлены в таблице. Из приведенных данных следует, что осаждение слоя СВМПЭ вызывает прирост массы образцов мембраны. Толщина мембран при этом увеличивается, а эффективный диаметр пор уменьшается. Уменьшение эффективного диаметра пор композитных мембран означает, что диаметр пор в осажденном слое полимера меньше диаметра пор исходной ПЭТФ ТМ.

Электронно-микроскопическое исследование поверхности модифицированных мембран (рис. 1) показывает, что для мембраны с осажденным слоем СВМПЭ толщиной 100 нм (рис. 1б) наблюдается незначительное уменьшение диаметра пор на поверхности. Поверхность осажденного слоя полимера имеет слабо выраженную шероховатость. По мере увеличения толщины слоя СВМПЭ происходит уменьшение диаметра пор на поверхности. Так, для мембраны с толщиной слоя 200 нм (рис. 1в) уменьшение диаметра пор более существенно. Осажденный слой полимера при этом приобретает сетчатую форму и становится более шероховатым. При увеличении толщины нанесенного слоя на поверхности мембраны образуется упорядоченная шероховатая морфологическая структура (рис. 1г, д). Эффективный диаметр пор при этом существенно уменьшается (табл.). Из данных электронной микроскопии также следует, что диаметр пор на обратной стороне композитных мембран остается неизменным. Это свидетельствует о том, что осаждение полимера происходит лишь на модифицированной поверхности мембраны. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя СВМПЭ методом ЭЛД приводит, таким образом, к формированию композитных мембран (КМ), имеющих асимметричную (коническую) форму пор – диаметр пор на необработанной стороне мембраны не изменяется, а на модифицированной стороне происходит его уменьшение. Этот результат коррелирует с данными, полученными нами при исследовании модифицирования ПЭТФ ТМ методом полимеризации в плазме [2, 3].

Таблица. Изменение характеристик ПЭТФ ТМ при нанесении слоя СВМПЭ на поверхность

Параметры	Исходная мембрана	Толщина осажденного слоя СВМПЭ, нм			
		100	200	300	500
Увеличение массы образца, %	—	2.9	5.1	7.0	8.7
Поток воздуха при $\Delta P = 10^4$ Па, мл/мин см ²	300	230	165	105	50
Эффективный диаметр пор, нм	250	230	210	180	145
Краевой угол смачивания, град	65	92	95	110	115
Поверхностная шероховатость R_{ms} , нм (площадь сканирования 5×5 мкм ²)	58.9	26.3	30.5	42.4	53.7
Поверхностная шероховатость R_{ms} , нм (площадь сканирования 1×1 мкм ²)	7.8	10.6	22.1	36.3	45.5

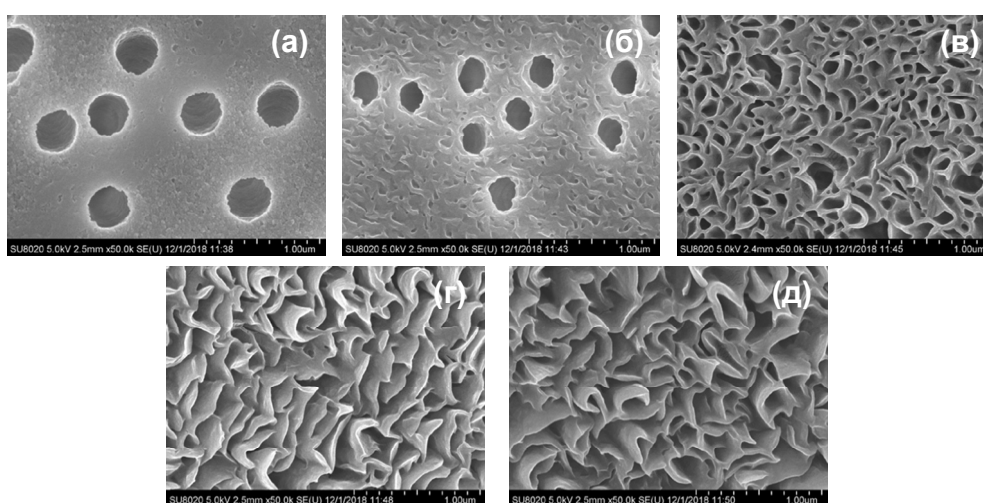


Рис. 1. Электронные микрофотографии поверхности исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран со слоем СВМПЭ толщиной 100 (б), 200 (в), 300 (г) и 500 нм (д).

Исследование топографии поверхности модифицированных мембран с помощью АСМ (рис. 2) подтверждает вывод о том, что в процессе осаждения покрытия на поверхности ПЭТФ ТМ происходит развитие ее шероховатости. Так, для исходной мембраны среднеквадратичное отклонение профиля поверхности R_{ms} , рассчитанное по всем точкам скана площадью 5×5 мкм² (рис. 2а), равно 58.9 нм. Относительно высокое значение этой величины обусловлено как наличием пор на мембранной поверхности, так и способом изготовления трековой мембраны, включающем химическое травление. 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} средней линии профиля поверхности. Оценка данных параметров для исходной мембраны приводит к следующим результатам. Величина R_{vm} составляет 52.1 нм, в то время как значение $R_{pm} = 30.8$ нм, что значительно ниже. Чтобы избежать влияния пор при определении поверхностной шероховатости, для исследований были обработаны сканы меньшей площади (1×1 мкм²), не содержащие пор. Для исходной ПЭТФ ТМ величина R_{ms} в этом случае составляет 7.8 нм, что на порядок меньше при выборе поля сканирования большей величины.

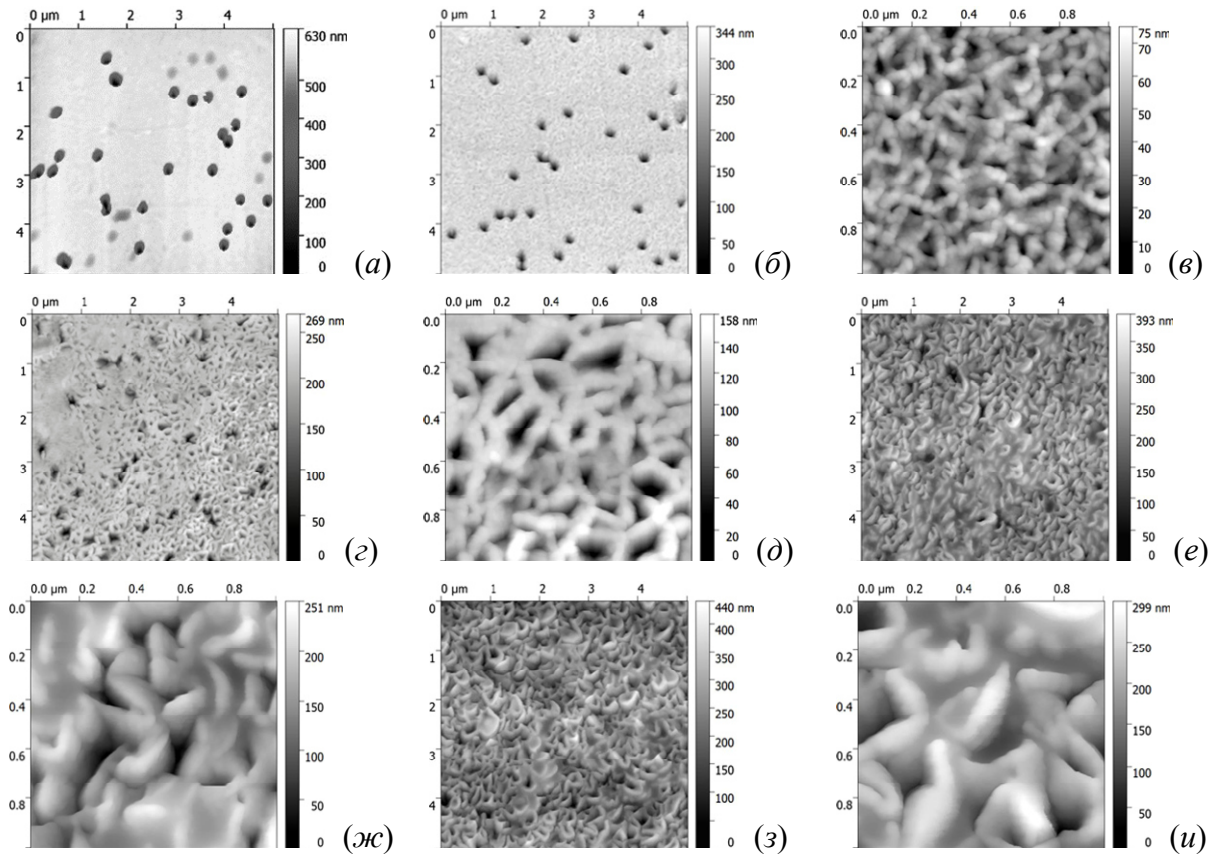


Рис. 2. Двухмерное АСМ изображение поверхности исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран после нанесения слоя СВМПЭ толщиной 100 (б, в), 200 (з, д), 300 (е, ж) и 500 нм (з, и); а, б, з, е, з – площадь сканирования $5 \times 5 \text{ мкм}^2$, в, д, ж, и – площадь сканирования $1 \times 1 \text{ мкм}^2$.

Осаждение пленки СВМПЭ на поверхности ПЭТФ ТМ приводит к изменению ее поверхностной шероховатости. Проведенные исследования показывают, что при толщине покрытия 100 нм для типичной площади сканирования $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ (рис. 2б) наблюдается сглаживание поверхности – величина R_{ms} уменьшается (табл.). Данный результат объясняется формированием слоя полимера в каналах пор на некоторой глубине от входа и перекрытием пор на поверхности мембраны. Однако, при выборе меньшей площади сканирования $R_{ms} = 10.6 \text{ нм}$, что несколько выше, чем у исходной мембраны. Это указывает на развитие шероховатости поверхностного слоя при нанесении слоя СВМПЭ. Увеличение толщины покрытия приводит к росту поверхностной шероховатости – величина R_{ms} для модифицированных образцов мембран, рассчитанная по всем точкам скана площадью $5 \times 5 \text{ мкм}^2$, заметно возрастает (табл.). Аналогичная зависимость R_{ms} наблюдается на поверхности мембран, не содержащей пор, при выборе площади сканирования меньшей величины. Возрастание величины R_{ms} на беспоровой поверхности в процессе осаждения свидетельствует о том, что пленка СВМПЭ имеет более развитую поверхность по сравнению с поверхностью исходной трековой мембраны и величина ее поверхностной шероховатости существенно зависит от продолжительности процесса осаждения.

Исследование поверхностных свойств КМ показывает, что при осаждении пленки СВМПЭ на поверхности ПЭТФ ТМ происходит существенная гидрофобизация. Если исходная мембрана характеризуется величиной краевого угла смачивания по воде (θ) равной 65° , то для ПЭТФ ТМ со слоем полимера толщиной 100 нм значение θ составляет 92° . Для мембраны со слоем СВМПЭ толщиной 200 нм $\theta = 95^\circ$. Увеличение толщины нанесенного слоя полимера до 300 нм приводит к повышению θ до 110° , а при осаждении полимерной пленки толщиной 500 нм величина θ возрастает до 115° . Такое изменение обусловлено развитием шероховатости

осажденного слоя СВМПЭ, обладающего гидрофобными свойствами [5], при увеличении его толщины.

Таким образом, нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя СВМПЭ методом ЭЛД приводит к образованию КМ, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная трековая мембрана, характеризующаяся средним уровнем гидрофильности. Второй слой имеет гидрофобную природу. Краевой угол смачивания этого слоя в зависимости от его толщины изменяется от 92° до 115°.

Работа выполнена в соответствии с двусторонним договором о проведении совместных научно-исследовательских работ (протокол № 4783-5-18/21) между ОИЯИ (Дубна, Россия) и ГГУ им. Ф. Скорины (Гомель, Беларусь) при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-08-00812).

Литература

1. Ясуда Х. Полимеризация в плазме. 1988. М.: Мир. 376 с.
2. Кравец Л.И., Дмитриев С.Н., Алтынов В.А., Сатулу В., Миту Б., Динеску Г. Получение двухслойных композитных наномембран с асимметрией проводимости. // Электрохимия. 2011. Т. 47. № 4. С. 499-510.
3. Кравец Л.И., Дмитриев С.Н., Горячева Т.А., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Структура и электрохимические свойства трековых мембран, модифицированных в плазме тетрафторэтана. // Мембраны и мембранные технологии. 2011. № 2. С. 126-138.
4. Ярмоленко М.А., Рогачев А.А., Рогачев А.В., Горбачев Д.Л. Кинетические особенности диспергирования кремнийорганических соединений в вакууме и молекулярная структура покрытий, осажденных из летучих продуктов диспергирования. Проблемы физики, математики и техники. 2011. № 3. С. 32-38.
5. Quere D. Wetting and roughness. // Ann. Rev. Mater. Res. 2008. Vol. 38. P. 71-99.

Формирование нанокompозитов на основе опаловых матриц

*А.Ф. Белянин, *В.В. Борисов, **, ***А.С. Багдасарян, ****Г.В. Чучева, *****Б.В. Хлопов*
Москва, АО ЦНИТИ «Техномаш», ул. Ивана Франко 4, e-mail: belyanin@cniitit.ru

**Москва, НИИ ЯФ им. Д.В. Скобельцына, Ленинские Горы 1, стр. 2*

***Москва, НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи»,
Сухаревская пл. 4, ст. 1*

****Москва, Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,
Моховая ул. 11-7*

*****Фрязино Московской области, Фрязинский филиал института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, ул. Введенского, 1*

******Москва, Центральный научно-исследовательский радиотехнический институт им. академика А.И. Берга, Н. Басманная ул., 20*

Рассмотрены особенности получения нанокompозитов на основе решетчатых упаковок наношаров SiO₂ (опаловых матриц), содержащих в межшаровых полостях кластеры различных материалов. Для формирования нанокompозитов использовали образцы опаловых матриц с размерами монодоменных областей > 0,1 мкм³, диаметр наносфер SiO₂ составлял ~260 нм. Получены нанокompозиты объемом > 1 см³ с заполнением 10–40% объема полостей. Изучены состав и строение нанокompозитов с использованием электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и спектроскопии комбинационного рассеяния света. Показана зависимость состава синтезированных веществ от условий их получения.

Formation of nanocomposites based on opal matrices. A.F. Belyanin, V.V. Borisov, A.S. Bagdasaryan, G.V. Chucheva, B.V. Khlopov. Formation of nanocomposites based on the lattice packing of SiO₂ nanoscale (opal matrices) with clusters of veriose materials in interstitial cavities are considered. Samples of opal matrices are used for the formation of nanocomposites. Dimensions of single-domain regions > 0,1 mm³, diameter SiO₂ nanosphere is ~260 nm. Obtained nanocomposites have the volume > 1 cm³ in filling 10–40% of interspherical nanospacing. The composition and structure of the nanocomposites are studied by electron microscopy, X-ray diffraction and Raman spectroscopy. The dependence of the composition of synthesized materials on the conditions of their preparation is submitted.

ВВЕДЕНИЕ

Предполагается, что применение различных материалов как 3D-нанорешеток кристаллитов (кластеров) размерами 10–50 нм, позволит расширить частотный диапазон их применения (поскольку ограничения по частоте, как правило, связаны с дисперсией диэлектрической и магнитной проницаемости, характерных для массивных материалов) [1, 2]. Перспективным направлением для получения 3D-нанокompозитов (метаматериалов) является введение различных соединений в пористые матрицы с полостями нанометрового диапазона. Для заполнения полостей пористой матрицы различными материалами используют, преимущественно, метод синтеза соединений непосредственно в полостях. В качестве пористой матрицы с упорядоченной решеткой полостей перспективны опаловые матрицы. Опаловые матрицы представляют собой правильную упаковку одинаковых по диаметру ($\Delta d < 5\%$) шаров рентгеноаморфного SiO₂, диаметры которых в зависимости от условий формирования могут варьироваться в заданных пределах от 200 до 350 нм. Нанокompозиты на основе опаловых матриц перспективны в электронной технике при создании различных твердотельных СВЧ-устройств, а также источников направленного рентгеновского излучения и акустических волн [3, 4]. Одна из основных проблем получения метаматериалов на основе опаловых матриц, состоит в отсутствии данных о поведении исследуемых веществ в нанополостях при различных условиях термообработки и концентрациях вводимых веществ.

Цель настоящей работы – изучение влияния условий синтеза на кристаллизацию различных веществ в полостях опаловых матриц.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Получение опаловых матриц. Опаловые матрицы получали при температуре 40–80°C реакцией гидролиза тетраэфира ортокремниевой кислоты ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$) с раствором этанола ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) в присутствии катализатора – гидроксида аммония (NH_4OH). Сформированные объемные образцы опаловых матриц подвергались гидротермальному упрочнению, при котором происходил перенос SiO_2 в зону контакта шаров с образованием прочных связей $-\text{Si}-\text{O}-$. Для формирования нанокompозитов использовали образцы опаловых матриц с диаметром шаров $\text{SiO}_2 \sim 260$ нм ($\Delta d \approx 5\%$) и размерами монодоменных областей $\geq 0,1$ мкм³.

Формирование нанокompозитов. Нанокompозиты на основе опаловых матриц получали в два этапа. На первом этапе многократно (до 25 раз) заполняли полости раствором солей и проводили термообработку при 300–500°C. В качестве растворов солей использовали: 1) водный раствор нитратов (в отдельных случаях хлоридов) металлов; 2) растворы фосфатов металлов в H_3PO_4 ; 3) оксидов металлов в HCl и другие [3–5]. При синтезе титанатов и оксидов титана полости опаловых матриц пропитывали водным раствором нитратов металлов в 15% растворе трёххлористого титана (TiCl_3) в 10% водном растворе соляной кислоты (HCl) [3, 4]. Для ускоренной пропитки растворами солей опаловых матриц первый этап проводили в вакууме. Разработанный вакуумный модуль позволил совмещать процесс пропитки с сушкой и кристаллизацией. Для контроля процесса заполнения полостей опаловых матриц использовалось следующее оборудование: мультиметр METEX M3850D с термопарой до 200°C (регистрация температуры); широкозонный датчик давления BOC EDWARDS WRG-SL NW-25, вакуумметр BOC EDWARDS D395-91-500; спиральный вакуумный насос предварительной откачки BOC EDWARDS XDS-10; хомутовый электронагреватель (до 300°C) компании «Электронагрев».

Процесс пропитки и кристаллизации проходил при фиксированных температурах ($T \leq 150^\circ\text{C}$) и начальных давлениях $P_N \approx 1$ Па. Проводили циклический перенос раствора солей порциями в 140 мкл на верхнюю часть образца и регистрацию давления P до стабильных значений P_{MIN} . На рис. 1, а, б представлены графики циклов переноса водных растворов солей металлов.

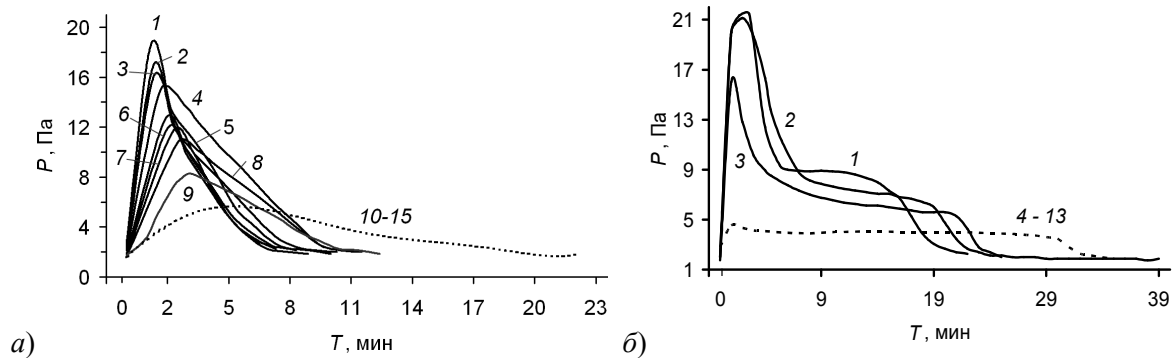


Рис. 1. а) Циклы переноса 10% водного раствора бихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) объемами по 140 мкл при температуре 140°C. б) Циклы переноса 0,25% водного раствора солей нитратов Fe, Ni и Co объемами по 140 мкл при температуре 100°C.

На втором этапе проводилась высокотемпературная термообработка при 700–1200°C в течение 4–24 часов в различных газовых средах (воздух, аргон (Ar), азот (N_2), водород (H_2)). Низкотемпературная термообработка приводит к формированию рентгеноаморфных и кристаллических фаз различных модификаций, а высокотемпературная способствует кристаллизации фаз заданного состава. Поддержание заданных параметров термообработки обеспечивала установка «Отжиг ТМ-6», (разработка «НИИ ТМ», Зеленоград) [3].

Методы исследования. Состав и строение нанокompозитов исследовали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Carl Zeiss Supra 40-30-87, рентгеновского дифрактометра ARL Xtra ($\text{Cu } K\alpha$ -излучение) и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния (КР) света LabRAM HR800 (линия 632,8 нм He-Ne лазера).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Структура опаловых матриц представляет плотнейшую упаковку со степенью заполнения пространства шарами SiO_2 равной $\sim 74\%$ ($\sim 26\%$ объема опаловых матриц приходится на межшаровые полости) (рис. 2,а). Центры шаров SiO_2 образуют гранецентрированную кубическую решетку, характеризующуюся наличием тетраэдрических – по числу формирующих полость шаров (в границах различно ориентированных тетраэдров $T1$, $T2$) и октаэдрических (в границах октаэдров Ok) полостей (рис. 3,а). Тетраэдрические и октаэдрические полости условно состоят из сфер диаметром $\sim 0,22d$ и $\sim 0,41d$, вписанных в полости, и соединяющего их пространства. На рис. 3,б на гранях тетраэдров и октаэдров показаны сечения межшаровых полостей. На рис. 3, б (справа) представлена объемная модель вещества, полностью заполнившего две октаэдрические и три тетраэдрические полости.

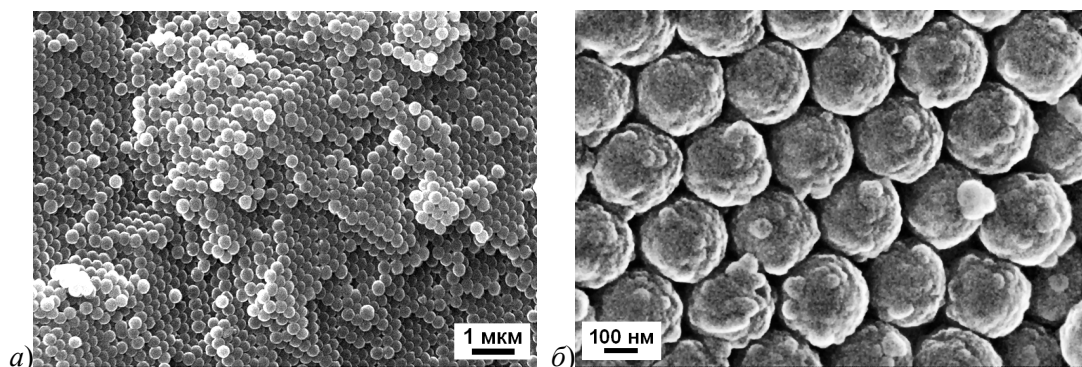


Рис. 2. РЭМ-изображение: а) опаловой матрицы (упорядоченной упаковки наночастиц SiO_2); б) вещества, синтезированного на поверхности шаров SiO_2 опаловых матриц.

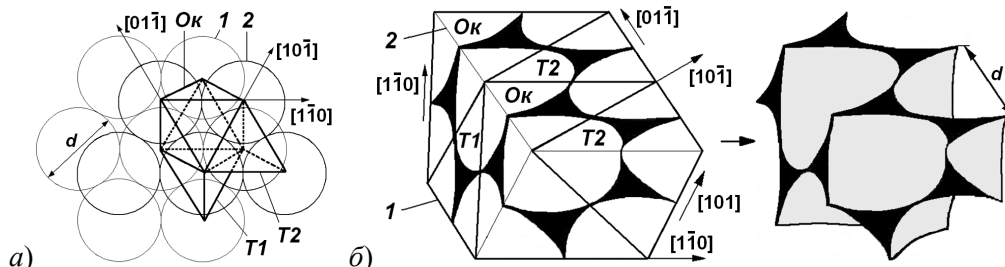


Рис. 3. а) Строение двух (1, 2) плотноупакованных слоев шаров SiO_2 диаметром d (проекция на плоскость $\{111\}$), формирующих октаэдрические (Ok) и тетраэдрические ($T1$ и $T2$) полости. б) Объемный фрагмент нанокompозита (слева) (собиран из двух октаэдров и трех тетраэдров) и вещества (справа), заполнившего полости опаловой матрицы (шары SiO_2 удалены).

Синтезированные вещества заполняли до 40% межшаровых полостей опаловых матриц (рис. 2,б). Фазовый состав и строение фаз синтезированных веществ зависел от состава пропитывающих растворов и условий термической обработки нанокompозитов. Фазовые превращения, включая кристаллизацию оксидов как по отдельности, так и в виде соединений различного типа, определяются температурой и длительностью термообработки, а также химическими свойствами формируемых промежуточных соединений, их термической устойчивостью и способностью к взаимодействию с SiO_2 .

При термообработке нанокompозитов в зависимости от условий синтеза могут формироваться: кристаллические фазы SiO_2 без образования кристаллических фаз вводимых в полости веществ; кристаллические фазы SiO_2 совместно с кристаллическими веществами, синтезируемыми в полостях опаловых матриц; только синтезируемые кристаллические вещества (рис. 4). При взаимодействии синтезируемого в полостях материала с SiO_2 могут формировать-

ся: кристаллические фазы синтезируемых веществ и веществ, образовавшихся при взаимодействии вводимого материала с SiO_2 ; кристаллические фазы SiO_2 совместно с кристаллическими фазами, синтезируемыми в полостях опаловых матриц и веществ, образовавшихся при взаимодействии вводимого материала с SiO_2 .

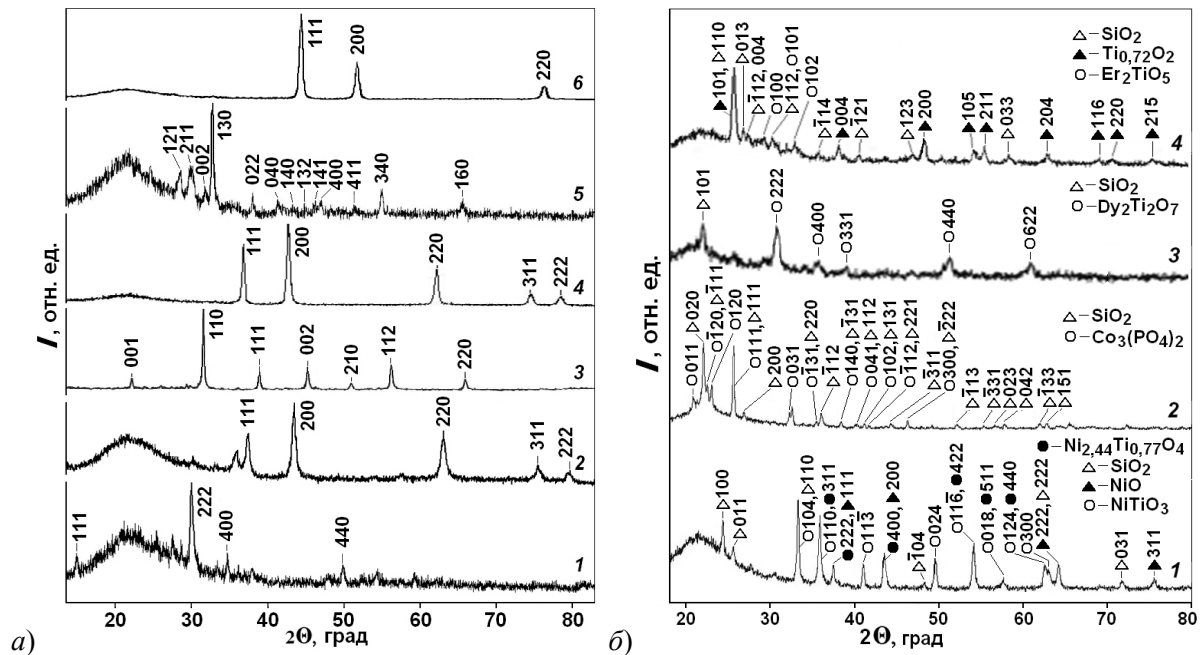


Рис. 4. Рентгеновские дифрактограммы опаловых матриц с кристаллитами на основе:
а) $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (1); TiO (2); BaTiO_3 (3); FeO (4); LaMn_2O_5 (5); Ni_3Fe (6);
б) Ni и Ti (1); Li , Co и P (2); $\text{Dy}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (3); Er_2TiO_5 (4).

Кристаллизация SiO_2 и образование кремнийсодержащих соединений, осложняет подбор концентраций пропитывающих растворов для синтеза необходимых составов. Установлено, что взаимодействие с SiO_2 таких минерализаторов как Ba , Sr , Pb , Zn начинается при температурах $850\text{--}900^\circ\text{C}$, тогда как для оксидов Ti , La и других лантаноидов, подобное взаимодействие не наблюдалось до 1200°C . Температура начала кристаллизации рентгеноаморфного SiO_2 лежит в диапазоне $850\text{--}950^\circ\text{C}$, заметно снижаясь при попадании в полости указанных минерализаторов. Поэтому, для устойчивой кристаллизации выбранных веществ, наиболее эффективной является область $900\text{--}950^\circ\text{C}$, обеспечивающая получение метаматериалов на основе опаловых матриц.

Условия формирования силикатов проследили на примере эвлитина ($\text{Bi}_4(\text{SiO}_4)_3$ (пространственная группа $I\bar{4}3d$)). Были определены температурные диапазоны начала взаимодействия Bi_2O_3 с рентгеноаморфным SiO_2 с образованием силикатов. На рис. 5,а показано изменение состава полученных соединений в зависимости от температуры синтеза в области $800\text{--}900^\circ\text{C}$. Концентрация кристаллической фазы $\text{Bi}_4(\text{SiO}_4)_3$ увеличивается при температуре $\geq 800^\circ\text{C}$. Помимо $\text{Bi}_4(\text{SiO}_4)_3$ установлено наличие $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$; $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$; $\text{Bi}_2\text{O}_2\text{SiO}_3$ (пр. гр. $Cmc2_1$); Fe_2O_3 (пр. гр. $R\bar{3}c$). В ряде случаев при высокотемпературном отжиге происходит рекристаллизация рентгеноаморфного SiO_2 с образованием кристаллических фаз SiO_2 (пр. гр. $P2_13$) и SiO_2 -кristобалит. Присутствие Fe_2O_3 повышает температуру начала кристаллизации эвлитина. Фаза эвлитина синтезирована в опаловых матрицах при температурах $> 800^\circ\text{C}$ и ее концентрация увеличивается с ростом температуры, при этом активизируется процесс рекристаллизации SiO_2 и прекращается формирование фаз Bi_2O_3 и $\text{Bi}_2\text{O}_2\text{SiO}_3$ для образцов, полученных пропиткой растворами $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ и $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$. Взаимодействие Bi_2O_3 с SiO_2 приводит к частичному изменению формы шаров. Спектры КР для серии нанокомпозитов, содержащих синтезированные материалы в виде смеси рентгеноаморфных и кристаллических фаз Bi_2O_3 ; $\text{Bi}_2\text{O}_2\text{SiO}_3$; Fe_2O_3 ; $\text{Bi}_4(\text{SiO}_4)_3$ и SiO_2 (три модификации) представлены на рис. 5,б.

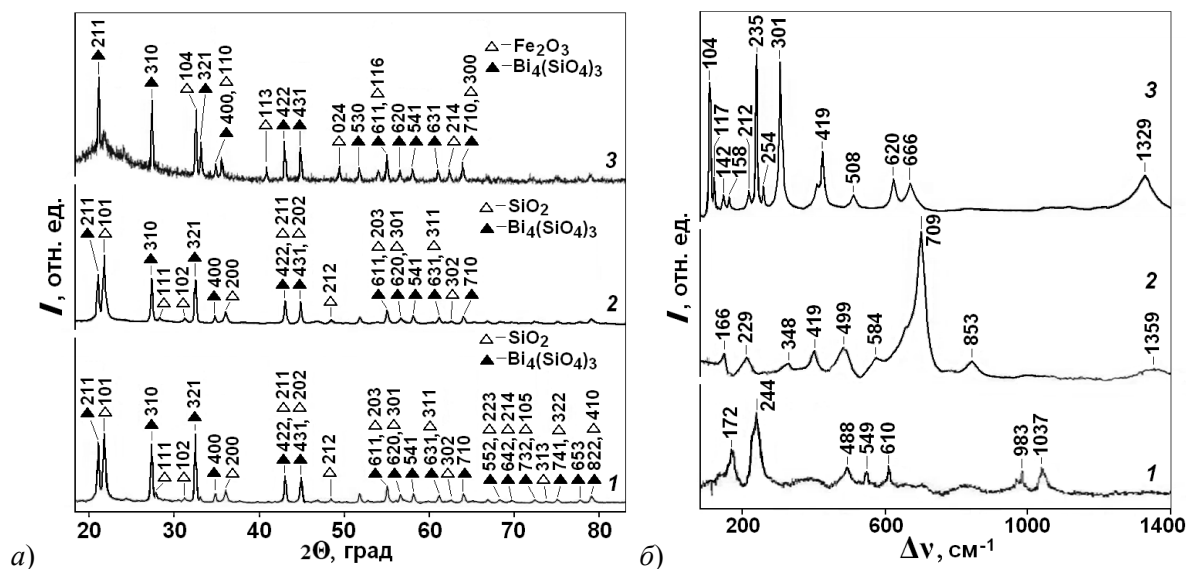


Рис. 5. а) Рентгеновские диффрактограммы опаловых матриц, полости которых заполнены кристаллитами соединений на основе: Bi (температура термообработки 800°C (1) и 900°C (2)); Bi и Fe (900°C (3)). б) Спектры КР опаловых матриц, полости которых заполнены кристаллитами соединений на основе: Bi (800°C (1) и 900°C (2)); Bi и Fe (900°C (3)).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе исследовано влияние условий получения на состав и строение нанокompозитов на основе опаловых матриц, в межшаровых полостях которых были синтезированы различные материалы, имеющие размеры кристаллитов от < 1 нм до ~ 80 нм. Понимание особенностей кристаллизации в полостях опаловых матриц, позволит создавать метаматериалы с управляемыми значениями функциональных свойств и эксплуатационных характеристик, что является перспективным для будущих приложений устройств. Проведенная работа была направлена на создание технологических основ получения и применения некристаллических пространственно-неоднородных нанокompозитных материалов для разработки элементной базы нового поколения твердотельной СВЧ-электроники (20–200 ГГц), что, в свою очередь, позволит приступить к разработке основ технологической базы получения новых ранее не только не применявшихся, но и неизвестных материалов а, в последующем, к созданию на их основе электронной компонентной базы для различных устройств.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 16-07-00642 А и 18-07-00282).

Литература

1. Sarychev A.K., Shalaev V.M. Electrodynamics of metamaterials. World scientific and Imperial college press, 2007. 200 p.
2. Kong J.A. Electromagnetic wave interaction with stratified negative isotropic media // Progress in electromagnetics research, PIER. 2002. V. 35. P. 1–52.
3. Самойлович М.И., Белянин А.Ф., Одинокое В.В., Бовтун В., Кемпа М., Нужный Д., Савинов М. Получение и физические свойства нанокompозитов: опаловых матриц – оксидов титана // Наноиндустрия. 2016. № 4(66). С. 78–93.
4. Белянин А.Ф., Самойлович М.И., Багдасарян А.С., Багдасарян С.А. Получение материалов с управляемыми магнитными и электрическими характеристиками как 3D-решеток нанокластеров мультиферроиков (титанатов и манганитов переходных элементов) на основе опаловых матриц // Прикладная физика и математика. 2018. № 1. С. 22–39.

5. Белянин А.Ф., Чучева Г.Б., Хлопов Б.В. Формирование, строение и физические свойства нанокompозитов: опаловые матрицы – метатитанаты металлов // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. 2017. Т. 17. Ч. 1. С. 132–135.

Защитные наноструктурированные пленки нитридов металлов (TiN, ZrN, AlN) и углеродных материалов

С.А. Налимов, *С.А. Багдасарян, **А.И. Юрин, ***В.В. Борисов

Москва, АО ЦНИТИ «Техномаш», ул. Ивана Франко 4, e-mail: san@cnititm.ru

*Москва, НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи», Сухаревская пл. 4, ст. 1

**Москва, Московский институт электроники и математики НИУ ВШЭ, Таллинская ул. 34

***Москва, НИИ ЯФ им. Д.В. Скобельцына, Ленинские Горы 1, стр. 2

Рассмотрено влияние условий формирования на состав и строение наноструктурированных пленок нитридов металлов (TiN, ZrN и AlN), пленок алмаза и алмазоподобных углеродных пленок. Пленки TiN, ZrN и AlN получали методами дугового разряда и ВЧ-магнетронного распыления. Пленки алмаза выращивали из газовой смеси водорода и метана, активированной дуговым разрядом. Алмазоподобные углеродные пленки получали методами ВЧ-магнетронного распыления, диодного ВЧ-разряда в газовой смеси циклогексана и водорода и распыления графита ионным пучком. Исследована взаимосвязь состава и строения синтезированных пленок с механическими свойствами слоистых структур на их основе.

Protective nanostructured films of metal nitrides (TiN, ZrN, AlN) and carbon materials. S.A. Nalimov, S.A. Bagdasaryan, A.I. Yurin, V.V. Borisov. The influence of formation conditions on the composition and structure of nanostructured films of metal nitrides (TiN, ZrN and AlN), diamond films and diamond-like carbon films is considered. Films of TiN, ZrN and AlN are obtained by arc discharge and RF-magnetron sputtering methods. Diamond films are grown from the gas mixture of hydrogen and methane, activated by an arc discharge. Diamond-like carbon films are obtained by RF-magnetron sputtering methods, a diode RF discharge in a gas mixture of cyclohexane and hydrogen, and sputtering graphite with an ion beam. The interrelation of the composition and structure of synthesized films with the mechanical properties of layered structures based on them is investigated.

ВВЕДЕНИЕ

Обладающие повышенной химической инертностью и твердостью пленки алмаза, алмазоподобные углеродные пленки (АУП) и пленки нитридов металлов (TiN, ZrN, AlN) применяют как износостойкие покрытия [1, 2]. Указанные пленки также находят применения в качестве функциональных слоев устройств твердотельной электроники, так как они обладают автоэмиссионными свойствами, а при легирование определенными примесями являются широкозонными полупроводниковыми материалами с большой подвижностью носителей, проявляющими радиационную стойкость, кроме того AlN, обладает сильным пьезоэлектрическим эффектом [1–4]. Наибольшие перспективы формирования защитных пленок нитридов металлов и углеродных материалов связаны с методами тонкопленочной технологии. В настоящее время ведутся работы в области получения наноструктурированных защитных покрытий на основе кристаллических и аморфных фаз и их контролируемого упорядочения. Понимание особенностей кристаллизации пленок способствует созданию материалов с управляемыми значениями функциональных свойств и эксплуатационных характеристик. Целью данной работы является изучение влияния состава и строения пленок нитридов металлов и углеродных материалов на их механические характеристики.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Получение пленок нитридов металлов и углеродных материалов. Пленки TiN и ZrN получали на подложках из Si методом дугового разряда при следующих условиях: давление азота (N₂) 0,5 Па; ток испарителей 100–120 А; напряжение на подложке 200–220 В; температура подложки 600–700 К. Пленки TiN и ZrN также получали методом ВЧ-магнетронного реактивного распыления мишеней из Ti или Zr в газовой смеси из 60 объемных % N₂ + аргон (Ar) при давлении 0,6–1,2 Па (мощность ВЧ-разряда (13,56 МГц) 1–3 кВт; температура подложки 500–720 К). Пленки AlN получали на подложках из Si, сапфира (Al₂O₃) и плавленного кварца методом ВЧ-магнетронного реактивного распыления мишени из Al в газовой смеси из (40–60) об.% N₂ + Ar при давлении 0,6–0,9 Па (мощность ВЧ-разряда 0,2–3 кВт; температура подложки 470–720 К).

Пленки алмаза выращивали на подложках из Si из газовой смеси метана (CH₄) и водорода (H₂), активированной дуговым разрядом. Состав газовой смеси (1,5–4) об.% CH₄ + H₂; давление газа > 10⁴ Па; расход газа ~5 л/ч; мощность разряда 800–1500 Вт; температура подложки 1200–1470 К. АУП получали на подложках из Si и плавленного кварца методом диодного ВЧ-разряда из газовой смеси циклогексана (C₆H₆) и H₂, а также методами ВЧ-магнетронного распыления или распыления графита ионным пучком (табл. 1). При формировании диодным ВЧ-разрядом АУП толщиной > 1 мкм в газовую смесь добавляли кислород (O₂) и Ar. Подложки до 250 К охлаждали с использованием термоэлектрической батареи.

Таблица 1. Параметры процессов осаждения АУП

Метод	Материал мишени	Рабочий газ	Давление газа, Па	Мощность разряда, Вт	Температура подложки, К	Скорость осаждения, мкм/ч
Распыление ионным пучком	Графит	Ar+H ₂ (10:1)	6,6·10 ⁻³	Энергия пучка 2–10 кэВ	≤ 670	0,6–1
ВЧ-магнетронное распыление	Графит	Ar	2	256,5	420–925	3
Диодный ВЧ-разряд	–	C ₆ H ₁₂ +H ₂ (O ₂ , Ar)	≈0,1–1	~200–250	250–290	0,8–1

Методы исследования. Состав и строение пленок исследовали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Carl Zeiss Leo 1430 VP; атомно-силового микроскопа (АСМ) Digital Instruments, Nanoscope 3; рентгеновского дифрактометра Rigaku D/MAX-2500/PC (Cu Kα излучение) и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния (КР) света LabRAM HR800 (HORIBA Jobin-Yvon (линия 632.8 нм He-Ne лазера; мощность лазера < 300 мВт). Механические свойства пленок исследовались с использованием микротвердомера ПМТ–3. Толщины пленок измеряли профилографом-профилометром ALPHA–STEP 200.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Строение пленок углеродных материалов. Пленки алмаза имели зернистое строение с характерной для алмаза огранкой зерен по {100} и {111} (рис. 1,а), при этом зерна состояли из аксиально текстурированных пластин [3]. Размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения) пленок алмаза составлял для разных толщин пленок 20–200 нм. Ростовая поверхность АУП имела глобулярное строение (рис. 1,б) и среднеарифметическое отклонение профиля ростовой поверхности АУП не превышала 5 нм. По рентгеновским дифрактограммам пленок алмаза было установлено наличие кристаллической фазы алмаза (пространственная группа *Fd3m*) (рис. 2,а, кривая 1). Концентрация алмазной фазы в пленках составляла 95–99 об.%. АУП состояли из рентгеноаморфных и кристаллических фаз углерода: алмаз (пр. гр. *Fd3m*), чаоит и карбин (обе гексагональная сингония) (рис. 2,а, кривые 2, 3). Концентрация алмазной фазы в АУП составляла < 5 об.%. Рентгенофазовый анализ АУП, полученных диодным ВЧ-разрядом из газовой смеси, содержащей O₂, показал наличие > 10 об.% кар-

бина. АУП, полученные магнетронным распылением были рентгеноаморфны (размер кристаллитов < 1 нм).

На спектрах КР пленок алмаза присутствует единственная интенсивная полоса при сдвиге КР $\Delta\nu$ равном ~ 1332 см^{-1} (полуширина полосы (ширина на половине высоты) $\Delta\nu_{1/2} = 3,4\text{--}4,3$ см^{-1}) (рис. 2, б, кривая 1). Спектры КР АУП характеризуются размытыми полосами *D* и *G* при $\Delta\nu$ равном $\sim 1330\text{--}1340$ см^{-1} и $\sim 1540\text{--}1600$ см^{-1} , относящимся к валентным колебаниям углеродных пар (рис. 2, б, кривые 2–4). Полоса *G* – характеристика упорядоченного графита (колебания пар атомов углерода с sp^2 гибридизацией связей). Нарушения порядка атомного строения приводит к уширению полосы *G* и появлению полосы *D*, величина которой пропорциональна степени разупорядочения графита и связана с sp^3 гибридизацией углерода.

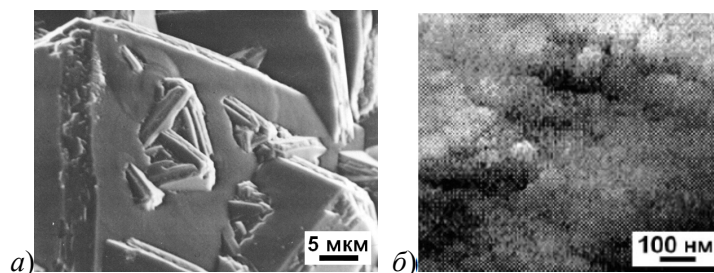


Рис. 1. РЭМ- (а) и АСМ-изображения (б) ростовых поверхностей пленки алмаза (а) и АУП (б).

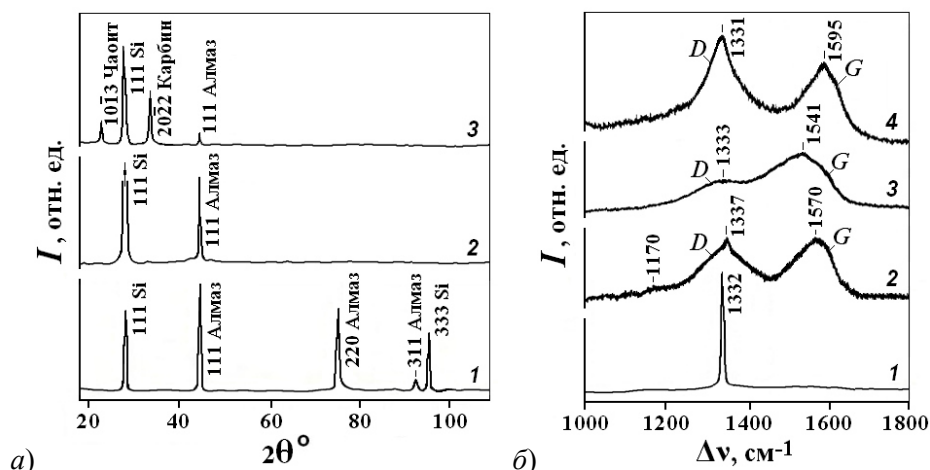


Рис. 2. а) Рентгеновские дифрактограммы пленки алмаза (1) и АУП, выращенных распылением графита ионным пучком (2) и диодным ВЧ-разрядом (3) (пленки получены на подложках из $Si\{111\}$). б) Спектры КР пленки алмаза (1) и АУП, выращенных распылением графита ионным пучком (2); диодным ВЧ-разрядом (3); магнетронным распылением (4)

Строение пленок нитридов металлов. Выращенные в неравновесных условиях методом магнетронного распыления пленки TiN, ZrN и AlN текстурированы и имеют волокнистое строение, при этом ось текстуры совпадает с направлением оси кристаллитов (волокон) (рис. 3, а). Волокна пленок TiN и ZrN, имеющих кубическую решетку, ориентируются по кристаллографическим направлениям $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$, а волокна пленок AlN (гексагональная решетка) – в направлении $\langle 0001 \rangle$. При магнетронном распылении в объеме пленок нитридов образуются и разрастаются частицы того же состава, кристаллографическая ориентация которых отличается от ориентации пленки (рис. 3, б, в). При использованных в работе параметрах у пленок формировалась поликристаллическая текстурированная фаза независимо от материала подложки (рис. 4, а). Степень кристалличности пленок TiN и ZrN (содержание кристаллической фазы в объеме пленки) не превышала 40 об.%, а у пленок AlN достигала 90 об.%. Промежуток между аксиально текстурированными волокнами заполняет рентгеноаморфная фаза. При осаждении пленок на подложках из рентгеноаморфных и поликристаллических материалов рост пленок происходит по нормальному (нетангенциальному) механизму, при кото-

ром преимущественное направление роста пленок определяется атомным строением формируемого материала, а ориентирование пленок относительно подложки – направлением потока пленкообразующих частиц.

Положение и форма полос на спектре КР пленки AlN (564, 609 и 653 см^{-1}), характерны для определенных условий роста (рис. 4, б, кривая 1) Рентгеноаморфное строение пленок приводит к уширению существующих и появлению дополнительных полос. На спектре КР пленки TiN, полученной магнетронным распылением, присутствуют полосы при $\Delta\nu$ 218; 306; 506 и 564 см^{-1} ($\Delta\nu_{1/2}$ полос составляет 95–120 см^{-1}) (рис. 4, б, кривая 2). На спектре КР пленки TiN, полученной методом дугового разряда, наблюдали размытые полосы при $\Delta\nu$ 224; 320, 431, 559, 602, 830 и 1130 см^{-1} (рис. 4а, кривая 3). В спектре КР пленки ZrN преобладают асимметричная полоса при $\Delta\nu$ 496 см^{-1} и две полосы при $\Delta\nu$ 178 и 231 см^{-1} (рис. 4, а, кривая 4).

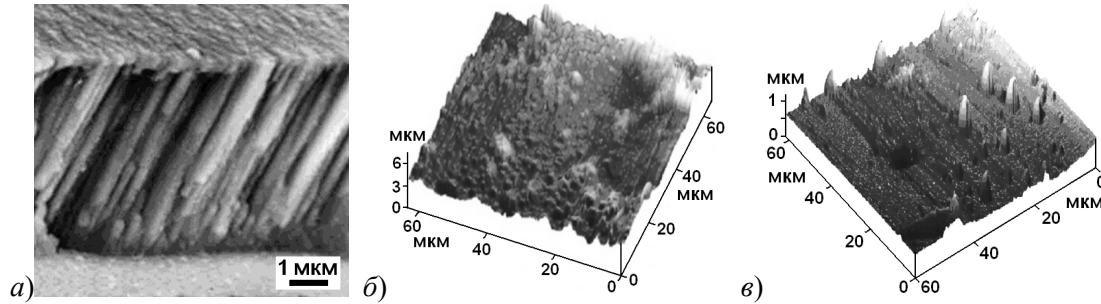


Рис. 3. РЭМ-изображение поперечного скола пленки AlN (а); АСМ-изображения поверхностей роста пленок TiN (б) и ZrN (в) (пленки выращены магнетронным распылением).

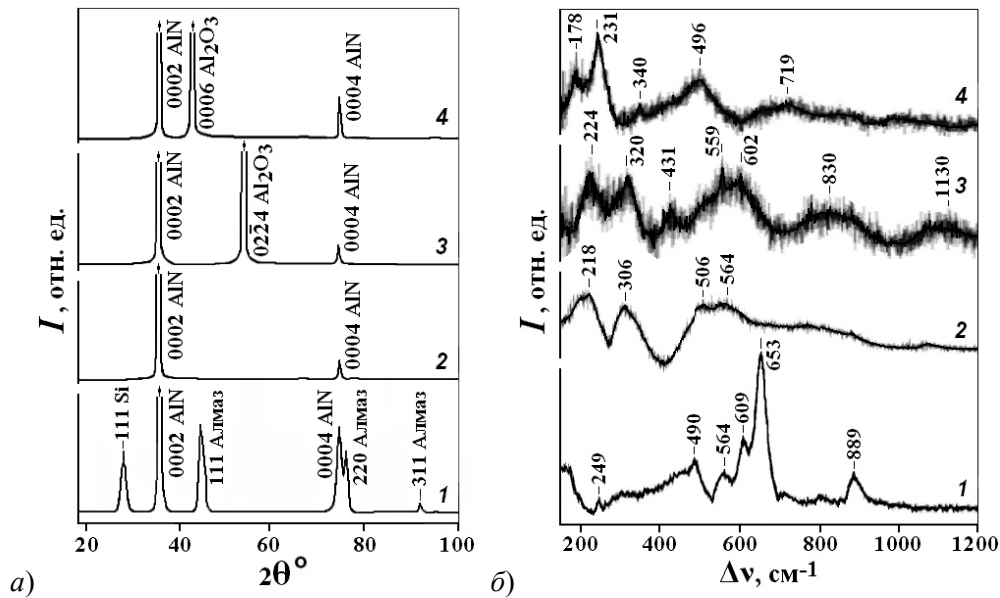


Рис. 4. а) Рентгеновские дифрактограммы пленок AlN, выращенных магнетронным распылением на подложках из: слоистой структуры Si/пленка алмаза (1); плавленого кварца (2); сапфира различной ориентации (3, 4). б) Спектры КР пленок: AlN (1) и TiN (2), полученных методом магнетронного распыления; TiN (3) и ZrN (4), полученных методом дугового разряда.

Механические свойства слоистых структур. Микротвердость пленок алмаза достигала 9500 $\text{кгс}/\text{мм}^2$, но зернистость и пластинчатое строение зерен делает их хрупкими, а необходимость высокой температуры подложки ($> 1200 \text{ K}$) осложняет применение в конкретных устройствах. АУП, полученные распылением графита ионным пучком, а также методом диодного ВЧ-разряда, имели микротвердость $> 3000 \text{ кгс}/\text{мм}^2$. Наличие АУП на поверхности подложки приводило к упрочнению приповерхностных слоев подложки, повышало предел хрупкости и вязкость разрушения композита при контактных воздействиях. Наблюдение состояния поверхности слоистой структуры Si/АУП вокруг отпечатков индентора микротвердомера показало,

что при достаточно малых нагрузках на индентор (при давлении $< 0,1$ Н) деформирование материала при царапании и вдавливании носит пластический характер без образования трещин в подложке и АУП. Зависимости микротвердости (H_V) слоистой структуры Si/АУП от толщины (h) АУП представлены на рис. 5,а. Присутствие АУП на поверхности подложек из плавленного кварца оказывает при микроконтактных воздействиях на слоистую структуру подложка/пленка заметное пластифицирующее влияние, существенно снижая в материале градиент механических свойств по глубине анализируемого слоя.

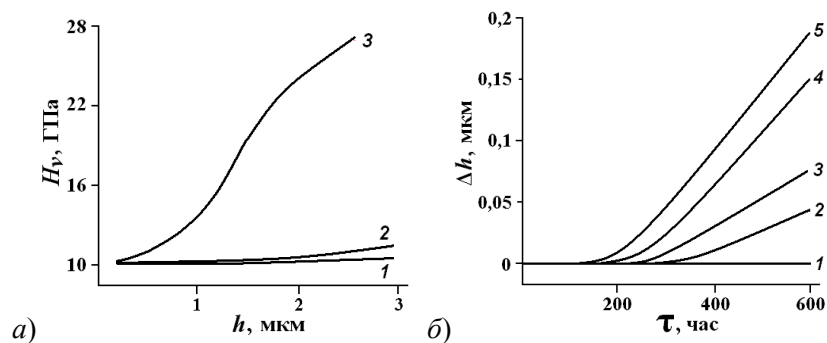


Рис. 5. а) Зависимость микротвердости на вдавливание от толщины АУП, выращенных на подложках из Si методами: магнетронного распыления (1); распыления ионным пучком (2); диодного ВЧ-разряда (3). б) Уменьшение толщины пленки AlN от времени воздействия истирающих нагрузок при температурах: 300 (1); 400 (2); 480 (3); 560 (4); 600 К (5)

Микротвердость на вдавливание пленок TiN толщиной 0,6 мкм возрастала с 14 до 17,1 ГПа – с увеличением нагрузки на индентор с $5 \cdot 10^{-2}$ Н – до $2 \cdot 10^{-1}$ Н (толщина анализируемого слоя составляла $\sim 3-8$ мкм). У пленок TiN толщиной 1,2 мкм микротвердость на вдавливание возрастала с 12,3 до 17,3 ГПа, при том же увеличении нагрузки. Слоистая структура Si/ZrN пластична только при малых нагрузках на индентор ($< 0,1$ Н).

При степени кристалличности > 90 об.%, микротвердость пленок AlN составляла ~ 1300 кгс/мм². Устойчивость к истирающим нагрузкам текстурированных пленок AlN обеспечивалась, как за счет большой степени кристалличности AlN, так и за счет контакта абразива с поверхностью защитного покрытия по наиболее твердому направлению кристаллической решетки AlN – $\langle 0001 \rangle$. Эксплуатацию защитной пленки AlN толщиной 3 мкм проводили в составе микросхемы при истирающих нагрузках (давление прижима к термочувствительной бумаге $0,3 \cdot 10^2$ кПа) и температуре до 600 К. После эксплуатации в течение 600 часов уменьшение толщины защитного покрытия составляло $< 0,2$ мкм (рис. 5,б).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе представлены условия получения, анализ строения и механических характеристик наноструктурированных пленок углеродных материалов и нитридов металлов (TiN, ZrN и AlN). Устойчивость к механическим нагрузкам слоистых структур обеспечивалась за счет большой концентрации в защитном покрытии кристаллической фазы и ее ориентирования по наиболее твердым направлениям кристаллической решетки. Варьируя условия синтеза, можно управлять фазовым составом и строением фаз пленок, оцениваемых по рентгеновским дифрактограммам и спектрам КР.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 16-07-00464 А и 18-07-00282).

Литература

1. Collins J.L. Diamond-like carbon (DLC) – a review // Industrial diamond review. 1998. V. 58. № 578. P. 90–92.

2. Wang J., Chen Z.Q., Li Ch.M., Wang F., Zhongl Y. First-Principles Study on Mechanical Properties of IVB-Group Transition-Metal Nitrides TiN, ZrN, and HfN // *Advanced Materials Research*. 2012. V. 415–417. P. 1451–1456.
3. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С. Слоистая структура на основе пленок поликластерного алмаза и AlN для устройств на поверхностных акустических волнах // *Успехи современной радиоэлектроники*. 2017. № 3. С. 30–38.
4. Belyanin A.F., Luchnikov A.P., Nalimov S.A., Bagdasaryan A.S. Properties of planar structures based on policluster films of diamond and AlN // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 289 (2017) 012041 doi:10.1088/1757-899X/289/1/012041.

PECVD оборудование для нанесения Si₃N₄ – SiO₂

А.А. Ясунас, Е.А. Хохлов, А.С. Мысливец, В.Я. Ширипов
Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202, yasunas@izovac.com

В работе представлено описание методов химического осаждения из газовой фазы с активацией плазмой емкостного разряда (в англоязычной литературе - Plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD)) и химического осаждения из газовой фазы с активацией плазмой высокой плотности (в англоязычной литературе – High Density Plasma Chemical Vapor Deposition (HDPCVD)). Выполнено сравнение основных технологических характеристик, достоинств и недостатков таких систем, а также возможностей их технологического применения.

PECVD equipment for Si₃N₄ - SiO₂ deposition. A.A. Yasunas, E.A. Khokhlov, A.S.Myslivets, V.Ya. Shiripov. *The description of Plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD) and High Density Plasma Chemical Vapor Deposition (HDPCVD) methods are provided. The comparison of the main technological characteristics, advantages and shortages of such systems, as well as the possibilities of their technological usage is carried out.*

Введение

Эволюция методов химического осаждения из газовой фазы достигла значимой стадии, когда быстрое развитие технологий стало основной промышленной движущей силой для начала электронной революции в 1960-х годах [1, 2]. В начале 1970-х годов ХОГФ стал успешно применяться в полупроводниковой промышленности. Что позволило значительно уменьшить размер электронных компонентов.

В последние годы был достигнут большой успех, и методы ХОГФ были широко распространены и получили дальнейшее развитие благодаря ряду факторов [2]. Фундаментальные исследования в данной области способствовали значительному расширению перечня доступных прекурсоров и методов активации химических реакций, что стимулировало развитие методов химического осаждения из газовой фазы в различных областях и позволило осаждать различные материалы с высокой степенью чистоты [3].

Компания General Electric в 1962 году представила одну из первых работ о применении метода химического осаждения из газовой фазы активированного плазмой тлеющего разряда [4]. В 1964 году Даверн и др. сообщил об использовании того же процесса для изготовления пленок оксида кремния при комнатной температуре, но с использованием источника высокочастотного разряда для уменьшения нежелательного распыления, наблюдаемого в предыдущей работе.

В русскоязычной литературе для обозначения метода химического осаждения из газовой фазы активированного плазмой часто используют термин плазмохимическим осаждением (ПХО). В настоящее время из в ПХО выделились самостоятельные методы, технологические возможности, которых определяются рабочим давлением, концентрацией плазмы, температурой, а также воздействия других факторов.

Для ПХО диэлектрических материалов, в частности $\text{SiN}_x\text{-SiO}_x$, в современной технологии наибольшее развитие получили следующие подходы:

1) ПХО в плазме высокочастотного емкостного разряда при пониженном ($10\text{-}10^3\text{Па}$) и субатмосферном давлении $3\cdot 10^3 - 8\cdot 10^4\text{ Па}$;

2) ПХО в плазме высокой плотности при пониженном давлении $0,5 - 10\text{ Па}$.

Для инициации и поддержания ВЧЕ (высокочастотного ёмкостного) разряда переменное напряжение прикладывается к плоскопараллельным электродам. Между ними иницируется и поддерживается разряд. При проведении процессов плазмохимического осаждения температура образца чаще всего находится в диапазоне $200\text{-}400\text{ }^\circ\text{C}$, расстояние между электродами составляет $20 - 50\text{ мм}$, ВЧ-напряжение $0,1 - 5\text{ кВ}$, $f = 13,56 - 40,68\text{ МГц}$, плотность мощности $10\text{-}250\text{ мВт/см}^3$, плотность плазмы $10^7\text{-}10^9\text{ см}^{-3}$, скорость осаждения $0,1 - 5\text{ нм/с}$.

В системах на базе ВЧЕ разрядная плотность плазмы пропорциональна прикладываемому напряжению, а, следовательно, увеличение концентрации активных частиц, посредством увеличения прикладываемого напряжения, неизбежно ведет к увеличению энергии ионов, бомбардирующих поверхность образца. Поэтому, в таких системах скорость протекания химической реакции не может быть увеличена за счет роста рабочей мощности, так как обрабатываемая структура или растущее покрытие могут быть повреждены частицами с высокой энергией, из-за высокого рабочего давления, обычно в диапазоне $200\text{-}400\text{ Па}$, требуют повышенного расхода рабочих газов, коэффициент использования которых меньше чем в системах с генераторами плазмы высокой плотности разряда [5-8]. На рис. 1, в качестве примера, представлена установка плазмохимического осаждения пленок оксида и нитрида кремния в плазме ВЧЕ разряда производства «ООО Изовак».



Рис. 1. Установка плазмохимического осаждения пленок оксида и нитрида кремния производства «ООО Изовак».

При формировании покрытий методом ПХО в плазме высокой плотности для инициации и поддержания разряда используются: СВЧ системы на основе электронного циклотронного резонанса (ЭЦР); ВЧ системы, использующие плазму «геликонового» разряда; ВЧ индукционные и трансформаторные разряды [9].

При проведении процессов методом ПХО в плазме высокой плотности, температура образца составляет $25\text{-}200\text{ }^\circ\text{C}$, плотность мощности находится в диапазоне $100\text{-}500\text{ мВт/см}^3$, плотность плазмы $10^{11}\text{-}10^{13}\text{ см}^{-3}$, скорость осаждения $0,1 - 10\text{ нм/с}$.

К числу преимуществ, обеспечиваемых процессом осаждения диэлектрических слоев в плазме высокой плотности, необходимо отнести высокое качество осаждаемого материала с точки зрения его стехиометрии, плотности пор, содержания посторонних примесей - водорода,

гидроксильных групп, атомов металлов, зарядовых характеристик и т.п., превосходящее качество слоев, получаемых при использовании других разновидностей процесса плазмохимического осаждения.

Метод ПХО в плазме высокой плотности обеспечивает получение различных типов диэлектрических слоев (включая SiO_2 , фосфоросиликатное стекло (ФСС), борофосфоросиликатное стекло (БФСС), Si_3N_4 , $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$, кремнийборонитридные, кремнийборооксинитридные, диэлектрики с низким значением диэлектрической постоянной k - $\text{SiO}_2:\text{F}$ (FSG), $\text{SiO}_2:\text{C}$, a-C:F с адгезионными слоями a-DLC (аморфный алмазоподобный углерод) или SiO_x ($x < 2$)); при этом зазоры в топологическом рельефе шириной $\sim 0,15$ мкм с высоким значением параметра AR ($\sim 3 - 5$) могут быть заполнены без образования полостей, с достижением локальной самопланаризации поверхности осажденного слоя в области узких зазоров и сглаживанием топологического рельефа на краях широких проводников («фасетирование») [10]. Следует отметить, что ПХО в плазме высокой плотности выступает современной альтернативой субатмосферному плазмохимическому осаждению при заполнении рельефа поверхности с высоким аспектным отношением. Профиль пленки, сформированной методом ПХО в плазме высокой плотности, является результатом одновременно протекающих процессов осаждения и распыления осаждаемого материала, приводящих к сглаживанию и частичной самопланаризации поверхности осаждаемого диэлектрического слоя, с образованием характерного рельефа поверхности «фасеток» и локальным уменьшением высоты рельефа над узкими близкорасположенными топологическими элементами.

Из представленного сравнения методов плазмохимического осаждения видно, что системы с активацией плазмой высокой плотностью имеют более широкие технологические возможности: позволяют проводить технологические процессы осаждения диэлектриков при меньшей температуре образца, обеспечивают более полную диссоциацию молекул рабочих газов и независимое управление энергией и концентрацией ионов плазмы. Однако такое расширение функциональности системы приводит к ее усложнению. Рассмотрим более подробно конструкции систем плазмохимического осаждения.

На рис. 2 представлена типовая конфигурация реактора плазмохимического осаждения с генератором плазмы высокой плотности и генератором плазмы ВЧЕ разряда. 1 – Генератор плазмы, 2 – технологический реактор, 3 – электромагниты, 4 – газораспределитель, 5 – согласующее устройство, 6 – образец, 7 – шлюзовая камера, 8 – дросселирующее устройство, 9 – область плазмообразования, 10 – откачка, 11 – держатель образцов.

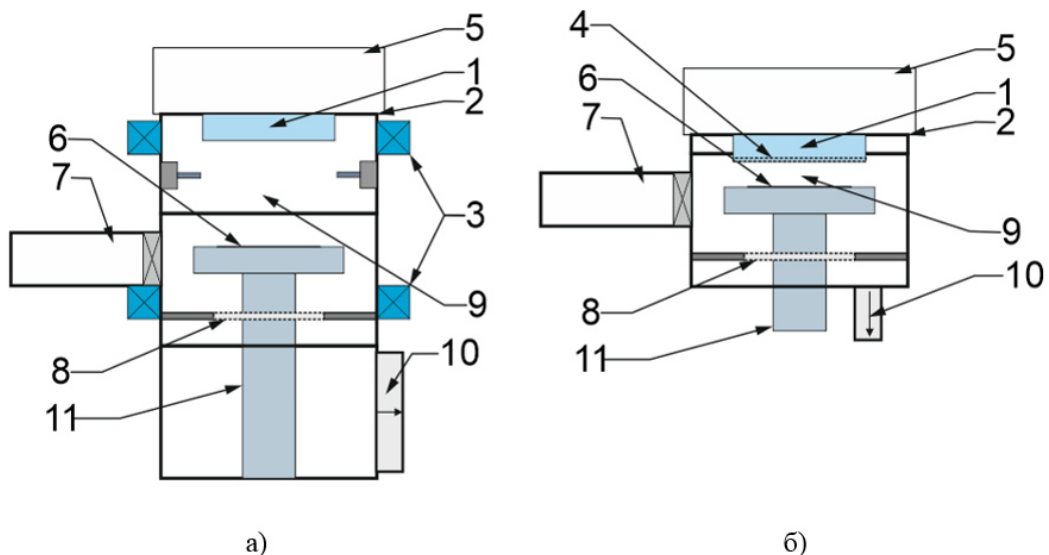


Рис. 2. типовая конфигурация реактора плазмохимического осаждения: а) с генератором плазмы высокой плотности и б) с генератором плазмы ВЧЕ разряда.

Генератор плазмы, обеспечивает инициацию и поддержание газового разряда над образцом. Образец размещается на специальном держателе, функциональность которого выбира-

ется исходя из требований технологического процесса. Для поддержания и стабилизации температуры образца в процессе осаждения может быть предусмотрен нагрев/охлаждение и термостатирование держателя, улучшение теплопередачи достигается путем подачи гелия в пространство между держателем и образцом, удержание образца в этом случае должно осуществляться механическим или электростатическим прижимом. При необходимости дополнительного ионного ассистирования к держателю образцов подводят напряжение средней или высокой частоты, которое обеспечивает формирование отрицательного автосмещения поверхности образца относительно плазмы и позволяет независимо управлять интенсивностью ионного воздействия.

Основным отличием представленных систем является рабочее давление, которое в системах с плазмой высокой плотности на несколько порядков ниже чем в системах с ВЧЕ разрядом. Поэтому в системах ПХО с плазмой высокой плотности необходимо использовать высоковакуумные откачные средства. Кроме этого в системах ПХО с ВЧЕ разрядом использование высокочастотного или среднечастотного смещения на держателе образцов обычно не требуется, так как энергия ионов зависит от вкладываемой в разряд мощности и может достигать несколько сотен килоэлектронвольт.

Выводы

Современное оборудование плазмохимического осаждения нитрида и оксида кремния может быть разделено на две основные группы: построенных на основе высокочастотного емкостного разряда или на основе генераторов плазмы высокой плотности. Оба типа этих систем имеют широкие возможности по управлению свойствами формируемых покрытий и могут использоваться для решения ряда технологических задач. Необходимая конфигурация системы должна выбираться индивидуально исходя из требований технологического процесса.

Литература

1. Vossen J L, Kern W (eds) Thin film processes. Academic, New York, 1978
2. Vossen J L, Kern W (eds) Thin film processes II. Academic, New York, 1991
3. Yongdong Xu, Xiu-Tian Yan, Chemical Vapour Deposition / Springer-Verlag London Limited, p. 10, 2010.
4. Christy RW. Conducting thin films formed by electron bombardment of substrate. Journal of Applied Physics. 1962;33(5):1884–8.
5. Wu, Y. and Lieberman, M.A. Plasma Sources Sci. Technol., 9, 210, 2000
6. Colpo, P., Meziani, T. and Rossi, F. J. Vac. Sci. Technol. A, 23, 270, 2005
7. Godyak, V.A. and Piejak, R.B. J. Vac. Sci. Technol. A, 8, P. 3833, 1990
8. Turner, M.M. and Lieberman, M.A. Plasma Sources Sci. Technol., 8, 313. 1999
9. Сысун В.И. Источники плазмы высокой плотности на основе индукционно-связанного разряда / Известия вузов. 2000. № 4-5. С. 101–131.
10. Громов, Д. Г. Металлизация в системах с наноразмерными элементами: учебно-методическое пособие / Д. Г. Громов. – М. : МИЭТ, 2011. – 59 с.

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

Уже свыше 20 лет группа компаний «Изовак» работает в области создания высоко-точных 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.Myshivets. The IZOVAC group has been working in the area of precision thin film optical coatings deposition for more than 20 years. Accumulated experience allowed us to create an 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 optical coatings deposition for different vacuum equipment in a wide optical range with spectral resolution up to 0.3nm. A software algorithm analyzes measured spectrum based on the optical design of required coating and computes a 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, to obtain high level quality and manufacturing yield of the desired coating OCP Broadband performs design optimization for all remaining layers and applies changes online if necessary.

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 ши-

роком 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.

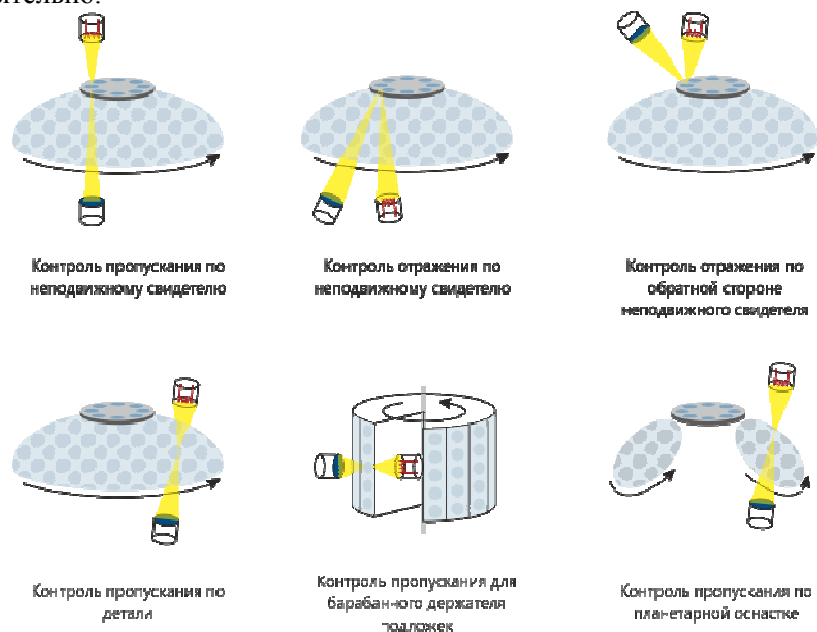


Рис.1. Возможные варианты исполнения контроля: прямое отражение от свидетеля, пропускание по свидетелю, обратное отражение от свидетеля, прямой контроль на пропускание по детали на подложкодержателе.

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 ОСР 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.

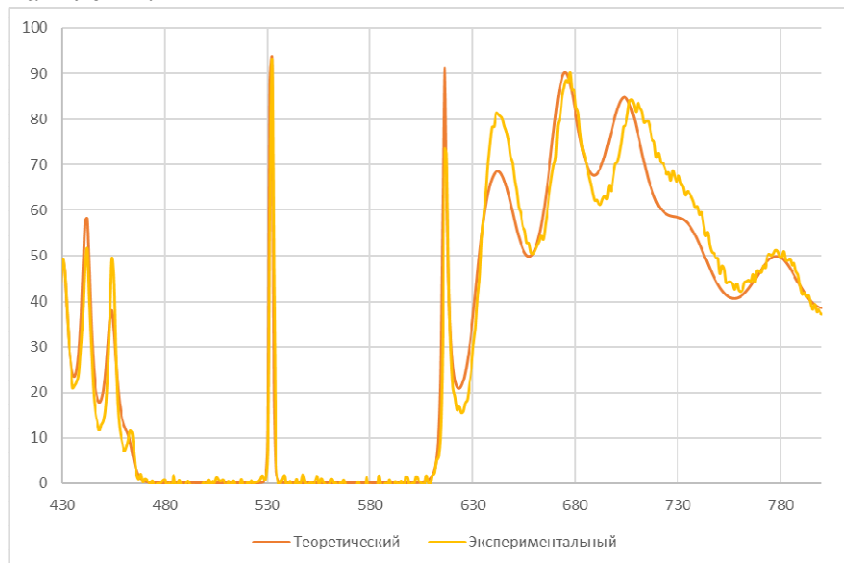


Рис.2. Узкополосный фильтр $\lambda=532$ нм, Полуширина 2нм, $T_{max}>80\%$. Расчетный и реальный спектры пропускания, прямой контроль по детали.

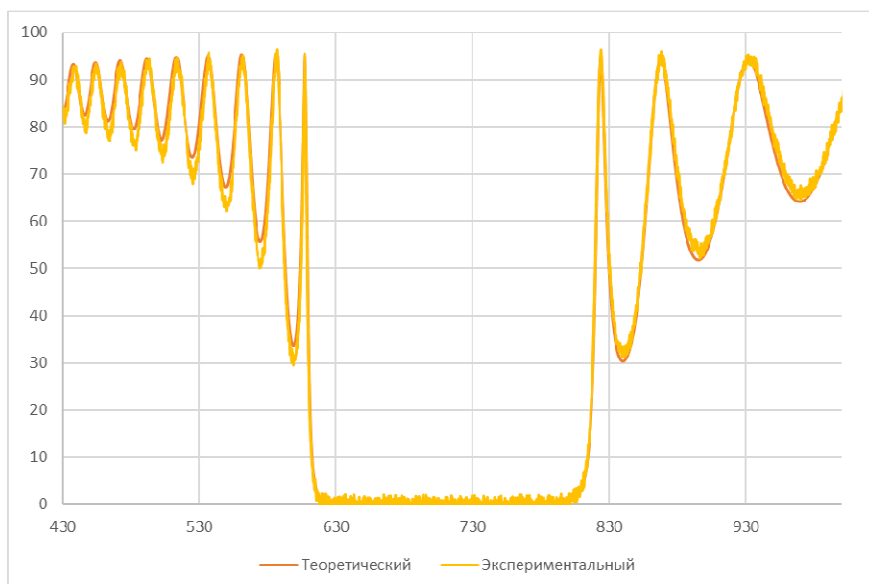


Рис.3. Интерференционное лазерное зеркало $R>99,9\%$ в диапазоне 630-780 нм. Расчетный и реальный спектры пропускания, прямой контроль по детали.

Литература

1. Н. А. Macleod, Monitoring of optical coatings, Appl. Opt. 20 (1981) 82– 89.

2. C. 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.

Вакуумное оборудование компании «ООО Изовак» для оптических применений, основанное на технологии ионно-лучевого нанесения

*Е.А. Хохлов, А.А. Турбан, А.М. Артамонов, А.С. Мысливец
Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202 e-khokhlov@izovac.com*

Уже свыше 40 лет специалисты группы компаний «Изовак» разрабатывают системы на основе ионно-лучевых технологических устройств. Накопленный опыт позволил создать уникальную продуктовую линейку вакуумного технологического оборудования для оптических применений. Представленное оборудование позволяет решать задачи по изготовлению уникальных оптических покрытий для различных отраслей промышленности. Показаны примеры покрытий и сложнейшие оптические изделия, применяемые в аэрокосмической, лазерной, станкостроительной сферах.

***Vacuum equipment of Izovac ltd for deposition of optical coating based on ion-beam sputtering. E.A. Khokhlov, A.A.Turban, A.M.Artamonov, A.S.Myslivets.** For more than 40 years experts of the Izovac group of companies have been developing systems based on ion-beam technological devices. The accumulated experience made it possible to create a unique product line of vacuum technological equipment for optical applications. The presented equipment allows one to solve the problems of manufacturing unique optical coatings for various industries. Examples of coatings and the most sophisticated optical products used in aerospace, laser, machine tool industries are shown.*

Требования к точности прецизионных оптических покрытий повышаются в связи с жесткими допусками на характеристики современных приборов. Необходимые параметры покрытий достигаются в за счет нанесения пленок методом ионно-лучевого распыления. В настоящее время ряд ведущих мировых производителей, представляют вакуумную технику позволяющие достигать высокой воспроизводимости и равномерности на подложках диаметром до 150-200 мм. Наиболее известными примерами такого оборудования являются установки Navigator, компании Cutting Edge Coating и Spector, компании Veeco. Компетенции группы компаний «Изовак» зародились в 70-х годах в лаборатории минского радиотехнического института, где были разработаны одни из первых ионных источников на территории бывшего СССР. Данные разработки легли в основу ионных источников успешно зарекомендовавших себя при эксплуатации на производственных площадках бывшего СССР, а также юго-восточной Азии. Например, технологический комплекс Аспира-150 уже более 10 лет используется для нанесения многослойных фильтров для дистанционного зондирования Земли. Следующее поколение оборудование – Аспира-200 позволяет решать сложнейшие задачи по нанесению многослойных прецизионных покрытий на ведущих оптических предприятиях пост советского пространства.



Рис.1. Вакуумное технологическое оборудование Аспира-200.

Однако использование ионных источников на постоянном токе не позволяет получать покрытия высокой лучевой прочности из-за дефектов, образующихся в результате «пробоев» некомпенсированных зарядов возникающих на поверхности подложки. В 2015 году группа компаний «Изовак» разработала установку Лидиз, где использовался ВЧ ионный источник американской компании Plasma Process Group. Оборудование было успешно введено в эксплуатацию на производстве лазерных гироскопов и позволяет получать покрытия с уровнем рассеяния и оптических потерь порядка 10 ppm.



Рис. 2. Вакуумное технологическое оборудование Лидиз.

В 2018 году группа компаний «Изовак» приступила к разработке вакуумного технологического комплекса Лидиз 2, который позволит удвоить производительность при этом еще и повысив чистоту полученного покрытия. В докладе представлены технические характеристики ионно-лучевого оборудования выпускаемого ГК «Изовак», а также показаны примеры покрытий полученных на этом оборудовании.

Опыт эксплуатации установки наращивания синтезированных нанослоев на оптическом производстве ООО «Изовак Технологии»

Е.А. Хохлов, А.А. Турбан, А.М. Артамонов, А.С. Мысливец
Минск, ООО «Изовак», ул. Селицкого, 7 – 202 e-khokhlov@izovac.com

Накопленный опыт позволил создать уникальную установку наращивания синтезированными нанослоями для оптических применений. Представленное оборудование позволяет решать задачи по изготовлению уникальных оптических покрытий для различных отраслей промышленности. Показаны примеры покрытий и сложнейшие оптические изделия, применяемые в аэрокосмической, лазерной, станкостроительной сферах.

Experience of operation of the plant for deposition of synthesized nanolayers on the optical production of Izovac Technologies Ltd. E.A. Khokhlov, A.A. Turban, A.M. Artamonov, A.S. Misli-vets. The accumulated experience made it possible to create unique equipment for deposition of synthesis nanolayers for optical applications. The presented equipment allows one to solve the problems of manufacturing unique optical coatings for various industries. Examples of coatings and the most sophisticated optical products used in aerospace, laser, machine tool industries are shown.

В настоящее время вместе с ростом рынка оптических покрытий растет потребность в высокопроизводительном оборудовании с повышенными требованиями к качеству покрытий. Одним из наиболее перспективных методов нанесения является нанесение синтезированными нанослоями. Суть технологии заключена в послойном нанесении материала толщиной на уровне атомарных слоев 1-3нм с последующим реакционным окислением в среде ионизованного газа. Для нанесения металлической компоненты материала покрытия применяется технология магнетронного распыления. Процесс реакционного окисления происходит в среде ионизованного газа в зоне плазменного ВЧ разряда высокой плотности. Толщина единичных нанослоев металлов контролируется мощностью магнетронных источников и скоростью перемещения подложек относительно технологических устройств. Принцип работы установки заключается в поочередной смене позиции подложек, закрепленных на держателе барабанного типа, по секторам технологической камеры, где при каждом повороте выполняется нанесение материала на них с любым показателем преломления, значение которого лежит между показателями преломления мишеней, установленных в системе напыления.

В докладе представлена вакуумное технологическое оборудование «Izovac Advanced Optical Coater» (рис.1), которая обеспечивает прецизионное формирование оптических покрытий по этой технологии.



Рис. 1. Izovac Advanced Optical Coater».

Данный тип оборудования позволят обеспечить высокую воспроизводимость толщин и оптических констант напыляемых покрытий в режимах автоматического нанесения. Для контроля толщины наносимого покрытия вакуумная установка оснащена системой оптического контроля на пропускания. В докладе рассмотрена компоновка установки, ее основные системы, узлы и элементы, а также показаны примеры реализованных процессов нанесения (рис.2.).

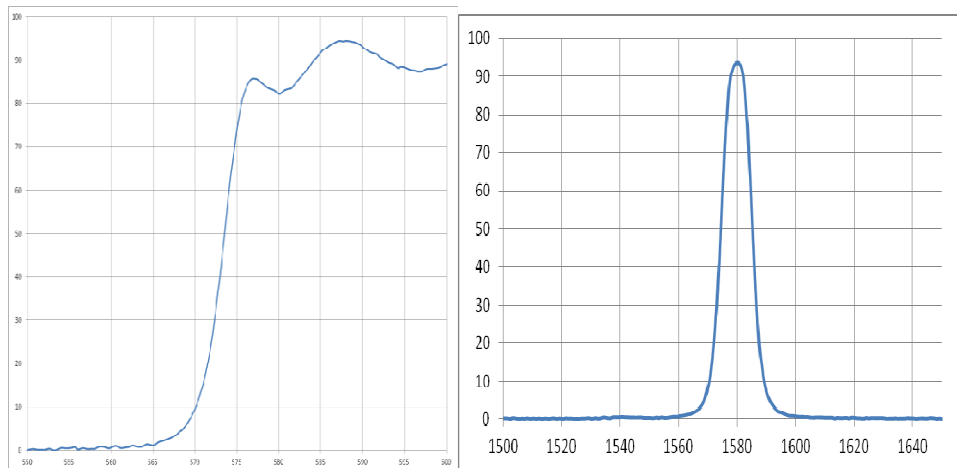


Рис. 2. Спектры пропускания покрытий.

Исследование процесса формирования плёнок, полученных в матричном режиме с помощью НЧ-плазматрона атмосферного давления

А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон

*“Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)”,
125993, Российская федерация, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4*

E-mail: seriousash@yandex.ru

В настоящей работе представлены результаты исследования формирования углеродных покрытий, полученных при помощи низкотемпературного низкочастотного плазматрона при атмосферном давлении в матричном режиме нанесения. Произведена модернизация установки для работы в матричном режиме. Показана возможность формирования углеродных покрытий в матричном режиме. Определена толщина полученных покрытий, а так же влияние плазмообразующего газа на скорость роста покрытия.

Investigation of carbon coatings formation obtained by ion-plasma methods at atmospheric pressure in matrix mode of deposition. A.V. Shvedov, A.N. Lyamin, V.M. Elinson. This paper is devoted to investigation of formation of carbon coatings produced by a low temperature and low frequency plasmatron at atmospheric pressure in matrix mode of deposition. The installation was upgraded to work in matrix mode. The possibility of formation of carbon coatings in the matrix mode is shown. The thickness of obtained coatings is determined, as well as the effect of the plasma-forming gas on the growth rate of the coating.

Современная промышленность всё больше заинтересована в покрытиях, обладающих такими свойствами, как устойчивость к микробиологическим загрязнениям, повышенная прочность и низкая смачиваемость [3 – 6]. Для создания подобного защитного покрытия необходимо сформировать развитую поверхность с особым рельефом и химическим составом. Особого

внимания заслуживают углеродсодержащие покрытия, которые способны обеспечивать защиту изделий в условиях агрессивной окружающей среды [1] за счёт возможности углерода формировать поверхностный слой с полностью компенсированными валентными связями. Кроме того, свойства углеродных покрытий изменяются в широких пределах в зависимости от технологических параметров нанесения, что позволяет создавать тонкие покрытия с заданными характеристиками [2]. В последнее время всё больше работ посвящается исследованиям и применениям ионно-плазменных методов, с использованием газовых разрядов атмосферного давления. Благодаря отсутствию необходимости создания и поддержания вакуума, простому управлению процессами, доступному оборудованию и возможностью использования различных типов газовых разрядов, ионно-плазменные методы атмосферного давления находят всё новые применения в различных сферах народного хозяйства: для синтеза металлических порошков [3], для осаждения тонких плёнок из газовой фазы [4], обработки текстильных материалов [5], а также для биомедицинских применений [6] и др.

Одним из широко применяемых типов газовых разрядов является диэлектрический барьерный разряд (ДБР) атмосферного давления. Принцип тлеющего разряда, лежащий в основе его работы, позволяет эффективно обрабатывать поверхности различных материалов по всей площади. Однако ДБР не лишён ряда недостатков, к которым относится зависимость процессов горения газового разряда от параметров окружающей среды и высокой степени деструкции диэлектрических материалов электродов. Одним из наиболее перспективных типов газовых разрядов является низкочастотный (НЧ) дуговой газовый разряд низкотемпературной плазмы. Он способен обеспечить локальное формирование покрытия с минимальным влиянием окружающей среды и низкой степенью деструкции материала подложки, что особенно важно при обработке термочувствительных полимеров [7]. НЧ плазматрон атмосферного давления позволяет формировать углеродные покрытия с высокой воспроизводимостью и минимальными затратами. Однако, для создания развитой поверхности по всей площади обрабатываемого изделия или подложки необходимо исследование такого режима работы НЧ плазматрона, при котором возможно многоуровневое формирование тонкого покрытия с контролируемыми геометрическими параметрами.

Матричный режим нанесения представляет собой процесс, при котором происходит локальное (точечное) формирование покрытия с последующим нанесением нового покрытия с фиксированным расстоянием между точками нанесения. Проведя ранее ряд исследований в области формирования углеродных и фторуглеродных покрытий ионно-плазменным методом при атмосферном давлении [8] были установлены профиль и диаметр полученных покрытий. Исходя из полученных данных, было принято решение осуществлять нанесение в точках, которые являются вершинами равностороннего треугольника, а расстояние между этими вершинами принять за технологический параметр матричного режима, как показано на рис. 1, где a – расстояние между вершинами. Таким образом, формирование покрытия производилось за счёт «перекрытия» получаемых тонких углеродных плёнок, а расстояние между вершинами определяло как толщину, так и рельеф конечного покрытия, что было подтверждено дальнейшими исследованиями.

Таким образом, целью настоящей работы является исследование процессов формирования углеродных плёнок, полученных при матричном режиме нанесения. С помощью НЧ-плазматрона атмосферного давления.

Для достижения поставленной цели необходимо определить геометрические параметры осаждения из газовой фазы углеродных покрытий, создать экспериментальную установку для осуществления нанесения покрытия в разных точках, а так же установить и исследовать возможность формирования данных покрытий.

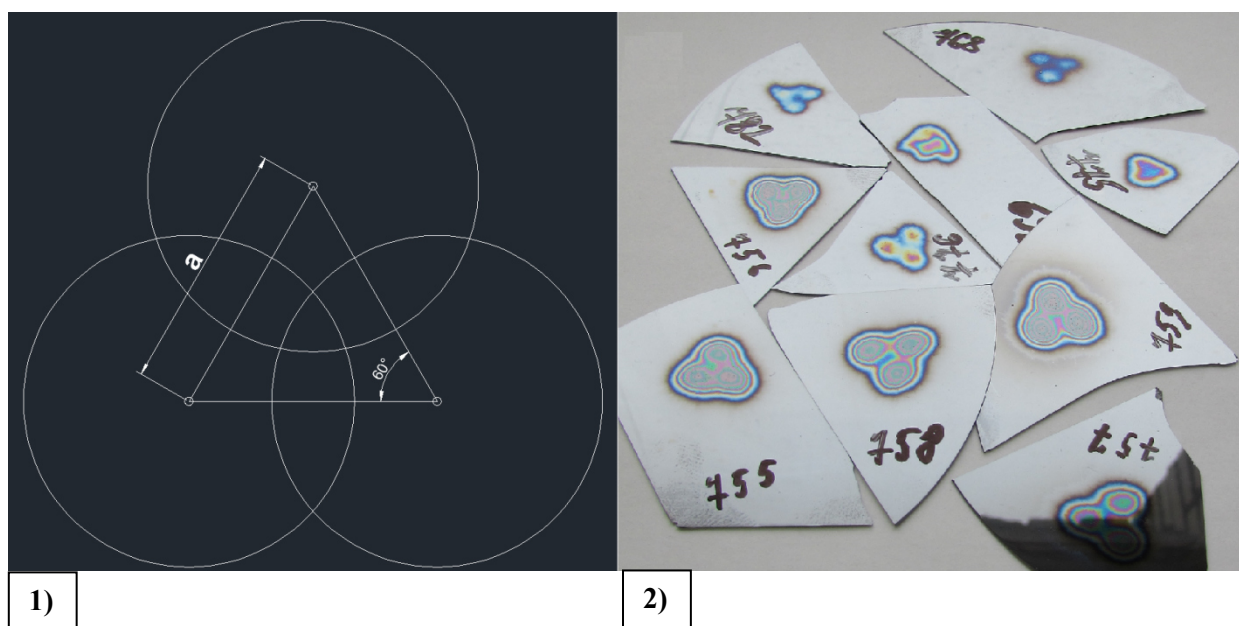


Рис. 1. Матричный режим нанесения: 1 – схематическое изображение; 2 – сформированные покрытия.

Для осуществления матричного режима нанесения углеродных покрытий была проведена модернизация экспериментальной установки, в основе которой лежит НЧ плазматрон атмосферного давления (мощность до 100 Вт). Модернизация заключалась в монтаже НЧ плазматрона на ЧПУ основу для прецизионного управления процессами нанесения покрытий, а также для перемещения плазматрона над подложкой по 3-м осям (рис. 2).

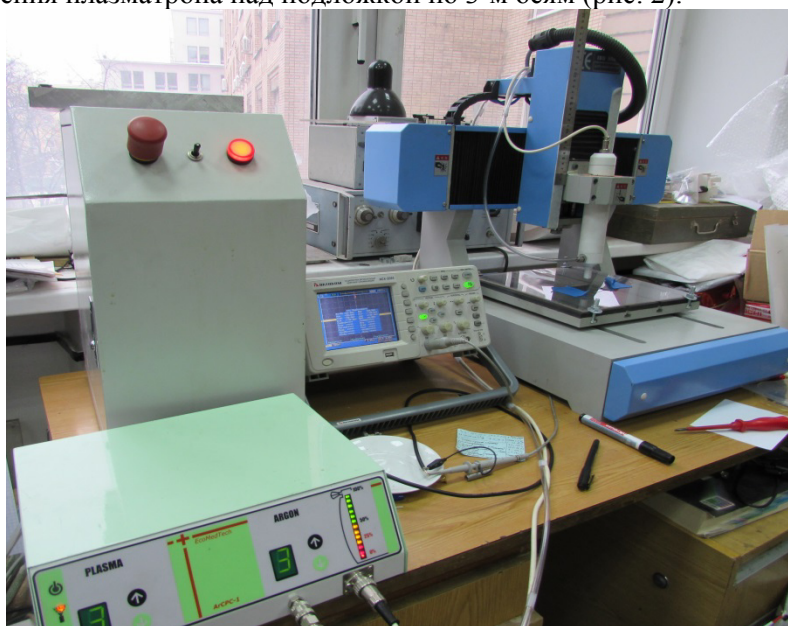


Рис. 2. НЧ-плазматрон на ЧПУ основе.

Работа НЧ плазматрона атмосферного давления обеспечивалась подачей нескольких потоков газов: плазмообразующего и транспортного газа (гелий и аргон) и плёнкообразующего газа (пары циклогексана C_6H_{12}) в количестве до 2,5% от суммарного газового потока. Схема подключения газового блока представлена на рис. 3.

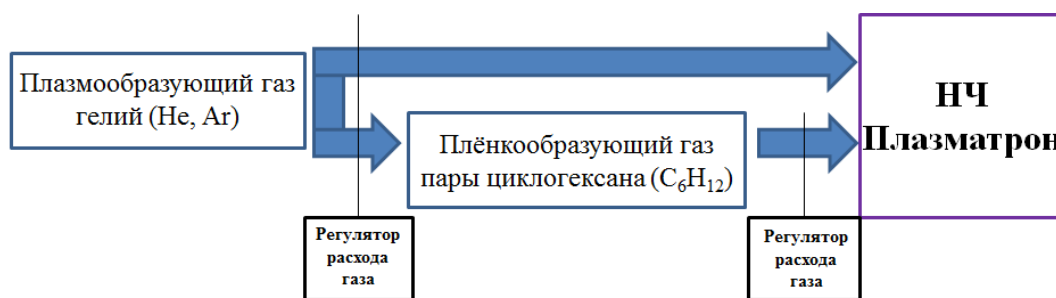


Рис. 3. Схема подключения газового блока.

Формирование покрытий производилось по следующим технологическим параметрам: используемый плазмообразующий/транспортной газ (He или Ar), расстояние плазматрон-подложка (15–24 мм), время нанесения (5–20 с), расстояние между вершинами равностороннего треугольника (3–6 мм). Суммарный поток газов составлял $7,1 \pm 0,1$ л/мин. Формирование покрытий производилось на подложки из монокристаллического кремния для последующего измерения толщины на микроинтерферометре МИИ-4.

Полученные покрытия представляли собой единую тонкую углеродную плёнку с неярко выраженными точками, в которых происходило нанесение (рис. 1). Исследования толщины полученных покрытий проводились в нескольких точках: в центре покрытия, в точках вершин треугольника и посередине одного из бёдер треугольника. Исследование показало, что скорость роста углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка и времени нанесения. Это связано с увеличенным энерговыделением в газовый разряд между соплом плазматрона и подложкой, на которую производилось нанесение. Так же это связано с увеличением диффузии частичек газа из плазменной струи в окружающую среду. Было установлено, что использование аргона в качестве плазмообразующего газа позволяет добиться до 5-тикратного увеличения скорости роста, что, скорее всего, связано с более интенсивной ионизацией газовой смеси (рис. 4).

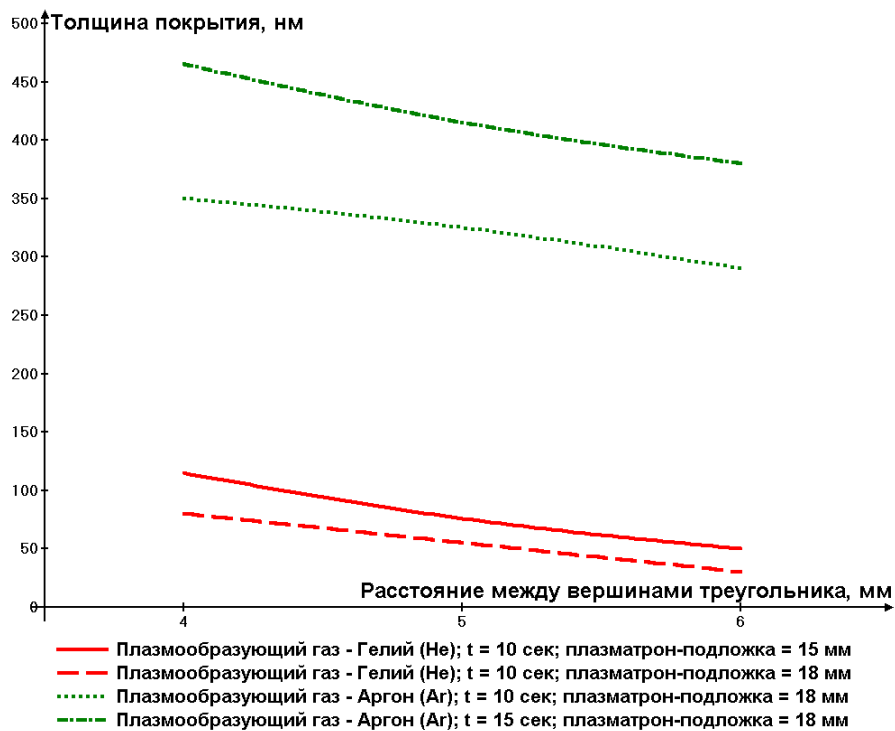


Рис. 4. Зависимость средней толщины полученных углеродных покрытий от расстояния между вершинами треугольника, от расстояния плазматрон-подложка и от используемых плазмообразующих газов.

Расстояние между вершинами треугольника оказывает существенное влияние на толщину полученных покрытий в различных точках.

Это вызвано фиксированным диаметром формируемых в точке покрытий, который значительно зависит от расстояния «плазматрон-подложка», но в большей степени зависит от времени нанесения покрытия менее 10 с. Это обусловлено особенностями горения газового разряда в атмосфере и его распространением по поверхности подложки, а также диаметра сопла плазматрона. Таким образом, при значительных расстояниях между вершинами треугольника в центре итогового полученного покрытия скорость роста замедляется, но увеличивается на точках вершин.

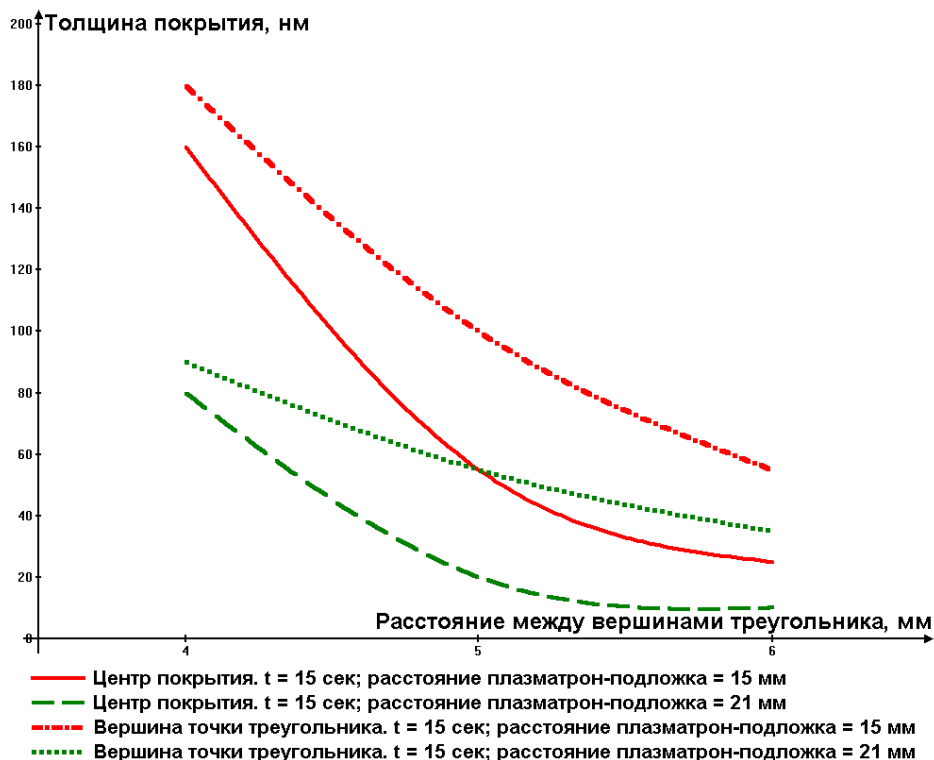


Рис. 5. Зависимость толщины в различных точках измерения полученных углеродных покрытий от расстояния между вершинами треугольника и от расстояния плазматрон-подложка. Плазмообразующий газ – гелий.

В результате проделанной работы была показана возможность формирования углеродных покрытий в матричном режиме нанесения. Было установлено влияние технологических параметров процессов нанесения на физические свойства сформированных покрытий. Использование в качестве плазмообразующего газа Ag позволило добиться значительного увеличения толщины полученных покрытий по сравнению с He. В частности, было показано, что толщина углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка, времени нанесения и расстояния между вершинами равностороннего треугольника. Однако в зависимости от расстояния плазматрон-подложка и расстояния между вершинами треугольника максимальная толщина углеродного покрытия варьируется от центра покрытия, до точек нанесения.

Литература

1. М.С. Зибров, А.А. Писарев, Г.В. Ходаченко, Д.В. Мозгрин, «Создание тонких защитных углеродных покрытий на алюминии» // Успехи прикладной физики, 2013, том 1, № 2, с 167 – 168.
2. И.П. Суздаев // Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2007, 592 с.

3. A. Lazea-Stoyanova, V.S. Teodorescu and G. Dinescu, Innovative atmospheric pressure plasma jet for copper particles synthesis // 22nd International Symposium on Plasma Chemistry, 2015; Antwerp, Belgium.
4. Jana Kredl, Juergen F. Kolb, Uta Schnabel, Martin Polak, Klaus-DieterWeltmann, Deposition of Antimicrobial Copper-Rich Coatings on Polymers by Atmospheric Pressure Jet Plasmas // Materials 2016, 9, 274; doi:10.3390/ma9040274.
5. А. М. Кутепов, А. Г. Захаров, А. И. Максимов, В. А. Титов, «Плазменное модифицирование текстильных материалов: перспективы и проблемы» // Рос.хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. XLVI, № 1, с 103.
6. В.М. Елинсон, В.А. Петров, В.И. Смирнов, Т.С. Кузнецова, В.П. Холоденков // «Использование холодной плазмы атмосферного давления для инактивации вегетативных и споровых форм микроорганизмов» // Материалы XVIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2012, с. 351 – 355.
7. А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон, Л.И. Кравец «Исследование состава и механических характеристик углеродных и фторуглеродных покрытий, сформированных ионно-плазменными методами при атмосферном давлении» // XXI Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2016, С. 192 – 196.
8. 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» // Материалы XII международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», М: Новелла, 2017, с. 266 – 270.

Исследование параметров рельефа наноструктурированных фторуглеродных покрытий, сформированных из плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ на полиэтилентерефталате

В.М. Елинсон, П.А. Щур, О.А. Сильницкая

Москва, «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, 4

E-mail: shur-pavel@mail.ru

В работе приводится сравнительный анализ параметров рельефа (R_q) наноструктурированных фторуглеродных поверхностей, сформированных на поверхности ПЭТФ из плазмообразующих смесей $CF_4 + C_6H_{12}$ и $C_4F_8 + C_6H_{12}$. Измерение параметров рельефа проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа SolverNext (NTMDT, г. Зеленоград) с АСМ головкой. Было установлено исходя из анализа скоростей нанесения фторуглеродного покрытия с помощью микроскопа МИИ-4 наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$. Исследование среднеквадратического отклонения шероховатости поверхности полученных фторуглеродных покрытий подтвердило наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

Study of relief parameters of nanostructured fluorocarbon coatings formed from a plasma-forming mixture $C_4F_8 + C_6H_{12}$ on polyethyleneterephthalate. V.M. Elinson, P.A. Shchur, O.A. Silnitskaya. The paper compares the relief parameters (R_q) of nanostructured fluorocarbon surfaces formed on the surface of PET from the plasma-forming mixtures $CF_4 + C_6H_{12}$ and $C_4F_8 + C_6H_{12}$. Measurement of the relief parameters was carried out using a scanning probe microscope Solver Next (NTMDT) with an AFM head. The presence of the region of transient processes when using the plasma-forming mixture $C_4F_8 + C_6H_{12}$ was established on the basis of the deposition rates analysis of the fluorocarbon coating with the help of the microscope MII-4. The study of the root-mean-square deviation of the surface roughness of the obtained fluorocarbon coatings confirmed the presence of the region of transient processes using the plasma-forming mixture $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

Увеличение срока службы изделий из полимерных материалов, которые используются в аэрокосмическом комплексе, электронике, а также медицине, является серьезной задачей. В работах нашего коллектива показана возможность создания наноструктурированных барьерных слоев на основе фторуглеродных пленок в газовой смеси из CF_4 (элемента, производящего травление поверхности) и C_6H_{12} (элемента, производящего нанесение) на поверхности полимерных материалов, которые уменьшают адгезию микробных клеток, что увеличивает стойкость к биодеструкции. Увеличение стойкости поверхности полимеров к биодеструкции увеличивает сроки службы изделий из полимерных материалов [1-5].

В результате исследований было установлено наличие области переходных процессов (переход от нанесения пленки к травлению с увеличением содержания CF_4 в газовой смеси), которая сопровождалась образованием специфического рельефа (рис. 1). Переход от травления к нанесению происходит при содержании тетрафторметана в плазмообразующей смеси 40-60%. Результаты были получены с помощью электронной микроскопии (в двухлучевом ионно-электронном сканирующем микроскопе Quanta2003D (FEI Company, USA)), которая показала, что особенностью данного рельефа является расстояние между пиками, которое не превышало 1 мкм [6,7].

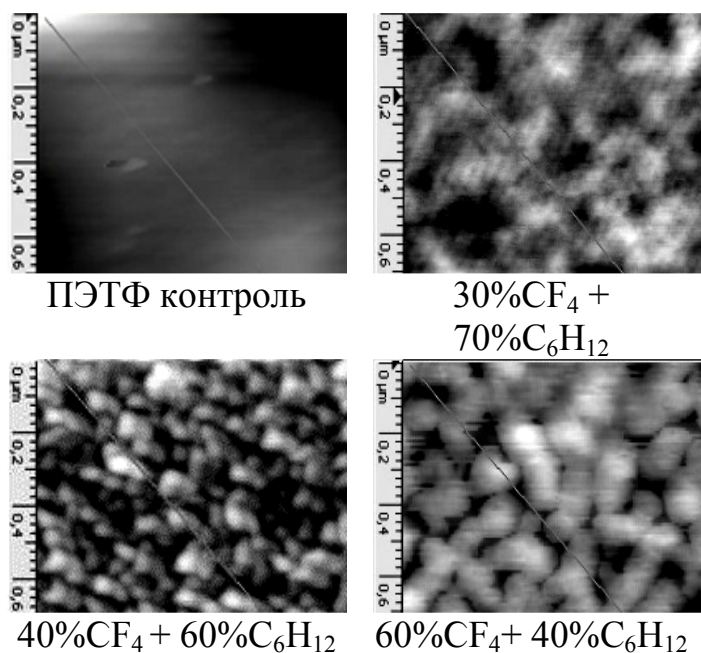


Рис. 1. Рельеф наноструктурированного фторуглеродного покрытия, сформированного на полиэтилентерефталате при различном содержании CF_4 (тетрафторметана) в плазмообразующей смеси.

Для более точной оценки рельефа представляется необходимым оценка параметров рельефа с помощью АСМ. для оценки произошедшей модификации поверхности целесообразно применять Анализ изменения среднеквадратического отклонения шероховатости, поскольку он в значительной степени отражает изменения рельефа поверхности. При этом увеличение R_q свидетельствует об увеличении реальной площади поверхности по отношению к геометрической, т.е. о повышении адгезии, росте коэффициента трения, облегчению механического сцепления и увеличении площади контактной поверхности [8,9]. Исследование рельефа поверхности методами АСМ позволяет расширить представление о расположении пиков, об их количестве.

Известно, что наличие фтора в приповерхностном слое материала ведет к уменьшению поверхностной энергии, что в свою очередь уменьшает адгезию микроорганизмов к поверхности [6,10]. Поэтому, для расширения возможности использования плазмообразующих смесей с фторсодержащим компонентом является возможным использование октафторциклобутана (C_4F_8) в качестве элемента, производящего травление и циклогексана (C_6H_{12}) в качестве элемента, производящего нанесения, так как C_4F_8 широко используется в технологии создания элементов микроэлектроники [11,12].

Таким образом, целью данной работы является исследование методами АСМ рельефа наноструктурированных фторуглеродных поверхностей, сформированных на полиэтилентерефталате из плазмообразующих смесей $CF_4+C_6H_{12}$ и $C_4F_8+C_6H_{12}$.

Формирование барьерных слоев проводилось на вакуумной установке УВН71-ПЗ, оснащенной двумя источниками ионов ИИ-4-0.15. На первом этапе с помощью одного ИИ производилась ионная обработка с помощью тетрафторметана (CF_4) в течение 30 минут с целью очистки поверхности, а также улучшения адгезии фторуглеродной пленки. Время обработки было выбрано в связи с достижением наибольшего значения среднеквадратического отклонения шероховатости для данного рельефа [9]. На втором этапе с помощью второго ИИ наносилась фторуглеродная плёнка с различным соотношением октафторциклобутана (C_4F_8) и циклогексана (C_6H_{12}) в газовой смеси в течение 20 минут.

В качестве модельного полимера был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ), как один из наиболее используемых полимеров в авиации, космонавтике и электронике [13].

Измерение параметров поверхности проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NT MDT Solver Nextc АСМ головкой (г. Зеленоград) в полуконтактном режиме для получения наиболее четкой картины поверхности «мягкого» полимера. Сканы размером 10×10

мкм и 5x5 мкм были обработаны в программе Nova PX. Для каждого образца было проведено не менее 5 измерений в различных областях поверхности. Параметры измерений АСМ микроскопа были подобраны опытным путем для получения адекватной картины поверхности с наименьшим количеством шумов и с максимальной четкостью.

Параметры сканирования, наиболее подходящие для ПЭТФ представлены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры сканирования ПЭТФ.

Параметр сканирования	Значение	Примечание
SetPoint	3-5	Сила нажатия кантилевера на образец
Rate	0.5 Hz	Скорость сканирования
Amp	80-100	Амплитуда колебаний кантилевера
Pointsperline	512	Кол-во точек на одну линию сканирования
Subtraction	2 Order	Сглаживание скана - вычитание кривых второго порядка (параметр связан с небольшим изгибом балки зонда при движении вдоль образца)

Толщины фторуглеродных покрытий были измерены по свидетелю (кремний) с помощью микроскопа МИИ-4. Значения толщин фторуглеродных покрытий были пересчитаны в скорости роста (рис. 2).

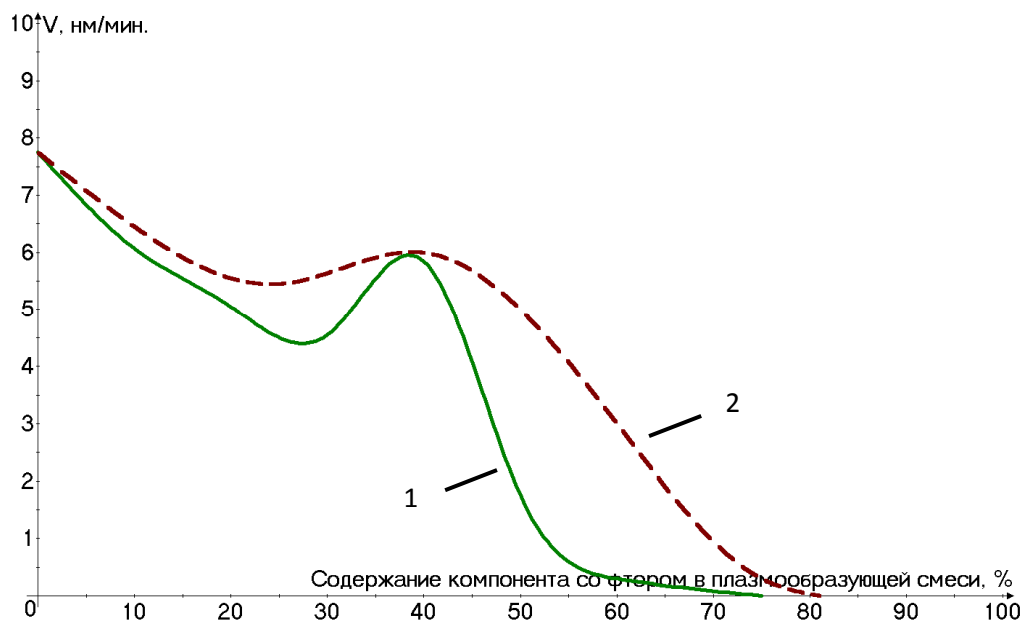


Рис. 2. Зависимость скорости роста фторуглеродных покрытий на поверхности полиэтилентерефталата:

- 1- от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$;
2-от содержания C_4F_8 в плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

Для выявления наличия области переходных процессов были измерены скорости нанесения покрытий при различном содержании фторсодержащего компонента в плазмообразующей смеси и при разных плазмообразующих смесях.

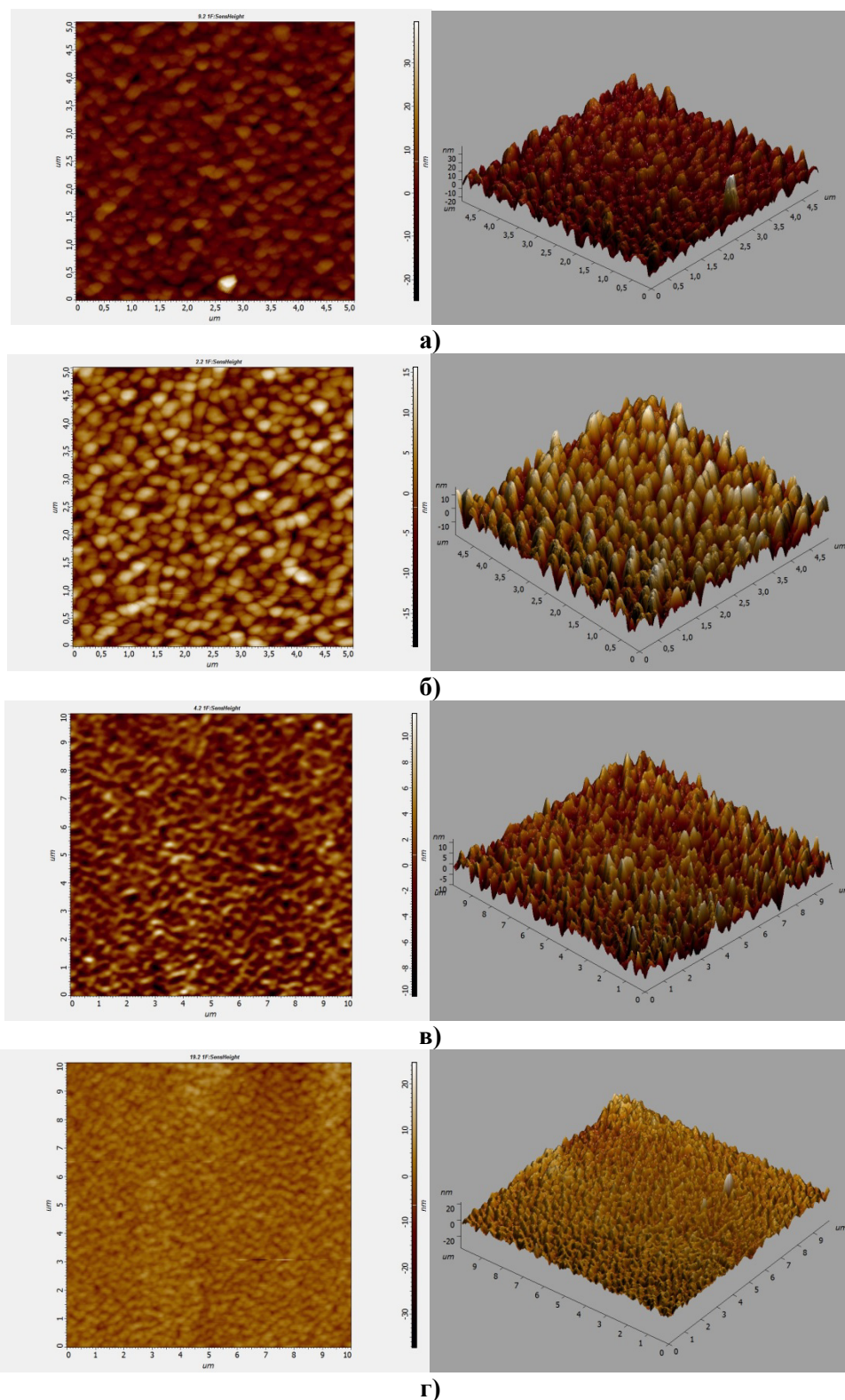


Рис. 3. Сканы поверхности ПЭТФ, модифицированного фторуглеродной плёнкой из плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ при различном содержании C_4F_8 : а) 10%, б) 25%, в) 40%, г) 60%.

На рис. 2 представлены зависимости скорости роста фторуглеродных покрытий на поверхности полиэтилентерефталата при использовании плазмообразующих смесей $CF_4 + C_6H_{12}$ и $C_4F_8 + C_6H_{12}$. В связи с большим содержанием углерода в плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ по сравнению с $CF_4 + C_6H_{12}$, толщины фторуглеродных покрытий и скорость нанесения таких покрытий немного выше. Однако, пик при содержании 40% C_4F_8 в плазмообразующей

смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$, свидетельствует об изменении скорости нанесения и образовании специфического рельефа, подтверждающего наличие области переходных процессов, которая также проявлялась при использовании плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с содержанием CF_4 от 40% до 60%.

Двумерные сканы и трехмерные реконструкции фторуглеродных поверхностей, сформированных в области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ представлены на рис. 3. На сканах покрытий, сформированных при 40% и 60% C_4F_8 , виден специфический рельеф, не свойственный для поверхностей, сформированных при другом содержании октрофторциклобутана.

На рис. 4 представлен график зависимости среднеквадратического отклонения шероховатости R_q на поверхности полиэтилентерефталата от содержания фторсодержащего компонента плазмообразующей смеси. Обработка поверхности ПЭТФ потоком ионов CF_4 в течение 30 мин приводит к резкому изменению рельефа и его сглаживанию. В случае с использованием плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ дальнейшее модифицирование наноструктурированной поверхности нанесением фторуглеродной пленки, содержащей большое количество углерода (10% и 30% CF_4 в газовой смеси), приводит к сглаживанию рельефа. Затем рельеф радикально изменяется для образцов, сформированных при 40 и 60% CF_4 в газовой смеси. Появляется поверхность с равномерно распределенными наноразмерными выступами, расстояние между которыми составляет не более 1 мкм. Далее происходит сглаживание рельефа за счет процесса травления, что проявляется в изменении после 60%.

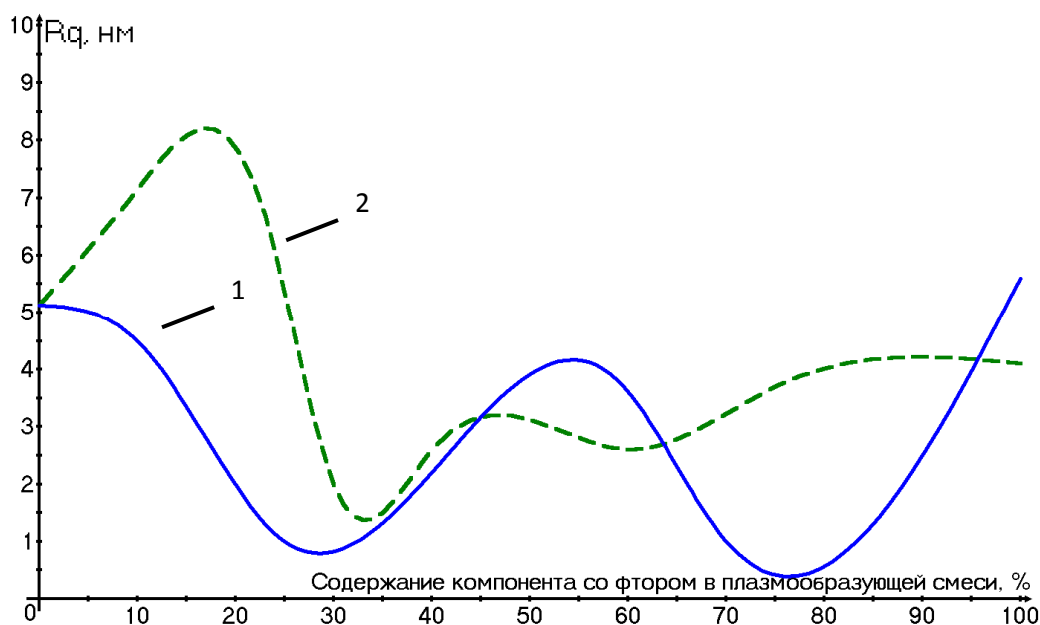


Рис. 4. Зависимость среднеквадратического отклонения шероховатости R_q на поверхности полиэтилентерефталата:

- 1- от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$;
2- от содержания C_4F_8 в плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

Исследование среднеквадратического отклонения шероховатости поверхности полученных фторуглеродных покрытий подтвердило наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$. Повидимому, при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ прослеживаются две области переходных процессов: 1 - с содержанием C_4F_8 в диапазоне 10÷30% в плазмообразующей смеси; 2 - с содержанием C_4F_8 в диапазоне 40÷50% в плазмообразующей смеси. Данное явление требует дальнейшего изучения.

Заключение

1. Было установлено принципиально наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$ (переход от нанесения пленки к травлению с увеличением содержания C_4F_8 в газовой смеси), которая сопровождалась образованием специфического рельефа.

2. Толщины фторуглеродных покрытий, сформированных из плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$, больше толщин покрытий, сформированных из $CF_4 + C_6H_{12}$ при различном содержании фторсодержащего компонента, что связано с большим содержанием углерода в плазмообразующей смеси.

3. Исследование среднеквадратического отклонения шероховатости поверхности полученных фторуглеродных покрытий подтвердило наличие области переходных процессов при использовании плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

Литература

1. Shah A.A., Hasan F., Hammed A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnol. Adv.*, 2008, 26(3), pp. 246-265
2. Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. *J. Biotechnol.*, 2005, 4, pp. 186-193.
3. Donlan R.M. Biofilms: Microbial life on surface. *Emerg. Infect. Dis.*, 2002, 8, pp. 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, pp. 64-69
5. Zaichenko O. Yu., Pliin 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, pp. 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. «Полимеры. УФ покрытие (I часть): адгезия» // Аналитический портал химической промышленности. http://www.newchemistry.ru/letter.php?n_id=1628.
9. Елинсон В.М., Щур П.А., Лямин А.Н. // «Параметры рельефа наноструктурированных поверхностей на основе полиэтилентерефталата», Сборник научных трудов «ХХII научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», 2015, с. 187-191
10. Презентация PROTECTGUARD FT / <http://germostroy.ru/looktext/protectguard-ft-test>.
11. Амиров И.И., Алов Н.В. // «Формирование микроструктур на поверхности кремния во фторсодержащей плазме в циклическом процессе травление/пассивация», Химия высоких энергий, 2008, том 42, №2, сс. 164-168
12. Amirov I.I., Shumilov A.S., Kupriayanov A.N., Lukichev V.F. // Modelling of plasma reactive ion etching of ultra-high aspect ratio Si trenches. "Micro- and nanoelectronics – 2009". 2009, Moscow-Zvenigorod, Russia. Book of abstracts, O3-22.
13. Энциклопедия полимеров Том 2 Издательство: Советская энциклопедия, Москва, 1974.

Сравнительный анализ поверхностного заряда фторсодержащих пленок, сформированных при использовании газовых смесей $CF_4+C_6H_{12}$ и $C_4F_8+C_6H_{12}$ на полиэтилентерефталате

П.А. Шур, А.Т. Галлямова, В.М. Елинсон

Москва, «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, 4

E-mail: shur-pavel@mail.ru

В работе приводится сравнительный анализ поверхностного заряда полимерных материалов, модифицированных фторуглеродными плёнками, сформированных при использовании газовых смесей $CF_4+C_6H_{12}$ и $C_4F_8+C_6H_{12}$. Измерения величины и знака поверхностного заряда проводились с помощью ИПЭП-1. Обнаружено слабое влияние поверхностного заряда на антиадгезионные в отношении клеток микроорганизмов свойства, поскольку антиадгезионные свойства наблюдались при всех значениях и знаках заряда на поверхности фторуглеродных наноструктур при использовании газовой смеси $CF_4+C_6H_{12}$. Поверхностный заряд покрытий, сформированных из плазмообразующих смесей $CF_4+C_6H_{12}$ и $C_4F_8+C_6H_{12}$, имеет значения близкие к нулю в области «переходных» процессов.

A comparative analysis of the surface charge of fluorine-containing films formed using gas mixtures $CF_4+C_6H_{12}$ and $C_4F_8+C_6H_{12}$ on polyethyleneterephthalate. P.A. Shchur, A.T. Gallyamova, V.M. Elinson. The paper compares the surface charge of polymeric materials modified with fluorocarbon films formed using gas mixtures $CF_4 + C_6H_{12}$ and $C_4F_8 + C_6H_{12}$. Measurements of the magnitude and sign of the surface charge were carried out with the help of IPEF-1. A weak influence of the surface charge on antiadhesive properties against microorganism cells was mentioned, since the antiadhesive properties were observed for all values and charge signs on the surface of fluorocarbon nanostructures by usage of $CF_4 + C_6H_{12}$ gas mixture. The surface charge of coatings formed from the plasma-forming mixtures $CF_4 + C_6H_{12}$ and $C_4F_8 + C_6H_{12}$ has values close to zero in the region of "transient" processes.

Полимерные материалы имеют широкое применение в микроэлектронике, политронике, медицине, авиации и космонавтике. Это объясняется легкостью их обработки, доступностью получения, хорошими диэлектрическими свойствами и стойкостью к химической обработке [1-3].

Одним из важнейших факторов, ограничивающих применение полимерных материалов в различных областях науки и техники, является низкая стойкость к биодеструкции. Характерными признаками биодеструкции полимеров являются: потускнение поверхности, изменение диэлектрических свойств, набухание, изменение формы и растрескивание [4,5]. Образование биопленок, например, на имплантируемом оборудовании (катетерах, искусственных клапанах сердца и других имплантатах, линзах и др.) к тому же приводит к развитию ряда тяжелых, трудно излечиваемых хронических заболеваний. В связи с этим важной задачей является поиск путей для модификации полимеров с целью увлечения стойкости к биологическим повреждениям и впоследствии к повышению сроков службы изделий из полимерных материалов [5,6]. Наиболее экономически оправданным методом модификации полимерных материалов являются методы ионно-плазменной технологии, которые позволяют формировать наноструктурированные поверхности полимерных материалов и изделий, не затрагивая основной материал, и совмещать целевые функциональные свойства изделий с приданием их поверхности необходимых свойств [7,8].

В работах нашего коллектива показана возможность создания наноструктурированных барьерных слоев на основе фторуглеродных пленок в газовой смеси из CF_4 и на поверхности полимерных материалов, которые уменьшают адгезию микробных клеток, что увеличивает их стойкость к биодеструкции. Увеличение стойкости поверхности полимеров к биодеструкции увеличивает сроки службы изделий из полимерных материалов [4,6].

Известно, что наличие фтора в приповерхностном слое материала ведет к уменьшению поверхностной энергии, что в свою очередь уменьшает адгезию микроорганизмов к поверхности т.к. адгезия является начальной стадией колонизации поверхности микроорганизмами [9]. Поэтому для расширения возможности использования плазмообразующих смесей с фторсодержащим компонентом представляется возможным использование октафторциклобутана (C_4F_8) в качестве элемента, ответственного за травление и циклогексана (C_6H_{12}) в качестве элемента, ответственного за нанесение пленок, так как C_4F_8 широко используется в технологии создания элементов микроэлектроники [10,11].

Адгезия микроорганизмов зависит от заряда поверхности [12], поэтому с целью определения первостепенных факторов, влияющих на антиадгезионные свойства поверхности, целесообразным является исследование зарядовых характеристик сформированных фторуглеродных покрытий.

Поэтому целью работы является сравнительный анализ поверхностного заряда (ПЗ) фторсодержащих пленок, сформированных при использовании газовых смесей $CF_4 + C_6H_{12}$ и $C_4F_8 + C_6H_{12}$ на полиэтилентерефталате.

В качестве модельного полимерного материала был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ), так как он широко используется в производстве изделий электронной техники и медицины в качестве химически стойкого изолирующего материала, подложек в производстве конденсаторов нового поколения, материала для изготовления изделий медицинской техники и др. [13,14].

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 минут, с целью достижения максимального значения R_q (среднеквадратичного отклонения шероховатости) для данного рельефа. На втором этапе проводилось нанесение фторуглеродной пленки нанометровой толщины с различным соотношением C_4F_8 и C_6H_{12} в газовой смеси в течение 20 минут.

Таблица 1. Результаты измерения поверхностного заряда ПЭТФ при использовании газовой смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$.

№ образца	Режим		Заряд, мК/м ²
	Содержание C_4F_8 в плазмообразующей смеси, %	Содержание C_6H_{12} в плазмообразующей смеси, %	
Исходный ПЭТФ	-		-1
ПЭТФ (обработка CF_4)	-	-	-0,7134
1	-	100	0,07
2	10	90	0,667
3	25	75	0,916
4	40	60	0,05
5	60	40	1,450

Для исследования электростатических свойств полимерных пленок в электретном состоянии был использован измеритель параметров электростатического поля ИПЭП-1, предназначенный для бесконтактного измерения потенциала электростатических заряженных объектов (U, кВ), напряженности электростатического поля вблизи заряженных плоских поверхностей (E, кВ/м) и поверхностей плотности электрических зарядов (σ , мКл/м²).

Принцип действия прибора ИПЭП-1 основан на методе периодического экранирования регистрирующего электрода. Для этого используется вращающийся заземленный экран (заслонка), который периодически закрывал регистрирующий электрод от электростатического поля. Напряжение на электроде периодически изменялось от нуля (когда электрод закрыт) до значения, пропорционального потенциалу данной точки (когда электрод открыт).

Измерение поверхностной плотности электрических зарядов (ПЗ) образцов проводили на расстоянии от передней плоскости датчика измерителя до измеряемой поверхности 2 см с использованием измерительной пластины (диска), предназначенной для образования равномерного электростатического поля в пространстве между поверхностью измеряемого объекта и измерителем. Образцы закрепляли на заземленной металлической подложке, которую перед установкой образца протирали спиртом. Для изучения влияния технологических режимов обработки и нанесения плазмообразующей смеси (C_4F_8 и C_6H_{12}) на величину и стабильность заряда проводили измерение ПЗ пленок в трех точках. В каждой точке в течение 5 минут через каждые 30 секунд, снимали показания, затем находили среднее значение ПЗ.

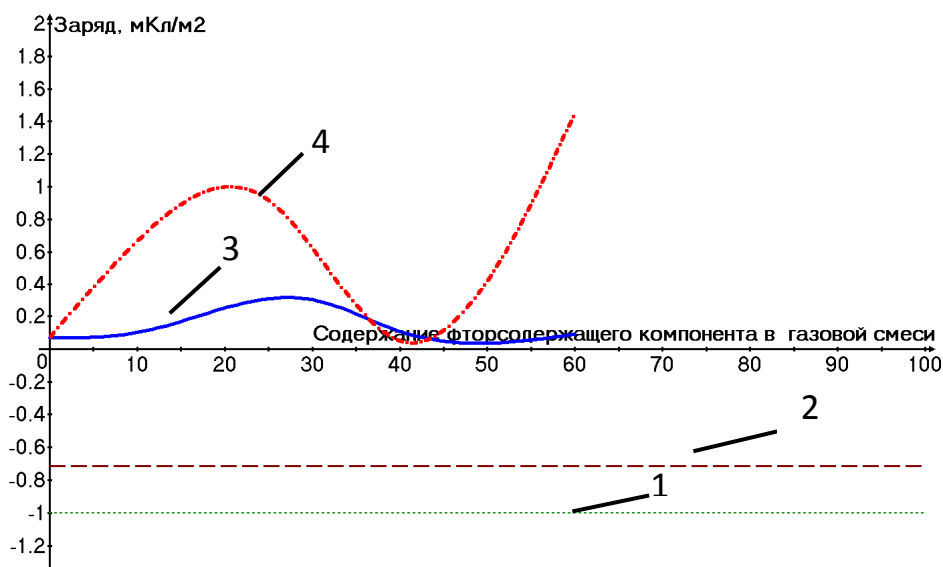


Рис. 1. Зависимость поверхностного заряда фторуглеродных пленок на ПЭТФ от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси.

1-ПЭТФ контрольный образец; 2- ПЭТФ обработка CF_4 (30 мин); 3- ПЭТФ с фторуглеродным покрытием, сформированным из газовой смеси $CF_4+C_6H_{12}$; 4- ПЭТФ с фторуглеродным покрытием, сформированным из газовой смеси $C_4F_8+C_6H_{12}$

На графике (рис.1) показано, что предварительная обработка ПЭТФ ионами CF_4 в течение 30 минут приводит к уменьшению величины отрицательного поверхностного заряда. При нанесении фторуглеродной пленки при содержании CF_4 в газовой смеси 10% поверхностный заряд не изменяется. При содержании CF_4 30 % заряд достигает максимума. Затем в области «переходных» процессов (40-60% CF_4)наблюдается спад поверхностного заряда до значений близких к нулю. Таким образом, характер изменения поверхностного заряда незначительно влияет на антиадгезионные свойства.

При нанесении фторуглеродной пленки из плазмообразующей смеси $C_4F_8+C_6H_{12}$ характер изменения поверхностного заряда более выражен. При содержании C_4F_8 в газовой смеси от 10%-25% поверхностный заряд повышается. При содержании C_4F_8 от 25%-40% заряд уменьшается. В области «переходных» процессов заряд также стремится к нулю.

Заключение.

1. Исследования поверхностного заряда фторсодержащих поверхностей, сформированных из плазмообразующей смеси $C_4F_8+C_6H_{12}$ коррелируют со значениями среднеквадратического отклонения шероховатости сформированных поверхностей, что также свидетельствует о наличии области переходных процессов.

2. На основе измерений поверхностного заряда установлено, что наноструктурированные фторуглеродные пленки, сформированные на поверхности полиэтилентерефталата, обладают положительным и близким к нулю зарядом в области «переходных» процессов при использовании $CF_4 + C_6H_{12}$ плазмообразующей смеси. Поверхностный заряд покрытий, сформированных из плазмообразующей смеси $C_4F_8 + C_6H_{12}$, также имеет значения близкие к нулю в области «переходных» процессов.

Литература

1. V.M.Elinson, V.V. Sleptsov, et al. Barrier properties of carbon films deposited on polymers in aggressive environments // *Diamond and Related Materials*, 1998, 8, 2103-2109
1. 2.Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. *J. Biotechnol.*, 2005, 4, pp. 186-193.
2. 3.V.M.Elinson, M.A. Yurovskaya, A.N. Lyamin, N.A. Ovchinnikova, A.V. Naumkin. // *Plasma Processes and Polymers*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, v.6., 2009, p.S85-S91
3. 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.SolanoEds). ISBN-13:978-84-942134-8-9
4. В.М Елинсон, Р.А. Нежметдинова, С.Б. Нестеров, А.Н. Лямин. Влияние условий предварительной обработки на геометрические характеристики поверхности полимерных материалов, модифицированных органическими производными фуллерена [60] // *Материалы всерос. научно-техн. конф «Новые материалы и технологии» НМТ-2008». М.:МАТИ, 2008, с.13-14*
5. 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.
6. В.М. Елинсон, А. Н. Лямин, Р.А. Нежметдинова, С.Б.Нестеров. Нанокompозитные антимикробные полимерные материалы для защиты от биоповреждений в космической технике и авиационной // *Материалы XXXV академических чтений по космонавтике «Актуальные проблемы российской космонавтики», Москва, 2011, с.579-580.*
7. V. M. Elinson, P. A. Shchur, D. V. Kirillov, A. N. Lyamin, and O. A. Silnitskaya // «Study of the Mechanical Characteristics of Single-Layer and Multilayer Nanostructures Based on Carbon and Fluorocarbon Coatings», Pleiades Publishing, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2018, Vol. 12, No. 2, pp. 342–345
8. Презентация PROTECTGUARD FT [<http://germostroy.ru/looktext/protectguard-ft-test>].
9. Амиров И.И., Алов Н.В. // «Формирование микроструктур на поверхности кремния во фторсодержащей плазме в циклическом процессе травление/пассивация», *Химия высоких энергий*, 2008, том 42, №2, сс. 164-168
10. Amirov I.I., Shumilov A.S., Kupriayanov A.N., Lukichev V.F. // *Modelling of plasma reactive ion etching of ultra-high aspect ratio Si trenches. “Micro- and nanoelectronics – 2009”.* 2009, Moscow-Zvenigorod, Russia. Book of abstracts, O3-22.
11. Л.В. Диденко, Г.А. Автандилов, Т.А.Смирнова, Н.В. Шевлягина, В.Н. Царев, И.Ю. Лебеденко, Елинсон В.М., И.Г. Тиганова, Ю.М. Романова // «Исследование процессов колонизации и персистенции микроорганизмов на искусственных материалах медицинского назначения», *Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунобиологии*, 2015, -N 5.-С.64-69.
12. А.Н. Лямин, П.А.Щур, В.М.Елинсон. Оптические свойства антимикробных барьерных слоев на основе полиэтилентерефталата с наноструктурированной поверхностью // *СПб, Материалы конференции «Пленки и покрытия-2015», май 2015, с.249-253*
13. Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review // *Biotechnology Advances*, 2008, № 26, p. 246-265

Контактные и адгезионные свойства пленок полиэтилентерефталата, 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

Исследованы контактные и адгезионные свойства полимерных пленок полиэтилентерефталата, модифицированных в разряде постоянного тока на аноде и катоде. Изучена смачиваемость пленок непосредственно после обработки и после хранения при комнатных условиях в течение 14 суток. Проведено измерение сопротивления отслаиванию методом Т-теста с использованием ленты Scotch®810 для обработанных и хранившихся пленок.

The contact and adhesion properties of poly(ethylen terephthalate) polymer films modified by direct-current discharge. M.S. Piskarev, A.B. Gilman, A.S. Kechk'yan, A.A. Kuznetsov. The contact and adhesive properties of poly(ethylen terephthalate) polymer films modified by DC discharge at the anode and cathode have been studied. The wettability of the treated films has been studied immediately after treatment and after storage at room conditions for 14 days. The measurements of the peel resistance by T-test using Scotch®810 adhesive tape for treated and stored films are carried out.

В настоящее время пленки полиэтилентерефталата (ПЭТФ) широко применяются для изоляции кабелей, проводов, обмоток электрических двигателей, а также для пазовой изоляции высоковольтных электрических машин в составе ламинатов с различными пропитывающими составами [1]. С целью использования пленок ПЭТФ в составе ламинированных материалов ранее нами были проведены работы по модифицированию пленок полимера под воздействием низкочастотного тлеющего разряда (50 Гц) для увеличения их адгезии к пропитывающим составам [2–4].

Известно, что наиболее технологичным и экологически чистым методом, позволяющим значительно улучшать контактные и адгезионные свойства полимеров, является воздействие низкотемпературной плазмы [5–7]. Для оценки адгезионных свойств полимерных пленок нами была разработана методика Т-теста на основе стандарта ASTM D3359-2002 [8] с использованием адгезионной ленты Scotch®810, позволяющая количественно определить величину сопротивления отслаиванию [9]. Проведенные исследования показали, что данная методика может быть с успехом использована для изучения изменения адгезионных свойств пленок фторсодержащих полимеров [10].

В данной работе приведены результаты изучения контактных свойств пленок ПЭТФ, модифицированных в разряде постоянного тока на аноде и катоде. Представлена разработанная авторами методика Т-теста для определения сопротивления отслаиванию с использованием адгезионной ленты Scotch®810 и данные по адгезии обработанных в плазме пленок, полученные с помощью этой методики. Изучено также изменение контактных и адгезионных характеристик модифицированных пленок ПЭТФ при хранении в атмосфере воздуха при комнатных условиях.

Методика эксперимента

Объектом исследования служила промышленная пленка ПЭТФ марки PETLAIN BT 1010 E («Superfilm», Турция) толщиной 40 мкм. Перед проведением процесса обработки в плазме образцы предварительно обезжиривали этиловым спиртом и сушили при комнатных условиях.

Процесс модифицирования в разряде постоянного тока проводили по методике и на установке, подробно описанном в [11]. Образцы пленки ПЭТФ размером 5×5 см помещали на аноде или катоде, рабочим газом служил фильтрованный атмосферный воздух, давление которого в системе составляло ~10–30 Па, ток разряда 50 мА и время обработки 5–180 с. При указанных условиях процесса были проведены исследования кинетики обработки пленок с целью

нахождения оптимальных условий модифицирования. Было установлено, что оптимальными условиями, обеспечивающими минимальные значения краевых углов смачивания, являются: давление ~ 10 пА, ток разряда 50 мА, время обработки 50 с.

Контактные свойства поверхности характеризовали величинами краевых углов смачивания (θ), измеренных с помощью прибора Easy Drop DSA100 (KRUSS, Германия) и программного обеспечения Drop Shape Analysis V.1.90.0.14 по двум рабочим жидкостям – полярной и неполярной (погрешность $\pm 1^\circ$). В качестве полярной жидкости была использована деионизованная вода, в качестве неполярной – глицерин. Измерения проводили как непосредственно после модифицирования пленок, так и после их хранения в течение 14 суток при комнатных условиях. Величину полной поверхностной энергии (γ), ее полярного (γ^p) и дисперсионного (γ^d) компонентов рассчитывали по методике [12] на основании полученных экспериментально величин θ .

На рис. 1 приведена схема Т-теста на отслаивание с использованием адгезионной ленты Scotch®810.

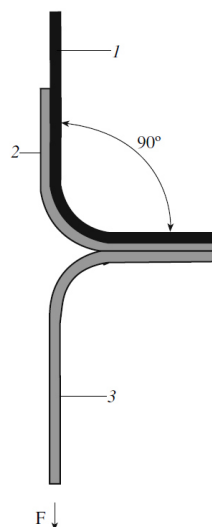


Рис. 1. Схема Т-теста для модифицированной пленки: пленка ПЭТФ (1), слой Al, нанесенный вакуумным напылением (2), лента Scotch®810 (3). F – направление силы отслаивания.

Методом термического напыления в вакууме на поверхности образцов исходной и модифицированной в разряде на аноде или катоде пленок ПЭТФ наносили слой алюминия толщиной ~ 100 нм, затем по всей длине образца с помощью резинового валика прикатывали адгезионную ленту Scotch® 810. Нагрузка на ось валика при прикатывании образцов составляла 3 кгс. Испытание на отслаивание по методу Т-теста [9] проводили на универсальной машине Autograph AGS 10 KNG фирмы Shimadzu со скоростью 100 мм/мин. В результате экспериментов получали кривую, отражающую изменение сопротивления отслаиванию (A) по длине образца. Приведенные экспериментальные данные усреднены по результатам 10 проведенных опытов.

Экспериментальные данные

В таблице 1 приведены экспериментальные данные по величинам краевого угла смачивания для воды θ_v и глицерина $\theta_{глиц}$, полученные для пленок ПЭТФ, модифицированных на аноде и катоде, и измеренные непосредственно после обработки образцов, а также после их хранения на воздухе при комнатных условиях.

Таблица 1. Величины краевых углов смачивания по воде и глицерину, рассчитанные значения полной поверхностной энергии, ее полярного и дисперсионного компонентов для пленок ПЭТФ, модифицированных в разряде постоянного тока на аноде и катоде .

Образец	Хранение, сутки	Угол смачивания (θ), град		Поверхностная энергия, мДж/ м ²		
		θ_w	$\theta_{глиц}$	γ	γ^p	γ^d
Исходный	–	80	73	26.5	12.4	14.1
Обработан на аноде	–	12	10	71.6	55.0	16.6
	14	46	40	52.4	34.3	18.1
Обработан на катоде	–	10	9	72.2	55.8	16.4
	14	56	46	49.1	33.7	15.4

Видно, что обработка в разряде постоянного тока на аноде и катоде приводит к значительным и практически одинаковым изменениям смачиваемости поверхности пленок и существенному увеличению их гидрофильности. Обработка в плазме в обоих случаях приводит к существенному возрастанию полной поверхностной энергии в ~2.7 раза и γ^p в ~4.5 раза. Однако, после хранения в течение 14 суток в атмосфере воздуха при комнатных условиях образцы, модифицированные на аноде, характеризуются лучшей смачиваемостью, чем образцы, модифицированные на катоде. Следует отметить, что в обоих случаях модифицированные пленки остаются гидрофильными, так как для них величина $\theta_w < 60^\circ$ [13].

В таблице 2 приведены результаты измерения сопротивления отслаиванию (A) для пленок ПЭТФ, модифицированных в оптимальных условиях на аноде и катоде, а также их изменение после хранения на воздухе при комнатных условиях в течение 14 суток. Видно, что модифицирование пленок в плазме приводит к существенному улучшению их адгезионных свойств. Величина A для пленки, обработанной на аноде, возрастает в 8.7 раза и после хранения остается в 6.8 раза больше, чем исходное значение. После модифицирования на катоде величина A возрастает в 1 раз, однако после хранения и остается в 5.4 раза больше исходной.

Таблица 2. Сопротивление отслаиванию (A) для пленок ПЭТФ, модифицированных в оптимальных условиях на аноде и катоде.

Образец		A , Н/м
Исходный		30±2
Обработан на аноде	После обработки	261±22
	Через 14 суток	204±15
Обработан на катоде	После обработки	327±23
	Через 14 суток	162±12

Полученные данные свидетельствуют, что обработка пленок ПЭТФ в разряде постоянного тока на аноде и катоде, приводит к существенной гидрофилизации поверхности полимера, сохраняющейся в течение длительного времени. Модифицирование в плазме приводит также к значительному улучшению адгезионных свойств полимера, остающихся на высоком уровне в процессе хранения.

Проведенные нами ранее методами рентгенофотоэлектронной спектроскопии, Фурье-ИК-спектроскопии и атомно-силовой микроскопии исследования химического состава и морфологии поверхности пленок ПТФЭ, модифицированных в разряде постоянного тока в атмосфере воздуха, показали, что наблюдается уменьшение содержания атомов фтора и образование полярных кислородсодержащих групп различного строения, а также увеличение шерохова-

тости поверхности [14, 15]. По-видимому, именно за счет этих структурных и морфологических изменений обеспечивается увеличение контактных и адгезионных свойств модифицированной в плазме поверхностью полимера. В настоящее время нами проводятся исследования изменений химической структуры и морфологии пленок ПЭТФ в процессе модифицирования, которые позволят объяснить полученные данные.

Литература

1. Пак В. М., Трубачев С. Г. Новые материалы и системы изоляции высоковольтных электрических машин. 2007. М.: Энергоатомиздат. 415 с.
2. Драчев А.И., Пак В.М., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. Изучение объемно-зарядовых процессов в отдельных компонентах многослойного электроизоляционного материала, протекающих под действием электрического поля // Электротехника. 2002. № 4. С. 19–26.
3. Драчев А.И., Пак В.М., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. Объемно-зарядовые процессы, протекающие под действием электрического поля в многослойном материале с пленкой ПЭТ-Э // Электротехника. 2002. № 4. С. 26–29.
4. Драчев А.И., Пак В.М., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. К вопросу об увеличении длительной электрической прочности композиционного электроизоляционного материала с полиэтиленерефталатной пленкой ПЭТ-Э // Электротехника. 2003. № 4. С. 35–39.
5. Friedrich J. The plasma chemistry of polymer surfaces: advanced techniques for surface design. 2012. Weinheim: Wiley. 473 p.
6. Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion / Ed. Mittal K.L. 2009. Utrecht (The Netherlands): VSP. 394 p.
7. Поциус А. Клеи, Адгезия, Технология склеивания. 2007. С-Пб.: Профессия. 376 с.
8. ASTM D3359-2002 // Composite Adherend Specimen Machining Procedure.
9. 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. 569–572.
10. 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. DOI: 10.1088/1742-6596/516/1/012012.
11. Demina T.S., Drozdova M.G., Yablokov M.Y., 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 Proc. Polym. 2015. V. 12. № 8. P. 710–718. DOI: 10.1002/ppap.201400138
12. Wu S. Polymer Interfaces and Adhesion. 1982. N.Y.: Marcel Dekker. P. 152.
13. Wade W.L., Mannuone R.J., Binder M. Surface properties of commercial polymer films following various gas plasma treatments. // J. Appl. Polym. Sci. 1991. V. 43. № 9. P. 1589–1591. DOI: 10.1002/app.1991.070430901
14. Пискарев М.С., Гильман А.Б., Шамакова Н.А., Кузнецов А.А. Воздействие разряда постоянного тока на пленки политетрафторэтилена // Химия высоких энергий. 2008. Т. 42. № 2. С. 169–172.
15. 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. 99–107.

Тонкопленочные технологии формирования электродных материалов для химических источников тока (ХИТ) и сверхъёмких конденсаторных структур (СКС)

В.В. Слепцов, Д.Ю. Кукушкин, А.О. Дителева
Москва. МАИ

E-mail: 08fraktal@inbox.ru, anna.diteleva@mail.ru

В работе проведен анализ тонкопленочных технологий для перспективных ХИТ и СКС. Показано, что величина накапливаемой энергии определяется работой перемещения зарядов в заданном направлении. Эта зависимость определяет энергоёмкость ХИТ и СКС и показывает, что процесс накопления электрической энергии в них один и тот же и определяется, в основном, поляризационными эффектами в системе.

Thin film technology of electrode material formation for chemical current sources (CCS) and supervolume condenser structures (SCS). Sleptsov V.V., Kukushkin D.Y., Diteleva A.O. The paper analyzes thin-film technologies for advanced CCS and SCS. It is shown that the value of the accumulated energy is determined by the work of moving the charges in a given direction. This dependence determines the energy intensity of CCS and SCS and shows that the accumulation of electrical energy in them is the same and is determined, mainly, by the polarization effects in the system.

Введение

В работе проведен анализ тонкопленочных технологий для перспективных ХИТ и СКС. Показано, что величина накапливаемой энергии определяется работой перемещения зарядов в заданном направлении и выражается формулой: $W = PE$, где W – работа, P – дипольный момент, E – электрическое поле. Эта зависимость определяет энергоёмкость ХИТ и СКС и показывает, что процесс накопления электрической энергии в них один и тот же и определяется, в основном, поляризационными эффектами в системе. В связи с тем, что механизм накопления электрической энергии в ХИТ и СКС с физической точки зрения один и тот же возникает возможность объединить конструктивные решения и создать унифицированный электродный материал для ХИТ и СКС по тонкопленочной технологии. В этом случае возникает возможность увеличить удельную энергоёмкость накопителя энергии с одновременным ростом его удельной мощности в едином конструкторском решении. Поэтому разработка перспективной конструкции ХИТ и СКС должна идти по следующим направлениям:

-разработка наноструктурированного унифицированного электродного материала для ХИТ и СКС;

-разработка наноструктурированной активной массы для ХИТ, керамики и полимерокерамических материалов с диэлектрической проницаемостью

$$\varepsilon > 10^6 \div 10^8 \text{ и } U_{\text{пр}} > 0,01 \div 0,1 \frac{\text{МВ}}{\text{м}},$$

-разработка новых электролитов, обеспечивающих высокую \mathcal{E}^s в ДЭС.

Современные тенденции развития мирового рынка возобновляемой энергетики, электроники и приборостроения медицины и целого ряда других областей науки и техники свидетельствуют о неуклонном росте доли автономных источников электроэнергии. Особенно актуальна задача автономного электроснабжения сильноточных потребителей, которая на сегодняшний день до конца не решена. Создание таких устройств и промышленных технологий их производства позволит получить прорывные результаты в таких областях как электротранспорт, системы рекуперации электроэнергии, генераторы на основе возобновляемых источников энергии, источники бесперебойного питания и т.п.

Сегодня лучшие образцы аккумуляторов – вторичные химические источники тока (ХИТ), которые обеспечивают энергоёмкость порядка $250 \frac{\text{Вт-час}}{\text{кг}}$ и ведутся интенсивные исследования по созданию в ближайшие 5 лет накопителей энергии с энергоёмкостью до 450 - 500

$\frac{\text{Вт} \cdot \text{час}}{\text{кг}}$, а в дальней перспективе, и до теоретически обоснованного предела в 1000 – 1200 $\frac{\text{Вт} \cdot \text{час}}{\text{кг}}$. Энергоемкость сверхъёмких конденсаторных структур (СКС) $10-20 \frac{\text{Вт} \cdot \text{час}}{\text{кг}}$, ведутся интенсивные исследования по достижению удельных энергоемкостей $20-40 \frac{\text{Вт} \cdot \text{час}}{\text{кг}}$, а для гибридных СКС $220-250 \frac{\text{Вт} \cdot \text{час}}{\text{кг}}$.

Традиционная конструкция ХИТ и электролитических СКС ориентирована на формирование электродных материалов по толсто пленочной технологии, когда химически активное вещество для ХИТ и сверхпористый материал для СКС наносятся толстым слоем (30-60 мкм) на алюминиевую или медную фольгу в виде пасты. Это достаточно дешевая и производительная технология наиболее широко используется для промышленных целей. Однако в последнее время наметилась тенденция снижения динамики роста энергоемкости ХИТ, создаваемых по этой технологии [1-3]. Поэтому актуальной является задача поиска и развития новых технологий, которые обеспечат необходимую динамику роста энергоёмкости ХИТ и СКС. Перспективными, с этой точки зрения, являются тонкопленочные технологии, которые стали активно развиваться в последнее время [4-6]. Перспектива развития тонкопленочных технологий связана с применением наноматериалов и наноструктур, которые могут формировать более энергоёмкие материалы и существенным образом изменять процессы преобразования энергии двойного электрического слоя (ДЭС) и химического взаимодействия в электрическую энергию. Однако пока перспективу развития тонкопленочных технологий рассматривают для низкоэнергетических ХИТ, которые используются для смарт-карт, чипов со встроенными блоками питания для портативных устройств различного применения, медицинских имплантатов и др. [4-5]

Задача статьи состоит в теоретическом и экспериментальном исследовании тонкопленочных технологий с целью определения их перспективы развития для высокоэнергетических источников тока, определении диапазонов их использования и возможности промышленной реализации.

2. Теоретическое исследование тонкопленочной технологии формирования электродных материалов для ХИТ и электролитических СКС

В соответствии с обобщенным уравнением первого и второго законов термодинамики подвод и отвод энергии в системе может осуществляться только двумя способами. Подвести и отвести энергию можно в виде тепла или в виде работы. Математически это утверждение записывается следующим образом [7-9]:

$$E = T \cdot S \pm \sum_{i=0}^n A_i \quad (1)$$

где E – энергия, подводимая к системе, T – температура системы, S – энтропия системы, $-A_i$ – работа, производимая системой (когда энергия отводится) или $+A_i$, когда энергия подводится к системе.

Для реальных необратимых процессов работа, которую можно подвести к системе или извлечь из системы записывается как произведение двух величин – экстенсивной (X) и интенсивной (Y):

$$A_i = X \cdot Y \quad (2)$$

В этом случае уравнение (1) следует записать в следующем виде:

$$dE = d(T \cdot S) + d(P \cdot V) + (\delta \cdot F) + d(\varphi \cdot q) + d \sum (\mu_i n_i) \quad (3)$$

где T – температура, P – давление, δ – энергия поверхности, φ – электрический потенциал, μ_i – химический потенциал – экстенсивные параметры, S – энтропия, V – объём, q – заряд, n_i – количество молей – интенсивные параметры.

Если экстенсивные параметры с уменьшением структурных элементов до наноразмерных величин начинают зависеть от интенсивных, уравнение (3) может быть записано в виде [10]:

$$dE = \left(\frac{\partial S}{\partial T} \cdot \frac{dT}{dr} + \frac{\partial T}{\partial S} \cdot \frac{dS}{dr} \right) dr + \left(\frac{\partial P}{\partial V} \cdot \frac{dV}{dr} + \frac{\partial V}{\partial P} \cdot \frac{dP}{dr} \right) dr + \left(\frac{\partial \delta}{\partial F} \cdot \frac{dF}{dr} + \frac{\partial F}{\partial \delta} \cdot \frac{d\delta}{dr} \right) dr + \left(\frac{\partial \varphi}{\partial q} \cdot \frac{dq}{dr} + \frac{\partial q}{\partial \varphi} \cdot \frac{d\varphi}{dr} \right) dr + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial \mu_i}{\partial n_i} \cdot \frac{dn_i}{dr} + \frac{\partial n_i}{\partial \mu_i} \cdot \frac{d\mu_i}{dr} \right) dr \quad (4)$$

В этом случае появляется в полном дифференциале зависимость экстенсивных и интенсивных параметров от размерного фактора, который существенным образом меняет энергоёмкость системы в целом.

Уравнение (4) позволяет сделать вывод о том, что наноструктурированные системы принципиально отличаются по энергоёмкости от монолитных материалов, а многочисленные эксперименты однозначно подтверждают этот теоретический результат.[11-12]

Проведенный анализ (4) показывает, что в результате наноструктурирования, которое обеспечивает тонкопленочная технология, в системе возникают механизмы накопления энергии не только за счет химических реакций, но и за счёт формирования зарядов на границе раздела, а также других возможных видов работ, которые могут перейти в электрическую работу при наличии соответствующего механизма. Как правило, на границе раздела сред всегда больше энергетических неоднородностей, которые обеспечивают функционирование таких механизмов. Поэтому, наноструктурирование материала (формирование громадного количества границ раздела сред) с одной стороны создает существенно больший запас энергии в сравнении с монолитными материалами, а с другой стороны, позволяет создавать механизмы, которые различные виды энергии преобразуют в электрическую.

В работе[13] показано, что термодинамический и электростатический учет поляризованных взаимодействий частиц в системе приводят к одному и тому же результату – химический потенциал молекулы в окружении своих соседей, создающих некоторое эффективное поле E равен работе поляризации рассматриваемой молекулы. Таким образом, универсальный характер электрохимических реакций, преобразующих химическую энергию в электрическую, основывается на эффектах поляризации.

В этом случае химический потенциал молекулы (с точностью до аддитивной постоянной КТ, не зависящей от напряженности электрического поля) можно представить в виде:

$$\mu = -PE = A_i \quad (5)$$

где P – дипольный момент, E – напряженность электрического поля, A_i – работа электрического поля.

Формула (5) в результате несложных преобразований может быть записана в виде:

$$\delta A_i = -ed\varphi \quad (6)$$

В этом случае потенциал Гиббса в изобарно-изотермических условиях может быть записан[13]:

$$dG_{p,T} = \sum N_i d\mu_i = \sum N_i ed\varphi = \sum N_i E dp_i \quad (7)$$

Каждое из выражений (7) представляет собой произведение интенсивной величины на экстенсивную. В качестве экстенсивной величины выступает плотность молекул (N_i) , а в качестве интенсивной – химический потенциал, электрическая работа свободных ($ed\varphi$) или связанных зарядов ($p dE$).

С учётом электрокапиллярных явлений, которые возникают при образовании поверхности раздела двух соприкасающихся фаз, потенциал Гиббса записывается следующим образом:

$$dG_S = \delta dF + E dp \quad (8)$$

где E – напряженность электрического поля, P – дипольный момент, δ – поверхностное натяжение, F – площадь поверхности.

Используя для уравнения (8) преобразование Максвелла и уравнение Пуассона, получаем фундаментальное уравнение электрокапиллярности [13-16]:

$$\frac{\partial \delta}{\partial x} = -\rho^{\text{своб}} + \rho^{\text{связ}} = -q \quad (9)$$

где $\rho^{\text{своб}}$ и $\rho^{\text{связ}}$ – поверхностная плотность свободного и связанного зарядов, χ – скачок потенциала на границе раздела сред.

Под свободным зарядом понимают все электрические заряды, которые под влиянием электрического поля могут перемещаться на макроскопические расстояния. Уравнение (9) носит название «Первое уравнение Липпмана». Заряды, входящие в состав молекул, диполей и т.д. называются связанными.

В точке электрокапиллярного максимума

$$\delta^{\text{своб}} + \delta^{\text{связ}} \quad (10)$$

что дает возможность количественной оценки величины химического потенциала среды, соприкасающейся с металлом [13,16]. Формула (9) получена строго термодинамически и не содержит никаких допущений или модельных представлений. Первая часть представляет собой полный заряд поверхностного слоя, находящийся в усредненном электростатическом поле E . Левая часть уравнения (9) показывает, что устойчивое состояние границы раздела достигается за счет компенсации сил электростатического и неэлектростатического происхождения. При выводе уравнения (9) не было использовано никаких ограничений. Поэтому оно справедливо при описании любых межфазных границ, которые возникают при работе ХИТ и СКС. Уравнение (10) дает возможность оценить количественно химический потенциал активной среды, соприкасающейся с металлом [13,16]. В связи с тем, что химический потенциал μ равен $-PE$, произведению дипольного момента на эффективное поле:

$$\mu = -PE \quad (11)$$

Уравнение (11) позволяет сделать вывод, что химический потенциал молекулы в окружении своих соседей, создающих некоторое эффективное поле E , равен работе поляризации этой молекулы.

$$A_n = pE = \mu \quad (12)$$

где A_n – работа поляризации молекулы.

Дифференциал уравнения (13) можно записать как

$$dA_n = pdE + Edp = d\mu \quad (13)$$

В соответствии с уравнением первого и второго законов термодинамики можно записать как [7]

$$dG_{(dT=0,dp=0)} = \sum N_i d\mu_i \quad (14)$$

Соотношение

$$dG = \sum N_i d\mu_i = N_i \epsilon d\Delta\varphi \quad (15)$$

широко используется в теории гальванических элементов, преобразующих, в первую очередь, энергию химической реакции в электрическую [13,16].

В интегральной форме это уравнение можно записать в следующем виде

$$\Delta G_{\text{химр}}^{\circ} = \sum \Delta G_{\text{фюн}}^{\circ} - G_{\text{исх}}^{\circ} = \sum N_i \mu_{\text{фюн}}^{\circ} - \sum N_i \mu_{\text{исх}}^{\circ} = z\varepsilon \quad (16)$$

где $z = \sum N_i \epsilon$ – количество электричества (заряд), прошедшее по внешней цепи гальванического элемента. Это заряд как следует из уравнения (16) пропорционален количеству прореагировавшего в элементе вещества,

$\text{ЭДС} = \sum \Delta\varphi_i$ – представляет собой электродвижущую силу (ЭДС) элемента, равную сумме скачков потенциалов $\sum \Delta\varphi_i$. В этом случае ЭДС элемента в первом приближении может быть оценена как

$$\text{ЭДС} = \frac{\Delta G_{\text{химр}}^{\circ}}{z} \quad (17)$$

Уравнение (15) рассматривает ситуацию, когда в системе происходят только процессы, связанные с перемещением постоянных дипольных моментов. Это объясняется тем, что при комнатных температурах и напряжениях до 10 вольт вклад в поляризованность от индуцированных дипольных моментов примерно в 100 раз меньше, чем от постоянных [17].

Поэтому в полном дифференциале на границе раздела гладких поверхностей величиной $E dP$ в уравнении (8) обычно пренебрегают. Однако на наноструктурированной границе раздела сред, где напряженность электрического поля может превышать $10^6 \div 10^7$ В/см. [13,16], вклад в общую поляризацию индуцированных дипольных моментов будет более значительным. Следует также обратить внимание что уравнения (16,17) позволяют сделать вывод, что у тонкопленочных структур меньше тепловые потери, связанные прохождением тока по внешней цепи гальванического элемента за счет протекания не связанных зарядов в связи с тем, что толщина химически активного слоя более чем на два порядка меньше.

3. Системы без протекания химических реакций (сверхъемкие конденсаторы электролитические структуры).

Ключевым параметром систем, накапливающих электрическую энергию без протекания химических реакций является электрическая емкость. Величину дифференциальной емкости можно найти с помощью электрокапиллярных кривых.[13,16]

$$-\frac{d^2\phi}{d\varphi^2} = \frac{dq}{d\varphi} = C_d \quad (18)$$

Выражение (18) носит название «Второе уравнение Липпмана».

Уравнение (18) можно представить в следующем виде:

$$dq = C_d d\varphi \quad (19)$$

Интегрирование уравнения (19) дает интегральную емкость С. Для плоского конденсатора:

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon S}{d} \quad (20)$$

где ϵ_0 – диэлектрическая константа, ϵ – относительная диэлектрическая проницаемость, S – площадь обкладок конденсатора, d – расстояние между обкладками[13,16,17]. Энергия, запасаемая в конденсаторной структуре по квадратной зависимости, растет с увеличением напряжения в конденсаторе:

$$E = \frac{CU^2}{2} \quad (21)$$

В работе [13,16,17] было показано влияние связанных и свободных зарядов на емкость ДЭС, которые были названы дипольной и электронной составляющей соответственно. Уравнение Липпмана может быть преобразовано к виду:

$$\frac{d\varphi}{d\rho} = \frac{d\varphi_e}{d\rho} + \frac{d\varphi_d}{d\rho} \text{ или } C^{-1} = C_e^{-1} + C_d^{-1} \quad (22)$$

где

C_e^{-1} – электронная часть емкости ДЭС,

C_d^{-1} – дипольная часть емкости ДЭС.

В этом случае выражение для емкости электронной части ДЭС может быть представлено в виде:

$$C_e = \frac{d\rho}{d\Delta\chi} = \frac{d\rho_e^V}{d\Delta\chi} \cdot \frac{d\Delta\chi}{d\rho_e^S} = \frac{\rho_e^V}{\rho_e^S} \cdot \frac{\epsilon S}{4\pi} \quad (23)$$

где ρ_e^V и ρ_e^S соответственно объемная и поверхностная плотности свободного заряда, z – толщина ДЭС, $\Delta\chi$ – скачок потенциала на границе раздела, ϵ_S – диэлектрическая проницаемость ДЭС.

Уравнение (23) позволяет сразу сделать вывод о том, что в качестве электродного материала необходимо использовать вещества с высокой электропроводностью.

Второе слагаемое в уравнении (22) записывается в следующем виде:

$$\frac{d\rho}{d\varphi_d} = \frac{d\rho}{d\rho_d} \cdot \frac{d\rho_d}{d\varphi_d} = \bar{\epsilon} \frac{d\rho_d}{d\varphi} = C_d \quad (24)$$

где $\frac{d\rho}{d\rho_d} = \bar{\epsilon} = \text{const}$, т.е. представляет эффективную диэлектрическую проницаемость, усредненную по всему дипольному слою.

Уравнение (24) позволяет сделать вывод, что емкость ДЭС растет с увеличением количества диполей и величины дипольного момента ДЭС, что обеспечивает рост ϵ_S и фактора $\frac{d\rho_d}{d\varphi}$. В

уравнения (20) и (23) входит один очень важный параметр, определяющий рабочее напряжение ХИТ и ряда СКС, который называется скачок потенциала на границе раздела ($\Delta\chi$). Феноменологическое рассмотрение электростатики границы раздела [13,16,]позволило получить аналитическое выражение для определения скачка потенциала:

$$\Delta\chi = \frac{W}{\epsilon} - \frac{K_B T}{\epsilon} \ln \frac{2\pi\epsilon^2}{(3\pi^2)^{\frac{1}{3}} \bar{\epsilon} \epsilon} \cdot \sqrt{\frac{2\pi m}{n^2 K_B}} + \text{const} \quad (25)$$

где W – работа выхода электрона, ϵ – диэлектрическая проницаемость ДЭС, m – масса электрона.

4. Обсуждение результатов, выводы и постановка задачи.

1. В результате анализа механизмов накопления электрической энергии в ХИТ и СКС показано, что в обоих случаях процесс накопления электрической энергии связан с изменением энергии свободных и связанных зарядов. Величина накапливаемой энергии определяется работой перемещения зарядов в заданном направлении и выражается формулой: $W = PE$, где W – работа, P – дипольный момент, E – электрическое поле. Эта зависимость определяет энергоёмкость ХИТ и СКС. Проведенный анализ показал, что процесс накопления электрической энергии в ХИТ и СКС один и тот же и определяется, в основном, поляризационными эффектами в системе.
2. Из уравнения (25) следует, что поверхностный скачок потенциала, который определяет рабочее напряжение ХИТ и электролитических СКС (ионисторов) с точностью до некоторой постоянной определяется работой выхода электрона в окружающую среду. Эта формула, полученная на основе квантово-механических представлений, согласуется с термодинамическими подходами к определению $\Delta\chi$ [13,16,]. Энергоёмкость ХИТ и электролитических СКС определяется двумя основными параметрами. Током разряда, который определяется поляризационными процессами и рабочим напряжением, которое зависит от свойств ДЭС.
3. В соответствии с уравнением (4) для повышения энергоёмкости ХИТ химически активное вещество должно быть наноструктурировано с целью увеличения количества дипольных моментов и их величины, а электродные материалы должны обеспечивать стабильное сохранение исходной наноструктуры в процессе функционирования. Одним из вариантов решения задачи является использование высокопористой матрицы при создании электродных материалов. В этом случае тонкопленочная технология обеспечивает возможность создания гибридных СКС, в которых интегрируются свойства ХИТ и СКС. В последнее время это направление активно развивается и демонстрирует хорошие показатели по энергоёмкости (энергоёмкость 220-250 Вт час/кг).
4. Энергоёмкость СКС определяется двумя основными параметрами (электрическая ёмкость конденсаторной структуры (C) и рабочее напряжение конденсатора U). Энергоёмкость СКС (A_i) определяется формулой $A_i = \frac{CU^2}{2}$. Электрическая ёмкость (C) в СКС определяется свойствами двойного электрического слоя (ДЭС), который возникает на границе раздела между электродным материалом и электролитом для электролитических СКС. Практически все свойства ДЭС определяются, в основном, тремя параметрами: плотность свободных электронов (ρ_e) , которая определяется свойствами электродного материала, диэлектрической проницаемостью (ϵ_s) в ДЭС, описывающей свойства электролита и электродных материалов, и работой выхода (W_B), характеризующей взаимодействие обеих сред. Два из этих параметров ρ_e и W_B могут быть измерены экспериментально и третий параметр ϵ_s - является свободным [13,16,]. Поэтому вводя диэлектрический слой в конструкцию электродного материала можно существенно увеличить рабочее напряжение, создавая высоковольтные СКС. Основная характеристика керамики – это диэлектрическая проницаемость ϵ , величина которой у наноструктурированных материалов достигает 10^8 , а у монолитных материалов на уровне 10^4 [18,19,]. Величина диэлектрической проницаемости увеличивается за счет роста количества дипольных моментов и их величины.
5. Рабочее напряжение керамического слоя определяется величиной пробивного напряжения, которое возрастает при снижении в керамике не связанных зарядов [17]. Поэтому нет прямой зависимости между величиной пробивного напряжения U_n и ϵ [17]. Электрофарфор $\epsilon = 5 - 8U_{пр} 30 - 32 \frac{МВ}{м}$. Ультрафарфор $\epsilon = 8 - 8,8U_{пр} 30 - 36 \frac{МВ}{м}$. Активная керамика

Титанат Бария $\varepsilon \sim 10^4$, $U_{пр} \sim 0,8 \frac{МВ}{м}$ [20].

6. В связи с тем, что механизм накопления электрической энергии в ХИТ и СКС с физической точки зрения один и тот же возникает возможность объединить конструктивные решения и создать унифицированный электродный материал для ХИТ и СКС по тонкопленочной технологии. В этом случае возникает возможность увеличить удельную энергоёмкость накопителя энергии с одновременным ростом его удельной мощности в едином конструкторском решении.
7. Поэтому разработка перспективной конструкции ХИТ и СКС должна идти по следующим направлениям:
 - разработка наноструктурированного унифицированного электродного материала для ХИТ и СКС; -разработка наноструктурированной активной массы для ХИТ;
 - разработка керамики и полимерокерамических материалов с диэлектрической проницаемостью $\varepsilon > 10^6 + 10^8$ и $U_{пр} > 0,01 + 0,1 \frac{МВ}{м}$;
 - разработка новых электролитов, обеспечивающих высокую ε_s , в ДЭС высокую одностороннюю проводимость;
 - создание нового поколения сепараторов с барьерными слоями, снижающими токи утечки.

Литература

1. Blomgren, G. E. The Development and Future of Lithium Ion Batteries / G. E. Blomgren // Journal of the Electrochemical Society. – 2017. – Vol. 164, Issue 1. – P. A5019-A5025. – DOI: 10.1149/2.0251701jes – <http://jes.ecsdl.org/content/164/1/A5019.full>
2. Myung, S. T. Nickel-Rich Layered Cathode Materials for Automotive Lithium-Ion Batteries: Achievements and Perspectives / S.-T. Myung, F. Maglia, K.-J. Park, C. S. Yoon, P. Lamp, S.-J. Kim, Y.-K. Sun // ACS Energy Letters. – 2017. – Vol. 2. – P. 196-223. – DOI: 10.1021/acsenergylett.6b00594. – <http://pubs.acs.org/doi/pdfplus/10.1021/acsenergylett.6b00594>
3. Christiansen, C. Energy Storage Study: A Storage Market Review and Recommendations for Funding and Knowledge Sharing Priorities / C. Christiansen, B. Murray, G. Conway // AECOM Australia for Australian Renewable Energy Agency. – 13 July 2015. – P. 32. – (<http://arena.gov.au/files/2015/07/AECOM-Energy-Storage-Study.pdf>).
4. Кицюк Е. П. «Исследование и разработка процессов формирования наноструктурированных электродов электрохимических устройств накопления энергии», диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук 05.27.06 – технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники МИЭТ, Москва, 2017 г.
5. Лебедев Е.Ф. «Разработка процессов формирования и исследование свойств элементов выделения тепла и накопления энергии для термоэлектрических батарей», диссертация на соискание учёной степени кандидата технических наук, по специальности 05.27.06. МИЭТ, Москва, 2017 г.
6. ВУ ДЫК ХОАН «ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ МНОГОСЛОЙНЫХ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ЯЧЕЕК», диссертации на соискание учёной степени кандидата технических наук, по специальности 05.27.06 Москва – 2017г.
7. Мэлвин-Хьюз Э.А. «Физическая химия» Издательство И.Л Москва 1962г.
8. Герасимов Я.И; Древинг В.П; Еремин Е.Н и др. общ. ред. Герасимов А.А.«Курс физической химии», Издательство Химия, Москва 1969г.
9. Пригожин М. и Дефэй Р. «Химическая термодинамика». Издательство «Бином», Москва 2010г.
10. Фихтенгольц Г.М «Курс дифференциального и интегрального исчисления». Издательство «Физико-математической литературы» Москва 1969г.
11. Суздальев И.П. «Нанотехнология: Физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов» Изд.М.:Книжный дом «Либроком» 2009г.

12. Слепцов В.В. «Физико-химические основы наноматериалов и нанотехнологий». ООО «Сам Полиграфист» Москва 2015г.
13. Р. Р. Салем «Физическая химия. Начала теоретической электрохимии» Издательство: "КомКнига" 2010г.
14. Б. Б. Дамаскин, О. А. Петрий, Г. А. Цирлина. «Электрохимия» издательство «Химия» 2010г.
15. Льюис Дж. Рендил.М «Химическая термодинамика». Издательство «ОНТИ Химтеорет» Москва 1936г
16. Салем Р.Р. «Теория двойного слоя». Издательство Физматлит Москва 2003г
17. Матвеев А.Н. «Электричество и магнетизм». Издательство Лань Санкт-Петербург-Москва 2010г.
18. Беляев Б.А., Дрокин Н.А. Спектры импеданса тонких пермалловых пленок с nanoостровковой структурой, Физика твердого тела, 2012, том.54, вып.2, стр.340-346.
19. Б.И.Седунов, Д.А.Франк-Коменецкий, «Диэлектрическая проницаемость биологических объектов», Успехи физических наук, апрель 1963г. т. LXXIX, вып. 4 стр. 617-639.
20. Справочник «Физические величины» Издательство Энергоатомиздат, Москва, 1991г

СЕКЦИЯ 4 ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС

Определение работоспособности теплоприёмника суммарного теплового потока ФОА-020 после длительного хранения

А.Ю. Кочетков, Е.В. Шеметова
г. Химки АО "НПО им. С.А. Лавочкина". kochetkov@laspace.ru

В работе рассматривается вопрос использования теплоприёмника суммарного теплового потока ФОА-020 после длительного хранения при тепловакуумных испытаниях тепловых макетов космических аппаратов.

Determination of the operability of the heat sink of the total heat flux after long-term storage. A.Y. Kochetkov, E.V. Shemetova. The paper discusses the use of a heat sink for the total heat flux after long-term storage during thermal-vacuum tests of spacecrafts thermal models.

Испытания космических аппаратов в термовакуумной камере проводятся с целью подтверждения правильности выбранных проектных решений по тепловому режиму, а также качества сборки.

Одной из основных задач, решаемых при проведении ТВИ является моделирование внешних эксплуатационных нагрузок, в том числе тепловых потоков от Солнца, Земли и других небесных тел. Тепловой поток от Солнца на орбите Земли составляет приблизительно 1400 Вт/м^2 , от Земли на низкой круговой орбите около 200 Вт/м^2 . Для моделирования тепловых потоков необходимо проводить их измерение. Поскольку объект испытаний, как правило, не имеет собственных средств измерения падающих тепловых потоков, обычно применяют стендовые средства измерений. В качестве таких средств измерений применяют теплоприёмники или датчики теплового потока (ДТП).

Одним из лучших образцов ДТП, применяемых при тепловакуумных испытаниях являются датчики ФОА-020, разработанные более 30-ти лет назад в научно-производственном объединении измерительной техники, г. Королёв.

В данной работе рассматривается возможность применения ФОА-020 за пределами заводских гарантий после длительного складского хранения.

В качестве испытуемых образцов были взяты 3 датчика 1987 года выпуска. До 2017 года они хранились на складе при условиях соответствующих требуемым, по технической документации. Согласно заявленным изготовителем характеристикам, срок хранения ФОА-020 в складских условиях в упаковке изготовителя составляет 12 лет. Заявленный срок работы 500 часов. Внешний вид ФОА-020 представлен на рис. 1.

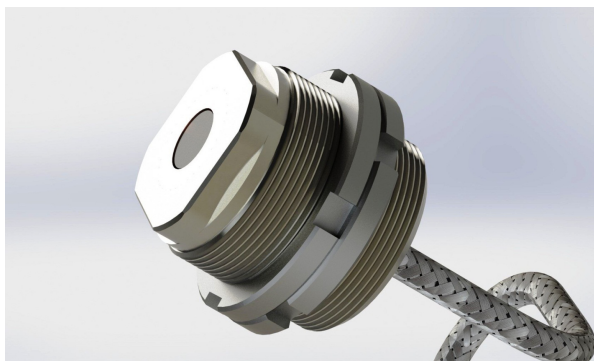


Рис. 1. Внешний вид ФОА-020.

Принцип действия, рассматриваемых датчиков, заключается в осуществлении непрерывного преобразования плотности теплового потока в градиент температуры на тепловоспринимающем элементе (ТВЭ) и преобразование градиента температуры в термоэлектродвижущую силу (термо-ЭДС). Измеряемый тепловой поток поступает в ТВЭ, при этом между центром и краем ТВЭ возникает градиент температуры, который измеряется дифференциальной термопарой. При возникновении градиента температуры на его противоположных гранях наблюдается поперечный эффект Зеебека, т.е. появляется термо - ЭДС при прохождении теплового потока через сечение датчика. Дифференциальная термопара образуется корпусом, ТВЭ и электродом, закрепленным в центре ТВЭ. Значение термо-ЭДС прямопропорционально плотности теплового потока.

Как известно, датчики с поперечным градиентом температуры обеспечивают долговременную работоспособность в условиях вакуумных и циклических изменений температур, что имеет важное значение при проведении тепловакуумных испытаний.

Проверка работоспособности состояла из двух этапов:

- тарировка терморезистора в термокамере;
- тарировка датчика термовакуумной камере методом замещения.

При проверке датчиков использовалось следующее испытательное оборудование: термокамера с диапазоном температур от минус 70 до 180 °С, с точностью поддержания температуры в рабочем объёме $\pm 1^\circ\text{C}$, термовакуумная камера с остаточным давлением не хуже 5×10^{-6} мм рт.ст., оснащённая криогенными азотными экранами, универсальный вольтметр В7-78/1, источник питания постоянного тока Instek SPS-3610.

В основу проведения тарировки заложен принцип измерения сопротивления терморезистора и напряжения термо- ЭДС в зависимости от температуры.

На первом этапе датчики помещались в прецизионную термокамеру и выдерживались на заданных температурах заданное время. После того, как датчик выходил на заданную температуру происходила его выдержка в течение 2-х часов для установления заданной температуры. Затем проводилось измерение сопротивления терморезистора. Были проведены замеры на температурах от минус 60 °С до 100 °С. Далее по результатам измерений были построены зависимости сопротивления от температуры. Результаты измерений представлены на рис. 2.

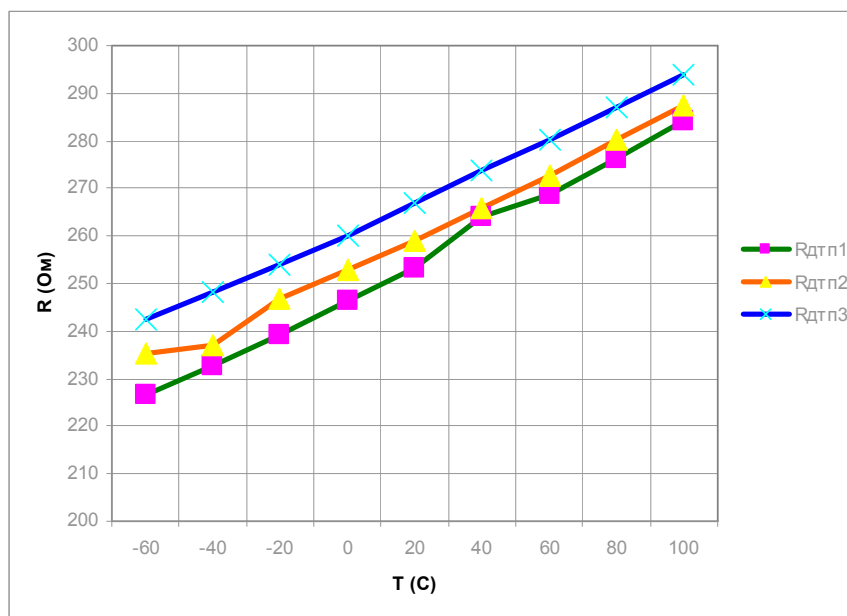


Рис. 2. Зависимость сопротивления терморезистора от температуры.

На графике хорошо видно, что зависимость сопротивления терморезисторов от температуры близка к прямолинейной. Хотя сопротивление терморезисторов различных датчиков отличается, то есть необходима индивидуальная градуировка, в то же время угол наклона прямых практически совпадает, что говорит об отработанной технологии изготовления.

На втором этапе датчики помещались в термовакuumную камеру. Для обеспечения максимально точного воспроизведения условий испытаний условиям работы, датчики устанавливались тепловоспринимающим элементом к криоэкрану с минимальным зазором. Датчики теплового потока ФОА-20 были подключены к источнику питания и системе измерения в соответствии с требованиями эксплуатационной документации. Схема испытательной установки представлена на рис. 3.

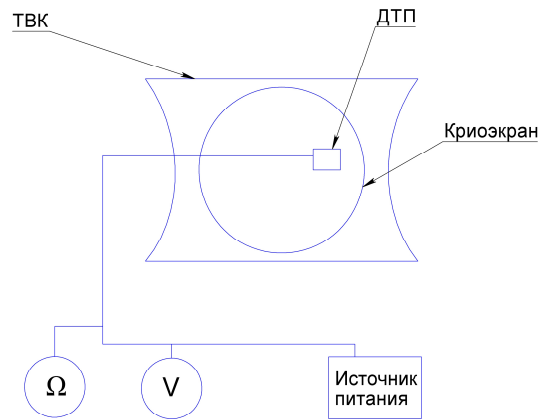


Рис. 3. Схема испытательной установки.

В объёме вакуумной камеры создавалось остаточное давление не выше $1,33 \times 10^{-3}$ Па (1×10^{-5} мм рт.ст.). Температура криоэкрана устанавливалась от минус 60 °С до 60 °С с шагом 20°С. На встроенный в датчик электронагреватель при помощи источника питания подавалась электрическая мощность, соответствующая тепловому потоку. Соответствие электрической мощности тепловому потоку представлено в таблице 1.

Таблица 1. Соответствие элeтрической мощности тепловому потоку.

Q (Вт/м ²)	200	400	600	800	1000	1200	1400
W (Вт)	0,0127	0,0254	0,0381	0,0509	0,0636	0,0763	0,089

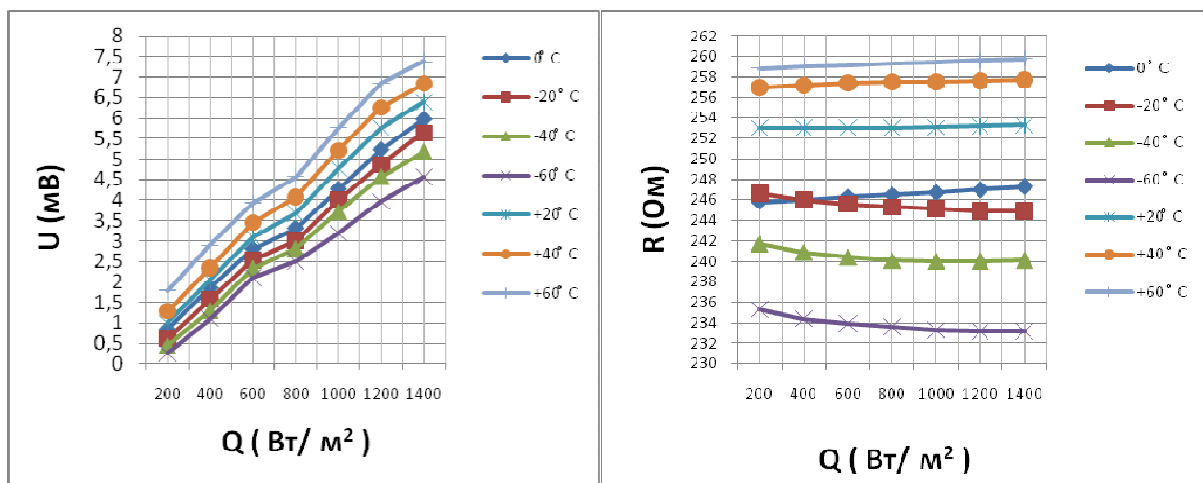


Рис.4. ДТП 1.

Для получения более точных значений датчики выдерживались при каждой заданной мощности не менее 2-х часов. Результаты зависимости электрического сопротивления терморе-

зистора и термо-ЭДС ТВЭ от выделяемой мощности для ДТП № 1, №2 и №3 при различных температурах криоэкрана представлены на рис. 4, 5 и 6.

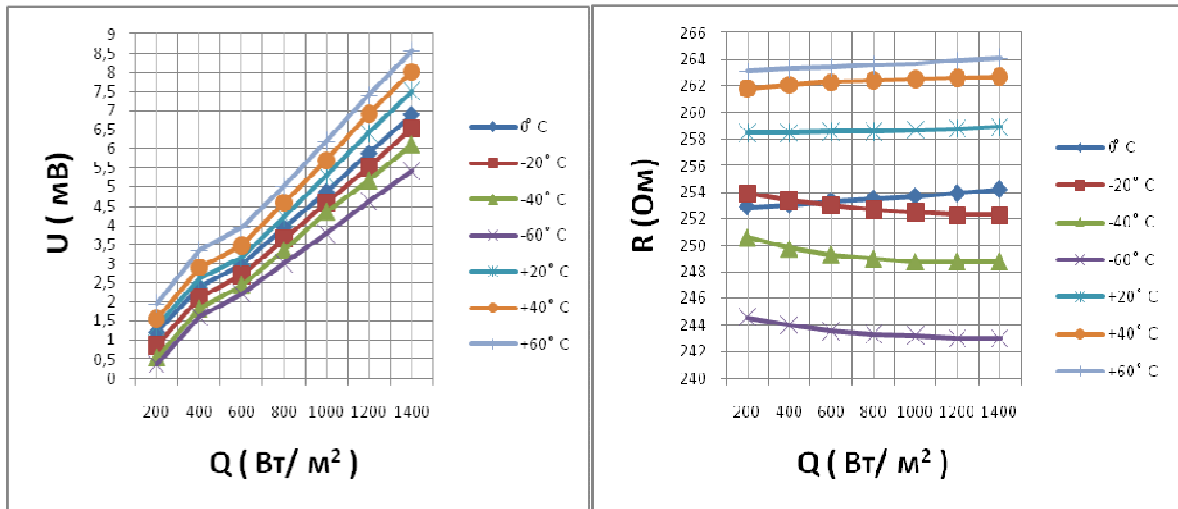


Рис.5. ДТП 2.

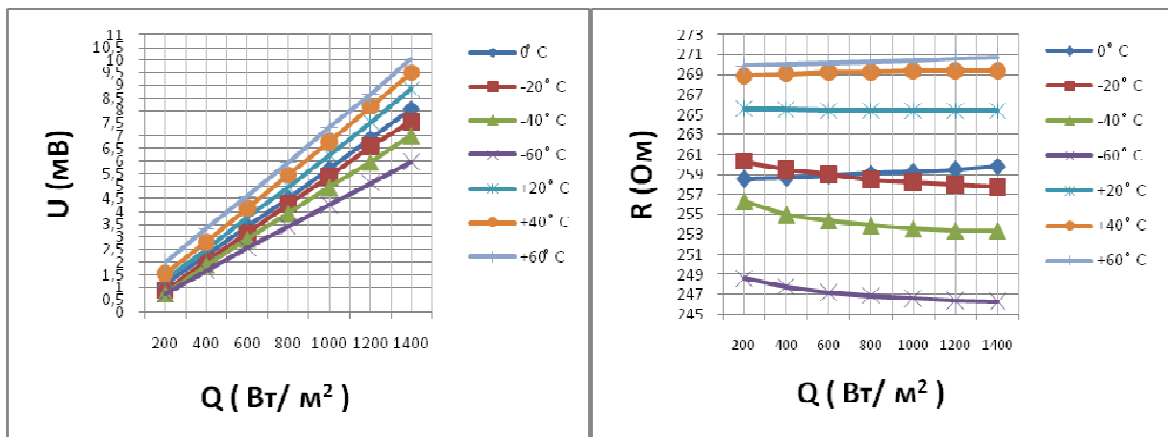


Рис.6. ДТП 3.

Данная работа показывает, что датчики теплового потока ФОА-020 после более чем тридцатилетнего хранения сохраняют свою работоспособность и могут быть использованы при моделировании внешних тепловых потоков во время проведения тепловакуумных испытаний космических аппаратов в термовакуумной камере.

Литература

1. О.Н. Фаворский, Я.С. Каданер. Вопросы теплообмена в космосе. Высшая школа, М, 1972.
2. У. Фрост. Теплопередача при низких температурах. Мир, М, 1977.
3. ОСТ 92 4306-77 Преобразователи первичные теплового потока. Общие технические условия.

Экспериментальное исследование геометрических характеристик монодисперсных гранул

В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников, В.А. Рыжков
Москва, Московский энергетический институт (НИУ «МЭИ»), ank_ud@mail.ru

Проведено экспериментальное исследование геометрических характеристик гранул, образующихся при разных режимах распада струи. Показано, что наиболее качественные гранулы можно получить при гранулировании в режиме вынужденного капиллярного распада струи расплава с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5d$.

Experimental study of the geometric characteristics of monodispersed granules. V.B. Ankudinov, Y.A. Marukhin, V.P. Ogorodnikov, V.A. Rygkov. The geometric characteristics of granules formed under different regimes of jet disintegration are experimentally investigated. It is shown that the most qualitative granules can be obtained by granulation in the regime of forced capillary disintegration of a melt jet with a perturbation wavelength in the area $\lambda = 4,5d$.

В Центре высоких технологий Московского энергетического института производятся монодисперсные сферические гранулы из сплавов редкоземельных металлов и свинца, легированного сурьмой. Эти гранулы используются при изготовлении регенеративных теплообменников криогенных газовых машин. Технология производства основана на физическом эффекте вынужденного капиллярного распада струи (ВКРС) [1,2]. Разброс значения диаметра гранул относительно среднего не превышает 5%. Этот разброс определяется различными причинами: изменением диаметра струи расплава металла, связанного с эрозией материала фильеры при длительном процессе гранулирования, изменением условий смачивания расплавом поверхности фильеры, приводящей к искажению профиля скорости на начальном участке струи, отклонением режимных параметров от заданного значения и т.д. При изготовлении насадки теплообменника криогенной газовой машины такого качества гранул более чем достаточно. Однако, представляет интерес изучение вопроса о предельных возможностях технологии производства монодисперсных гранул, который может быть актуальным в случае использования ее при прецизионном гранулировании.

Исследования проводились на экспериментальной установке, описание которой приведено [3]. В качестве диспергируемых материалов использовались сплав гольмия и меди HoCu2 и свинец, легированный сурьмой 95Pb5Sb. Гранулы получались при распаде ламинарной струи расплава на капли, и последующей их кристаллизации при падении в теплообменной камере, заполненной гелием высокой чистоты (количество примесей не превышало 10^{-5} %). В нижней части теплообменной камеры находился сборник гранул. Кроме того, был сделан зонд, позволяющий оперативно осуществлять отбор проб падающих в камеру гранул. Анализ геометрических характеристик гранул проводилось на измерительном микроскопе с разрешающей способностью на уровне 1 мкм.

Исследования проводились для трех режимов распада струи. Иллюстрация этих режимов приведена на фотографии (рис. 1), полученной в случае истечения струи воды.

Струя жидкости представляет собой неустойчивый объект, который стремясь к устойчивому состоянию распадается на капли. Распад струи происходит под действием возмущений поверхности, возникающих на ее начальном участке. При спонтанном распаде струи они создаются за счет естественных гидравлических шумов, а в режиме ВКРС – искусственным путем. Амплитуда возмущений растет по длине струи и в конечном итоге происходит образование капель. Ламинарная струя неустойчива при воздействии на нее возмущений с относительно большой длиной волны $\lambda > \pi d$ (λ - длина волны возмущений, d - диаметр струи). Максимальная неустойчивость струи наблюдается в области длины волны $\lambda = 4,5 d$ [1].

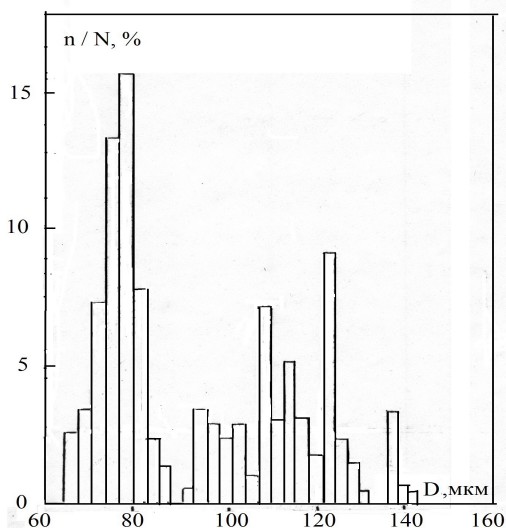


Рис.1. Распад ламинарной струи воды:
а – режим спонтанного распада; б – режим ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5 d$; в – режим ВКРС с каплями "спутниками" в длинноволновой области $\lambda .> 4.5 d$.

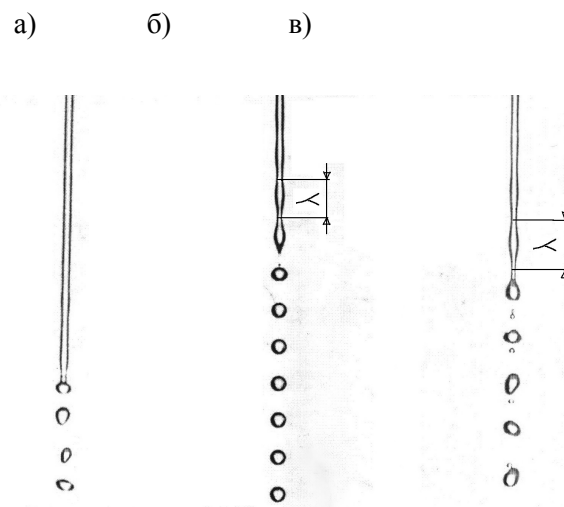


Рис. 2. Распределение по диаметру гранул, полученных при спонтанном распаде струи.

Характерный вид распределения по диаметру гранул полученный при спонтанном распаде струи показан на рис. 2. Результат получен при истечении струи легированного свинца 95Pb5Sb диаметром $d = 45$ мкм. Следует отметить, что при спонтанном распаде лишь только часть диспергируемого материала превращается в сферические гранулы. Основная масса диспергируемого материала, представляющая собой результат коагуляции капель не имеет сферической формы. Сферические гранулы можно выделить из общей массы путем откатки на наклонной плоскости. Их доля от общей массы материала составляет менее 30%. Как видно из данных рис.2, распределение имеет "пик" в области диаметра гранул $D = 80$ мкм. Это значение соответствует распаду струи на длине волны $\lambda=4,5 d$. Наличие этого "пика" является подтверждением того, что струя сильнее всего усиливает шумы с длиной волны в области $\lambda=4,5d$. Кроме того, данные рис..2 показывают, что если использовать спонтанный режим при гранулировании, то диаметр гранул будет отличаться в 2- 3 раза. Такой разброс характерен для гранул, производимых фирмой Toshiba, использующей технологии спонтанного распада струи.

Другая картина наблюдается при вынужденном капиллярном распаде струи расплава. На рис.3 показано распределение по диаметру монодисперсных гранул HoCu_2 , полученных в режиме вынужденного капиллярного распада струи расплава диаметром $d = 110$ мкм при возбуждении в области максимальной неустойчивости $\lambda = 4,5 d$.

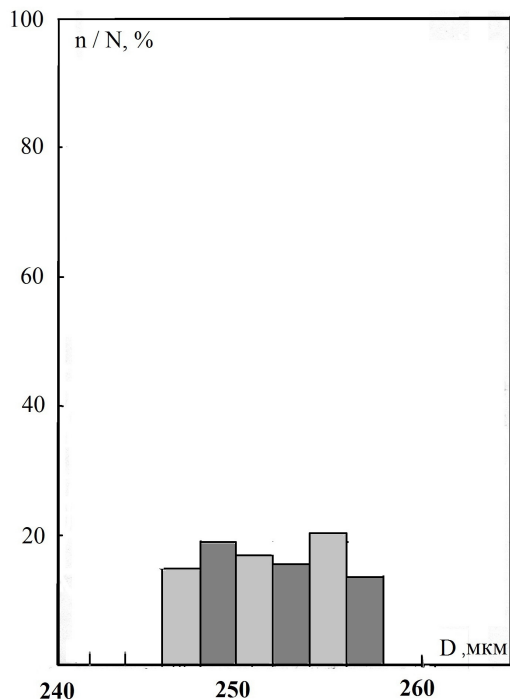


Рис. 3. Распределение по диаметру моно-дисперсных гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5d$.

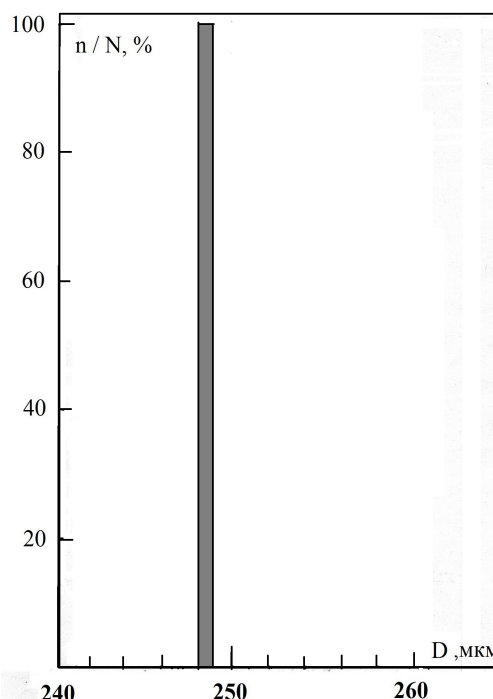


Рис.4. Локальное распределение по диаметру монодисперсных гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5 d$.

Частота возбуждающего сигнала в этом опыте была равна $f = 17$ кГц. При указанной частоте возбуждения струи количество образующихся за одну секунду монодисперсных гранул составляет 17000 шт. Для измерения были взяты гранулы из сборника гранул, в котором они накапливались в течение нескольких часов. Видно, что отклонение диаметров гранул от среднего значения не превышает 3%. Плотность вероятности значений диаметра гранул в диапазоне разброса примерно одинаковая. Это объясняется условиями технологического процесса. Контроль диаметров гранул при работе гранулятора производится через определенные промежутки времени. В случае его отклонения от заданного значения на величину 2-3 % корректируются режимные параметры гранулятора (скорость струи или частота возбуждения) после чего значение диаметра гранул случайным образом устанавливается в диапазоне разброса.

На рис. 4 показаны результаты измерения локального распределения по размерам монодисперсных гранул NiCu_2 , полученных в том же режиме гранулирования. Отличие состоит лишь в том, что отбор образца гранул для измерений проводился кратковременно в течение 1-2 секунд при помощи зонда, находящегося в нижней части теплообменной камеры. Видно, что разброс по диаметру у гранул не превышает разрешающей способности микроскопа, т.е. менее 1 мкм (отклонение от локального среднего значения не более 0,2%). Дефект сферичности формы у гранул обнаружить не удалось. Для детального исследования локальных геометрических характеристик монодисперсных гранул необходимо использовать более чувствительные методы измерения.

На рис. 5 показаны результаты измерения распределения по размерам гранул $95\text{Pb}5\text{Sb}$, полученных в режиме гранулирования с каплями "спутниками".

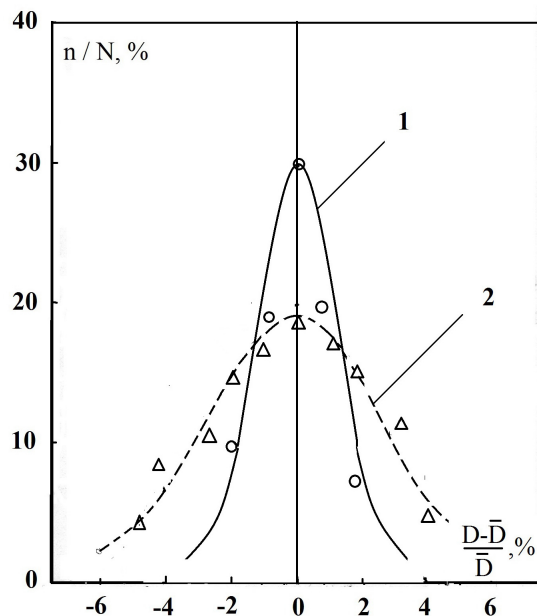


Рис.5. Распределение по диаметру гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda > 4,5d$: 1 – основная фракция со средним диаметром 155 мкм; 2 – дополнительная фракция со средним диаметром 40 мкм.

Наряду с образованием основных капель, в этом случае, при обрыве перемычки между ними возникают капли "спутники". Диаметр этих капель может быть в несколько раз меньше, чем у основных. Видно, что гранулы мелкой фракции, полученные при кристаллизации капель "спутников" и основные гранулы обладают высоким уровнем монодисперсности. Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о возможности расширения рабочего диапазона технологии гранулирования ВКРС в мелкодисперсной области и эффективности ее использования при прецизионном гранулировании.

Литература

1. Рэлей Д. Теория звука. М.: Гостехиздат, 1955.
2. Способ получения монодисперсных сферических гранул. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников. Патент РФ 2015117107, 2016.
3. Получение монодисперсных сферических гранул из различных металлов. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, О.А. Мезенцев В.П. Огородников, В.А. Рыжков. *Металлург*, № 7, 2011, с. 70-75.

Задача имитации солнечного излучения при проведении тепловакуумных испытаний с крупногабаритными имитаторами Солнца и способы её решения

С.Б. Нестеров, А.А. Филатов

*Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А.Векинского
anthonyfilatov@gmail.com*

Рассматриваются вопросы повышения точности воспроизведения действующих факторов космического пространства в крупногабаритных стендах ТВИ с имитаторами солнца. Обсуждается способ оптимальных взаимных компоновок вакуумной камеры и имитатора солнца. Рассмотрение ведется на основе метода трассировки лучей для моделирования эффектов лучевого теплопереноса. Моделирование 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.

Solar emission simulation by thermo vacuum tests with large solar simulators. S.B.Nesterov, A.A. Filatov. *The issues of increasing the accuracy of reproduction of the acting space factors in the large TVT (thermo vacuum tests) stands with solar simulators are considered. The method of optimal mutual arrangements of a vacuum chamber and a the sun simulator is discussed. The analysis is based on the ray tracing method for modeling the effects of beam heat transfer. Modeling is based on the possibility of importing a 3D model of a vacuum installation and a simplified 3D model of the spacecraft under test into a beam model. Taking into account the optical properties of the surfaces of the vacuum installation and spacecraft (absorption, scattering, mirror reflection) makes it possible to simulate radiant flows on the surfaces of interest with good accuracy. This approach allows to optimize TVT implementation from the point of view of the spacecraft location within the vacuum installations, test modes and requirements to the accuracy of the space factors reproduction.*

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/м²;
- 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%.

Точность воспроизведения перечисленных факторов не является постоянной величиной для имитаторов солнечного излучения. В каждом конкретном случае она зависит от конструктивных решений, особенностей совместной компоновки ИСИ и вакуумной камеры, используемых компонентов. Однако, применительно к проектируемым стендам ТВИ, можно сформули-

ровать ряд рекомендаций, направленных на повышение точности имитации облучения космического аппарата Солнцем.

Точность воспроизведения таких факторов, как уровень энергетической освещенности и ее неравномерность обеспечивается рациональным построением светооптической схемы имитатора, корректным выбором источников излучения и их количества. Более сложными с точки зрения точности воспроизведения являются такие параметры как угол непараллельности и спектр излучения.

Так, говоря о непараллельности светового пучка в ИСИ, следует отметить следующие моменты. 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 вычисляются угловые и линейные распределения энергетической освещенности, а также суммарный лучистый поток.

Точность воспроизведения спектра излучения, в первую очередь, определяется соответствием спектра короткодуговой ксеноновой лампы внеатмосферному спектру Солнца. За эталонный спектр принимается спектр внеатмосферного солнца, приведенный в стандарте E490 [1]. При сравнении эталонного спектра со спектром излучения ксеноновой лампы, было выявлено, что при идентичности спектров в целом, в области длин волн от 800 до 1000 нм мощность излучения ксеноновой лампы в 2,5 – 3 раза превышает мощность излучения солнца.

Таблица 1. Сравнение доли излучения имитатора солнца и внеатмосферного солнца на различных участках спектра в процентах от общей мощности.

Диапазон	Длины волн (нм)	ASTM E490 (%)	Имитатор (%)	Расхождение (%)
УФ-С	200-280	0,49	0,97	0,48
УФ-В	280-320	1,46	0,98	0,48
УФ-А	320-400	5,79	6,58	0,79
Видимый	400-450	6,34	4,96	1,38
	450-500	7,28	6,61	0,67
	500-550	6,86	6,81	0,05
	550-600	6,69	7,41	0,72
	600-650	6,32	7,08	0,76
	650-700	5,27	7,07	1,80
ИК	700-800	9,30	9,45	0,15
	800-900	7,51	4,08	3,43
	900-1000	6,08	8,80	2,72
	1000-1100	4,86	7,88	3,02
	1100-1500	12,48	10,31	2,17
	1500-2000	7,08	8,66	1,58
	2000-2500	2,85	2,34	0,51

Регистрация спектра ксеноновой лампы и спектра имитатора солнечного излучения в диапазоне длин волн от 400 до 2500 нм производилась системой из двух монохроматоров МДР-206. Первый монохроматор оснащался дифракционной решеткой 1200 лин./мм и кремниевым

фотоприемником для регистрации длин волн короче 1100 нм, а второй монохроматор решеткой 300 лин./мм и германиевым фотоприемником для регистрации длин волн длиннее 1100 нм.

Регистрация ультрафиолетового излучения производилась комбинированным УФ-радиометром ТКА ПКМ-12. Спектры ксеноновой лампы и скорректированный спектр имитатора в сравнении с эталонным спектром приведены на рисунке, доля мощности излучения на разных участках спектра приведена в таблице 1.

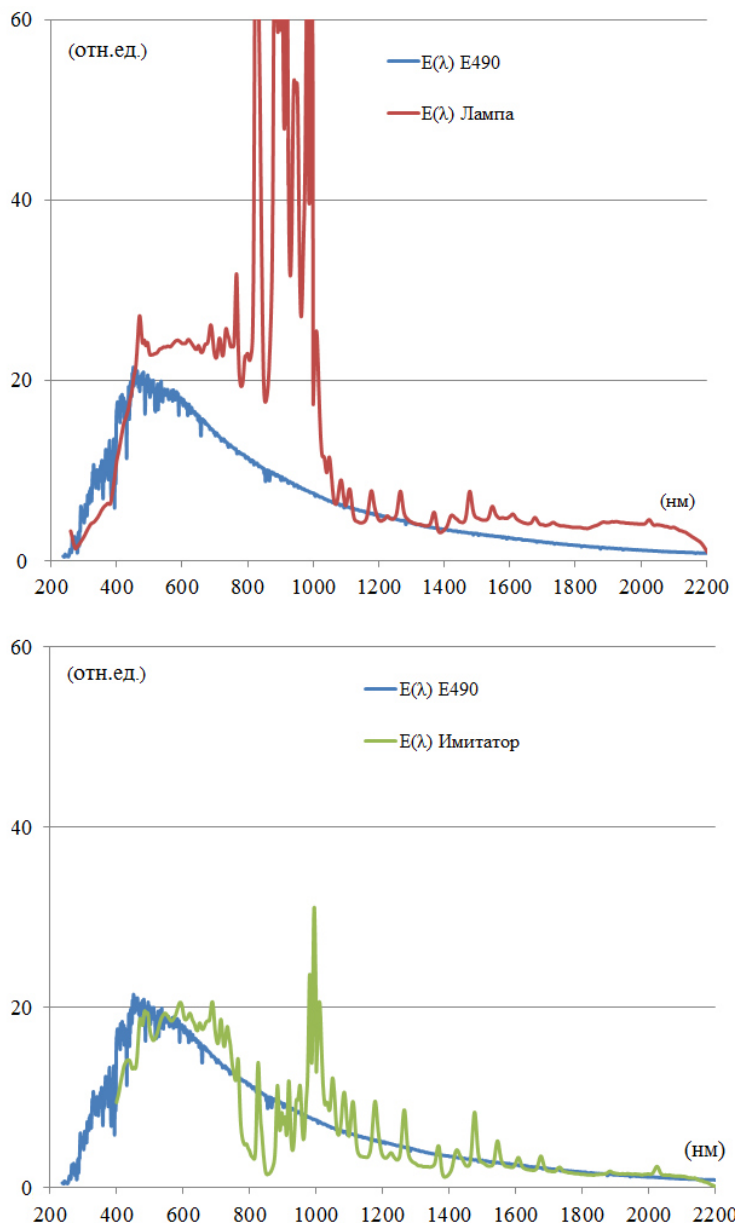


Рис. 1. Спектр ксеноновой лампы в сравнении со спектром внеатмосферного солнца (сверху) и спектр имитатора в сравнении со спектром внеатмосферного солнца (снизу).

Весомым основанием для точного воспроизведения факторов облучения является корректная постановка задачи, как имитируется облучение объекта испытаний при проведении наземных испытаний. Для этого на этапе эскизного и технического проектов имеет смысл создать лучевую модель будущего имитатора и в процессе моделирования установить достижимую расчетную точность облучения КА. Кроме того, создав модель, имитирующую реальное Солнце, можно на стадии моделирования установить степень соответствия облучения КА в ИСИ облучению реальным Солнцем при заданных положениях КА на орбите.

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, криоэкранов, элементов поворотных механизмов и задание на них оптических свойств – спектральных коэффициентов зеркального/диффузного рассеяния и поглощения, учет рассеяного света на зеркальных покрытиях).

Следующим шагом объединения лучевой и тепловой моделей может быть отладка интерфейса передачи данных из лучевой модели (например, из ZEMAX® или LightTools®) о величинах и распределениях теплопотоков, 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

Использование современных короткодуговых ламп вместе с рациональным построением светооптической схемы имитатора солнца позволяет с высокой точностью воспроизводить облучение КА. В дополнение к этому, программные средства для расчета хода лучей позволяют на стадии проектирования создавать точные расчетные модели, позволяющие установить степень соответствия облучения КА в планируемом тепло-вакуумном эксперименте его реальному облучению на орбите. Кроме того, такие модели позволяют более точно смоделировать величины радиационных теплопотоков к криогенным панелям, что, в свою очередь, позволяет более точно сформулировать требования к криогенной системе.

Литература

1. Standard Solar Constant and Zero Air Mass Solar Spectral Irradiance Tables, ASTM standard, Designation E 490 - 00a.

СЕКЦИЯ 5 ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ

Аэродинамическое сопротивление движению скоростного поезда в вакуумной трубе

С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, Р.О. Кондратенко
Москва. Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика
С.А.Векшинского.
E-mail: holopkinai@mail.ru

В работе проведена теоретическая оценка аэродинамического сопротивления движению скоростного поезда при разгоне в широком диапазоне давлений в вакуумной трубе. Найдены распределения скорости и давления воздуха вдоль трубы в зависимости от времени. Рассчитана величина времени, при котором происходит образование слабой ударной волны. Показано, что рассчитанная мощность поезда превышает мощность, найденную по оценочным формулам Ньютона.

Aerodynamic Resistance to Movement of a High-Speed Train in a Vacuum pipe. S.B. Nesterov, A.I. Holopkin, R.O. Kondratenko. The paper presents a theoretical evaluation of the aerodynamic resistance to movement of high-speed train during acceleration in a wide range of pressures in the vacuum tube. The distributions of air velocity and pressure along the pipe depending on time and the time necessary for the formation of weak shock wave were calculated. It was shown that the calculated power of the train was higher than the power estimated by the formula of Newton.

Движение поезда в трубе можно представить, как движение поршня создающее простую волну в политропном газе [1]. Политропный газ характеризуется соотношением $p \cdot V^\gamma = \text{const}$, где p – давление, V – объем, $\gamma = C_p/C_v$ – отношение теплоемкостей при постоянном давлении и постоянном объеме соответственно. Для двухатомного газа (воздуха) $\gamma = 7/5$. Возможность применение формул, характеризующих движение газа перед поршнем и за поршнем, связано с тем, что длина свободного пробега молекул газа в рассматриваемом диапазоне давлений $10^5 - 10^{-1}$ Па гораздо меньше диаметра трубы.

Пусть поршень в момент $t = 0$ начинает двигаться с ускорением по закону $x = X(t)$:

$$X(t) = U_p \cdot \left[t - \tau_p \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_p}} \right) \right] \quad (1)$$

где U_p – установившаяся скорость поршня, а τ_p – постоянная времени.

В этом случае скорость движения поршня равна $v(t) = dX(t)/dt$:

$$v(t) = \frac{d}{dt} X(t) = U_p \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_p}} \right) \quad (2)$$

Если в (1) и (2) рассматривать как параметр τ , то для движения газа справедлива следующая формула [1]:

$$x(t) = X(\tau) + (t - \tau) \cdot \left[c_0 + \frac{(\gamma + 1)}{2} \cdot \frac{d}{dt} X(\tau) \right] \quad (3)$$

где c_0 – скорость звука в покоящемся газе.

Находя из (2) зависимость $\tau(v)$ и подставляя его в (1) и (3), получаем следующее выражение для распространения простой волны в газе:

$$x(t, v) = t \cdot \left[c_0 + \frac{(\gamma + 1)}{2} \cdot v \right] - \tau_p \cdot v - \tau_p \cdot \ln \left(\frac{U_p}{U_p - v} \right) \cdot \left[-U_p + c_0 + \frac{(\gamma + 1)}{2} \cdot v \right] \quad (4)$$

Для политропного газа зависимости давления и плотности газа от скорости в простой волне определяются формулами (5) и (6) соответственно:

$$P(v) = P_0 \cdot \left[1 \pm \frac{\gamma-1}{2} \cdot \frac{v}{c_0} \right]^{\frac{2\gamma}{\gamma-1}}, \quad (5)$$

$$\rho(v) = \rho_0 \cdot \left[1 \pm \frac{\gamma-1}{2} \cdot \frac{v}{c_0} \right]^{\frac{2}{\gamma-1}}, \quad (6)$$

где P_0 и ρ_0 – давление и плотность газа в покое, знак плюс соответствует распространению волны перед поршнем, а знак минус соответствует распространению волны за поршнем.

В качестве примера приведен расчет зависимости скорости газа от расстояния $x(v,t)$, или что тоже самое $x(v,t)$, для заданной скорости поезда (поршня) $U_p = 200$ м/с (720 км/час), $\tau_p = 100$ с, $\gamma = 1,4$ и $c_0 = 340$ м/с. Значение τ_p выбрано таким образом, чтобы ускорение поезда, то есть перегрузка действующая на пассажиров, не превышала допустимой величины $2 \cdot g$, где g – ускорение силы тяжести.

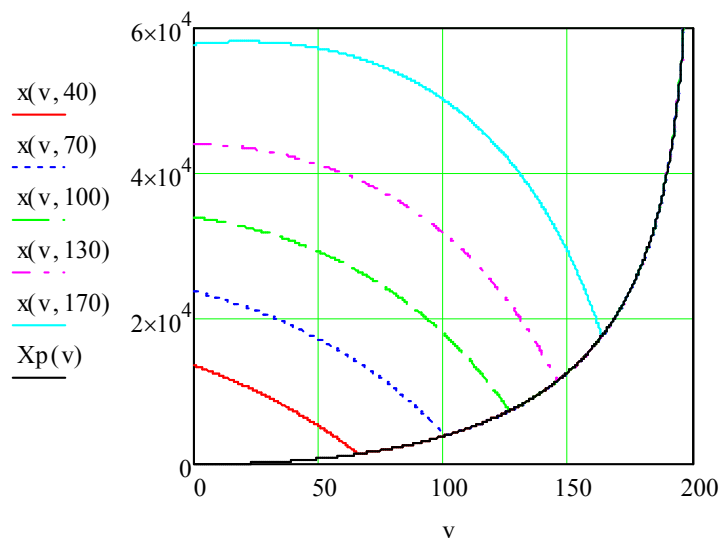


Рис. 1. Распределение скорости газа от расстояния $x(v,t)$ в моменты времени 40, 70, 100, 130 и 170 с, расстояние выражено в м, а скорость в единицах м/с.

Нижняя кривая $X_p(v)$ определяет положение поршня. Из рис. 1 следует, что выше кривых $x(v,t)$ газ покоится. Со временем волна распространяется вверх. Скорость газа, примыкающего к поршню, равна скорости поршня. Так как давление (5) и плотность газа (6) в волне выше давления и плотности в покое, то и скорость звука в волне больше скорости звука в покое. Поэтому частицы газа со временем догоняют предшествующие частицы газа, что приводит к опрокидыванию фронта волны (верхняя кривая $x(0,40)$) и возникновению слабой ударной волны. Время опрокидывания волны T_{sw} находится из уравнения $dx(v,t)/dv = 0$ в точке $v = 0$:

$$T_{sw} = \frac{2 \cdot c_0 \cdot \tau_p}{(1 + \gamma) \cdot U_p} \quad (7)$$

В рассматриваемом примере время появления слабой ударной волны $T_{sw} = 141,7$ с.

Сила тормозящая движение поезда в зависимости от скорости равна разности давлений перед поездом и за поездом (5):

$$P(v, P_0) = P_0 \cdot \left[\left[1 + \frac{(\gamma-1)}{2} \cdot \frac{v}{c_0} \right]^{\frac{2}{\gamma-1}} - \left[1 - \frac{(\gamma-1)}{2} \cdot \frac{v}{c_0} \right]^{\frac{2}{\gamma-1}} \right] \quad (8)$$

В настоящее время при оценках силы сопротивления воздуха при движении тел с различной геометрией применяется формула Ньютона, которая пропорциональна давлению P_0 :

$$P_n(v, P_0) = K \cdot \frac{P_0}{\rho_{air}} \cdot v^2 \quad (9)$$

где $K = 2$ – коэффициент формы тела (максимально возможный для плоской пластины, расположенной перпендикулярно потоку воздуха), $\rho_{air} = 1,2 \text{ кг/м}^3$ плотность воздуха при давлении $P_{o1} = 10^5 \text{ Па}$.

Поскольку эти функции пропорциональны P_o , то для сравнения величин давления достаточно рассмотреть функции $\eta P(v) = P(v, P_o) / P_o$ и $\eta P_n(v) = P_n(v, P_o) / P_o$. На рис. 2 представлены зависимости $\eta P(v)$ и $\eta P_n(v)$ справедливых для любых значений давления покоящегося газа.

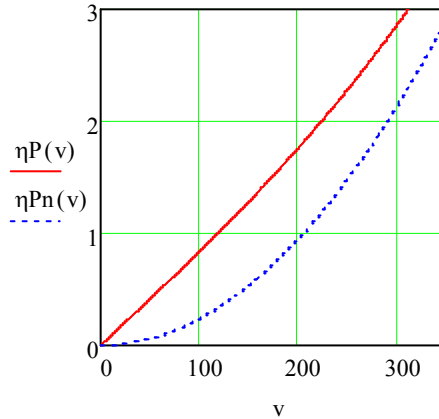


Рис. 2. Зависимости давления на поршень $P(v, P_o)$ и $P_n(v, P_o)$.

Вычисленное давление воздуха на поршень превышает давление воздуха на поршень найденной по формуле Ньютона.

Мощность $W(v, P_o)$ необходимая для преодоления поездом аэродинамического сопротивления равна произведению давления воздуха на скорость поезда:

$$W(v, P_o) = \frac{\pi}{4} \cdot D^2 \cdot P_o \cdot \eta P(v) \cdot v, \quad (10)$$

а для мощности $W_n(v, P_o)$ при использовании формулы Ньютона справедливо следующее выражение:

$$W_n(v, P_o) = \frac{\pi}{4} \cdot D^2 \cdot P_o \cdot \eta P_n(v) \cdot v, \quad (11)$$

где D – диаметр вакуумной трубы.

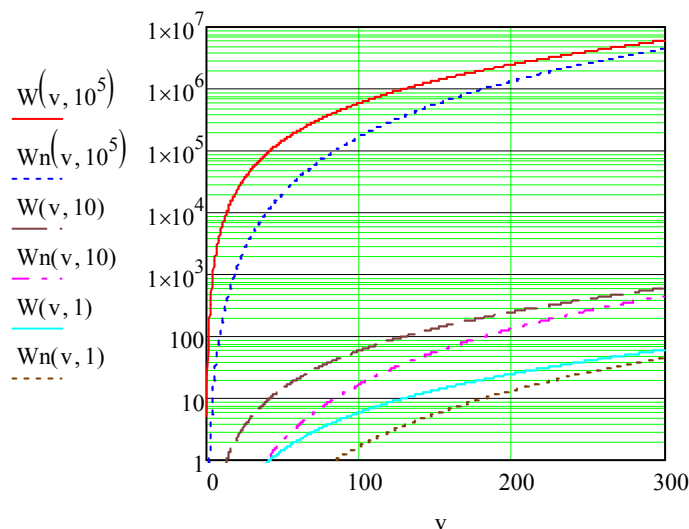


Рис. 3. Зависимости $W(v, P_o)$ и $W_n(v, P_o)$ в Вт от скорости v в м/с при давлении покоящегося воздуха в трубе 10^5 , 10 и 1 Па для трубы диаметром $D = 3 \text{ м}$.

На рис. 3 представлены зависимости мощности $W(v, P_o)$ и $W_n(v, P_o)$ от скорости и давления воздуха в трубе диаметром 3 м.

Вычисленная мощность $W(v, P_o)$ превышает мощность $W_n(v, P_o)$ найденную с использованием формулы Ньютона.

Для заданной скорости поезда 300 м/с (1000 км/час) мощность необходимая для преодоления поездом аэродинамического сопротивления равна 80 Вт при давлении 1 Па, 800 Вт при давлении 10 Па и $8 \cdot 10^6$ Вт при давлении 10^5 Па. Последняя величина сравнима с мощностью двигателей реактивного пассажирского авиалайнера.

Найденные формулы справедливы на временном промежутке от нуля до момента образования слабой ударной волны $(7)T_{sw} = 141,7$ с при ускорении поезда меньше $2 \cdot g$.

В дальнейшем будут проведены вычисления мощности поезда необходимой для преодоления аэродинамического сопротивления воздуха в зависимости от скорости поезда после образования и распада слабой ударной волны.

Литература

1. Ландау Л.Д, Лифшиц Е.М. Теоретическая физика: том VI, Гидродинамика, 5-е издание, М.: ФИЗМАТЛИТ, 2001, Гл. X, стр. 530.

Международные транспортные коридоры как основа для грузовой версии вакуумно-левитационной транспортной системы

*Р.О. Кондратенко, *С.В. Семенов, С.Б. Нестеров, А.И. Холопкин, **Е.Н. Капустин
Москва, РНТВО им. академика С.А. Векшинского
* Балашиха, ООО "Криомаш-БЗКМ", Проспект Ленина, владение 65, стр.1
*** Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58*

В статье приводится обоснование начальных технико-технологических требований к грузовой версии вакуумно-левитационной транспортной системы (ГВЛТС) на основе рассмотрения габаритных размеров грузовой капсулы и вакуумного трубопровода, скорости грузовой капсулы, характеристик вакуумной среды и энергетических затрат на ее создание. Приводится строительная ячейка магистрали ГВЛТС и способы организации. Приводится пример функционирования ГВЛТС с одним вакуумным трубопроводом.

International transportation corridors as the basis of the cargo version of the vacuum levitation transportation system. R.O. Kondratenko, S.V. Semyonov, S.B. Nesterov; A.I. Holopkin, E.N. Kapustin. The basic technological requirements for the cargo version of the vacuum levitation transportation system (VLTS) are viewed. These requirements are based on overall dimensions of the cargo capsule and vacuum tube, on the cargo capsule rate, on the features of the vacuum environment and energy costs. An example of this system operating with a single vacuum tube is given.

В истории перевозок грузов можно выделить несколько революционных этапов развития:

- изобретение человеком лыж и колеса (процесс перевозки стал намного проще);
- человек приручил животных (процесс перевозки перестал изнурять организм человека);
- изобретение различных транспортных средств (время процесса перевозки уменьшилось в несколько раз, перевозка любого количества на любые расстояния);
- появление логистики, составление сборных маршрутов (оптимизация затрат на перевозку).

Исходя из этого, можно сделать вывод – новый вид перевозки грузов должен быть малообслуживаемым, энергоэффективным, быстрым, а также иметь высокую **провозную способность** (способность какого-либо вида транспорта перевезти определенное количество грузов по одной полосе движения в единицу времени) и высокую пропускную способность (максимальное количество грузовых капсул, которые может пропустить данная линия (участок) за единицу времени при определенной технической оснащенности).

Предлагаемая вакуумно-левитационная транспортная система для перевозки грузов является разновидностью наземного рельсового транспорта. Основным отличием от железнодоро-

рожного транспорта и высокоскоростного транспорта является большая номинальная скорость движения, а, следовательно, и меньшее время пребывания в пути.

Принципиальным отличием ГВЛТС является отсутствие трения в паре колесо-рельс (используется система левитации), а также существенное снижение лобового сопротивления при движении грузовой капсулы (используется вакуумный трубопровод с разреженным воздухом).

Преимуществом ГВЛТС является ускорение перевозок, при одновременном их удешевлении, а также экологичность, энергоэффективность, малообслуживаемость.

Используемый ГВЛТС принцип магнитной левитации предполагает наличие магнитного полотна в конструкции пути и грузовой капсулы, а также применение электроэнергии в качестве энергоносителя для обеспечения тяги.

Разреженная среда, необходимая для снижения лобового сопротивления грузовой капсулы вакуумно-левитационной транспортной системы требует создания специального вакуумного трубопровода - герметичной оболочки вокруг пути на всем протяжении маршрута.

1. Скорость, ускорение, пропускная и провозная способность ГВЛТС.

Оптимальное ускорение и рабочая скорость грузовой капсулы ГВЛТС подбирается с учетом экономических требований к провозной способности системы, а также требований к перевозке груза, энергопотребления и пропускной способности.

Если для грузовой капсулы принять высокое ускорение, например, реализуемое реактивным самолетом ($a=1,7 \text{ м/с}^2$), то для разгона левитационной капсулы в вакуумной среде до 1000 км/ч потребуется расстояние в 23 км и 163 секунд. Если принять ускорение поезда ($a=1 \text{ м/с}^2$), то для разгона потребуется расстояние в 38,6 км и 276 секунд. Как видно, разница при дальних перевозках не большая, поэтому груз можно разгонять плавно.

Таблица 1. Транспортировка груза на расстояние 1000 км с помощью ГВЛТС

Общее расстояние, км	1000
Ускорение при разгоне, м/с^2	1
Максимальная скорость, км/ч	1000
Время груза в пути, мин/ч	65,2/1,01
Путь разгона, торможения (принимается равным), км	38,6
Время разгона, торможения (принимается равным), мин	4,6

Чтобы определить оптимальную рабочую скорость транспортировки грузов по ГВЛТС надо определить результирующую пропускную способность всех элементов системы. Она равна наименьшей пропускной способности одного из элементов системы: перегона, погрузочно-разгрузочного пункта, поста с подъездными путями, площадками для маневрирования, складскими помещениями.

При этом бесполезно повышать скорость на перегоне, если пропускная способность перегона выше, чем все остальные пропускные способности системы. В этом случае грузовые капсулы после перегона будут скапливаться в погрузочно-разгрузочном пункте или в poste с подъездными путями или на площадках маневрирования или сам груз будет скапливаться у входа в складское помещение.

Таким образом, только в случае полной автоматизации всех погрузочно-разгрузочных пунктов, постов, маневровых площадок и складов ГВЛТС, когда их пропускная способность будет выше пропускной способности самого перегона между пунктом А и В, можно будет в полной мере реализовать скоростные характеристики данной системы.

Рассмотрим пропускную способность перегона. Она тесно связана со скоростью сообщения. При росте скорости V растет и путь торможения L грузовой капсулы. Поэтому возрастает и безопасное расстояние между капсулами с минимального L_{\min} до предельного значения L_{\max} (рис.1).

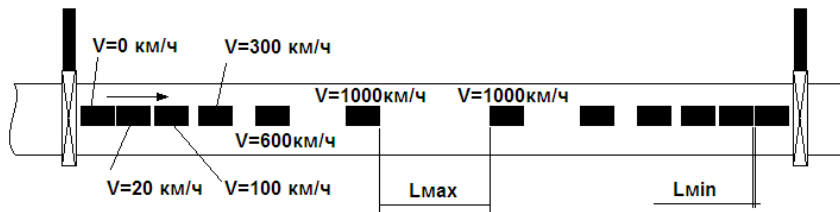


Рис. 1. Перегон отдельных грузовых капсул.

В результате при росте скоростей движения уменьшается частота следования грузовых капсул $v=V/L$. Вместе с этим сокращается пропускная способность погрузочно-разгрузочного пункта и провозная способность ГВЛТС. Выход здесь есть – пускать грузовые капсулы в сцепке по несколько штук.

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 ГВЛТС, имеющие существенные различия:

- **Дозвуковая грузовая ГВЛТС** (до 1000 км/ч). Требуется меньших вложений, рабочая скорость будет сопоставима со скоростью гражданской авиации (800-900 км/ч).
- **Сверхзвуковая ГВЛТС** (>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 ГВЛТС

Габариты ГВЛТС могут отличаться в зависимости от ниши его использования:

- перевозки малогабаритных почтовых отправлений весом до 10 кг и размером посылки 530x360x220 мм; (диаметр ГВЛТС от 0,5 до 1,5 м, ускорение от 1 до 1,7 м/с²);
- перевозки среднегабаритных грузов, в грузовую капсулу должны помещаться стандартные поддоны, размер груза 1200x800x1000 (диаметр ГВЛТС от 1,5 до 3 м, ускорение 1 м/с²);
- перевозки крупногабаритных грузов, в том числе насыпных (диаметр от 3 до 4,5 м, ускорение 1 м/с²).

Процесс выбора оптимального давления в трубопроводе для ГВЛТС 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 статьи рассмотрели все процессы и физические явления, которые могут произойти в вакуумном трубопроводе [1]. Отбросив сложные случаи, был получен следующий вывод:

1. Давление в системе должно быть $P < 100$ Па (согласно п.5 Табл.1);
2. Давление в системе должно быть $P > 10$ Па (согласно п.3,4 Табл.1).

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 наилучшим давлением с точки зрения возникновения пробоев является давление 100 – 1000 Па.

Возможно, что давление в этом диапазоне будет варьироваться для разных ниш применения ГВЛТС и для разных режимов работы. Это может быть обоснованным решением с экономической точки зрения.

Если в таком диапазоне давлений лобовое сопротивление грузовой капсулы в вакуумном трубопроводе все же не удастся снизить до энергетически выгодного значения, то необходимо увеличивать зазор δ между грузовой капсулой и трубопроводом путем уменьшения сечения капсулы или увеличения сечения трубопровода.

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, единственным приемлемым способом являются тщательные исследования и испытания всех систем в специальных установках, моделирующих воздействия, процессы и явления в вакуумной среде.

Поскольку ГВЛТС большого диаметра длиной в тысячи километров будет очень затратной и тяжелой в исполнении, далее будем рассматривать первую нишу - перевозка малогабаритных почтовых отправок весом до 10 кг и размером посылки 530x360x220 мм; (диаметр ГВЛТС от 0,5 до 1,5 м, ускорение от 1 до 1,7 м/с²).

Также в будущих публикациях будет рассмотрена малогабаритная конвейерная автоматизированная система для транспортировки насыпных грузов (например, зерновых).

Приведем первичные данные по энергозатратам на создание и поддержание вакуума в малогабаритной ГВЛТС с указанием необходимого количества насосов. Рабочее давление в вакуумной камере 10 Па, в качестве первичного насоса был взят LEYVAC LV 250 с быстротой действия 250 м³/ч и предельным давлением 1 Па.

Таблица 2. Энергозатраты на создание и поддержание вакуума

Диаметр трубопровода, м	Время откачки t, 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	Быстрота действия насоса, м ³ /ч	Энергозатраты создания вакуума в 10 Па на 1000 км пути, кВт·ч (за сутки, двое, трое)	Энергозатраты поддержания вакуума в 10 Па на 1000 км пути, кВт·ч (в сутки)
0,5	24	306	7,5	3,6	250	55 080	5000
0,5	48	153	7,5	3,6	250	55 080	5000
0,5	72	102	7,5	3,6	250	55 080	5000
1	24	1222	7,5	3,6	250	219 960	5000
1	48	612	7,5	3,6	250	220 320	5000
1	72	408	7,5	3,6	250	220 320	5000
1,5	24	2750	7,5	3,6	250	495 000	5000
1,5	48	1375	7,5	3,6	250	495 000	5000
1,5	72	917	7,5	3,6	250	495 180	5000

Как видно из Таблицы 2 вакуумный трубопровод диаметром 1 м и длиной 1000 км при откачке до 10 Па потребует разово 219 960 кВт·ч энергии за 24 часа откачки, а при достижении давления в 10 Па на его поддержание будет уходить около 5000 кВт·ч в сутки. Для сравнения можно заметить, средняя американская семья потребляет в сутки 30 кВт·ч электроэнергии. Т.е. на создание разрежения в вакуумном трубопроводе диаметром 1 м и длиной в 1000 км разово понадобится электроэнергия поселка с населением до 8000 чел., а на поддержание работы малогабаритной ГВЛТС потребуется в сутки столько электроэнергии, сколько потребляют 200 человек.

3. Строительная ячейка магистрали ГВЛТС

Приведем основные элементы конструкции строительной секции вакуумного трубопровода с расположенной внутри системой магнитного подвеса (рис.2).

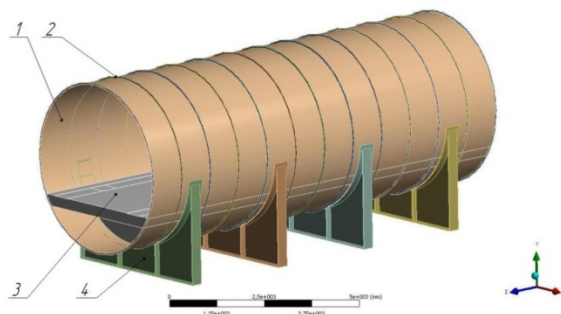


Рис.2. Общий вид секции вакуумного трубопровода.

1 – обечайка цилиндрическая; 2 – поперечные ребра жесткости; 3 – опора электромагнитного подвеса; 4 – опора обечайки 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. Сваи монтируются в грунт.

Один из возможных вариантов скомпонованной строительной ячейки магистрали вакуумно-левитационной транспортной системы представлен на рис. 3.

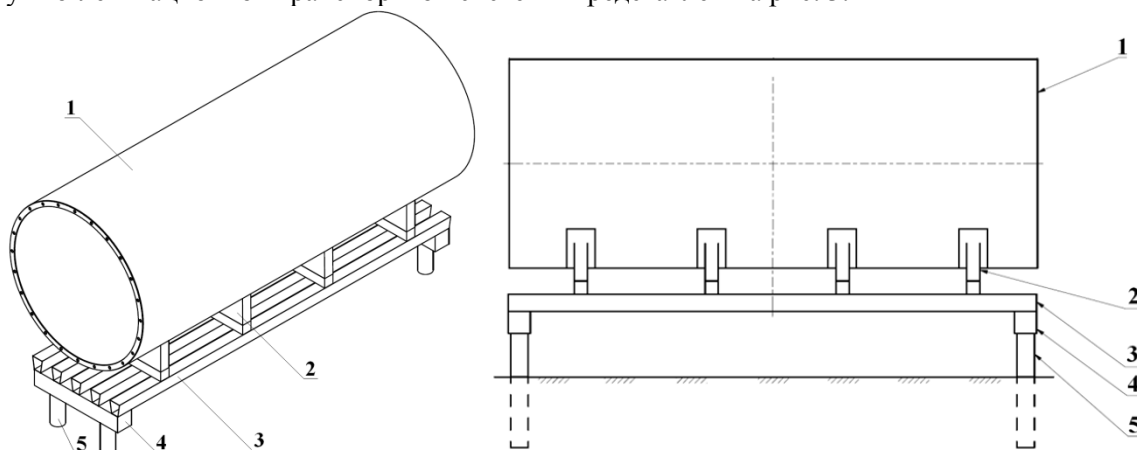


Рис.3. Способ компоновки основной строительной ячейки магистрали ГВЛТС.

1 – вакуумный трубопровод; 2 – опора вакуумного трубопровода; 3 – продольные балки либо ортотропная плита; 4 – ригель; 5 – сваи

4. Функционирование ГВЛТС

Одной из главных задач при построении ГВЛТС является экономия при строительных работах, безопасность, надежность и равенство пропускной способности перегона между пунктом А и Б и погрузочно-разгрузочным пунктом.

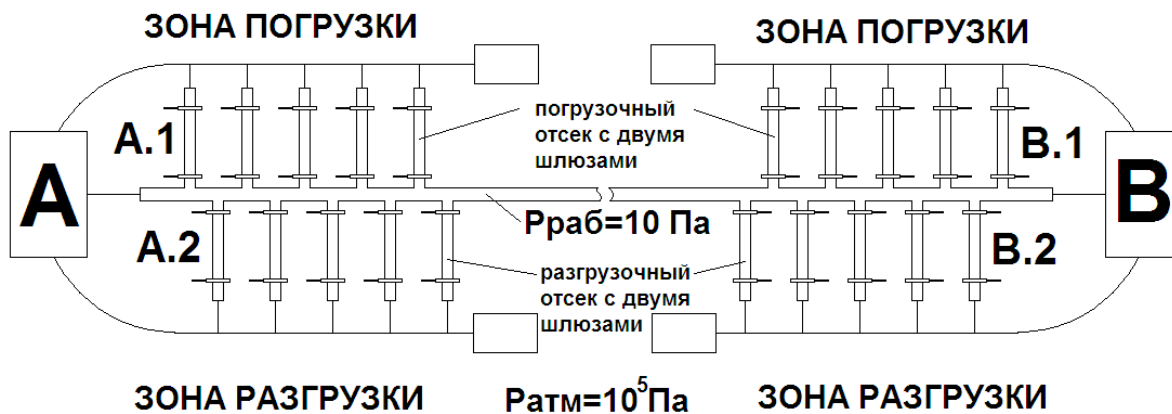


Рис.4. Схема транспортного коридора ГВЛТС.

Для первой тестовой линии возможно построить только один трубопровод, диаметром 0,5 м или меньше, который будет работать в циклическом режиме в обе стороны (Рис.4.). Минимальное количество погрузочно-разгрузочных отсеков – 4. Схема работы транспортного коридора следующая:

1. Погрузчики в пункте А открывают шлюз и отправляют подготовленные грузовые капсулы из предварительно откачанного погрузочного отсека А.1. в перегон А-В. Грузовые капсулы могут иметь сцепку между собой или могут поддерживать постоянное минимальное расстояние в автоматическом режиме. По приезду в пункт В состав из грузовых капсул может при необходимости быть расформирован и направлен в разные свободные разгрузочные отсеки В.2 ... В.1.
2. Пока грузовые капсулы из пункта А едут в пункт В, погрузчики в пункте В загружают новые грузовые капсулы в погрузочный отсек В.1., закрывают шлюз со стороны загрузки и откачивают его до рабочего давления, равного давлению в вакуумном трубопроводе перегона А-В (шлюз отсека В.1. со стороны перегона А-В закрыт).
3. В это же время шлюз в погрузочном отсеке А.1. закрывается и начинается процесс его разгерметизации до атмосферного давления с последующим открытием со стороны загрузки.
4. По прибытии в пункт В грузовых капсул из погрузочного отсека А.1. их направляют в свободный разгрузочный отсек В.2. с предварительно открытым шлюзом со стороны перегона А-В.
5. Шлюз отсека В.2. перекрывает доступ к перегону А-В и начинается процесс разгерметизации до атмосферного давления с последующим открытием шлюза со стороны разгрузки.
6. Во время закрытия разгрузочного отсека В.2., открывается погрузочный отсек В.1. Его грузовые капсулы направляются в перегон А-В по направлению к свободному разгрузочному отсеку А.2. В разгрузочном отсеке А.2. открывается шлюз со стороны перегона А-В.
7. В это время в погрузочный отсек А.1 загружаются новые грузовые капсулы, после чего шлюз со стороны загрузки закрывается и начинается процесс откачки до рабочего давления перегона А-В.
8. Грузовые капсулы с погрузочного отсека В.1 приезжают в разгрузочный отсек А.2.
9. Шлюз разгрузочного отсека А.2. закрывается со стороны перегона А-В, начинается процесс разгерметизации до атмосферного давления. После открывается шлюз со стороны разгрузки.
10. Далее по п.1.

5. Существующие и строящиеся перспективные транспортные коридоры, рядом с которыми может устанавливаться малогабаритная ГВЛТС

5.1. Международный транспортный коридор «Север — Юг»

МТК "Север – Юг" (Рис.4). в своей южной части предполагает несколько маршрутов следования грузов с использованием железнодорожного транспорта [2]:

- Транскаспийский маршрут – с использованием российских морских портов Астрахань, Оля, Махачкала и портов Ирана – Бендер-Энзели, Ноушехр и Бендер-Амирабад;
- Западная ветвь коридора – прямое железнодорожное сообщение через пограничные переходы Самур (Россия) – Ялама (Азербайджан), с дальнейшим выходом на железнодорожную сеть Ирана через пограничный переход Астара (Азербайджан) – Астара (Иран);
- Восточная ветвь коридора – прямое железнодорожное сообщение через Казахстан, Узбекистан и Туркменистан с выходом на железнодорожную сеть Ирана через пограничные переходы Серахс (Туркменистан) – Серахс (Иран) и Акьяла (Туркменистан) – Инче Бурун (Иран).

В настоящее время указанными маршрутами следуют, главным образом, экспортные грузы России назначением в Азербайджан и Иран.



Рис.5. Транспортный коридор «Север — Юг».

5.2. Новый шелковый путь и другие международные транспортные коридоры из Китая в Европу, включая те, что идут через Россию по БАМу и ТРАНССИБУ

Интересы Китая в продвигаемой им масштабной стратегии «Нового шёлкового пути» крайне многообразны. Новые транспортные коридоры должны сократить сроки перевозки грузов из Китая в Европу с нынешних 45—60 сут. морским путём до 10—13 сут. сухопутным путём. Это позволит существенно оптимизировать поставки и удешевить многие китайские товары, укрепить положение Китая на европейских и азиатских рынках, а также занять новые рынки в Африке и на Ближнем Востоке.

Для России главный минус модернизации трансконтинентальной трассы через Казахстан состоит в том, что при этом снизится интерес перевозчиков к транссибирскому транзитному каналу, который уже сегодня теряет очки в соревновании с ней, страдая целым рядом застарелых пороков: наличие узких мест, малая грузовая скорость, завышенные тарифы и др. А далее подобное развитие событий отрицательно скажется на наших планах возрождения Сибири и Дальнего Востока [3].

Правда, в провинции Хэйлунцзян закончилось строительство [4] железнодорожных линий от Харбина к Транссибу и БАМу через Маньчжурию, Тунцзян и Суйфэньхэ (что, кстати, также подается как реализация концепции Шелкового пути) с расчетом на товарные потоки из различных провинций Китая.

Также Китай предлагает инвестировать в реконструкцию КПП "Забайкальск–Маньчжурия" [5]. Но принципиальное положение дел от этого не меняется.

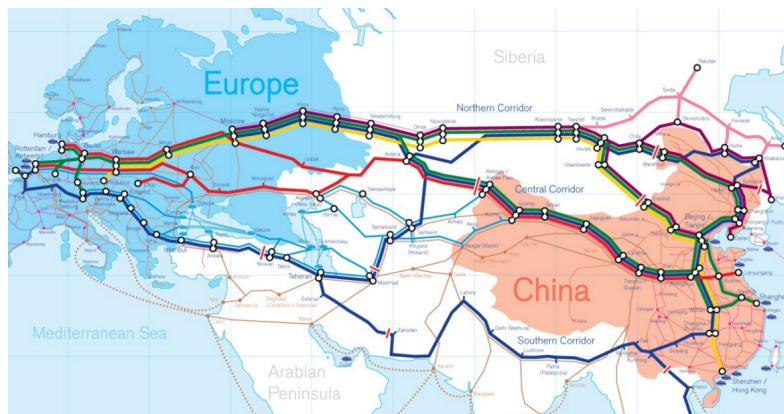


Рис.6. Транспортные коридоры из Китая в Европу.

6. Выводы

- Только в случае полной автоматизации всех погрузочно-разгрузочных пунктов, постов, маневровых площадок и складов ГВЛТС, когда их пропускная способность будет выше пропускной способности самого перегона между пунктами А и В, можно будет в полной мере реализовать скоростные характеристики данной системы.

- При росте скоростей движения уменьшается частота следования грузовых капсул $v=V/L$. Вместе с этим сокращается пропускная способность погрузочно-разгрузочного пункта и провозная способность ГВЛТС. Поэтому желательно запускать грузовые капсулы в сцепке по несколько штук.

- Можно выделить две ГВЛТС, имеющие существенные различия – дозвуковая и сверхзвуковая.

- Наиболее интересна для реализации малогабаритная ГВЛТС для перевозки международных почтовых отправок с Китая весом до 10 кг и размером посылки 530x360x220 мм; (диаметр ГВЛТС от 0,5 до 1,5 м, ускорение от 1 до 1,7 м/с²). В статье показано, что ее вакуумная часть является очень экономичной. Также в будущем следует рассмотреть малогабаритную конвейерную автоматизированную систему для транспортировки насыпных грузов (например, зерновых).

- Для первой тестовой линии возможно построить только один трубопровод, диаметром 0,5 м или меньше, который будет работать в циклическом режиме в обе стороны. Минимальное количество погрузочно-разгрузочных отсеков – 4 (вывод сделан на основе схемы транспортного коридора ГВЛТС и описания ее работы).

- По части возможных международных маршрутов для системы ГВЛТС следует обратить внимание на Международный транспортный коридор «Север — Юг» и Новый шелковый путь, в том числе и по северному направлению (БАМ, ТРАНССИБ). Т.е. соединять СЕВЕР-ЮГ, ЗАПАД-ВОСТОК.

Литература

1. Р.О. Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н. Белоконев, А.И. Холопкин. Перспективы и научные решения для создания вакуумно-левитационных транспортных систем // Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технологии и перспективы для железнодорожного транспорта – М. : ООО «РАС», 2017. с. 93 – 123
2. Международный транспортный коридор "Север-Юг". 2018. URL. http://cargo.rzd.ru/static/public/ru?STRUCTURE_ID=5130 (дата обращения 03.08.2018).
3. Россия на новом шелковом пути. 2015. URL. http://www.ng.ru/dipkurer/2015-03-16/9_silkroad.html (дата обращения 03.08.2018)
4. Китай запустил грузовой железнодорожный маршрут Харбин — Гамбург. 2015. URL. <https://www.rbc.ru/rbcfreenews/557ccdf49a79476298666da9> (дата обращения 01.08.2018)
5. Китай предлагает инвестировать в реконструкцию КПП "Забайкальск–Маньчжурия". 2017. URL. <https://ria.ru/economy/20170413/1492135490.html> (дата обращения 03.08.2018).

Высокоскоростные транспортные коридоры как один из механизмов реализации национальной идеи России

В.В.Филимонов, ¹Г.Г.Малинецкий, ¹В.С.Смолин, ²В.Г.Шавров, ²В.В.Коледов, ²С.В.Фонградовски, ³К.Л.Ковалёв, ³Р.И.Ильясов, ³В.Н.Полтавец, ⁴П.В.Куренков, ⁵П.В.Крюков, ⁵А.В.Алфимов, ⁵Д.А.Карпунин, ⁶Б.В.Дроздов, ⁷В.С.Кропошин, ⁷М.Ю.Семёнов, ⁷Н.А.Нижельский, ⁸В.А.Соломин, ²Д.А.Суслов, ⁸В.А.Богачёв, ⁹В.М.Фомин, ⁹Д.Г.Наливайченко, ¹⁰Т.В.Богачёв, ¹¹Ю.А.Терентьев
НПО «АСТ», ¹ИПМ им. М.В.Келдыша РАН, ²ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН,
³МАИ, ⁴МИИТ, ⁵Эксперт, ⁶НИИ ИАТ, ⁷МГТУ им. Н.Э.Баумана,
⁸РГУПС, ⁹ИТПМ им. С.А.Христиановича СО РАН, ¹⁰РГЭУ(РИНХ),
¹¹Независимый эксперт *E-mail: teren_y@mail.ru*

Показывается, что жизненно важные экономические и политические интересы современной России находятся в полном соответствии с глобальными потребностями евроазиатского материка в создании трансконтинентальных стратегических магистралей, позволяющих организовать расположенные здесь государства в качественно новую цивилизационную конструкцию. Оцениваются разносторонние преимущества интегральной транзитной транспортной системы (ИТТС) России. Обсуждаются общие технические, энергозатратные, логистические и экономические стороны проектов высокоскоростных наземных транспортных коридоров, создаваемых на базе вакуумных магнитолевитационных технологий. Описан экспериментальный макет миниатюрной трассы ВМЛТ на основе редкоземельных магнитов и керамики из высокотемпературного сверхпроводника.

High-speed transport corridors as one of the russian national ideas implementation mechanisms. V.V. Filimonov, G.G. Malineckij, V.S. Smolin, V.G. Shavrov, V.V. Koledov, S.V. Fongratovski, K.L. Kovalyov, R.I. Ilyasov, V.N. Poltavec, P.V. Kurenkov, P.V. Kryukov, A.V. Alfimov, D.A. Karpooshin, B.V. Drozdov, V.S. Kroposhin, M.Y. Semyonov, N.A. Nizhel'skij, V.A. Solomin, V.A. Bogachyov, V.M. Fomin, D.G. Nalivajchenko, T.V. Bogachyov, YuU.A. Terent'ev. The benefits of an integrated transit transport system (ITTS) in Russia are evaluated. They are created on the basis of vacuum magneto levitation transportation (VMLT), in comparison with the current traditional systems of passenger and freight transport. Perspective directions of developing an integrated approach are determined. Their aim is the translation of the Russian transport system to a qualitatively higher level.

«Мы готовы к настоящему прорыву. Мы обязаны сконцентрировать все ресурсы, собрать все силы в кулак, проявить волю для дерзновенного, результативного труда. Россия должна не только прочно закрепиться в пятёрке крупнейших экономик мира, но и к середине следующего десятилетия увеличить ВВП на душу населения в полтора раза... Предлагаю вернуть масштабную программу пространственного развития России, включая развитие городов и других населённых пунктов, и как минимум удвоить расходы на эти цели в предстоящие шесть лет... Для этого крайне необходима современная инфраструктура. Для развития городов и посёлков, роста деловой активности, обеспечения «связанности» страны нам нужно буквально «прошить» всю территорию России современными коммуникациями.

Нужно... использовать для этого новые технологии и решения, инфраструктурную ипотеку, контракты жизненного цикла. Получат развитие мощные евразийские транспортные артерии.»Из «Послания Президента России Федеральному собранию, Москва, 01.03.2018г. [1].

В рамках сформулированных Президентом России стратегических целей развития Страны, одной из первоочередных задач, стоящих перед Россией на данном историческом этапе, является прочное утверждение в сознание её граждан понимания сохранения целостности страны, в частности, жизненной необходимости незамедлительного и форсированного создания высокоскоростных наземных транспортных коридоров. Построенные на принципиально новых технических принципах, они позволят скрепить её территорию и в то же время придадут новый

импульс развития отдалённым от центра регионам. По причине исключительного географического положения страны принятие радикальных мер, обеспечивающих территориальный суверенитет как атрибут национальной идеи, в современной мировой экономической и политической ситуации становится необходимостью.

Российская Федерация (РФ) расположена на пересечении кратчайших торговых путей между странами Западной и Северной Европы, Ближнего Востока, Центральной Азии и Азиатской части Тихоокеанского региона, где формируется значительная доля международных товаротранспортных потоков. Именно РФ исторически предназначено стать оптимальным коммуникационным мостом между этими полюсами экономического и технологического развития [2]. Отсюда возникает необходимость максимально быстрой реализации её огромного транзитного транспортного потенциала (ТТП). Экономические и геополитические результаты реализации этого потенциала могут быть соизмеримы с сегодняшними выгодами от традиционного экспорта систем вооружений, запасов полезных ископаемых, углеводородных и сырьевых ресурсов [3]. Передовой уровень развития технических и технологических средств предоставляет соответствующие возможности. Самыми перспективными во всех отношениях здесь являются активно разрабатываемые в настоящее время технологии «ИТТС» или «Интегральной Транзитной Транспортной Системы» на базе «ВМЛТ» то есть «Вакуумного Магнито-Левитационного Транспорта» [4-10.]

Речь идёт не о лоббировании корпоративных интересов транспортных ведомств и компаний, а о стимулировании всех рыночных процессов, так или иначе связанных с транспортом. В параллелограмме национальных потребностей (биологическая – материальная – социальная – духовная) в данном случае даже трудно выделить главенствующую.

Указанные жизненно важные интересы России вполне соответствуют глобальным потребностям Евразийского материка в создании трансконтинентальных стратегических магистралей, позволяющих организовать расположенные здесь государства в качественно новую цивилизационную конструкцию. Кроме основных магистралей, предполагаются их дополнения высокоскоростными ответвлениями в ряде промежуточных пунктов, а также наращивание одних магистралей другими. Например, магистраль Пекин – Москва естественно наращивается магистралью Москва – Минск – Варшава – Берлин – Роттердам. Именно такие проекты, некоторые из которых рассмотрены ниже, могут послужить краеугольными камнями при построении многополярного мира. Ввиду нахождения в Евразии большей части имеющихся на планете ископаемых, человеческих и технологических, а в России и пресноводных и других материальных ресурсов, в результате может наступить глобальное доминирование суперконтинента – ренессанс Старого Света.

Реализация указанных проектов, кроме всего прочего, имеет и весьма масштабные позитивные финансовые последствия. Значительные валютные ресурсы (даже по общемировым меркам) окажутся в этом случае вложенными в реальные, многосторонние, пролонгированные в будущее созидательные процессы, а не использованы для спекулятивных операций, то есть надувания «кредитного пузыря» и т. п.

Обозначим также некоторые политические аспекты рассматриваемых вопросов. Во-первых, не вызывает сомнения, что одним из основных геостратегических мотивов противодействия со стороны заокеанских «партнеров» осуществлению такого рода проектов является вполне обоснованное многими аналитиками представление, согласно которому контроль над евразийским массивом есть неперемное условие мирового господства. Поэтому можно не сомневаться в том, что помимо активного прямого противодействия со стороны единственной на сегодняшний день супердержавы будут предприняты также многочисленные выглядящие внешне косвенными или как-то завуалированными действия. По уровню напора и возможной эффективности предпринимаемых мер всё это не ограничится акциями типа «дело Солсбери», предпринимаемыми, в частности, для срыва проекта «Северный поток - 2», а также «обычными» торговыми войнами. Рассмотрим кратко некоторые из возможных транспортных коридоров.

ДЖУНГАРСКИЙ КОРИДОР. «Согласно статистическим данным, в 1992 г. совокупный товарооборот КНР с пятью странами Центральной Азии (Казахстаном, Узбекистаном, Туркменистаном, Кыргызстаном, Таджикистаном) составлял около 0,5 млрд долл. В 2012 г., спустя 20 лет, этот показатель, по данным Министерства коммерции КНР, вырос до рекордных 46 млрд

долл., беспрецедентно увеличившись в 100 раз. Эта невероятная динамика показывает, что в перспективе Китай займет ещё более важное место в экономическом развитии государств Центральной Азии. Провозглашённый недавно Китаем проект Экономический Пояс Шелкового Пути (ЭПШП) или One Belt-One Road (OBOR) способен открыть новые горизонты для торгово-экономического и инвестиционного сотрудничества в различных областях и с Россией тоже. Актуальность ЭПШП придает также то, что сегодня Европа активно ищет выходы на азиатские рынки, а Азия заинтересована в европейском рынке.



Рис. 1. Схема основных транспортных потоков ЭПШП [11].

Для практической реализации своей инициативы ЭПШП Китай создает такие глобальные финансовые институты развития, как Азиатский банк инфраструктурных инвестиций (100 млрд.долл.) и Фонд Шелкового пути (40 млрд. долл.), капиталы которых будут направлены на реализацию международных инфраструктурных проектов. Таких средств на свои стратегические проекты в ближайшие десятилетия не сможет выделить сегодня ни одна страна, кроме КНР. До 2018 г. Китай планирует импортировать товары из стран Азии и Европы на 8000 млрд. долл. и инвестировать до 450 млрд. долл. в эти регионы. Следовательно, неоспоримым преимуществом ЭПШП является его финансово-экономическая обеспеченность» [11], которая может быть выгодна и России, если она предложит достойные и взаимовыгодные варианты реализации коридоров ЭПШП через свою территорию.

Среди возможных транспортных коридоров, первоочередной целью которых является реализация высокоскоростного сообщения между Пекином и Москвой, по многим причинам сразу выделяется Джунгарский коридор, расположенный по маршруту, имеющему исторический пролог восьми вековой давности. Этот маршрут является самым прямолинейным и во многих других отношениях самым естественным с точки зрения скорейшего попадания пассажиров и грузов из Китая в европейскую часть России и обратно.

Обозначим некоторые существенные организационные, политические, технические и экономические аспекты реализации рассматриваемого транспортного коридора. В этом случае пересекается только незначительная крайняя северная часть беспокойного в политическом отношении Синьцзянь-Уйгурского автономного района Китая. Поскольку минуются горные хребты, а вторая половина маршрута пролегает по равнинным местностям, то материальные затраты на изыскательские и строительные работы в этом случае окажутся минимальными по сравнению с другими возможными маршрутами. Ввиду практической прямолинейности маршрута время доставки пассажиров и грузов по нему будет минимальным.

Но каким образом может быть реализован этот и аналогичные протяжённые транспортные маршруты и коридоры?

На наш взгляд лучшим решением здесь как раз и может быть создание ИТТС на базе ВМЛТ. Концепция ВМЛТ по технологии является примером эффективной конвергенции магнитолевитационной, сверхпроводниковой и вакуумной, технологий для наземного транспорта, позволяющей ему в потенциале достигать скорости движения ТС порядка 6500 км/час и более, при весьма высокой пропускной способности магистрального путепровода, приемлемой стоимости перемещения пассажиров и грузов, и рекордно низких затратах энергии.

Так, по данным [4 - 6] «перевозка 1800 пассажиров со сверхзвуковой скоростью на расстояние 1 км. требует затрат энергии в пределах всего 1 кВтчас, или, соответственно, не более 0,004 кВтчас/ткм грузов.». При этом, по расчетам, система ВМЛТ может обеспечить в 50 раз больший объем перевозок на 1 кВтч электроэнергии, чем самые эффективные электромобили или поезда. Предполагается, что эстакадную сеть ВМЛТ можно построить за 1/10 стоимости высокоскоростной рельсовой дороги, или за 1/4 стоимости сопоставимой высокоскоростной автострады при пропускной способности всего одной пары вакуумированных путепроводов, как у 32 полос магистральной высокоскоростной автострады. [6].

Оптимальный состав входящих в ИТТС дополнительных транспортных подсистем, может быть определён, в том числе, и из анализа их энергетической эффективности некоторые результаты которого приведены в Таблицах 1 и 2 (более подробно см.[7]).

Основным энергетическим критерием перевозки здесь является критерий удельных энергетических затрат на перевозку единицы веса груза на единицу расстояния.

Этот критерий, обозначаемый УРЭ (удельный расход энергии), имеет размерность килоджоуль на тонно-километр (кДж/ткм). Величина УРЭ определяется формулой:

$$УРЭ = N / M \times V,$$

где N - полезная мощность тяговой машины (тягового двигателя) транспортной системы, в киловаттах (кВт) (1 кВт = кДж/с),

M - масса перевозимого груза в тоннах,

V – скорость, с которой перевозится груз транспортной системой в метрах в секунду (километрах в секунду).

С помощью показателя УРЭ можно решать задачу определения перспективных направлений развития различных видов транспорта, в том числе и ВМЛТ. В таблице 1 на основе данных [12] приведены результаты сравнения по показателю УРЭ основных традиционных и перспективных видов транспорта, включая наземный, морской (водный) и воздушный, а ниже – оценка для ВМЛТ.

Таблица 1. Энергетические показатели различных транспортных систем[12].

N	Транспортная система	Вид транспорта	Мощность, МВт	Скорость, м/с	Вес полезного груза, Т	УРЭ кДж /Т км
1	Боинг-747	авиа	71	253	64	4 380
2	Экраноплан «Лунь»	авиа	137	138	120	8 333
3	Грузовой ж.д. состав	ж.д.	4,4	20,0	2000	110
4	ВСМ магистраль TGV	ж.д.	8,8	83,3	50	2 173
5	Автотрейлер	авто	0,338	22,2	20	761
6	СТЮ	Струнный	0,040	3,3	4	120
7	Автопаром	Мор.	17,6	10,8	3345	487
8	СПК "Вихрь"	Мор.	3,5	19,4	26	7 009
9	ВМЛТ	ВМЛТ	0,5 (имп.,16с)	180	0,4	14,05

Обозначения в таблице 1: ВСМ - высокоскоростная магистраль, TGV - тип западноевропейской ВСМ, СТЮ - струнный транспорт Юницкого, СПК - судно на подводных крыльях.

Как видно из приведенной выше таблицы, без учёта «ВМЛТ», наилучшие параметры энергетической эффективности (но не всегда с сопоставимой скоростью перевозок) имеет, по выбранному критерию, железнодорожный транспорт классического типа, однако и он уступает ВМЛТ по эффективности почти на порядок. Примененный энергетический показатель при

оценке транспортных систем может быть использован и при оценочном определении реализации транзитного транспортного ресурса России, например, по некоторым, приведенным ниже в таблице 2 транспортным коридорам.

В качестве критерия здесь целесообразно использовать совокупные энергозатраты на перемещение тонны груза из точки отправления в точку прибытия (в килоджоулях на тонну), т.е. $P = UPЭ \times L$ (размерность кДж/тонну), где L - расстояние. Результаты сравнения двух способов доставки груза (морской и железнодорожный) для транзита Европа-Азия приведены в таблице 2 на основе данных [12]. Здесь же приведена оценка аналогичного Российского транзита Китай-Западная Европа с помощью транспортной системы ВМЛТ.

Таблица 2. Совокупные показатели удельных энергозатрат и времени доставки для различных систем транспорта и способов перевозки грузов [12].

N	Тип транзита	УРЭ ,(кДж/ т- км)	L, (км.)	P, (кДж/т)	Время дос- тавки груза (сутки)
1	Железнодорожный (Российский транзит) (Китай-Финляндия)	110	10 000	1.1×10^6	12 (7)
2	Морской (Китай-Финляндия)	54,3	21 000	1.14×10^6	28
3	Железнодорожный (Российский транзит) (Южн. Корея- Зап. Европа)	110	11 000	1.2×10^6	14
4	Морской (Южн. Корея- Зап. Европа)	54,3	22 000	1.2×10^6	30
5	Железнодорожный (Российский транзит) (Китай- Зап. Европа)	110	11 000	1.21×10^6	15
6	Морской (Китай- Зап. Европа) (Шанхай-Амстердам)	54,3	23 000	1.25×10^6	27 - 46
7.	(Российский транзит) (Китай - Зап. Европа)ТС ВМЛТ	14,05	11 000	$1,54 \times 10^5$	0,1

И здесь также совершенно очевидно преимущество ВМЛТ по всем сравниваемым параметрам, причём, по основному, целевому параметру - P – совокупным энергозатратам, - ВМЛТ почти в 10 раз лучше.

СЕВЕРНЫЙ МОРСКОЙ ПУТЬ (СМП). «Ключом к развитию русской Арктики, регионов Дальнего Востока станет Северный морской путь. К 2025 году его грузопоток возрастет в десять раз, до 80 миллионов тонн. Наша задача – сделать его по-настоящему глобальной, конкурентной транспортной артерией» [1].

Кроме имеющихся традиционных конкурентоспособных транспортных возможностей ИТТС, здесь, на наш взгляд, в качестве вариантов дополнительных инновационных транспортных подсистем, могут быть использованы, как минимум ещё и системы экранопланов, инновационных дирижаблей, МЛТ в припортовой инфраструктуре и, особенно, предложенный недавно очень интересный вариант подводного/подлёдного флота [13], (с судами, корпуса которых выполнены из сверхпрочного «нанобетона»), позволяющий осуществить относительно более быструю и дешёвую круглогодичную навигацию по СМП.

В [13,14], показано, что сокращение сроков доставки грузов с традиционных, через, например, Панамский канал, морских 30-46 суток до примерно 15 по «подлёдному СМП» или до, примерно менее 1 суток по коридору на базе ВМЛТ, будет привлекательно для грузоотправителей даже при возможном удорожании стоимости перевозки грузового эквивалента в 1 TEU до, например S1000 из-за ещё большей для них экономии на уменьшении срока обслуживания кредита.

ЖЕЛЕЗНОДОРОЖНЫЕ МАРШРУТЫ: БАМ И ТРАНССИБ. «Зашесть лет в полтора раза, до 180 миллионов тонн, вырастет пропускная способность БАМа и Транссиба. Контейнеры будут доставляться от Владивостока до западной границы России за семь дней. Это один из инфраструктурных проектов, который будет давать быструю экономическую отдачу. Потреб-

ность в грузоперевозках по этому направлению очень велика, и все вложения будут окупаться очень быстро, и будут способствовать развитию этих территорий.



Рис. 2. Международные транспортные коридоры, маршруты которых проходят через территорию Российской Федерации [14].

Объем транзитных контейнерных перевозок по нашим железным дорогам должен увеличиться почти в четыре раза. Это значит, что наша страна будет одним из мировых лидеров по транзиту контейнеров между Европой и Азией» [1]. При декларируемом использовании новых нетрадиционных технологий [6] и оптимистическом сценарии развития Проекта ВМЛТ, на скорости порядка 6500 км/час, пропускная способность магистрали ВМЛТ может составить около 170 000 тонн грузов или, соответственно, 2 млн. пассажиров в час. При этом обозначенные Президентом следующие целевые годовые показатели: «...до 180 миллионов тонн, вырастет пропускная способность БАМа и Транссиба. Контейнеры будут доставляться от Владивостока до западной границы России за семь дней.» могут быть выполнены, соответственно, за время $T = 180000000 \text{ т} / 170000 \text{ т/час} = 1059$ часов, т.е., примерно за 45 суток, или не более чем за 1,5 месяца, при соответствующем времени доставки грузового эквивалента 1 TEU около 3 часов или менее чем за сутки, от Владивостока до западной границы России. При полной загрузке трассы ВМЛТ за год может быть перевезено в $365/45 = 8,111$ или, примерно в 8 раз больше грузов. Приняв, в соответствии с вышеприведенными расчетами, стоимость транзита товаров, полученную от перевозки грузового эквивалента 1 TEU в 1000 долл., получим годовую выручку, от ВМЛТ аналога трассы только БАМа и Транссиба, в размере порядка $8 \times 180000000 \text{ т} / (15 \text{ т/экв.1 TEU}) \times 1000 \text{ долл.} = 96$ млрд. долл. в год.

Подводя итог оценочным экономическим расчетам, можно сказать, что ВМЛТ потенциально не имел бы конкурентов, не смотря на большие капитальные затраты, благодаря отличной энергетической эффективности и скорости. Однако его создание поднимает большое количество принципиальных вопросов, которые можно было бы решить, соединив воедино специалистов, как фундаментальной науки, так и инженеров различных отраслей от материаловедения и физики магнитных явлений до геологии и строительства. Для демонстрации принципиальных возможностей ВМЛТ в ряде стран, включая и Россию [15,16,17], проводятся экспериментальные работы по изучению принципов «вакуумной» магнитной левитации. В данной работе на территории ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН при участии специалистов из МАИ предпринята попытка создания экспериментального, «потешного», маломасштабного макета участка ВМЛТ на основе редкоземельных магнитов (РЗМ) NdFeB и высокотемпературных сверхпроводников

(ВТСП) на основе керамики Y-Ba-Cu-O, уже сейчас превосходящего ближайший, даже комбинированный, (PLM+SLM), более сложный аналог, [17] по нагрузочной, например способности, более чем на порядок величины.

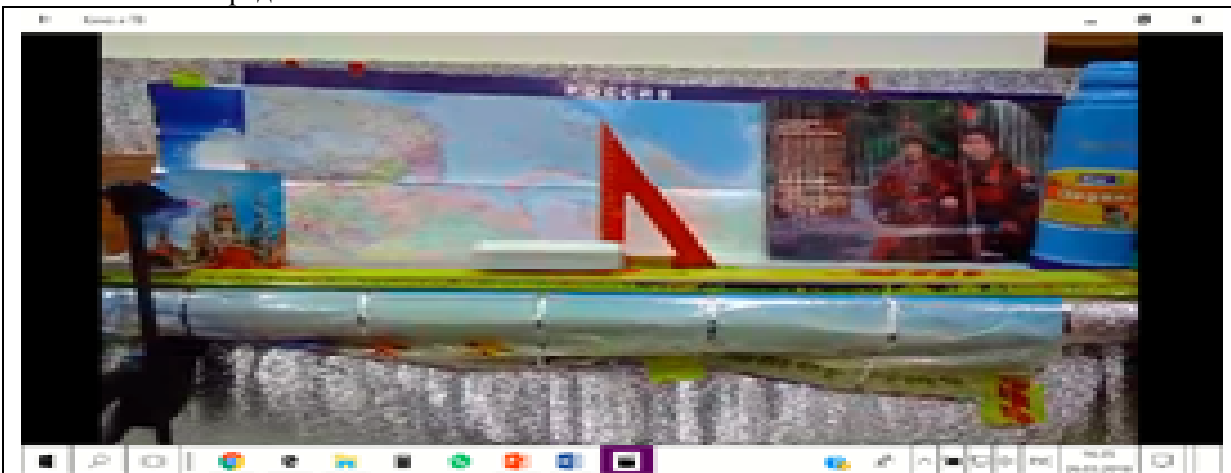


Рис. 3. Экспериментальный макет миниатюрной «потешной» трассы ВМЛТ на основе РЗМ магнитов и керамики ВТСП.

Макет ВМЛТ трассы позволяет в определённых пределах моделировать основные технологические режимы работы полноразмерной ВМЛТ. В настоящее время на этой экспериментальной базе проводится серия качественных калибровочных экспериментов, изготовление и проверка различных инновационных версий в простейшем или «атмосферном» варианте комбинаций трасс из постоянных РЗМ высокоэнергетических NdFeB магнитов и находящихся в различных моделях криостатов сборок объёмных элементов из ВТСП, которые поддерживаются при температуре 77К, кипения жидкого азота (см. рис. 3 и 4). На макете теоретически и экспериментально исследуются различные варианты конфигураций расположения постоянных РЗМ магнитов, связь с напряженностью магнитного поля достигаемой вблизи транспортного пути, а также сила взаимодействия подвижного макета транспортного средства с линией на постоянных магнитах при различных левитационных зазорах и способах активации сверхпроводникового элемента, в том числе, в режиме «замороженного магнитного потока» в ВТСП. К основным задачам, которые будут решаться на данном макете относятся: теоретическое и экспериментальное изучение сил взаимодействия постоянных магнитов стационарного пути и подвижного макета с различными комбинациями постоянных магнитов и сверхпроводящих элементов, изучение устойчивости движения, изучение динамических режимов: разгона, стационарного движения и торможения в заданной точке, изучение затрат энергии на разгон, движение и торможение, изучение процессов рекуперации энергии, то есть процесса возврата энергии электрического, например, источника, израсходованной на разгон макета и превращенной в кинетическую энергию движения, обратно в источник при торможении макета, как в атмосферном варианте, так и, в дальнейшем, в искусственно созданной вакуумной среде.

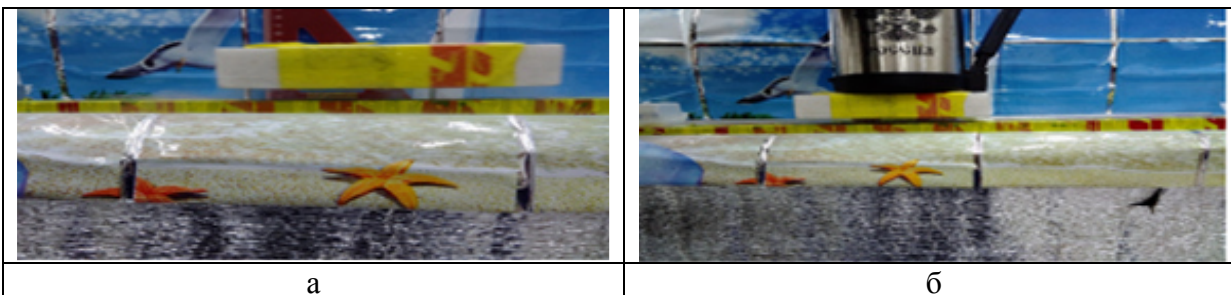
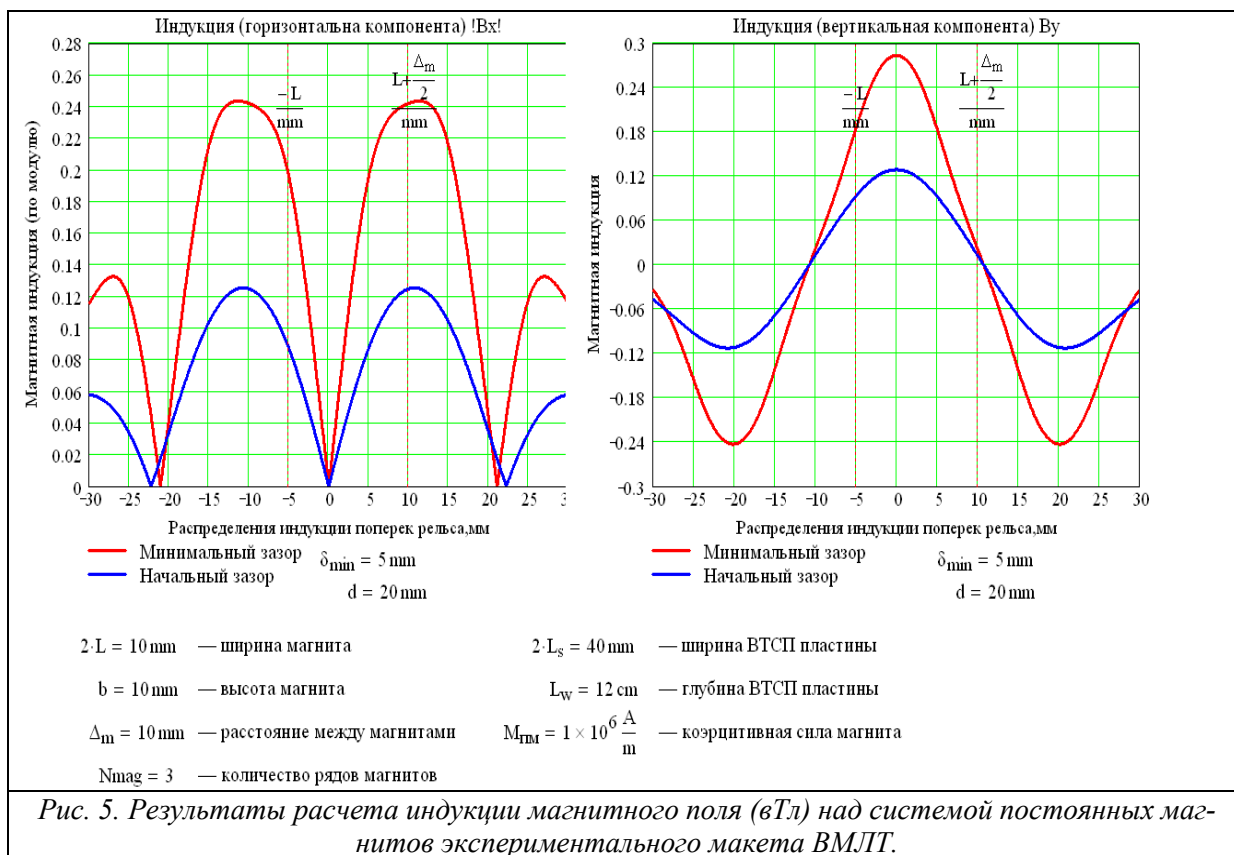


Рис. 4. Демонстрация левитации макета транспортного средства, в качестве которого применен термостат с блоками ВТСП, поддерживаемый при температуре жидкого азота. (а) - свободная левитация макета. (б) – левитация макета под нагрузкой.



Заключение.

1. Технологии и варианты дальнейшего развития высоко- и сверхвысокоскоростных транспортных средств, объединенных в единую ТТС, несомненно, экономически выгодны и политически необходимы для России. Особенно привлекательна реализация сверхскоростных транспортных путей на основе ВМЛТ, обладающих, в принципе непревзойденной скоростью, экономичностью и энергетической эффективностью.

2. Основным сдерживающим фактором для незамедлительного масштабного внедрения такой транспортной системы в настоящее время является отсутствие реализованного репрезентативного и коммерчески привлекательного пилотного проекта, разработка и реализация которого является наиболее актуальной задачей.

3. Для обоснования пилотных проектов ВМЛТ необходимо выполнить большой объем разносторонних фундаментальных теоретических и экспериментальных работ. Результаты исследований, проведенных на предварительном миниатюрном макете, позволят создать пилот-макет «среднего масштаба». В случае его успешного функционирования можно будет перейти к созданию и испытанию более масштабных моделей.

Работа поддержана РФФИ, грант 17-20-04236

Литература

1. Послание Президента Федеральному собранию, Москва, 01.03.2018г. www.kremlin.ru/events/president/news/56957
2. Дроздов Б.В. Геостратегические проекты дальневосточного развития России // Сборник "Культура. Народ. Экосфера", труды социокультурного семинара имени Бугровского. Выпуск 4. - М.: "Спутник+", 2009.
3. Малинецкий Г.Г. Чтоб сказку сделать былью... Высокие технологии – путь России в будущее. Изд. 3-е. –М.: ЛЕНАРД, 2015. – 224с. (Синергетика: от прошлого к будущему. № 58. Будущая Россия. № 17.)

4. Терентьев Ю. А. Основные преимущества и особенности высокоскоростного вакуумного транспорта «ЕТЗ» // Бюллетень Объединенного ученого совета ОАО «РЖД». 2015. – № 6. – С. 10-21.
5. Терентьев Ю. А. К вопросу выбора диапазона рабочих параметров вакуумного магнитолевитационного транспорта. / Фомин В. М., Наливайченко Д. Г., Терентьев Ю. А. // XI международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, КВЦ «Сокольники», 12 – 14 апреля, 2016.
6. ET3 online education // The website of the Evacuated Tube Transport Technology. URL: <http://et3.eu/et3-online-education.html> (дата обращения: 26.03.2018).
7. Дроздов Б.В., Терентьев Ю.А. Перспективы вакуумного магнито-левитационного транспорта. «Мир транспорта», том. 15, N 1, С. 90-99, 2017.
8. B.A. Lyovin, A.M. Davydov, P.V. Kurenkov, I.V. Karapetyants, V.G. Shavrov, V.V. Koledov, S.V. Fongratovski, G.G. Malinetskiy, P.V. Kryukov, B.V. Drozdov, Yu.A. Terentiev// The Development of Criteria for Evaluating Energy Efficiency and the Choice of the Optimal Composition of the Subsystems in the Russian Integral Transit Transport System. // The 11th International Symposium on Linear Drives for Industry Applications (LDIA 2017), Osaka, Japan, 2017.
9. Этика, транспорт и устойчивое развитие: социальная роль транспортной науки и ответственность ученых: Международная конференция ЮНЕСКО / Под общей редакцией д.и.н., профессора И.В. Карапетянц, д.ф.-м.н., профессора Г.Г. Малинецкого М.: Агентство интеллектуальной собственности на транспорте (АИСнТ), 2016. – Терентьев Ю.А. «Evacuated tube transport technologies» (ЕТЗ) – новая транспортная парадигма XXI века 99. – 106 с.
10. Островская Г.В. Магнитные дороги профессора Вейнберга (К 100-летию лекции «Движение без трения»). Вестник науки Сибири. 2014. – № 2 (12).
11. Идрисов А. /Экономический пояс Шелкового пути и евразийская интеграция: конкуренция или новые возможности?// МОСТЫ | ВЫПУСК 5 – ИЮЛЬ 2016
12. Дроздов Б.В. Направления разработки физической экономики (применительно к транспортному комплексу). Журнал «Устойчивое инновационное развитие: проектирование и управление». Электронное научное издание, том 10, выпуск 2(23), 2014 г., ISSN 2075-1427. Материалы конференции к 90-летию Побиска Георгиевича Кузнецова // Rypravlenie.ru. 05.08.2014. <http://www.rypravlenie.ru/wp-content/uploads/2014/08/05-Drozdov.pdf>
13. Г.Г. Малинецкий, В.С. Смолин/ Подводные суда для транзитного коридора ЮВА – Европа в Северном Ледовитом океане// Сб. трудов международной конференции «Проектирование будущего и горизонты цифровой реальности», Москва, 08-09.03.2018г.(в печати).
14. Филимонов В.В., Малинецкий Г.Г., В.С.Смолин и др. / Вакуумный магнитолевитационный транспорт и транспортные коридоры России//Сборник трудов международной конференции «Проектирование будущего и горизонты цифровой реальности», Москва, 08-09.03.2018г. (в печати).
15. Л.К. Ковалёв, С.М. Конеев, В.Н. Полтавец, М.В. Гончаров, Р.И. Ильясов. Магнитные подвесы с использованием объёмных ВТСП элементов. //Электронный журнал «Труды МАИ», Выпуск №38.
16. Z.Deng, W. Zhang, J. Zheng, B. Wang, Y. Ren, X. Zheng, J. Zhang. A High-Temperature Superconducting Maglev-Evacuated Tube Transport (HTS Maglev-ETT) Test System. IEEE Trans. Appl. Supercond. V. 27, NO. 6,(2017) 3602008.
17. R. X. Sun, J. Zheng, L. J. Zhan, S. Y. Huang, H. T. Li and Z. G. Deng /International Journal of Modern Physics B .Vol. 31 (2017) 1745014

СЕКЦИЯ 6 ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Из истории вакуумной техники. Физика, техника и люди в решении одной из задач советского атомного проекта

В.П. Борисов

*Москва, Институт истории естествознания и техники им. С.И. Вавилова РАН,
ул. Балтийская, 14;
E-mail: borisov7391@yandex.ru*

Одной из задач советского атомного проекта являлись разработка технологии и создание оборудования электромагнитного разделения изотопов урана. Большой вклад в решение этой проблемы внесли Л.А. Арцимович, Д.В. Ефремов, С.А. Векшинский, Манфред фон Арденне.

From the history of vacuum technology. Physics, technology and people in solving one of the tasks of the Soviet atomic project. V. Borisov. One of the tasks of the Soviet atomic project was to develop technology and equipment for electromagnetic separation of uranium isotopes. A great contribution to the solution of this problem was made by L. A. Artsimovich, D. V. Efremov, S. A. Vekshinsky, Manfred von Ardenne.

Сформированный 20 августа 1945 г. при Государственном Комитете Обороны Специальный комитет по созданию в СССР атомного оружия, организовал проведение работ по изучению возможностей получения ядерных взрывчатых веществ с использованием разных методов. Серия расчетно-теоретических и экспериментальных исследований была проведена в Лаборатории № 2 АН СССР и Ленинградском физико-техническом институте. Результаты выполненных работ стали основанием для докладной записки, которую М.Г. Первухин, И.В. Курчагов и Л.А. Арцимович направили руководителю Спецкомитета Л.П. Берия 16 сентября 1946 г.: «В конце августа с.г. в Лаборатории № 2 в результате разделения впервые получен изотоп U_{235} с высоким обогащением. Исходя из величины ионного тока, <составлявшего> во время разделения 40-50 микроампер, количество выделенного изотопа U_{235} соответствует 23 микрограммам в час. Таким образом, впервые в Советском Союзе получен изотоп U_{235} методом электромагнитного разделения...» [1].

Через несколько дней после отправки докладной записки вопрос «О работах в области электромагнитного метода разделения изотопов и подготовке строительства завода по этому методу», был рассмотрен Спецкомитетом, и уже 8 октября 1946 г. И.В. Сталиным было подписано ниже приведенное Постановление Совета Министров СССР:

Постановление СМ СССР № 2274-949сс «О проектировании завода электромагнитной сепарации»

г. Москва, Кремль

1946

8 октября

Сов.секретно (Особая папка)

В результате теоретических, экспериментальных и конструкторских исследований, проведенных Лабораторией № 2 (руководитель работ проф. Арцимович) совместно с Особым конструкторским бюро завода «Электросила» (руководитель работ проф. Ефремов) и Центральной вакуумной лабораторией (руководитель работ проф. Векшинский), сконструирована лабора-

торная установка по разделению солей висмута¹, с помощью которой достигнуто получение чистого висмута методом электромагнитной сепарации.

Проведенные исследования выявили возможность применения электромагнитного метода для получения чистого висмута² в промышленных масштабах.

Совет Министров СССР постановляет:

1. Считать необходимым на основании достигнутых Лабораторией № 2 Академии наук СССР, Особым конструкторским бюро завода «Электросила» и Центральной вакуумной лабораторией результатов приступить к проектированию промышленного завода электромагнитной сепарации солей висмута мощностью 150 граммов чистого висмута в сутки.
2. Обязать Первое главное управление при Совете Министров СССР (т. Ванникова) и Министерство электропромышленности (т. Кабанова) разработать и представить на утверждение Совета Министров СССР к 1 января 1947 г. проектное задание по сооружению завода электромагнитной сепарации.

Научным руководителем проекта утвердить проф. Арцимовича Л.А.

Председатель Совета Министров Союза ССР И. Сталин

Управляющий делами Совета Министров СССР Я. Чадаев [2].

На личностях ученых и деятелей техники, упомянутых (и не упомянутых) в данном постановлении, хочется остановиться особо.



Лев Андреевич Арцимович

К началу участия в работе по атомному проекту, пожалуй, наиболее благополучную трудовую биографию имел будущий академик АН СССР Лев Андреевич Арцимович (1909-1973). После окончания Белорусского университета в 1930 году он поступил на работу в Ленинградский физико-технический институт, где занимался научными исследованиями в отделе электронных явлений и рентгеновских лучей, руководимом П. И. Лукирским. В 1933 году в ЛФТИ начали развиваться исследования по физике атомного ядра, и Арцимович одним из первых переключился на новое направление. Совместно с И.В. Курчато-

¹Имеются в виду соли урана (дополнительная зашифровка слова «уран» и ряда других терминов, известная лишь кругу лиц, допущенных к атомным секретам).

²Имеется в виду изотоп урана U_{235}

вым исследовал закономерности поглощения медленных нейтронов ядрами различных веществ (1934—1941).

Во время Великой Отечественной войны вместе с ЛФТИ был эвакуирован в Казань, где занимался, в частности, исследованиями в области электронной оптики и разработкой электронно-оптических систем ночного видения. В 1944 году перешёл на работу в Лабораторию измерительных приборов АН СССР (Лаборатория № 2, преобразованная в 1955 году в Институт атомной энергии им. И. В. Курчатова). Под руководством Л.А. Арцимовича проводились исследования и разработки по электромагнитному методу разделения изотопов урана. В результате совместной работы Лаборатории № 2, ОКБ завода «Электросила», Института «А» и Научно-исследовательского вакуумного института была создана электромагнитная разделительная установка промышленного типа СУ-20, установленная и введенная в действие на заводе № 814 в пос. Нижняя Тура (ныне г. Лесное Свердловской обл.). Л.А. Арцимович - лауреат Сталинской, Ленинской и Государственной премий.

Другой будущий академик Сергей Аркадьевич Векшинский (1896-1974), увлекшийся физическими опытами еще в гимназии, с 1922 г. занимался разработкой и организацией производства отечественных электронных приборов на Электровакуумном заводе (1922-28) и заводе «Светлана» (1928-38) в Ленинграде. В 1931 г. одним из первых в стране был награжден орденом Трудового Красного Знамени за выдающийся вклад в научно-производственные успехи завода «Светлана», в 1938 г. оказался в тюрьме «Кресты» за «вредительство» на том же заводе. По воспоминаниям Сергея Аркадьевича, находясь в заключении, он познакомился с будущим коллегой по разработке установки разделения изотопов урана, тогда тоже подследственным, Д.В. Ефремовым. В 1940 года бывший «вредитель» С.А. Векшинский согласно постановлению ЦК ВКП(б) и Совнаркома возглавил работу по освоению изобретенного им метода металлографического исследования сплавов.



Сергей Аркадьевич Векшинский

В 1945 г. руководимая С.А. Векшинским Центральная вакуумная лаборатория (ЦВЛ) была привлечена к работам в рамках атомного проекта. В последующие годы С.А. Векшинский и сотрудники ЦВЛ, преобразованной в 1947 г. в Научно-исследовательский вакуумный институт (НИВИ), внесли большой вклад в решение задач атомного проекта, выполнив разработку ионных источников для установок электромагнитного разделения изотопов, высокопроизводительных диффузионных насосов с быстротой откачки до 20000 л/с, вакуумметров, масс-спектрометрических течеискателей, детекторов ионизирующих излучений, импульсных ней-

тронных приборов для ядерного оружия и др. С.А. Векшинский - лауреат Сталинской, Государственной и Ленинской премий.

Будущий министр электротехнической промышленности СССР Дмитрий Васильевич Ефремов (1900-1960) после окончания Ленинградского политехнического института (1924) прошел на Ленинградском заводе «Электросила» путь от инженера-проектировщика до начальника технического отдела. Арестовав Ефремова в 1938 г., органы НКВД СССР учли производственный опыт следственного, позволив ему вплоть до освобождения (июль 1941 г.) выполнять работу начальника лаборатории родного завода. Являясь с 1941 года главным инженером того же завода, Д.В.Ефремов внес большой вклад в организацию Особого конструкторского бюро по проектированию оборудования и систем контроля для электромагнитного метода получения высокообогащенного урана-235 при заводе «Электросила», созданного Постановлением СНК СССР №3176-964сс от 27.12.1945 г. На базе этого КБ в дальнейшем был создан НИИ электрофизической аппаратуры, который носит ныне имя Д.В.Ефремова.



Дмитрий Васильевич Ефремов

С 1947 г. Д.В.Ефремов работал на руководящих должностях в министерстве электротехнической промышленности, с 1956 г. являлся заместителем министра среднего машиностроения. Внес большой вклад в создание отечественных ускорителей заряженных частиц. Лауреат Ленинской, дважды Сталинской и Государственной премий.

Личностью, не упомянутой в Постановлении СМ СССР от 8 октября 1946, но имевшей прямое отношение к выполнению поставленных в нем задач, являлся германский ученый Манфред фон Арденне (1907-1997). Вывезенный 21 мая 1945 г. из побежденной Германии в СССР, М. Арденне в том же году стал научным руководителем Института «А», в штат которого входили в основном немецкие специалисты (около 100 чел.), местоположением института стал район города Сухуми.

В жаркие августовские дни 1945 г. определилось и основное направление деятельности для немецких специалистов - подключиться к разработке процесса разделения изотопов урана в промышленном масштабе с целью получения ядерного взрывчатого материала, каким является уран-235 [3]. Арденне разделил руководимый им институт на три отдела по способам получения ядерного взрывчатого вещества: электромагнитный (Арденне), диффузионный (Тиссен), центрифужный (Штеенбек). Фактически немецкие специалисты в Институте «А» смогли приступить к работе лишь с весны 1946 г. Тем не менее, согласованная и целеустремленная работа квалифицированных специалистов способствовала успешному выполнению полученных заданий: коллектив института разработал аппаратуру для измерения степени обогащения урана, ввел в действие электронный микроскоп, продвинулся в совершенствовании технологии разделения изотопов.



Манфред фон Арденне

Институт «А» М. Арденне и Лаборатория № 2 И.В. Курчатова работали в постоянном контакте, обмениваясь техническими отчетами и встречаясь для совместного обсуждения программ и результатов исследований [4]. К июню 1946 г. под руководством Арденне был разработан источник ионов из металлического урана, который имел ряд преимуществ по сравнению с источником на основе солей шестифтористого урана, применявшегося Арцимовичем и Векшинским. Эта разработка Арденне была использована при проектировании электромагнитной разделительной установки СУ-20, установленной на заводе № 814.

Не являясь ключевой фигурой в создании первых советских атомных бомб, М. Арденне внес, тем не менее, существенный вклад в прикладные исследования в нашей стране, в частности, в разработку для промышленного производства в СССР образцов универсального электронного микроскопа, двух образцов масс-спектрометров, нескольких типов плазменных источников ионов. Заслуги германского ученого отмечены присуждением ему Сталинской и Государственной премии СССР.

Литература

1. Атомный проект СССР: Документы и материалы. Т.2. Атомная бомба. 1945-1954. Москва-Саров, 2002. Кн. 3. С. 490-491.
2. Там же. С. 54.
3. В.А. Урвалов. Манфред фон Арденне. 1907-1997: Путь ученого-энциклопедиста. Отв. ред. В.П. Борисов.-М.: Книжный дом «ЛИБРОКОМ», 2012.-256 с.
4. Постановление СМ СССР № 2215-908сс от 30 сентября 1946 г. «О работах институтов «А» и «Г» 9-го Управления МВД СССР». В кн. Атомный проект СССР. Документы и материалы: в 3 т. / Том 2. Атомная бомба. 1945-1954. Кн. 2. Саров: ВНИИЭФ, 1999. С. 22-24.

Дневники С.А.Векшинского. 3-я часть

С.А.Векшинский

Приведена третья часть дневников академика С.А.Векшинского, написанная в период с 1 января 1941 г. по 20 декабря 1964 г. С.А.Векшинский – основатель электроламповой промышленности СССР.

S.Vekshinski's diary. 3d part. S.A.Vekshinski. Here the third part of academician Vekshinski's diary is found. It was written during the period from January 1, 1941 to December 20, 1964. S.A.Vekshinski was the founder of lamp electronic industry in the USSR.

Когда пашешь целину, всегда рискуешь сломать плуг о неведомый камень. Но это не значит, что должен оставить ты целину невспаханной.

С.Векшинский. 1941 г. 1 января.

1 января 1941 г.

Первый раз в жизни я начинаю новый дневник в первый день нового года. Мне очень жаль, что предшественник того дневника погиб где-то в недрах ненужных бумаг НКВД. Надеюсь, что этот не испытает той же участи. Уверен в этом!

Новый год – новые мысли, новые дела. А дела мною начаты большие. С завтрашнего дня, засучив рукава, начинаю пахать новый огромный участок целины. Здесь еще и плуг не бывал, и человек не ступал.

Вчера, в последний день прошлого года, я первый раз собрал свою группу, будущее Спецбюро, и рассказал ей всю программу наших работ 1941 г.

Не знаю: или я агитировал хорошо, или действительно ребята заразились сознанием грандиозности последствий намеченной мной работы – только желание работать и все впахать, все сделать, все победить у них разгорелось здоровое. Теперь буду с нетерпением ждать постановления ЦК ВКП(б) и Совнаркома. Организационная работа уже пошла полным ходом: помещение для работ освобождено, новое – срочно оборудуется; основные вакуумщики уже у меня, один прибор почти закончен, второй – спроектировал.

По странной игре случайностей, я опять сижу в ОВЛ в той комнате, из которой я руководил ее работой со дня ее постройки. Но сейчас меня мало интересует сама ОВЛ. За полтора года тюрьмы, да полтора года заводоуправления я сильно отстал от ламп, трубок, радиотехники. Да и вкус к ним потерял. Зато я сложился окончательно как физик-химик исследователь. И первый результат этого «сложения» оказался гораздо крупнее, чем все вместе взятое, сделанное мною за 20 лет. Пока, конечно, речь идет об открытии. В нем – мало толку, если его не развить в универсальный металлографический метод. А развить его, безусловно, можно и должно. Вот на эту черновую пропашку и пойдет этот новый 1941 год.

А дальше, думаю, пойдут еще и еще года, в течение которых будет расти, развиваться и крепнуть школа нового металловедения, новой металлографии, новой металлургии.

Знаю, что кроме радостей творчества и труда, этот год будет и годом всяких трудностей, разочарований, ошибок и прочих гадостей. Но без них ведь было бы слишком приторно, слишком оранжерейно, а значит и не жизненно, не ценно. Пусть жизнь будет полной, напряженной, яркой. Я такой ее люблю.

Итак, здравствуй, 1941 год – год моей второй молодости, год моей первой, радостной, настоящей «беременности». Здравствуй!

19 декабря 1941г.

Дневник – который ведут раз в год! Можно его назвать ежегодник?!

Да, год кончается и нерадостные итоги могу я подвести. Началось все так хорошо. Работа пошла лучше, чем я сам ожидал. Приборы, которые для меня построила моя родина – таких мир еще не видел.

Счастливые немногие дни работы по теме в Ленинграде и в Щелкове принесли радость удовлетворенному сознанию: все законопроекты, все теоретические ожидания подтвердились с завидной точностью. Оставалось только работать, работать и работать. Впереди уже маячили новые некорродирующие стали и сплавы, терро-металлические системы – материал будущей техники, и, наконец, настоящие алмазы. И вместо всего этого я, вместе со всей моей родиной отброшен на 50-100 лет назад, закинут в Новосибирск на 617 завод, бывшую «Светлану». Бывшее мое детище, которое я растил 20 лет, ныне сосланное гитлеровцами в сибирскую глушь. И все мои ценнейшие приборы, заросшие ледяной коркой, обезображенные грязью и ржавчиной, лежат здесь, никому не нужной кучей хлама. Трудно быть оптимистом, трудно обосновать логически веру в победу, веру в то, что «все идет к лучшему». Да, трудно, но необходимо. Логика должна быть заменена упрямством, сознание – верой. Иначе придешь к признанию полной безвыходности.

Вот на это и уйдет, вероятно, весь 1942 год. Другого пути нет.

4 июля 1942 г.

Радио сообщило сегодня о падении Севастополя и жесточайших боях на Курском и Белгородском направлениях. Черчилль получил вотум доверия 475-ю голосами против 25-ти, хотя английские военные усилия неизмеримо хуже наших.

Полгода прошло, как я со Спецбюро в Новосибирске оборудовал вновь (это уже 3-й раз) лабораторию и начали работать. Но какие? Только те, что можно делать в обстановке нищеты, полуголода и невозможности что-либо построить, изготовить, приобрести. Это жалкое подобие, гримаса какая-то, а не работа по моей теме.

Вчера написал Турчанину в ЦК большое письмо. Не знаю, что он ответит и ответит ли.

По всему чувствуется, что все наше хозяйство, люди, государство в целом – напряжены до предела. И все-таки мы это напряжение выдержим, выдержим обязательно. Многие погибли, многие еще погибнут, но те, кто останется и выдержит еще 6-12 месяцев – те победят.

Дня три тому назад здесь получено большое письмо от С.А. Оболенского. Я читаю его. Это почти бред дистрофика, пишущего о еде, о философии голода, об умерших товарищах. Он не потерял еще способности логично мыслить, но эти мысли, если бы их изложить лет 4-5 тому назад, показались бы безусловно бредовыми. И все же воля к жизни берет верх. Боюсь только, что немцам удастся потушить эту с таким упорством и напряжением сохраненную жизнь многих ленинградцев. По едва уловимым признакам, положение в Ленинграде чрезвычайно тяжелое; военное командование, по-видимому, ведет подготовку сдачи Ленинграда. Это просто не укладывается в голове.

А здесь, в Сибири, люди точно забыли о войне. Все идет так, как идет в мирную пору, только кошмарная неналаженность жизни выдает, что происходит где-то что-то необычное. Но как все медленно движется, как все тянется.

25 декабря 1943 г.

Нашел случайно этот «ежегодник» на полке среди тетрадей и книг. Что ж, - запишем еще страницу из эпохи великой борьбы за жизнь.

Три года. Это большой срок. Осколки моего Спецбюро сидят на Электрозаводе, делают ЭОПы. Сам я нигде не сижу: числюсь начальником института № 160, но в действительности это фикция. Два десятка ИТРов из бывшей ОВЛ + группа харьковских физиков + свалка хламу (т.н. завод № 707) – это, конечно, не Электровакуумный институт. Устал, боже, как я устал.

Дела на фронте идут успешно, но очень медленно. После Московской и Тегеранской конференций все ждут конца. Все только и думают о скорейшем общем и последнем ударе по Гитлеру. Все устали, все ждут отдыха. Но впереди – годы, долгие годы труда и нищеты. И это все понимают, кроме молодежи, которая считает, что все идет так, как вообще должно идти. Я написал «труд» о новом методе исследования сплавов. Это не монография, а каша. Буду подавать на Сталинскую премию. По-моему, «провал» обеспечен. Но подать нужно, иначе вообще все будет забыто. Это, пожалуй, похоже на цепляние за жизнь.

1 декабря 1944 г.

Кажется, я угадал будущее, назвав в шутку эту тетрадь «ежегодник». Действительно случается так, что она попадает мне под руку один раз в год и невольно хочется записать итоговую страничку. Этот год прожили так же напряженно, как прошлый, но с меньшими трудностями. Война отошла далеко на запад, стало сытнее, потянулся народ с востока на запад вопреки всем барьерам и запретам. Стали по-новому обосновываться, разгребать обломки прошлого, воскрешать забытое и заброшенное. Но усталость от войны, нехватка людей, понижение культурного и жизненного уровня – все это делает жизнь суровой, трудной. И все же прекрасна эта жизнь.

По моим делам положение таково, примерно, как было четыре года тому назад: опять правительственное постановление о восстановлении бывшего Спецбюро, опять оборудование лабораторий, опять кадры, приборы, ставки и т.п. организационная шелуха. А сил у меня уже мало-мало. Старею. Теперь я уже не гляжу с такой бодрой уверенностью на ближайшее будущее: не уверен в том, что могу вытянуть все дело, создать приборы, сколотить школу и т.п. Все чаще задумываюсь над покойным уголком на юге, где-нибудь в Крыму, в Балаклаве. Не стар еще, но устал, ах как устал. А отдыхать некогда. За этот год, здесь в Москве я много раз докладывал мою сибирскую работу в разных ученых собраниях. Повсюду она встретила самый теплый, почти восторженный прием. Моя сумбурная «монография» уже отпечатана, скоро выйдет в свет. Многие академики и ученые хлопочут об ученой степени для моей персоны. Но меня это очень мало беспокоит. В сталинском Комитете жюри присудило мне первую премию, как сообщил мне Абрам Федорович Иоффе. Но присуждение премий задержано и никто не знает, будет ли она вообще восстановлена когда-нибудь.

С электроникой в Союзе полный хаос. Готовятся к переговорам с американцами (опять RCA), но никто не знает, что нужно. Недавно в Эривани умер Восканян. Это последний волевой и грамотный дирижер, который один только и мог поставить на ноги нашу электронику. Берг, как я и ожидал, оказался пустоцветом и от организации работы спрятался в Совет по Радиолокации.

На ближайший год, вероятно, самым трудным делом будет выработка ясной и реальной программы действий, сбор всех желаний, целей, устремлений во единое целое. Но кто этим может заняться – пока не видно. Это не только по электронике, но по всему «народному хозяйству», по всей политической и бытовой структуре нашей страны. Огромная, историческая, гигантская задача. Это – труд поколения.

26 мая 1945 г.

Победа достигнута, гром салютов затих, боев нет. Приходят эшелоны со станками, целыми заводами, вывозимыми из Венгрии, Пруссии, Австрии, Силезии. Всюду хозяйственники в ужасе: куда девать, кому работать, что делать? Нужно сказать, что какого-либо плана, какой-либо наметки на ближайшее будущее – нет. Все идет самоходом, самотёком.

Хотя война окончилась, хотя в Сан-Франциско создается Международная организация мира – как-то никто не верит внутренне, что это серьезно, что завтра не начнется все снова: бомбежки, бои, пожары, голод, беспросветный труд. Усталость от 4-х лет войны у всех ужасная. Но о серьезном отдыхе как-то никто и думать не смеет. У всех столько забот, столько всяких «должен», что о личном, своем, бытовом – не хватает места и времени даже подумать. Из моего личного пока произошло вот что: защитил докторскую диссертацию в Капичнике. Пока не утвержден в ВАКе, но вероятно когда-нибудь утвердят. На 50-летие радио и торжества Попова делал доклад об электронике в радиотехнике. В резолюцию конференции внесли пункт о создании межведомственного института электроники. Но кто его будет создавать? У меня явно нет сил браться за это большое и очень нужное дело, важное для нашего будущего. А других желающих, увы, не видно.

31 декабря 1945 г.

Осталось два часа до еще одного Нового года. Вспомнил про «ежегодник» и захотелось что-нибудь записать.

Уходит год победы, год последнего напряжения, идет год суда, конференций, договоров, атомной энергии и труда, труда – без конца.

Что сейчас происходит в мире - мы понимаем очень плохо. То ли опять назревает война, которая по представлениям многих должна будет создать еще больший хаос в мире, чтобы из него создать настоящий человеческий мир, то ли уже выросло сознание в капиталистическом мире в безысходности старого и признание неизбежности перехода на социалистические рельсы – оценить и взвесить невозможно.

Моя родина – отдыхает. Отдыхает по-своему, по-русски: работа в ермалаше, без напряжения, но с огромными затратами. Последняя шутка: НКАП – расшифровывается как наркомат алюминиевой посуды. Все авиазаводы выпустили ширпотреб – посуду, но на большее не хватило ни воображения, ни пороха. А я делаю счетчики Гейгера для поисков урана. Ну что же – здравствуй, новый, загадочный год!

31 декабря 1947 года

Уходит последний день 1947 г., последние его часы. Год большого труда и стабилизации жизни. Денежная реформа, свободная торговля, выборы в Советы - все это украсило последний месяц 47 года, сильно подняло настроение у всех. Я сказал «всех». Это не совсем так, ибо те, кто за эти годы скопил миллионы – считают, что их ограбили. По делам в коих я верчусь – порядка пока еще очень мало. Главное то, что очень много разговаривающих и путающих, но очень мало действительно работающих. Это приводит к тому, что и работающим даться некуда от разговоров. Все время заседают.

В этом году летом вышло постановление о создании Вакуумного института (НИВИ), которым я и управляю. Но что это за институт? Разве такой была ОВЛ, которую никто не называл институтом? Жалкая пародия. Но работаем, работаем плотно.

С электроникой, о которой я все же тоскую, дела идут плохо, несмотря на смену министров, начальников и гл.инженеров. Кандидатур на эти дела подобрать нельзя, ибо таких людей у нас нет.

Ну а я – старею, побаливаю и уже почти не работаю, только директорствую. Это начало конца, но без грусти, без горечи. Новый год встречаю с уверенностью, что он будет лучше, чем 1947. Не обмани, младенец, нас, стариков!

2 января 1949 г.

Очень трудно записать итоги прошлого 1948 года. Весь он был какой-то короткий, суматошный, какой-то предварительный, черновой. Назвать его плохим – нельзя. Много работали, много тем, порядочно сделано. За этот год мы закончили создание всего основного оборудования для «большой» вакуумной техники. На днях А.А.Арцимович покаялся мне в том, что в начале года и он, и его архимеды делали всю ставку на харьковские институты. В нас, в НИВИ, никто не верил. А теперь только нас и признают, о Харькове и слышать не хотят. Несколько ранее Г.Я.Щепкин, после возлияний по поводу защиты им докторства, тоже делал подобные же излияния мне. Ну и по другим делам положение победное: течеискатель М.И.Меньшикова побил все рекорды на Кикоинском предприятии, выкурив оттуда все «гениальности» Симоненко-Кикоина. В.А.Симонов исследованием солей Ag показал высокий класс НИВИ и свой собственный. И при всем этом на 1949 г. у нас нет никакой программы, никаких серьезных планов. Если ПГУ согласится на выдачу нам заданий по ионным источникам и соответственно помогут оборудованием – мы через год будем на коне. А пока положение довольно мутное, бесперспективное.

Предстоит в середине нового года выезд на Урал для налаживания там вакуумного хозяйства. Тягот будет много, т.к. проектная работа совершенно бесхозна, делается халтурно, без знаний, любви и веры в успех.

Строительство в Нижних Котлах идет очень вяло, и для того, чтобы там сделать Институт, нужно вложить еще 3 миллиона рублей.

Завтра уеду в Ленинград на сессию Академии, которая должна продлиться до 18.1.48. После возвращения добьюсь того, чтобы вышло правительственное решение об окончании стройки в Котлах. Придется мобилизовать И.В. Курчатова, Первухина, Петросянца, Борисова. О помощи Кабанова и Ефремова думать не приходится, т.к. Министерство электропромышленности опять сливается с Министерством промышленности средств связи и что-то еще отпочковывают от себя и что-то вливают в себя. Лихорадка в МЭП будет продолжаться опять 3-4 месяца и что и кто будет делать это время – неведомо. Итак, на 1949 год перспективы буйные и грозные. Не привыкать стать. Если хватит сил, то думаю, 1950 год мы будем встречать в новом НИВИ. Иначе быть не должно.

1 января 1950 г.

С грустью думаю, что уже не много страниц будет заполнено моей рукой в этой тетради. Большая часть так и останется пустыми, пока новый неведомый мне хозяин ее не вырвет исписанные листы, чтобы не путались в «его» тетради ненужные чужие записи.

Это лирика, грусть, старость.

Еще один год прошел. Что сделано, что достигнуто? Что пережито за этот быстро промелькнувший год? Много. Институт с конца лета в новом здании в Нижних Котлах. У Арцимовича все идет хорошо. У Кикоина – провал и скандал. Курчатов взорвал первую игрушку и шумел на весь мир устами Трумена. Порядку в делах по-прежнему мало, расходы дикие, безграмотных чиновников легионы. И.В. Сталину недавно минуло 70 лет. В Москве идет чистка партийного руководства сверху донизу. Для начала с треском снят Попов, выведен из состава ЦК.

Выезд на строительство завода Арцимовича предположен в марте, но по-моему, раньше августа ничего еще там делать нельзя будет. Ефремов и Арцимович ездили туда в декабре и приехали с совершенно различными оценками состояния строительства. Несмотря на различие оценок, пишут совместно доклады с единодушными требованиями и предложениями.

У меня же назревает ощущение надвигающейся катастрофы всего дела, т.к. Ефремов это только машиностроитель, а Арцимович только сильный физик. Ни тот, ни другой не признают и не понимают, что такое технология такого завода, который строится. Мне грустно, что я уже стар и могу только видеть (да и то плохо), но не могу делать. У Арцимовича много данных для того, чтобы быть полным хозяином всего дела, но нет выдержки, нет любви к доведению в мелочах всего до совершенства. Жаль, конечно, и трудов, и средств, и людей, но думаю мне, что все же дело умрет и умрет с шумом. Очень много ошибок наделал Ефремов и из-за упрямства, тщеславия и себялюбия продолжает отстаивать ошибочные решения, таща за собой часто Арцимовича, не всегда твердого в своих взглядах и принципах.

30 декабря 1951.

Этот минувший год для меня был относительно тихим. Дела по-прежнему топчутся на одном месте. Васильевская база коптила небо до 15 ноября на экспериментальных работах, и когда все уже было на мази – внезапно переведена на другой конец Менделеевской системы. Арцимович и здесь показал себя безвольным соглашателем: пошел по тому пути, который гробит метод и дает полное спокойствие чиновникам, Бороде и Кикоину. Для всех ясно, что дальнейшее затирание нужно лишь потому, что руководители боятся: как бы не сравнили да не спросили, о чем вы думаете, товарищи, и как вы могли так думать. Естественно, что выпустив в жизнь настоящий большой завод ЭМ пришлось бы уступить если не все, то большую часть завоеванных позиций и привилегий. А это для них очень опасно. Вот и крутят, мутят, прячут истину. Мой НИВИ – по-прежнему скучная, малоквалифицированная, безидейная кустарная мастерская бешеных заказов.

Сам я постарел, сердце все время шалит. Устал. Видимо, пора думать о закате.

5 января 1956 г.

Пять лет прошло от последней записки в эту тетрадь. Много воды утекло. Васильевская база тихо-тихо перешла на производство стабильных изотопов, после того как сработала Li^6 на первую водородную бомбу. К этому времени пошел Константиновский завод с очень высокими показателями. Васильев переехал на новое дело. Я на базу не ездил с 52 года. Потом ввязались в Харитоновские дела. Так с ними и маемся до настоящего времени. За эти дела получены ордена, медали и сталинские премии в резко сниженной денежной части (30 т.р. вместо 200). В 1953 г. меня вдруг выбрали академиком. Как это возможно – до сих пор понять не могу. Когда оглашалось избрание, мы с В.Н. Кондратьевым решили, что 100% голосов мы получили только потому, что оба незаметные, потому и врагов не нашлось. Уже больше года добиваюсь, чтобы меня освободили от директорства в НИВИ. Пока ничего не выходит. Могу завязнуть еще больше, т.к. сегодня отослал доклад Завенягину, из-за которого возможно еще больше нагрузят всякой вакуумной техникой. Делать нужно, но сил и ума уже нет. Стар стал.

10 февраля 1958 г.

По моим предчувствиям, это последняя запись в эту тетрадь.

1957 г. прошел как и предшествовавший со 100% выполнением неинтересных заданий, возней с чиновниками. Пользуясь реорганизацией управления промышленностью, Д.В. Ефремов протасил через Первухина постановление о передаче НИВИ в МСМ. Я написал письмо в ЦК КПСС. Шла передача, подписывались акты и – все лопнуло: Первухин получил выговор за самоуправство, НИВИ – вернули в радиопромышленность, Ефремов – до сего времени не может прийти в себя.

Мои хлопоты об освобождении от директорства – увенчались наконец успехом: с 1.Х.57г.- сдал дела В.А. Гольцову. Все довольны, а я больше всех.

В НИВИ спущены два потрясающих задания: одно по термоядерным делам, другое – по ускорителю на большие токи. Нужно много строить, еще больше делать и изучать. У меня на это сил нет и оставаться научным руководителем НИВИ – мне уже не по плечу. Уходить в отставку на пенсию – не решаюсь (а надо, очень надо) и видимо кончу как принято у нас: инсульт, инфаркт и панихида.

31 декабря 1958 г.

Идут последние часы этого года. Это просто какая-то мистерия: как год кончается, мне обязательно попадается в руки эта тетрадь. Ну что ж. Запишем страничку.

Весь этот год был годом неустановившегося еще равновесия. Организация Совнархозов и дезорганизация промышленности, роспуск Министерств и создание Госкомитетов – все это так или иначе сказывалось на работе: все время что-то хромало, что-то разлаживалось и останавливалось. Создание Сибирского центра науки пока идет больше в канцеляриях и на строительных площадках. Отдача начнется этак через 4-5 лет, если не будет войны. А тучи сгущаются: берлинский вопрос, ракетные базы, прекращение испытаний А и Н бомб – все это не внушает особого оптимизма. Реорганизация школ и трудовое воспитание молодежи – это очень твердый орешек, особенно при разброде в умах самих воспитателей. В биологии – опять возрождение лысенковщины, которую мы зовем облысением науки. С термоядерными делами – мой прогноз оправдывается: ничего кроме спекуляций нет, и видимо, не будет еще лет 10-15. А денег идет много, очень много. Каков будет Новый 1959 год? Всякий хорош, лишь бы без войны!

27 декабря 1959.

Для меня этот год прошел как-то удивительно пусто. В мире, конечно, многое изменилось и просветлело: войны как будто уходят в прошлое, но вооружение гонят все в масштабах невероятных.

После запуска спутников, фотографирования Луны с «заду» и визита Хрущева к Эйзенхауэру – похоже, что нас начинают считать за людей. И к нам стали ездить, и наших принимать.

После каждой вылазки за пределы отечества – длительная процедура сравнений и оценок нашего отставания. Вчера, например, договорились до того, что необходимо женам рожать Эйнштейнов (это было на секции Д.В. Ефремова по поводу ускорителей).

Ну а жизнь идет. Огромные стройки, целина, кукуруза – все нужно и все идет на улучшение жизни. Но порядку – очень мало. И, видимо, еще лет 20-25 будет поддерживаться стратегический хаос.

Мы с Лидой 4 месяца готовимся переезжать на новую квартиру. Лучше от этого будет или нет – узнаем в 1960 г. Квартира явно расколола нашу психику: сегодня хотим, завтра – нет. В НИВИ – кавардак, в связи с Цветметом и Л – 25. Запутались года на три. Разберемся в 1960 г.

25 декабря 1960 г.

Наконец-то этот противный високосный год подходит к концу. Событий было много, и притом больших, но удивительно мало осталось от них полезного.

«Улучшение» отношений с Америкой и Западом пришло к своему антиподу. Кругом войны, базы, усиление гонки вооружений. Хрущев устроил почти скандал в ООН. Но Хаммершельд – не ушел в отставку, в Конго – гражданская война, с Кубой открыто готовится расправа, Эйзенхауэр больше не президент, так и не побывал ни в Токио, ни в Москве. В космосе состязание с переменным успехом. Множество всяких деклараций и заявлений. С 1-го января у нас новая денежная система с обменом денег 10:1 и обесценение доллара (90 коп. за 1 доллар). В НИВИ кавардак ни с чем не соизмеримый. Опять прожекты на расширение в 5 раз, если не больше. А пока грязь и неустройство такое, какого не было и в худшие годы войны. Seriously думаю уходить из этого своего детища. Куда? Или на пенсию, или в Ленинград к Г.С. Вильдгрубе. В новой квартире живем с февраля. Ничего, привыкли. Но пейзаж из этих каменных каменных коробок настраивает все время на тюремный лад. Об архитектуре – у нас ничего не говорят. Говорят о квадратных метрах на душу. Жизнь стала какой-то совсем безвкусной и ненужной. Ну что ж! Еще с одним наступающим новым годом!

8 февраля 1962 г.

Незаметно работаем уже в 1962 году. Ну а предыдущий? Прямо скажем: незадачливый был год. В стране кавардак, бесчисленные совещания, советы, конференции. Резолюции, решения, постановления, и т.п., ни для кого необязательные директивы и никем не выполняемые. В городах (кроме Москвы да Ленинграда) жрать нечего. За маслом и сахаром ездят в Москву, за хлебом – стоят в очередях. Жилищного фонда много, но нуждающихся становится еще больше, т.к. деревня, всеми правдами и неправдами, переселяется в город. С сельским хозяйством – из рук вон плохо. Совнархозная система вызвала огромное увеличение количества всяких чиновников, ревизоров, инспекторов и т.п. бумаготворцев. Лозунг «наше поколение будет жить при коммунизме» вызывает едкие смешки и «20 лет на обгон капиталистической системы» склоняется во всех падежах. Общее напряжение, неудовольствие, подогреваемые еще и страхом перед войной. Титов и Гагарин уже всем надоели. Эти герои – славные ребята, но их изъездили наши пропагандисты до одури. Сумеем ли мы взять в руки это расплывающееся хозяйство? Неужели опять разруха? Ох, тяжело.

21 февраля 1963 г.

В стране за прошлый год масса реорганизаций и перемен. Основной напор идет на сельское хозяйство, большую химию и демократизацию управления государством. С Кубой и карибским конфликтом кое-как уладилось. С китайцами продолжается корректное охлаждение. Ходят толки, что китайцы скоро начнут взрывать свои атомные бомбы. Де Голль и Аденауэр играют в жаркую дружбу. Англия осталась в изоляции. У арабов все время идут революционные потасовки. У нас много строек и перестроек. Управлять хозяйством некому и реорганиза-

ция партийного и государственного аппарата пока еще не дают ощутимого результата. Количество совещаний, советов, госкомитетов, координационных и прочих путающих органов возросло до абсурдных размеров.

А НИВИ? Живет на двух площадках, задания выполняет, премии получает, но вакуумная техника все больше отстает от Запада. Заводы выпускают хлам и никакие скандалы не помогают. Я уже здорово состарился и ослаб. Все дело тянет М.И.Меньшиков. Мне же все чаще приходится лежать: то воспаление легких (в новый год), то скачки давления крови, то грипп. Проект большого НИВИ – движется, но постройка его растянется, вероятно, года на 3-4. Мне в нем уже работать не придется. За этот минувший 1962 год дотянули корпус В.А.Симонова до крыши, но и только. Построили 3 дома для сотрудников, один целиком отдали под переселение граждан из клоповников на строительной площадке. Там пока только роют землю и в одном этом году из земли не вылезет ничего. Народу в НИВИ стало очень много (больше 1600 человек) и по моему мнению дальше увеличивать нельзя.

В последние месяцы шло заигрывание В.Н. Челомея, С.П. Королева, Янгеля и, отчасти, металлургов. Хотят каждый иметь свое мощное «космическое» вакуумное хозяйство и поэтому каждый перетаскивает свой проект постановления. Но единого хозяина, а главное, настоящих знаний, нет. На этой почве разводят демагогию и орг-паутину тов. Веркин из Харькова. Пока все эти деятели плодят уйму бумаг, протоколов, ТУ и ТЗ. А делать некому и негде. НИВИ могут нечаянно слопать какие-нибудь импортные прорицатели вроде Староса. М.И. Меньшиков пока ловко лавирует между этими всеми акулами, но своей твердой линии у НИВИ, к сожалению, нет. Да и опереть такую линию не на кого. Положение сложное, как и во всем Союзе.

24 марта 1964 г.

Третий день сижу и лежу дома с радикулитом. Кажется, проходит. По итогам прошлого года НИВИ получил «хорошую» оценку на балансовой комиссии. А что хорошего? Народу стало больше двух тысяч, а чего-либо существенного не сделали. Сдали корпус Симонова под наладку, а денег на работу не оказалось. В понедельник вместе с А.П.Александровым были у Петросянца: обещал до 15.4. все отрегулировать и обеспечить финансирование в полном объеме. С деньгами у всех, кроме химиков и сельского хозяйства, очень туго. С хлебом во всей стране – отвратно, и будет к лету еще хуже. И никто не в ответе, как впрочем и по всем делам. Такого всесоюзного разгильдяйства я не видел за все 44 года. Зато призывов, резолюций, постановлений – хоть отбавляй. И советов, совещаний, конференций и т.п. сабантуев – весь календарь заполнен, да еще в накладку.

За эти дни немного собрался с мыслями и пришел к выводу, что лично мне уже пора уходить на покой. Дело не только в том, что я уже стар и слаб, а в том, что ничего больше я делать не могу. Электроника, родившаяся на моих глазах, явно переходит в ту область технической физики, которая мне уже недоступна. Все эти полупроводники, лазеры, параметрические усилители и логические схемы – требуют совсем другой подготовки и выучки, чем-то, что мне не по плечу. Сосредоточиться только на вакуумной технике уже нельзя. А значит, вся моя дальнейшая работа будет дырявой, с большим изъяном, с недопониманием очень существенных направлений и деталей. Да и в современной структуре науки и промышленности я уже ничего не понимаю.

Ergo: нужно спокойно переходить на положение «бывшего», не допуская превращения себя в «свадебного генерала» (к чему уже было несколько попыток). Дико, конечно, стать пенсионером, получать пенсию и не иметь никаких обязанностей, но я думаю, что остаток моих дней еще можно заполнить содержанием не менее интересным и полезным. Очень хочу заняться математикой, писанием хороших переводов, чтением хороших книг. И проводить 3-4 месяца в году на лоне природы.

Вот обдумав все это, я и решил по-серьезному взяться за переквалификацию академика в пенсионера. Знаю, что препятствий для этого будет немало, но сделать это нужно и для дела, и для себя.

Начинать надо теперь же с оформлением пенсии, потом с заявления А.И.Шокину. Труднее всего будет с подбором дельного преемника, но это уже не одного меня касается. Главное же – прийти в то равновесие, которое не нарушалось бы внутренними конфликтами.

Пора.

20 декабря 1964 г. Воскресенье

Наступили самые темные дни года и, пожалуй, моей жизни. Еще один год кончается, а порадоваться нечему.

После всей помпы и трескотни вроде 70-летнего юбилея Хрущева, тихо-тихо убрали эту «просвещенную» фигуру и занялись перестройкой того кавардака, который он наделал и в хозяйстве, и в политике. Хорошо, что так прошло. Иначе неизбежно было бы повторение 2-й половины сталинской эпохи. Пока тут расчистка, попытка постепенно разобраться в том, что выбросить на свалку, а что переукрасить и сделать полезным.

У нас пока медленно идет стройка, возрастание численности (более 2350 чел.), выполнение казенных планов, мелкая война из-за квартир и появление авантюристических планов при отсутствии средств на серьезные дела. Да и людей-то серьезных не прибавилось. На строительной площадке торчат скелеты будущих зданий НИВИ, но когда они станут реальными зданиями – ни один черт не знает. Академия по-прежнему мечется в родовых муках, но родить ничего не может и прежде всего потому, что кроме Верещагинских алмазов - ничем не беременна. Термоядерщина, после головокружения в водовороте всяких неустойчивостей, перешла на тихое течение, но без средств к существованию. Перспективы нового года пока очень туманные. На днях электроника будет выведена из Совнархозов, а значит и мы, вакуумщики, тоже. Посмотрим, что будет.

Материал любезно предоставлен родственницей С.А.Векшинского Н.С.Золотениной и подготовлен к публикации Президентом РНТВО им. академика С.А.Векшинского С.Б.Нестеровым.

«Успехи химии» «Об искусственных алмазах»: непростая судьба статьи О.И. Лейпунского

В.П. Варнин

*Москва, Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН,
Ленинский пр. 31, к.4*

В предлагаемой работе рассматривается непростая судьба статьи О.И. Лейпунского «Об искусственных алмазах». Выйдя за рамки простого литературного обзора, Лейпунский рассчитал ход линии равновесия алмаз – графит при температурах выше 1200 К и довольно точно определил вид диаграммы состояния углерода. Эти результаты активно обсуждались, критиковались и уточнялись в работах различных исследователей. Придя к выводу о трудности реализации прямого твердофазного превращения графита в алмаз, Лейпунский фактически дал описание способа получения алмаза, предложив использовать для снижения параметров процесса металлы – растворители углерода. Возможно поэтому после того как были получены первые искусственные алмазы, началось патентование и на первый план вышли коммерческие интересы, статья фактически игнорировалась. Это, на взгляд автора, подтверждается анализом некоторых американских патентов и статей. Работа Лейпунского сыграла решающую роль при отклонении иска компании «Дженерал электрик» о нарушении ее патентных прав советскими производителями искусственных алмазов. В конечном счете правота Лейпунского была признана, однако остается много вопросов, связанных с экспертизой публикаций, объективной, заинтересованной и ответственной оценкой отечественными учеными работ коллег.

"The success of chemistry" "On artificial diamonds": the difficult fate of the article by O.I. Leipunsky .V.P. Varnin. The proposed paper considers the difficult fate of the article by O.I. Leipunsky "On artificial diamonds". Going beyond a simple literary survey, Leipunsky calculated the course of the diamond-graphite equilibrium line at temperatures above 1200 K and quite accurately determined the shape of the carbon state diagram. These results were actively discussed, criticized and refined in the work of various researchers. Having come to the conclusion that it is difficult to realize the direct solid-phase conversion of graphite into diamond, Leipunsky actually described the method of obtaining diamond, suggesting the use of metals - carbon solvents - to reduce the parameters of the process. Perhaps that's why after the first artificial diamonds were obtained, patenting began and commercial interests came to the fore, the article was virtually ignored. This, in the author's view, is confirmed by the analysis of some American patents and articles. The work of Leipunsky played a decisive role in rejecting the lawsuit filed by General Electric about the violation of its patent rights by Soviet manufacturers of artificial diamonds. In the end, Leipunsky's rightness was recognized, but there remain many questions related to the examination of publications, objective, interested and responsible assessment of the work of colleagues by domestic scientists.

В минувшем году исполнилось 75 лет со дня публикации в журнале «Успехи химии» статьи Овсея Ильича Лейпунского «Об искусственных алмазах» [1]. В этой работе Лейпунский не только представил обстоятельный обзор предшествовавших попыток получения искусственных алмазов, не только рассчитал линию равновесия алмаз – графит и довольно точно определил вид диаграммы состояния углерода, но фактически дал описание способа получения алмаза при высоких давлениях с использованием металлов-растворителей и высказал соображения о возможных путях кристаллизации алмаза в области его термодинамической метастабильности.

В книге «Нежданная победа: как “Дженерал электрик” преуспела в химической индустрии» [2], посвященной крупным достижениям компании «Дженерал электрик» в области химических технологий, Дж. Коу, бывший вице-президент одного из подразделений компании, пишет, что работа Лейпунского привлекла мало внимания. Это не так. До середины 1950-х гг., т. е. до момента, когда в «Дженерал электрик» были получены искусственные алмазы и начались работы по патентованию, статью Лейпунского цитировали и активно обсуждали видные ученые того времени: П.У. Бриджмен – нобелевский лауреат 1946 г. за работы в области физики высо-

ких давлений [3], Г. Эйринг и Ф. Кэгл [4], А. Нейгауз [5], Р. Берман и Ф. Симон [6]. Однако после 1955 г. и вплоть до момента возникновения патентных споров, эта работа специалистами в области технологий получения искусственных алмазов при высоких давлениях обходилась молчанием.

Фазовая и реакционная диаграмма углерода Лейпунского

До 1913 г. алмаз считался стабильной модификацией углерода из-за неверного определения знака разности теплот сгорания в экспериментах с алмазом и графитом. В 1913 г. В. Рот и Г. Валлаш правильно определили знак, но само значение дали с большой ошибкой, что не позволяло с приемлемой точностью рассчитать положение линии равновесия алмаз – графит на диаграмме состояния углерода [7].

В 1926 г. Симон [8] представил новые данные о линии равновесия алмаз – графит, которая в диапазоне температур 300–2000 К описывается уравнением

$$P, \text{ кбар} \approx 2 + 0,0215T \text{ (К)}.$$

Эти данные уже давали представление о реальных P , T -параметрах линии равновесия, будучи заниженными примерно на 50–40 % по сравнению с установленными впоследствии.

В 1938 г. американским исследователям Ф.Д. Россини и Р.С. Джессопу удалось решить проблему приготовления образцов кристаллического графита достаточно чистого для получения воспроизводимых и надежных данных для разности теплот сгорания алмаза и графита при нормальных условиях [9]. Для диапазона температур от 273 до 1400 К и давлений от 0 до 20 000 атм ими получено уравнение для разности термодинамических потенциалов при превращении графита в алмаз, что позволяло рассчитывать положение линии равновесия в диапазоне температур не выше 500 К, так как уже при $T = 470$ К значение $P = 20\,000$ атм.

Лейпунский воспользовался результатами работы Россини и Джессопа и, сделав ряд предположений о поведении теплоемкости алмаза и графита при высоких температурах, экстраполировал значения термодинамических потенциалов на область высоких температур. Ввиду малости значений коэффициентов сжимаемости и теплового расширения и их взаимно компенсирующего влияния, он положил разность молярных объемов равной $1,9 \text{ см}^3$ и рассчитал положение линии равновесия, представив результаты в виде таблицы. Так что не может быть и речи о простой линейной экстраполяции кривой равновесия Россини – Джессопа, как утверждается в книге Коу [10], тем более что такой кривой в работе Россини и Джессопа просто нет. Интересно, что в работе Р.М. Хейзена «Создатели алмазов» [11] эта кривая даже приведена, а имя Лейпунского упоминается только в примечаниях к главе. Есть график зависимости ΔF от температуры для 1, 10 000 и 20 000 атм, из которого можно при желании получить только одну точку для кривой равновесия – для 20 000 атм).

Используя представленные в статье Лейпунского табличные значения, полученные только с помощью экстраполяции для температур выше 1200 К, приходим к уравнению

$$P, \text{ кбар} \approx 3,1 + 0,0276T \text{ (К)}$$

Если дополнительно учесть значения давлений, полученные при низких температурах уравнение принимает такой же вид, как в открытии:

$$P, \text{ кбар} \approx 5,5 + 0,0264T \text{ (К)} [12].$$

При этом следует отметить, что расхождение результатов, рассчитанных с помощью этих двух уравнений, в области температур 1500–3000 К не превышает 1,5 %, в то время как точность определения параметров линии равновесия алмаз – графит на нижнем краю диапазона температур, по оценке Лейпунского, определяется значением ошибки в 10 %, полученной в работе Россини и Джессопа, и составляет около 15 % при высоких температурах.

Основываясь на данных Ж. Бассе о температуре плавления графита при низких давлениях [13] и оценив теплоту плавления графита с помощью эмпирического соотношения, связывающего температуру плавления и удельную теплоту плавления, Лейпунский определил положение линии плавления графита в зависимости от давления, что в сочетании с линией равновесия алмаз – графит позволило установить положение тройной точки алмаз – графит – жидкий

углерод.

Поскольку плотность жидкого углерода не была известна, Лейпунский, возможно под влиянием работы Г.Тамманна [14], где сообщалось о получении аморфного углерода, обладавшего в отличие от известных форм аморфного углерода плотностью, превышающей плотность графита, принял, что изменение молярного объема $\Delta V/V$ при плавлении графита может составлять $\pm 5\%$, т. е. допускал, что плотность жидкого углерода $\rho_{ж}$ может быть как выше, так и ниже плотности графита $\rho_{гр}$ и в зависимости от этого положение тройной точки графит – алмаз – жидкий углерод должно было несколько изменяться. На приведенной в статье диаграмме (рис. 1) показаны две линии плавления, отвечающие $\Delta V/V = 0,05$ и $\Delta V/V = 0$, и для последнего случая, для тройной точки, получаем координаты $T = 4040$ К, $P = 115\ 000$ атм.



Рис. 1. Фазовая и реакционная диаграмма углерода О.И. Лейпунского, 1939 г.

В 1962 г. Ф. Банди [15] экспериментально определил ход кривой плавления графита и положение тройной точки – $T = 4000\text{--}4200$ К, $P = 125\text{--}130$ кбар. При этом оказалось, что наклон кривой плавления действительно меняет знак, будучи положительным при низких давлениях ($P < \sim 70$ кбар) и отрицательным при приближении к тройной точке. Это означает, что при низких давлениях плотность жидкого углерода ниже плотности графита ($\rho_{гр} > \rho_{ж}$), а при давлениях больше 70 кбар превышает ее ($\rho_{гр} < \rho_{ж}$).

Критика Бриджменом метода экстраполяции

В 1947 г. Бриджмен подверг критике данные, полученные с помощью экстраполяции термодинамического потенциала [16]. По его мнению, уточнения, достигнутые Россини и Джессопом, касались лишь постоянного члена термодинамического потенциала, но не затрагивали членов, включающих изменение свободной энергии с давлением и температурой, значения для которых были получены на образцах недостаточно чистого графита. Поэтому, по мнению Бриджмена, самое большее, что можно было ожидать от результатов, полученных с помощью экстраполяции для температур $2000\text{--}3000$ °С, – это лишь указание на порядок величины.

Целью указанной работы Бриджмена была попытка наращивания алмаза на алмазных затравочных кристаллах из графита без участия растворителя. Однако вместо того, чтобы расти, кристаллы алмаза графитизировались.

Бриджмен обнаружил, что степень графитизации алмаза для данной температуры уменьшается с ростом давления, стремясь к нулю при некотором его значении. Исходя из этого, он предположил, что эти значения T и P должны отвечать положению на линии равновесия. Время опыта, правда, составляло всего около секунды.

На рис. 2, заимствованном из статьи Эйринга и Кэгла [17], представлены линии равновесия, полученные Бриджменом, Лейпунским и Густавсоном. В свете явного расхождения результатов нетрудно понять, почему Бриджмен подверг критике метод экстраполяции, использованный Лейпунским. Кривая равновесия Бриджмена приведена и в первой американской пуб-

ликации об искусственных алмазах «Дженерал электрик» [18].

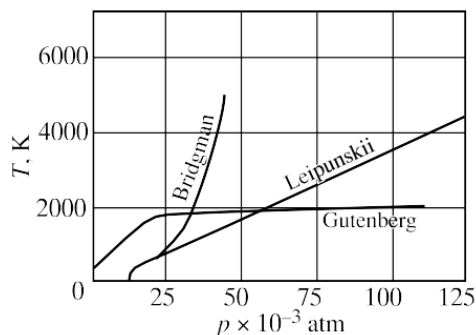


Рис. 2. Линии равновесия алмаз – графит П.У. Бриджмена и О.И. Лейпунского в сравнении с температурным градиентом Земли по расчетам Густавсона.

Линия равновесия Бермана – Симона

В 1955 г. появилась работа Бермана и Симона [19] о линии равновесия графит – алмаз, в которой кроме того что использовались уточненные термодинамические данные, особое внимание было уделено анализу и оценке возможных ошибок при экстраполяции, в частности, с учетом замечаний, высказанных Бриджменом. В результате ими была получена кривая равновесия, участок которой при температурах выше 1200 К описывается уравнением

$$P, \text{ атм} \approx 7000 + 27T \text{ (К)}.$$

Ошибка оценивалась в 5 %. Легко убедиться, что в области температур, представляющих интерес для получения алмаза, значения давлений, полученные с помощью этого уравнения и уравнения Лейпунского в пределах ошибок, заявленных авторами, совпадают.

Близость значений коэффициентов при T в уравнениях Бермана и Симона и Лейпунского фактически означает полную справедливость, сделанных им при экстраполяции допущений. Уравнение Бермана и Симона совпало с уравнением, полученным позднее в работе Банди и др. на основании экспериментальных данных [20], однако отличаясь значением коэффициента при T равном 30.

В дальнейшем положение линии равновесия неоднократно уточнялось. Уравнение Кеннеди (1976) [21]:

$$P, \text{ кбар} \approx 12,6 + 0,025 T \text{ (К)}.$$

Это уравнение получено с использованием метода измерения давления «поршень – цилиндр», считающегося наиболее надежным.

Уравнение Бермана (1979)

$$P, \text{ кбар} \approx 3,8 + 0,0301 T \text{ (К)}.$$

Уравнение Бермана (1996), с поправкой на данные электрохимических измерений разности энергий Гиббса алмаза и графита [22]

$$P, \text{ кбар} \approx 0,43 + 0,031 T \text{ (К)}.$$

В работе Г.Дея 2012 г. [23] на основе критического рассмотрения экспериментальных и термодинамических данных была получена кривая превращения алмаз – графит более крутая, однако не выходящая за расширенные рамки прежних экспериментальных и предпочтительных калориметрических данных.

Впервые в мире успешный эксперимент по кристаллизации алмаза из смеси карбида железа и графита при давлении около 80 000 атм и температуре около 2500°C был выполнен 16 февраля 1953 г. в лаборатории шведской компании АСЕА Э. Лундблатом и Х.Р. Лиандером на установке высокого давления типа разрезная сфера. В том же году шведы еще дважды успешно осуществили процесс. Однако экспериментальная камера высокого давления, изначально ори-

ентированная фактически на однократное использование и сложная в сборке, делала процесс дорогим и коммерчески невыгодным. Некоторые полагают, что по этой причине и/или в надежде доработать процесс шведы не объявили о полученных результатах и не подали патентных заявок. Однако истинная причина, похоже, обнаружилась при рассмотрении патентных споров – шведы пытались опротестовать в арбитраже американские патенты, ссылаясь на работу Лейпунского. Они полагали, что патентноспособным может быть лишь аппарат для получения искусственных алмазов, но не способ их получения, и поэтому были очень удивлены, когда появились американские патенты [24]. И основания у шведских специалистов для этого имелись.

Способ получения алмаза по Лейпунскому

Построение первой диаграммы состояния углерода является очень важным научным достижением. Однако Лейпунский этим не ограничился. Он рассмотрел возможность прямого перехода графита в алмаз и пришел к выводу, что для такого перехода значения давления должны быть более высокими, чем это следует из диаграммы состояния. Он писал:

Само собой разумеется, что наиболее прямым и естественным методом получения алмаза явилась бы кристаллизация углерода при таких условиях, когда алмаз представляет собой более устойчивую фазу, т. е. кристаллизация при высоких давлениях. Однако условия абсолютной устойчивости еще недостаточно для кристаллизации углерода в форме алмаза ... Перестройки в решетке алмаза начинаются с 1700–1800°C и при этой температуре нет оснований ожидать, что решетка графита будет устойчивее. Поэтому температура в 2000 К является минимальной для получения из графита в твердой фазе, причем опыт должен производиться при таком давлении, когда алмаз при этой температуре устойчивее графита, т. е. при давлении порядка 60 000 атм (курсив мой. – В.В.) [25].

На диаграмме Лейпунского (рис. 1) эта точка обозначена цифрой 2.

Экспериментально прямой переход графита в алмаз наблюдается при более высоких значениях давления. Возможно, это связано с тем, что хотя медленные процессы рекристаллизации в графите действительно начинаются при температуре около 2000 К, однако во многих углеграфитовых материалах рекристаллизация имеет место лишь при температурах около 3000°C.

Рассматривая далее процесс кристаллизации алмаза, Лейпунский пишет:

Давление, необходимое для кристаллизации алмаза в области его устойчивости, может быть уменьшено, если удастся понизить температуру, при которой возможна кристаллизация. Известно, что наличие среды, являющейся растворителем для твердой фазы или вступающей с ней в нестойкие химические соединения, может значительно облегчить рекристаллизацию ... Следовательно, если бы можно было подобрать такую среду, в которой процессы растворения углерода графита и углерода алмаза происходили бы с достаточной скоростью при температуре ниже 2000 К, то тогда кристалл алмаза можно было бы вырастить из жидкой фазы при давлении меньше 60 000 атм. Возможно, что такой средой является железо, в котором при 1500–1700 К растворяется несколько процентов углерода ... С принципиальной точки зрения, в железе можно выкристаллизовать алмазы (или вызвать рост внесенной затравки) при температуре 1500–1700 К, для чего потребуется давление порядка 45 000–50 000 атм (курсив мой. – В.В.) [26].

С высоты сегодняшнего дня указание Лейпунского на необходимость использования металлов-растворителей, в частности, железа, для понижения параметров синтеза, прежде всего давления, может показаться тривиальным. Однако это не так. Бриджмен, по свидетельству Г.Т. Холла, долгое время пытался получить алмазы без участия растворителей, и только оценка Эйрингом [27] параметров переходного состояния и изменения скорости твердофазного превращения с температурой позволила осознать ошибочность такого пути [28]. Сам Холл, единственный из команды «Дженерал электрик» удостоенный золотой медали Американского химического общества, утверждал, что «мысль об использовании в качестве катализатора железа ... была настоящим прорывом» [29]. Вообще-то Холл сначала использовал троилит, но вскоре выяснил, что железо дает даже лучшие результаты.

Алмазы и патенты «Дженерал электрик»

16 декабря 1954 г. Г.Т. Холл из компании «Дженерал электрик» также успешно осуществил кристаллизацию алмаза при высоких давлениях, используя разработанный им очень эффективный аппарат высокого давления, получивший название «белт». Белт во многом предопределил этот и последующие успехи компании.

Любопытно, что на протяжении почти сорока лет считалось, что первый искусственный кристалл алмаза был получен за неделю до Холла Г. Стронгом, который использовал при синтезе затравочные кристаллы алмаза, завернутые в железную фольгу. После опыта затравочные кристаллы легко отделились и остались неизменными, а два новых кристалла, превосходивших по размеру затравочные, были обнаружены в ходе лабораторных исследований при попытке изготовления шлифа из спекшейся массы. Более крупный из «синтезированных» кристаллов был помещен в рамку, снабженную увеличительным стеклом, и почти на протяжении 40 лет украшал один из офисов «Дженерал электрик». Однако результаты Стронга никому воспроизвести не удалось, а в 1993 г. было однозначно установлено, что кристалл имеет природное происхождение [30].

В феврале 1955 г. на созванной пресс-конференции «Дженерал электрик» объявила о своем успехе. Однако в пресс-релизе не сообщалось никаких деталей ни об оборудовании для получения высоких давлений, ни о методе синтеза. Многие известные американские ученые осуждали руководителей компании за такую секретность. В стремлении предотвратить дальнейшие неблагоприятные комментарии и восстановить доверие компания прибегла к услугам Бриджмена, который написал статью для «Сайентифик эмерикэн» [31], подтверждающую, что алмазы действительно были произведены в «Дженерал электрик».

Секретность сохранялась еще на протяжении пяти лет. Администрация Эйзенхауэра наложила мораторий на выдачу патентов. Иногда утверждается [32], что это было сделано для того, чтобы они не попали в СССР и не могли быть использованы при производстве вооружения. Однако следует иметь в виду, что к этому времени в СССР уже были начаты разработки крупных месторождений алмаза. В 1959 г. «Де Бирс» заключила контракт, а в 1960 г. фактически была вынуждена подписать соглашение о закупке в СССР значительных объемов необработанных алмазов. Холл, ушедший из «Дженерал электрик» сразу после подачи первой патентной заявки и которому эта секретность сильно затрудняла работу на новом месте, со своей стороны отмечает, что главным инициатором засекречивания был Департамент торговли, отстаивавший патентную тайну (*proprietary secrecy*) и коммерческие интересы компании, а за ускорение рассекречивания выступали, в частности, Пентагон и Министерство энергетики [33].

К 1959 г. исследовательская группа «Де Бирс», наконец, смогла повторить достижения «Дженерал электрик». Руководство последней об этом узнало и стало настаивать на отмене моратория. В середине сентября «Дженерал электрик» подала заявку в Претории на патент на свой процесс синтеза, буквально на несколько недель опередив исследователей из Южной Африки. Затем последовали долгие судебные разбирательства, потому что каждая компания требовала признания своих патентных прав на изобретение.

Обычно когда говорят о получении шведами алмазов, подчеркивают, что они держали этот факт в тайне и только в 1955 г., после того, как стало известно об успехе американцев, сообщили об этом, но вплоть до 1960 г. не приводили никаких деталей. Однако тот же упрек о нераскрытии деталей можно адресовать и американцам. Кроме самых общих и расплывчатых сведений они также не привели никаких конкретных данных. Только в 1959 г., также в «Нейчур» [34], т. е. всего за год до того как это сделали шведы, были обнародованы некоторые детали процесса. При этом рисунок, на котором приводится фазовая диаграмма углерода, выполнен в таком мелком масштабе, что создается впечатление, будто кривые равновесия, полученные на основе термодинамических данных [35] и экспериментальным путем (со ссылкой на так и не опубликованную работу), хорошо сопрягаются. Легко убедиться, что это не так: при 1500 К по данным Бермана и Симона [36] значение давления составляет 47,5, а из рис. 1 в работе Бовенкерка и др. [37] ~ 60 тыс. атм. Экстраполяционная кривая получена, по-видимому, графическим путем. Для координат тройной точки алмаз – графит – жидкий углерод получаем примерно 180 тыс. атм при 4250 К.

Безусловно, сообщение «Дженерал электрик» об успешном синтезе алмаза имело очень

большое значение, поскольку оно свидетельствовало об осуществимости процесса получения алмаза при высоких давлениях и позволило, например, «Де Бирс» сэкономить несколько лет, которые в противном случае компания была бы вынуждена потратить на проведение поисковых исследований.

Поскольку речь шла о существенных коммерческих интересах, то без учета соображений, связанных с «патентной тайной», с необходимостью создания условий, обеспечивающих успешное прохождение патентных заявок, невозможен корректный анализ публикаций и патентов, а в некоторых случаях и мотивов авторов. А о том, что у американцев была такая необходимость, свидетельствует патентный поверенный, имевший дело с четырьмя первыми патентными заявками «Дженерал электрик». Он вспоминает:

Один русский термодинамик (работу которого цитировал австрийский специалист по определению уровня техники) уже в 1938 году рассчитал критические значения температур и давлений, необходимые для образования алмаза, аналогичные тем, что сформулированы в патентных заявках ДЭ [38].

Сразу после сообщения об успешном синтезе алмаза в феврале 1955 г. началась подача патентных заявок [39]. В августе 1960 г. в один день было выдано четыре патента на способ синтеза алмаза [40], но только один из них – патент Холла [41] – получен по заявке 1955 г., остальные – по заявкам 1958 г. Месяцем раньше также по заявке 1958 г. Холл получил патент на аппарат высокого давления типа «белт» [42]. Однако в докладе Национальной академии наук США Палате представителей [43], перечислены лишь три патента: Стронга «Синтез алмаза», Холла, Стронга и Венторфа, мл. «Метод изготовления алмазов» и патент Холла «Аппарат для высоких температур и высоких давлений».

Можно догадываться, почему в докладе не назван патент Банди, который уже в то время представлялся довольно экзотичным, поскольку в нем предлагалось использовать в качестве катализатора платину, а процесс вести при давлении выше 90 000 атм. Но почему не упомянут патент Холла [44] – единственный патент с приоритетом от 1955 г.? Знакомство с содержанием патента, озаглавленного «Синтез алмаза», наводит на мысль о том, что и американцы, возможно, не сразу пришли к уверенности в патентоспособности метода, потому что фактически в патенте заявляется метод контроля над процессом синтеза алмаза.

Действительно, первый пункт формулы гласит:

Процесс для изготовления алмаза при повышенных температурах и давлениях в присутствии металла катализатора для превращения неалмазного углерода в алмаз, отличающийся тем (*the improvement which comprises*), что включает измерение электрического сопротивления упомянутой смеси неалмазного углерода и катализатора, нагревание упомянутой смеси в течение времени достаточного для того, чтобы вызвать изменение электрического сопротивления упомянутой смеси, указывающее на плавление катализатора и начало образования алмаза, и после этого снижение давления и температуры в ответ на упомянутое отклонение сопротивления [45].

В остальных пунктах формулы конкретизируются используемые материалы и значения давлений, причем во втором пункте формулы заявляется использование в качестве катализатора *железа*. Железо стоит первым и в списке катализаторов в патенте [46].

Сразу после подачи заявки Холл уходит из «Дженерал электрик» и, возможно, поэтому его заявка не переделывается, в то время как другие заявки переоформлялись [47].

Вызывает вопросы и патент Стронга «Синтез алмаза», где утверждается:

Теоретики и экспериментаторы в области попыток синтеза алмаза давно постулировали, что существует термодинамическая линия равновесия в координатах давление-температура между алмазом и неалмазным углеродом. Эта линия равновесия обсуждается Бриджменом в *Journal of Chemical Physics*, 15, 92–98 (1947) и в цитированных в ней статьях (в том числе, стало быть, и в статье Лейпунского. – В.В.) Одна из совсем недавних линий равновесия алмаз – графит предложена Берманом и Симоном *Zeit. f. Electrochemie*, 59, 355 (1955). Эти ученые постулировали, что при сжатии углерода при температурах и давлениях, отвечающих области стабильности алмаза на фазовой диаграмме углерода, должно происходить превращение неалмазного углерода в алмаз. Однако никто из работающих в этой области не смог осуществить такое превращение. Теперь установлены как область стабильности алмаза, так и неалмазного углерода на фазовой диаграмме углерода. Но вопреки теориям предыдущих исследователей было установлено, что, просто подвергая неалмазный углерод таким условиям, что он будет

находиться в области стабильности алмаза, этого недостаточно для превращения неалмазного углерода в алмаз (курсив мой. – В.В.) [48].

Это утверждение вызывает недоумение и свидетельствует о том, что, по крайней мере, Стронг с работой Лейпунского, мягко говоря, был знаком недостаточно, в чем нетрудно убедиться, обратившись к приведенным выше выдержкам из статьи Лейпунского о твердофазном переходе и недостаточности условий абсолютной устойчивости для получения стабильной фазы, а также важности кинетических факторов. По утверждению Стронга основное отличие его патента от патентов Холла [49], Холла и др. [50], в которых был заявлен способ синтеза при давлениях выше 75 000 атм, заключается в том, что используемые в его изобретении катализаторы позволяют *легко и воспроизводимо* осуществлять превращение углеродных материалов в алмаз *при низких значениях давлениях около 50 000 атм.* (курсив мой. – В.В.) [51].

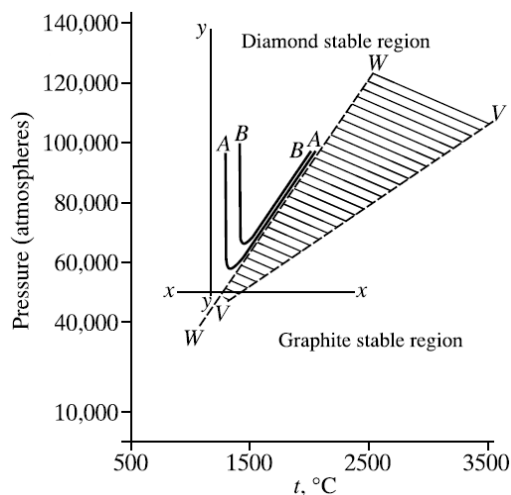


Рис. 3. Реакционная диаграмма углерода из патента Г. Стронга.

На реакционной диаграмме (рис. 3), приведенной в патенте Стронга, вместо линии равновесия указывается зона равновесия, ограниченная по давлению сверху и снизу двумя прямыми WW и VV соответственно.

Уравнение нижней линии VV , $P_{\text{катм}} \approx 5,3 + 0,027T$ (К) практически совпадает с уравнением Бермана и Симона, что на первый взгляд представляется естественным. Однако следует иметь в виду, что *все значения давления в патенте Стронга даны в ошибочной шкале калибровки давления.* Ошибочность используемой калибровочной шкалы стала очевидной уже к 1960 г. [52]. В основе этой шкалы лежали значения давления, при которых Бриджмен наблюдал изменение электрического сопротивления элементов при их твердофазных превращениях: $\text{Bi}(1-2)$, $\text{Tl}(1-2)$, $\text{Cs}(2-3)$ и $\text{Ba}(2-3)$, составлявшие соответственно 25,1, 44,1, 54,2 и 78,4 кбар [53]. В новой, уточненной калибровочной шкале этим переходам отвечают значения 25,2, 37, 41,7 и 59 кбар соответственно [54]. При использовании правильных значений новой шкалы практически вся зона равновесия, обозначенная в патенте Стронга, и значительная часть результатов опытов, приведенных в примерах, попадает в область стабильности графита, примерно на 7 000–20 000 атм ниже действительной линии равновесия. Более того, в приведенном выше утверждении Стронга о воспроизводимом получении алмаза при низких значениях давления концовку фразы – «около 50 000 атм» – следует заменить на «менее 40 000 атм» (!), т. е. ниже линии равновесия, что, естественно, вызывает вопрос о достоверности результатов и / или позволяет судить о значительном интервале ошибок при контроле режимов процесса. В 1961 г. на международной конференции по углероду в США (с участием советских ученых) вопрос о «честных килобарах», поставленный в довольно острой форме Дж. Кеннеди, поставил исследователей из «Дженерал электрик» в затруднительное положение [55].

Относительно использования ошибочной шкалы можно предположить, что, скорее всего, ошибка могла бы быть выявлена и исправлена значительно раньше, возможно, даже до подачи патентных заявок, если бы не игнорирование результатов работ Лейпунского и Бермана –

Симона [56]. Это тем более странно, что, говоря в своей работе [57] о первом «успешном» синтезе алмаза Стронгом, они пишут, что у них с самого начала были сомнения в правильности измерения давления в его аппарате. Использование ошибочной шкалы ориентировало «конкурентов» на применение более мощных прессов. Кстати на фотографиях, сопровождавших публикации о первых успешных опытах, был запечатлен мощный и дорогой пресс, хотя в действительности Холл использовал старый гидравлический пресс, которых протекал во многих местах, так что, спасаясь от воды, ему приходилось работать в резиновых сапогах и использовать тряпки [58].

Работа Лейпунского в публикациях американцев

Интересно отметить, что в американских работах цитируются статьи Бриджмена, Эйринга, Нейгауза, Бермана и Симона (последняя, правда, только с 1959 г.), в которых приводятся результаты и обсуждается статья Лейпунского. Однако вплоть до 1961 г. (т. е. до времени, когда истек год после получения патентов) ни в одной из работ американцев нет ссылок на Лейпунского. На мой взгляд, такое молчание достаточно красноречиво. Впрочем, и в работе 1961 г. [59] упоминание о ней идет в «братской могиле» с многими другими [60].

Наконец, в 1973 г. в работе Банди, Стронга и Венторфа статья Лейпунского рассматривается, но в довольно странном изложении:

Он предположил, что для реакции прямого превращения графита в алмаз потребуется по крайней мере *давление 55 кбар (?) и температура 1750 К (?)*. Он также предположил, что алмаз может быть образован *при охлаждении(?)* раствора углерода в материале-растворителе, например, в железе, при давлении и температуре по крайней мере *40 кбар (?) и 1250 К (?)*. Но как будет показано ниже в этой главе, после того, как синтез алмаза был осуществлен, было установлено, что *указанные значения давления и температуры были не адекватны*, что успешный процесс был *изотермическим* (курсив мой. – В.В.), и что система железо-углерод под давлением более сложна, чем это представлял себе Лейпунский [61].

Авторы даже привели диаграмму (рис. 4) однако в искаженном виде (ср. с рис. 1), выбросив из нее участок линии равновесия, полученный экстраполяцией до высоких температур, отчего становится совершенно неясно, как Лейпунский определил положение тройной точки. Более того, положение точек для рассмотренных режимов кристаллизации (в твердой фазе и через раствор углерода в расплаве металла), обозначенных цифрами 1 и 2, также не соответствует оригиналу.

Конечно, можно предположить, что авторы пользовались очень некачественным переводом или вообще не видели оригинала статьи. Так или иначе, приведенные ими данные, как читатель легко может убедиться, сверившись с приведенными выше выдержками из оригинала статьи, имеют мало общего с работой Лейпунского. (С досадой надо отметить, что в статье, посвященной юбилею Овсея Ильича [62], воспроизводится не оригинальная диаграмма, а приведенная на рис. 4.

Утверждение авторов о неадекватности значений температур и давлений опровергается их же данными об экспериментально найденных зонах роста алмаза на реакционной диаграмме углерода при использовании различных металлов, представленной на рис. 14 в работе 1961 г. [63]. При температуре $T \sim 1650$ К в случае железа нижнее значение давления зоны роста алмаза и значение, вычисленное по уравнению Лейпунского, с учетом ошибок опыта и вычислений в 10 %, совпадают: $P_{\text{exp}} \approx 53 \pm 5$ кбар, $P_{\text{теор}} \approx 49 \pm 5$ кбар [64]. По данным эксперимента [65] минимальные параметры синтеза при использовании железа составляют: $T = 1563$ К и $P = 47$ кбар.

Только в работе Банди и др. 1996 г. было признано: ... положение линии равновесия алмаз – графит было достаточно точно определено термодинамическими расчетами основанными на измерении физических свойств алмаза и графита в температурном диапазоне от 300 до 1200 К в работах ... [66] и дается ссылка на работы Россини – Джессопа, Лейпунского и Бермана – Симона.

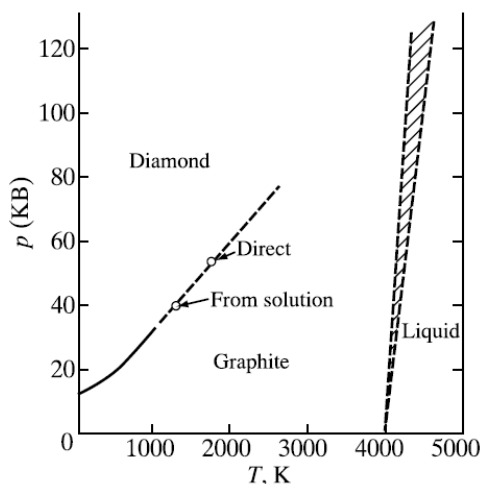


Рис. 4. Фазовая и реакционная диаграмма углерода Лейпунского из статьи Ф. Банди и др., 1973 г.

А еще раньше в докладе Комитета по сверхтвердым материалам от апреля 1990 г. констатируется: о первом воспроизводимом промышленном процессе изготовления алмаза было объявлено в 1955 году, синтез кубического нитрида бора был осуществлен к 1957 году. Обе фазы были получены осаждением из раствора при давлениях > 45 кбар и температурах $> 1100^\circ\text{C}$, где они представляют собой термодинамически стабильные фазы.

В этих терминах рост происходит из раствора, и движущей силой для зарождения является различие в растворимости между алмазом и графитом при высоких давлениях и температурах. Зарождение и рост начинаются сразу, как только превышает температура эвтектики. Некоторые полагают, что процесс лучше описывается как «каталитический», поэтому в литературе часто используется компромиссный термин «растворитель-катализатор». Однако еще имеется много неясностей относительно природы раствора и транспорта в условиях высоких давлений и температур [67].

Патентные споры

Вопрос о том, является ли металл просто растворителем или катализатором, приобрел большое значение в связи с возникшими патентными спорами между «Де Бирс» и «Дженерал электрик». Специалисты последней настаивали, что имеет место каталитическое действие, обнаруженное ими у некоторых металлов. Для подтверждения этого Стронгом были поставлены опыты с применением сплава, состоящего из катализатора никеля и меди, при использовании которой в чистом виде алмаз не образовывался [68]. Реакционная способность такого сплава прямо зависела от содержания никеля, становясь нулевой при небольшом содержании никеля. Согласно Венторфу [69], независимые эксперты стали на сторону «Дженерал электрик».

В дальнейшем, однако, было показано, что алмаз образуется при использовании практических всех металлов, растворяющих углерод, в том числе и меди [70], и из самых разнообразных систем с участием карбонатов, силикатов, флюидных систем и др. Для проявления «каталитических» свойств в каждом отдельном случае необходимо подбирать соответствующие условия [71].

Другим важным вопросом опять был вопрос о шкале давлений. На этот раз представители «Дженерал электрик» подготовили «убедительный» ответ: в их патентах потому и описывается тщательно процедура проведения процесса, что не идет речи об абсолютных значениях давления. В свете этого появившееся почти через 10 лет после судебного разбирательства утверждение авторов из

«Дженерал электрик» о неадекватности указанных в статье Лейпунского значений температур и давлений [72] представляется еще более странным.

Лейпунский считал, что термины синтез и катализ американцы использовали, руководствуясь патентными соображениями. Действительно, получаемые при высоких давлениях ал-

мазы имеют тот же состав и те же свойства, что и природные, и поэтому их неправильно классифицировать как синтетические материалы. В оправдание использования этого некорректного термина можно только сказать, что Бриджмен употреблял его еще до получения первых искусственных алмазов.

В 1966 г. продолжительное патентное разбирательство с «Де Бирс» разрешилось в пользу «Дженерал электрик». «Де Бирс» выплатила 8 млн долларов (по другим данным – 25 млн [73]) и согласилась на выплату отчислений за использование патента. После этого «Дженерал электрик» начала агрессивную политику отстаивания своих патентных прав. Патентные претензии были предъявлены и шведским компаниям.

Шведы пытались оспорить патенты «Дженерал электрик», используя материалы статьи Лейпунского. Так, Лундبلاد сообщил суду о своем недоумении по поводу такого иска: позвольте, но все основные параметры, названные в вашем патенте, те же, что в статье русского физика Лейпунского, опубликованной в 1939 г.! Там рассчитан весь ваш процесс, так что ваш патент не имеет законной силы, он выдан ошибочно [74].

Однако французский эксперт, участвовавший в суде, утверждал, что при проведении эксперимента при значениях давления и температуры, названных в статье, алмаз не может быть получен, и «подтверждал» это результатами своих четырех экспериментов, выполненных при нижних граничных значениях давлений, указанных Лейпунским. С учетом приведенных выше значений ошибок экстраполяции и ошибок измерений, следующих из патента Стронга [75], а также работы Банди и др. [76], этот вывод представляется совершенно необоснованным. Лейпунский считал, что, по-видимому, между участниками процесса был найден какой-то коммерческий компромисс.

Иск «Дженерал электрик» к советским экспортерам искусственных алмазов

20 марта 1959 г. распоряжением Совета министров СССР была поставлена задача за три года синтезировать и внедрить в производство технологию синтеза искусственных алмазов при высоких давлениях. Весной 1960 г. искусственные алмазы были получены в Институте физики высоких давлений Академии наук СССР группой Л.Ф. Верещагина с помощью созданного им конструктивно простого и высокоэффективного аппарата высоких давлений типа «чечевица». В тесном содружестве с киевским коллективом Центрального конструкторско-технологического бюро (ЦКТБ) твердосплавного и алмазного инструмента, возглавляемым В.Н. Бакулем, менее чем за год было организовано промышленное производство искусственных алмазов. Только Институт сверхтвердых материалов АН УССР, в который в 1961 г. было преобразовано ЦКТБ твердосплавного и алмазного инструмента, в 1963 г. выпустил 3 млн карат [77]. Производство искусственного алмаза быстро росло, обеспечивая внутренние потребности и экспорт.

В 1969 г. «Дженерал электрик» предъявила иск за нарушение своих патентных прав западногерманской фирме, которая в больших объемах торговала алмазом и алмазным инструментом, производимыми в СССР киевским Институтом сверхтвердых материалов АН УССР (ИСМ). Советских патентов в ФРГ не было, и сумма штрафа составляла около 100 млн долларов США.

В то время Отдел поверхностных явлений ИФХ АН СССР, возглавляемый Б.В. Дерягиным, сотрудничал с ИСМ, и во время одного из приездов к нам его директора В.Н. Бакуля мы совершенно случайно узнали о предстоящем в Мюнхене суде. Будучи знакомы с работой Лейпунского, американскими патентами и зная строгости американского законодательства, мы были удивлены, как такие патенты могли быть выданы, и в какой-то мере даже были возмущены всей этой историей со штрафом.

И хотя дело с выплатой штрафа представлялось уже решенным, нам удалось убедить руководство ИСМ подать встречный иск.

По поручению Академии наук возражения на американские претензии подготовил Лейпунский, и ... американцы свой иск отозвали.

Однако, если верить автору книги о «Нежданной победе», это тоже была победа: «ДЭ также предъявляла иски в других странах, успешно российским производителям алмаза в Германии, и наконец, с ограниченным успехом Японии» [78]. Впрочем, возможно, автор прав, если считать победой то, что мы на радостях согласились оплатить судебные издержки, составившие

довольно крупную сумму.

Самый дорогой выговор за нарушение правил публикации

Во всей этой истории есть несколько поучительных и досадных моментов. Лейпунский, наш известный ученый, внес ценный вклад не только в дело получения искусственных алмазов. Во время Великой Отечественной войны он совместно с Я.Б. Зельдовичем занимается исследованием внутренней баллистики пороховых ракет («Катюши»). Им было обнаружено и объяснено явление эрозионного горения, легшее в основу целого раздела внутренней баллистики ракетных и артиллерийских систем. После войны Лейпунский участвует в работах по созданию ядерного оружия, исследуя процессы, связанные с действием проникающего излучения при ядерном взрыве и загрязнении Земли продуктами ядерного взрыва. Эти работы и обсуждение их результатов с Лейпунским послужили толчком для обращения академика А.Д. Сахарова к руководству страны с предложением о необходимости заключения договора о запрещении ядерных испытаний. Лейпунский в качестве эксперта ООН участвовал в подготовке и в проведении Женевских совещаний.

В своей статье помимо положений, о которых речь шла выше, Овсей Ильич высказал соображения и о возможности кристаллизации алмаза в области его термодинамической метастабильности. Эти высказывания помогали нам при разработке процессов газофазного осаждения алмаза в споре с аргументами скептиков типа – «этого не может быть потому, что не может быть никогда». К моему стыду я не знал, что Овсей Ильич жив и здоров. Дело в том, что в числе лауреатов премий и наград, последовавшими за успешным получением у нас искусственных алмазов, имя Лейпунского не фигурировало. К счастью, Д.В. Федосеев, возглавлявший тогда все работы по кристаллизации алмаза из газовой фазы в отделе, был хорошо знаком с ним.

Мы видим, что у американцев были причины обходить имя Лейпунского, но какие причины были у наших ученых? Недавно стало известно, что свое экспертное заключение о справедливости иска, необходимости уплаты штрафа и ухода с рынка дали авторитетные специалисты в области синтеза алмаза при высоких давлениях [79]. Это к вопросу о том, что теперь для РАН экспертная функция становится одной из главных.

В свое время академик П.Л. Капица в одном из писем, направленных руководству страны, писал по поводу книги Л.И. Гумилевского «Русские инженеры», написанной по его настоянию:

Мы мало представляем себе, какой большой клад творческого таланта всегда были в нашей инженерной мысли. Из книги ясно: первое – большое число крупнейших инженерных начинаний зарождались у нас; второе – мы сами почти никогда не умели их развивать; третье – часто причина не использования новаторства в том, что мы обычно недооценивали свое и переоценивали иностранное [80].

И последний момент, связанный с экспертизой рукописей для опубликования. Статья Лейпунского появилась фактически случайно. Рукопись была принята к публикации, когда главный редактор журнала «Успехи химии» был в отпуске и его замещал В.В. Серпинский [81]. Серпинский получил за публикацию статьи Лейпунского выговор. Вероятно, это самый дорогой выговор, принесший стране около ста миллионов долларов. Президент АН СССР М.В. Келдыш в одном из выступлений сказал: «Искусственными алмазами Л.Ф. Верещагин окупил всю Академию наук за все годы ее существования и на десять лет вперед» [82]. Можно добавить, что редакция журнала «Успехи химии», опубликовав статью Лейпунского, не только на много лет вперед окупала свое существование, но и предотвратила урон репутации академической науки.

Литература

1. Лейпунский О.И. Об искусственных алмазах // Успехи химии. 1939. Т. 8. Вып. 10. С. 1519–1534.
2. Coe J.T. Unlikely Victory: How General Electric Succeeded in the Chemical Industry. New York, 2000. P. 49–69.

3. Bridgman P.W. An Experimental Contribution to the Problem of Diamond Synthesis // Journal of Chemical Physics. 1947. Vol. 15. № 2. P. 92–98.
4. Eyring, H., Cagle F.W. Jr. An Examination Into Origin, Possible Synthesis and Physical Properties of Diamonds // Zeitschrift für Elektrochemie. 1952. Bd. 56. № 5. P. 480–483.
5. Neuhaus A. Über die Synthese des Diamanten // Angewandte Chemie. 1954. Bd. 66. № 17–18. P. 525–536.
6. Berman R., Simon F. On the Graphite – Diamond Equilibrium // Zeitschrift für Elektrochemie. 1955. Bd. 59. № 5. P. 333–338.
7. Roth W.A., Wallasch H. Verbrennungs- und Umwandlungswärmen einiger Elemente. Diamant und Graphit I // Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft. 1913. Bd. 41. № 1. S. 896–911.
8. Simon F. Die Bestimmung der freien Energie // Handbuch der Physik. Bd. 10. Thermische Eigenschaften der Stoffe. Kap. 7. Berlin, 1926, P. 350–405.
9. Rossini F.D., Jessup R.S. Heat and Free Energy of Formation of Carbon Dioxide and of the Transition Between Graphite and Diamond // Journal of Research of the National Bureau of Standards. 1938. Vol. 21. № 4. P. 491–513.
10. Coe. Unlikely Victory... P. 51.
11. Hazen R.M. Diamond makers. Cambridge, 1999. P. 38.
12. Лейпунский О.И. Научное открытие СССР № 101, 1971 г. приоритет от 08.1939 г. «Закономерность образования алмазов (создание искусственных алмазов из графита)». М., 1972. С. 19–20.
13. Basset J. Fusion du graphite sous très haute pression d'argon jusqu'à 4000 kg/cm² // Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences. 1939. T. 208. № 4. P. 267–269.
14. Tammann G. Über Kohlenstoff, der bei der Einwirkung von Quecksilber auf CCl₄, CBr₄ und C₂J₄ entsteht // Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie. 1921. Bd. 115. S. 145–158.
15. Bundy F.P. Melting of Graphite at Very High Pressure // Journal of Chemical Physics. 1963. Vol. 38. № 3. P. 618–630.
16. Bridgman. An Experimental Contribution...
17. Eyring, Cagle, Jr. An Examination Into Origin... P. 480.
18. Bundy, F. P., Hall, H. T., Strong, H. M., Wentorf, R. H. Man-made Diamonds // Nature. 1955. Vol. 176. № 4471. P. 51–55.
19. Berman, Simon. On the Graphite – Diamond Equilibrium...
20. Bundy F.P., Bovenkerk H.P., Strong H.M., Wentorf R.H., Jr. Diamond – Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond // Journal of Chemical Physics. 1961. Vol. 35. № 2. P. 383–391.
21. Kennedy, C. S., Kennedy, G. C. Boundary Between Graphite and Diamond // Journal of Geophysical Research. 1976. Vol. 81. № 14. P. 2467–2470.
22. Berman R. The Diamond – Graphite Equilibrium Calculation: The Influence of a Recent Determination of the Gibbs Energy Difference // Solid State Communications. 1996. Vol. 99. № 1. P. 35–37.
23. Day H.W. A Revised Diamond – Graphite Transition Curve // American Mineralogist. 2012. Vol. 97. № 1. P. 52–62.
24. Barnard A.S. The Diamond Formula. Diamond Synthesis: A Gemmological Perspective. Oxford, 2000. P. 33.
25. Лейпунский. Об искусственных алмазах...
26. Там же.
27. Eyring, Cagle, Jr. An Examination Into Origin...
28. Bridgman P.W. Synthetic Diamonds // Scientific American. 1955. Vol. 193. № 5. P. 42–46.
29. Schulz W. First Diamond Synthesis: 50 Years Later, A Murky Picture of Who Deserves Credit // Chemical and Engineering News. 2004. Vol. 82. № 5.
30. Kiefer D.M. The Long Quest for Diamond Synthesis // Today's Chemist at Work. 2001. Vol. 10. No. 7. P. 63; Bovenkerk, H. P., Bundy, F. P., Chrenko, R. M., Codella, P. J., Strong, H. M., Wentorf, R. H., Jr. Errors in Diamond Synthesis // Nature. 1993. Vol. 365. № 6441. P. 19.
31. Bridgman. Synthetic Diamonds...
32. O'Boyle Th.F. At Any Cost: Jack Welch, General Electric, and the Pursuit of Profit. New York,

1999. P. 290–291.
33. Hall H.T. Personal Experiences in High Pressure // *The Chemist*. 1970. Vol. 47. P. 276–279.
34. Bovenkerk H.P., Bundy F.P., Hall H.T., Strong H.M., Wentorf R.H., Jr. Preparation of Diamond // *Nature*. 1959. Vol. 184. № 4693. P. 1094–1098.
35. Berman, Simon. On the Graphite – Diamond Equilibrium...; Rossini, Jessup. Heat and free energy of formation...
36. Berman, Simon. On the Graphite – Diamond Equilibrium...
37. Bovenkerk, Bundy, Hall, Strong, Wentorf, Jr. Preparation of Diamond...
38. Ritscher T. Diamanten, Peanuts und Patente (Anekdoten zur Synthese von Diamanten) // *EPI Information*. 2008. № 4. P. 137–139.
39. Nassau K., Nassau J. The History and Present Status of Synthetic Diamond // *Journal of Crystal Growth*. 1979. Vol. 46. № 2. P. 157–172/
40. Hall H.T. Diamond Synthesis. US Patent 2 947 608. August 2, 1960. Filed August 29, 1955; Strong H.M. Diamond Synthesis. US Patent № 2 947 609, August 2, 1960. Filed January 6, 1958, ser. № 707 433; Bundy F.P. Diamond Synthesis. US Patent № 2 947 611, August 2, 1960. Filed January 6, 1958, ser. № 707 436; Hall H.T., Strong H.M., Wentorf R.H. Method of Making Diamond. US Patent № 2 947 610. August 2. 1960. Filed January 6, 1958, ser. № 707 436.
41. Hall. Diamond Synthesis, US Patent...
42. Hall H.T. High Temperature – High Pressure Apparatus. US patent № 2 941 248. June 21, 1960. Filed January 6, 1958.
43. Suits C.G., Bueche A.M. Cases of Research and Development in a Diversified Company // *Applied Science and Technological Progress. A Report to the Committee on Science and Astronautics of U. S. House of Representatives by the National Academy of Sciences*. Washington, 1967. P. 297– 346.
44. Hall. Diamond Synthesis. US Patent...
45. Там же.
46. Hall, Strong, Wentorf. Method of Making Diamond. US Patent...
47. Hall. Personal Experiences in High Pressure... P.278.
48. Strong. Diamond Synthesis. US Patent... Lines 36–58.
49. Hall. Diamond Synthesis, US Patent...
50. Hall, Strong, Wentorf. Method of Making Diamond. US Patent...
51. Strong H.M. Diamond Synthesis. US Patent...lines 68–70.
52. Hazen. Diamond makers... P. 178; LaMori, Ph. N. Discussion: “Calibration Techniques in Ultra-high-Pressure Apparatus” (Bundy, F. P., 1961, *ASME J. Eng. Ind.*, 83, pp. 207–213) // *ASME Journal of Engineering for Industry*. 1951. Vol. 83. № 2. P. 213–214.
53. Strong. Diamond Synthesis. US Patent... Col. 11. Lines 3–9.
54. Bundy, Bovenkerk, Strong, Wentorf, Jr. Diamond-Graphite Equilibrium Line... P. 387; LaMori. Discussion... P. 213.
55. Hazen. Diamond Makers... P. 178.
56. Лейпунский. Об искусственных алмазах...; Berman, Simon. On the Graphite – Diamond Equilibrium...
57. Bovenkerk, Bundy, Chrenko, Codella, Strong, Wentorf, Jr. Errors in Diamond Synthesis... P. 19.
58. Hall. Personal Experiences in High Pressure...
59. Bundy, Bovenkerk, Strong, Wentorf, Jr. Diamond-Graphite Equilibrium Line...
60. Coe. Unlikely Victory...; Bridgman. An Experimental Contribution...; Eyring, Cagle, Jr. An Examination Into Origin...; Neuhaus. Über die Synthese des Diamanten...; Berman, Simon. On the Graphite – Diamond Equilibrium...; Roth, Wallasch. Verbrennungs- und Umwandlungswärmen einiger Elemente...; Simon. Die Bestimmung der freien Energie...; Rossini, Jessup. Heat and Free Energy of Formation...
61. Bundy F.P., Strong H.M., Wentorf R.H. Methods and Mechanisms of Synthetic Diamond Growth // *Chemistry and Physics of Carbon* / P.L. Walker, P.A. Thrower (eds.). New York, 1973, Vol. 10. P. 213–263. P. 219–220.
62. Галевский Г.В., Руднева В.В. Профессор О.И. Лейпунский и синтез алмазов (к 100-летию со дня рождения // *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2010. № 4. С. 51–55.

63. Bundy, Bovenkerk, Strong, Wentorf, Jr. Diamond-Graphite Equilibrium Line...
64. Лейпунский О.И. К истории возникновения мировой промышленности синтетических алмазов, получаемых в условиях их термодинамической устойчивости // Вопросы современной экспериментальной и теоретической физики / Ред. А.П. Александров. Л., 1984. С. 68–77.
65. Шульженко А.А. О механизме образования синтетических алмазов // Сверхтвердые материалы для промышленности / Ред. В.Д. Андреев. Киев, 1973. С. 3–6.
66. Bundy F.P., Bassett W.A., Weathers M.S., Hemley R.J., Mao H.K., Goncharov A.F. The Pressure – Temperature Phase and Transformation Diagram for Carbon; updated through 1994 // Carbon. 1996. Vol. 34. № 2. P. 141–153.
67. Status and Application of Diamond and Diamond-Like Materials: An Emerging Technology. Report of the Committee on Superhard Materials. National Material Advisory Board. Commission on Engineering and Technical Systems. National Research Council. Б. м., 1990. P. 21.
68. Strong H.M. Catalytic Effects in the Transformation of Graphite to Diamond // Journal of Chemical Physics. 1963. Vol. 39. № 8. P. 2057–2062.
69. Wentorf R.H., Jr. The Synthesis of Diamonds // Inventive Minds: Creativity in Technology / R.J. Weber, D.N. Perkins (eds.). New York, 1992. P. 154–165.
70. Kanda H., Akaishi M., Yamaoka Sh. New Catalysts for Diamond Growth Under High Pressure and High Temperature // Applied Physics Letters. 1994. Vol. 65. № 6. P. 784–786.
71. Bobrov A.V., Litvin Yu.A. Mineral Equilibria of Diamond-Forming Carbonate – Silicate Systems // Geochemistry International. 2011. Vol. 49. № 13. P. 1267–1363.
72. Bundy, Strong, Wentorf. Methods and Mechanisms of Synthetic Diamond Growth...
73. Hazen. Diamond Makers... P. 180.
74. Рич В.И., Черненко М.Б. Неоконченная история искусственных алмазов. М., 1976. С. 122.
75. Strong. Diamond synthesis. US Patent...
76. Bundy, Bovenkerk, Strong, Wentorf, Jr. Diamond-Graphite Equilibrium Line...
77. Kanda, Akaishi, Yamaoka. New Catalysts for Diamond Growth...
78. Coe. Unlikely Victory... P. 62.
79. Пепекин В.И. Синтез алмаза (обзор) // Химическая физика. 2010. Т. 29 № 9. С. 52–55.
80. Медведев Р., Медведев Ж. Неизвестный Сталин. М., 2007. С. 596.
81. Известный российский физико-химик в области физической адсорбции и сорбции, доктор химических наук Владимир Владимирович Серпинский (1909–1994) был ученым секретарем и заместителем главного редактора журнала «Успехи химии» (1938–1941, 1946–1952). С 1946 г. сотрудник Лаборатории сорбционных процессов в ИФХ АН СССР, возглавляемой академиком М.М. Дубининым, с 1966 г. заведующий Лабораторией равновесной адсорбции.
82. Новиков Н.В. Проблемы использования результатов НИОКР: историческая ретроспектива создания и промышленного производства синтетических алмазов // Наука та наукознавство. 2010. № 2. С. 32–46.

Возможно ли «ледяное» бессмертие !?

А.В. Буторина

*Российский национальный исследовательский медицинский университет им.
Н.И.Пирогова*

В статье рассмотрены вопросы возможного замораживания тела человека.

Ice immortality – is this really possible? A.V. Butorina. A possibility of human body freezing is viewed here.

Излечение неизлечимых больных, продление жизни, бессмертие – вымысел это или нет?

С Древних времен человечество стремится постичь эти неразгаданные тайны. И кто бы мог подумать, что поможет привести нас к ответу холод. Да, нам кажется странным, что холод может исцелять, продлять жизнь человеку, ведь все мы не раз чувствовали связанные с этим словом неприятные ощущения, даже заболели. Какое же это исцеление? Но, как любое лекарство нельзя принимать, не посоветовавшись с врачом, так и воздействие холода на организм должно подчиняться строгим правилам. И для каждого органа, каждой ткани, каждой клетки эти правила различны. Так откуда же взялась эта наука под названием крионика? Совершим небольшой экскурс в историю её развития.

В древнем Египте бальзамировали тела умерших. Было ли это связано с верой, что они будут оживлены?

Если проанализировать религии Древнего мира, то в тех из них, где предполагалось воскрешение умерших в физическом виде - в обновленной плоти и на обновленной Земле, одним из важных условий для такого воскрешения было сохранение памяти об умершем. Кстати и крионике можно интерпретировать подобным образом - как наилучший из существующих способов сохранить максимально возможное количество информации о человеке, то есть его память в замороженном виде. А позже, в будущем эта информация может быть использована для воскрешения человека научными методами. Причем и в некоторых религиях, хотя воскрешение и осуществлялось Богом, без человеческих усилий оно было бы невозможно. Примером такой религии является зороастризм, главные положения которого были положены в основу христианства и ислама. Важность сохранения информации об умершем отмечена и в Новом Завете. В 20-й главе *Откровения Святого Иоанна Богослова* написано, что после Страшного суда были воскрешены только те умершие, информация о которых содержалась в божественной книге жизни, а "кто не был записан в книге жизни, тот был брошен в озеро огненное".

Зороастрийцы бальзамировали своих знатных людей. А помещения, где они хранились теперь называются мавзолеями - в честь правителя Карии Мавзола. Кария тогда была частью Иранской империи, чьей официальной религией был зороастризм. Возможно, что частью тайного знания закрытых христианских организаций, возникших на Востоке во время крестовых походов, было знание, что для воскрешения необходимо сохранение информации об умершем человеке. Такой организацией был Мальтийский орден. И возможно неслучайно, что именно для сохранения памяти о Павле I, который одно время возглавлял Мальтийский орден, его супругой и был возведен этот мавзолей, своей архитектурой напоминающий мавзолей античности. Кстати, поэтому его можно было бы взять за образец архитектуры помещения для хранения замороженных тел.

Обычно считается, что идея анабиоза человека в научной постановке впервые была высказана английским анатомом и хирургом Джоном Хантером в конце 18-го века (за несколько лет до смерти Павла I). Хотя похожие мысли высказывал за сто лет до него Роберт Бойль. А столетие спустя - наш соотечественник Порфирий Бахметьев.

Первые удачные опыты в этой области были проведены голландским ученым Антони ван Левенгуком. В 1676 году он поставил эксперимент с замораживанием простейших существ - коловраток, который показал, что последние погибали от мороза, но спустя 17-24 часа после их оттаивания оживали вновь, откуда и появилось понятие "анабиоз". Современная формулировка этого термина звучит так - (anabiosis; греч. anabiosis возвращение к жизни) – состояние

организма, характеризующееся почти полным, но обратимым прекращением жизнедеятельности.

Выводы, сделанные этим исследователем, впоследствии неоднократно были подтверждены аналогичными опытами других ученых.

Спустя почти два столетия эта история имела свое продолжение. Почти одновременно были проведены аналогичные эксперименты. В 1824 году полярный исследователь Росс заморозил гусениц при температуре -42°C и оттаял их в теплой каюте, результат был ошеломляющим - все гусеницы ожили, причем окуклились в положенное время; в то время в Исландии Гэмар подверг воздействию холода жаб, которых он после того как они полностью прекращали видимую жизнедеятельность помещал в слегка подогретую воду. Жабы оживали.

Наука шла вперед. В конце 19-ого века швейцарский физик Рауль Пиктэ опускал в сосуд с температурой -105°C руку и мог продержать ее там до десяти минут без повреждений.

Также большой вклад был сделан в начале 20 века нашим соотечественником Порфирием Ивановичем Бахметьевым. Он проводил замораживание бабочки с прикрепленным к ее телу термодатчиком.

Дальнейшее проведение подобных опытов позволило установить что при переходе вещества из жидкого состояния в кристаллическое выделяется тепло и за счёт этого температура тела бабочки повышается с -9°C до $-1,7^{\circ}\text{C}$. Бахметьев пришёл к выводу, что до температурного скачка соки тела бабочки оставались в жидком состоянии даже тогда, когда термометр показывал -9°C . Из этого следовало: всё, что до "скачка", иными словами до начала кристаллизации жидкости, это ещё не замораживание, а переохлаждение. Интересно, что стадию переохлаждения переживали все испытываемые животные.

Многие ученые пытались добиться анабиоза у теплокровных. В 1958 году Одри Смит проводила опыты по охлаждению тканей хомячков, что вызывало последующее промерзание их внутренних органов. Почти все животные выдерживали замораживание в течение одного часа. Идея криоконсервации клеток и организмов развивалась. В 40-е годы 20-го века широкую известность получила книга П.Ю.Шмидта «Анабиоз». Работы 20-30-х годов по криоконсервации спермы сельскохозяйственных животных и по искусственному осеменению не были замечены «мировой общественностью». А в 1949 г. аналогичная работа была выполнена К.Польджем, О.Смит и А.Парксом. Из опытов Одри Смит был сделан вывод о том, что низкотемпературное воздействие на клетку до температуры образования кристаллов льда не всегда ведёт к её разрушению. Подтверждением этого служит, например, возможность сохранения элементов крови при азотных температурах ($70-80\text{K}$) и возможность опухолевых и некоторых других клеток сохранять жизнеспособность после их замораживания.

Первый человек был заморожен в Америке в 1967 году. Это - профессор психологии Джеймс Бедфорд. Сейчас его замороженное тело находится в хранилище Фонда продления жизни *Алькор*.

Похороны в жидком азоте с последующим воскрешением самообман или научно обоснованный способ обмануть смерть?

Нет ничего странного в том, что Михаил Соловьев, 35-летний биофизик из Петербурга, хочет жить вечно. В детстве он мечтал о полете на Марс, но понял, что время межпланетных путешествий придет нескоро. Тогда заинтересовался способами продления жизни. Сначала ему казалась заманчивой идея борьбы со старением на молекулярном уровне. Потом стал изучать возможность переноса личности в компьютер. Убедившись, что ни то, ни другое в обозримой перспективе! не гарантирует личного бессмертия, Михаил пришел к выводу: единственный метод, уже сегодня дающий шанс на «вечную молодость», - это крионика. Замораживание людей с целью их оживления медициной будущего. Выпускник биофака Университета пытался зарегистрировать общественную организацию «Вита Лонга», нацеленную на пропаганду крионики, и выступал с сообщением на одной из кафедр Военно-Медицинской академии. На столь смелый шаг его подвигла заметка в газете «We/Мы» за 1992 год. В ней сообщалось, что более 40 граждан США, подписавших контракт с Американским обществом крионики, уже подверглись глубокому замораживанию в жидком азоте при температуре -196°C и еще более 450 человек записались в очередь на «отправку в будущее». Наверное, военные медики не разобрались, о чем речь. Наверное, им показалось - об экспериментах на стадии клинической смерти, чуть ли не о замораживании живых людей.

Если человек биологически умер, это не значит, что он мертв для завтрашней медицины? Исцеление недугов, воскрешение из мертвых один из главных библейских мотивов.

Русский философ XIX века Николай Федоров верил, что потомки объединят усилия с целью воскрешения предков. Эту веру разделял Достоевский. Ею пронизаны многие страницы Горького, Маяковского, Заболоцкого, Платонова.

Помимо биокосмистов идею замораживания пропагандировал Владимир Маяковский. И именно его пьеса «Клоп», главный герой которой был перенесен в будущее посредством замораживания, повлияла на возникновение движения сторонников крионики в Америке.

В 20-е годы в России возникло движение биокосмистов торивших путь к счастью человечества через погружение в ледяной сон, анабиоз (который американцы позже и назвали крионикой). Лидер питерских биокосмистов поэт Александр Ярославский даже сочинил поэму анабиоза, смысл которой прозрачен: глубокая заморозка и «лечение» планеты с последующим пробуждением.

Американцы оказались более практичными, от философии и поэзии они первыми перешли к прозе. К процедурам и технологиям. Сразу после констатации смерти врачом, в тело умершего вводят химические вещества криопротекторы, уменьшающие повреждение тканей от замораживания. Затем его постепенно охлаждают и помещают в контейнер (дюар или большой термос) с жидким азотом, где замороженный может храниться десятки лет надо лишь периодически добавлять азот. Надежды на оживление связаны с нанотехнологиями (наномиллиардная доля метра) эры молекулярных роботов, способных атом за атомом врачевать поврежденные клетки. Прежде всего, клетки головного мозга, хранящие долговременную память о личности пациента. По прогнозам, пришествия нанотехнологий можно ожидать к середине 21 века.

Существуют случаи иллюстрирующие возможности холода. Мумия, извлеченная из вечной мерзлоты, хранит черты живого человека. Личинки и гусеницы полярных бабочек, оживающие при оттаивании.

И, наконец, институт крионики в штате Мичиган. Побывавший здесь писатель и рок-музыкант Владимир Рекшан сравнил его с музеем космонавтики. На самом деле, выглядит довольно буднично: аккуратные резервуары под крышей. В одном, - поясняет его директор Боб Эттинджер, - моя первая жена и мама. Далее - четверо пациентов, любимая собака одного из них и две его кошки. В третьем, самом большом контейнере, еще семеро замороженных. Возле него на столике бортовой журнал с записями о полете в бессмертие. На стенах фотографии жизнерадостные лица людей, ненадолго (лет на 50?) покинувших мир в надежде на удачное возвращение.

А вот как это делается. Набальзамированное тело заворачивают в пластик, кладут в спальный мешок и на алюминиевом поддоне опускают в криостат. Вниз головой. Сотрудники института сами делают криостаты из плексиглаза они дешевле металлических. Стандартные контейнеры рассчитаны на 4 капсулы с телами. Шокирующая подробность: две трети апологетов крионики практичны настолько, что завещают заморозить лишь их мозг: расчет на то, что в эру нанотехнологий клонировать туловище не составит проблем.

Замороженных пациентов хранят в криостатах - особых капсулах, которые напоминают большие металлические термосы - размерами примерно три метра в высоту и полтора метра в диаметре. В контейнерах поменьше отдельно хранятся человеческие головы. Криостаты заполнены жидким азотом при температуре около минус двухсот градусов. Азот добавляют в криостат по мере его испарения, один раз в несколько дней. Кроме азота по системе специальных емкостей и трубочек в тело пациента постоянно поступает антифриз, препятствующий кристаллизации замороженных клеток.

Конечно, у нас не Америка, где к вашим услугам 4 депозитария. Бригады специалистов доставляют сюда желающих продлить земной путь после смерти. Стоимость криобальзамирования от 30 до 150 тысяч долларов, но при жизни клиент платит не больше тысячи долларов в год - взнос страховой компании. А уж тело содержится на проценты с банковского депозита. В России, с ее сплошной нестабильностью, этот вариант не проходит. Нашим имморталистам, считает Соловьев, нужно создавать натуральные хозяйства, с хранилищами и установкой для производства жидкого азота. Максимум автономии, чтобы сохранность замороженных зависела

только от самих обитателей фермы. При такой стратегии крионика будет недорогой и надежной.

И все же человек никогда не смирится с тем, что он смертен. В тех же США фонд «Продление жизни» около 2 млн долларов в год, полученных от продажи лекарств, направляет на исследования по замораживанию. Уже установлено, что отдельные нервные клетки и небольшие кусочки мозга можно замораживать обратимо. То есть при оттаивании они оказываются живыми. А значит, и при замораживании мозга сохраняются его шансы на будущую реанимацию. Так что рожденная в России идея - продолжения жизни после смерти может вернуться к нам как мода из-за океана, с фирменным оборудованием и волонтерами.

Действительно, для человека, знающего о крионике понаслышке, шансы на оживление после замораживания могут показаться очень незначительными, так как повреждения, получаемые клетками организма человека не позволяют его разморозить и реанимировать современными методами. Однако, детальный анализ таких повреждений показывает, что они в принципе поддаются исправлению.

К примеру, положите рыбу в морозильную камеру холодильника, то обратно вы вынете всю ту же рыбу, а не рыбную котлету или фарш. Это говорит о том, что хотя при замораживании кристаллы льда и разрушают клетку, но эти разрушения не такие, что клетка размазывается в однородную массу, а такие, что, например, ледяной кристалл разрезает ее пополам. Ясно, что если бы было можно «сшить» половинки клетки, то при размораживании она ожила бы. Методы, позволяющие реализовать такое "сшивание" уже разрабатываются в рамках научного направления, называемого нанотехнологией. С точки зрения крионики, наибольший интерес представляют собой такие нанотехнологические устройства, как молекулярные роботы. Они будут способны осуществлять молекулярную хирургию - восстанавливать частично разрушенную клетку путем манипуляций с отдельными молекулами.

Поэтому, если при оценки шансов крионики исходить не из состояния современной технологии, а из оценки перспектив технологии будущего, то шансы крионики можно оценить достаточно высоко. Некоторые авторы оценивают их в 95%.

Какие научные факты подтверждают возможность оживления замороженных людей?

Во-первых, сейчас большинство ученых считает, что личность человека определяется деятельностью его мозга. Причем как общие принципы обработки информации мозгом, так и индивидуальные особенности человека, его память в основном зависят от характера соединений между собой нервных клеток мозга. Это означает, что для того, чтобы человека было возможно оживить в будущем, достаточно сохранить в целостности структуру связей нервных клеток между собой. Или, по крайней мере, сохранить столько информации об этих связях, чтобы их можно было восстановить с достаточной точностью.

Во-вторых, экспериментальные данные свидетельствуют, что после смерти человека его нервные клетки разрушаются очень медленно. В течение нескольких часов после смерти еще хорошо сохраняются связи между нервными клетками. А многие нервные клетки проявляют функциональную активность. То есть они еще живы. И, следовательно, есть шанс на оживление и многих других нервных клеток, а затем на восстановление функций всего мозга, всей памяти человека, если реанимацию проводить средствами медицины будущего, дающими возможность лечить нервную клетку на молекулярном уровне. Таким образом, то что сегодняшняя медицина считает смертью человека, является лишь констатацией факта, что человека нельзя реанимировать современными методами. На самом деле человек действительно необратимо умирает лишь через несколько часов после остановки сердца и после исчезновения электрической активности мозга. Поэтому существующая сейчас практика замораживания сразу после регистрации факта смерти по критериям современной медицины оставляет человеку достаточно высокие шансы на реанимацию медициной будущего.

В-третьих, хотя современные методы замораживания не позволяют заморозить и разморозить целиком человека или даже его отдельные органы, например, мозг, тем не менее уже сейчас можно замораживать и размораживать отдельные нервные клетки и небольшие кусочки мозга. То есть после размораживания они оказываются живыми. Это означает, что и при замораживании целого мозга или тела многие его клетки сохраняют свою жизнеспособность, а те, которые умирают, скорее всего разрушаются не полностью, а лишь частично. И, действительно, когда сейчас замораживают органы целиком и анализируют повреждения, получаемые от-

дельными клетками при помощи электронной микроскопии, то этот анализ свидетельствует, что эти повреждения в принципе могут быть восстановлены при использовании молекулярных роботов или другой медицинской технологии будущего.

Был ли В.И. Ленин помещен в мавзолей с надеждой на его оживление в будущем? Идею заморозить Ленина после его смерти высказал известный большевик и технократ в том большевистском правительстве Леонид Красин. Неизвестно, что думали другие большевистские руководители, но документально засвидетельствовано, что Красин действительно верил в возможность оживления Ленина. В Германии было закуплено холодильное оборудование и его начали устанавливать в одной из башен Кремля. Однако, работы не удалось завершить до начала потепления и было принято решение забальзамировать тело Ленина. Однако, мозг Ленина забальзамировали почти сразу после смерти Ленина и сейчас он хранится в Институте мозга в Москве. Поэтому в принципе есть шансы, скорее всего очень небольшие, что забальзамированный мозг Ленина хранит достаточно информации для его оживления.

Поскольку при температуре жидкого азота, то есть около минус двухсот градусов, практически никаких изменений в замороженном теле не происходит, теоретически замороженные пациенты могут храниться тысячи лет. Однако, по наиболее оптимистичным оценкам технология для оживления замороженных пациентов может появиться уже во второй половине 21 века. Поэтому скорее всего им предстоит храниться в течение пятидесяти - ста лет.

При замораживании кристаллы льда разрушают клетку, но лишь разрезая ее пополам, а не размазывая до состояния однородной массы. Если вы, к примеру, положите рыбу в морозильную камеру холодильника, то обратно вынете все ту же рыбу, а не рыбную котлету или фарш. Ясно, что если бы можно было "сшить" половинки клетки, то при размораживании она ожила бы. Методы, позволяющие реализовать такое «сшивание», уже разрабатываются в рамках научного направления, называемого нанотехнологией. Ее задача - создание устройств размером порядка нанометра (одной миллиардной доли метра). Основное их назначение - работать с отдельными атомами и молекулами. Изобретателям сканирующего туннельного микроскопа, позволяющего «видеть» и перемещать отдельные атомы, в 1986 году была присуждена Нобелевская премия. Одно из главных направлений нанотехнологии - создание молекулярных роботов, т.е. роботов размером с молекулу.

При температуре до -5°C клетки не замерзают - причиной этому служат как переохлаждение, так и понижение точки замерзания водной среды вследствие присутствия защитных растворов. Приблизительно между -5°C и -15°C во внешней среде происходит либо однородное, либо неоднородное формирование основных кристаллов льда. В этот период внутренняя среда клетки остается не замерзшей, а переохлажденной т.к. плазматическая мембрана предотвращает рост кристаллов льда внутри клетки.

В связи с этим, переохлажденная вода внутри клеток обладает более высоким химическим потенциалом, нежели частично замерзший внеклеточный раствор, и эта разность потенциалов побуждает воду протекать сквозь мембрану и замерзать вне клетки. Подобная тенденция клеток к дегидратации определяется главным образом скоростью охлаждения определенной группы клеток.

При оптимальной скорости замораживания происходит умеренная дегидратация клеток, что препятствует росту крупных кристаллов льда внутри клетки.

Если охлаждение происходит достаточно медленно, то транспорт воды через клеточную мембрану успевает уравновешивать разность химических потенциалов и клетка переходит в дегидратированное состояние, характеризующееся избыточными концентрациями внутриклеточных растворов, а это как известно, приводит к ее гибели.

Если охлаждение происходит очень быстро, то вода не успевает пройти через клеточную мембрану, в результате чего она замерзает внутри клетки и клетка разрушается.

Вероятность выживания клеток после замораживания зависит от скорости их оттаивания. С ее увеличением выживаемость клеток увеличивается, так как более высокие скорости снижают вероятность рекристаллизации внутри клетки в процессе ее отогревания.

При одинаковых скоростях охлаждения и отогрева вероятность гибели клеток сильно зависит от температуры, до которой произведено охлаждение. Наиболее критическим чаще всего является интервал приблизительно 220-270 К, процент гибели одиночных клеток после отогрева обычно возрастает с увеличением температуры в указанном диапазоне. Но охлаждение до темпера-

туры ниже 220 К может не приводить к повышению летальности. При условии, что типы клеток значительно отличаются одна от другой реакциями на температурный фактор.

Кристаллизация влаги в клетках, образованных в ткани, наблюдается как правило, при охлаждении с меньшей скоростью, чем в большинстве одиночных клеток.

Клинические данные говорят о том, что криповреждение в тканях уникально в том отношении, что несмотря на различие скоростей охлаждения внутри ледяного ядра, картина гибели клеток однородна и между поврежденной и неповрежденной областями возникает четкая граница. Возникающее на тканевом уровне повреждение представляет собой быстро возникающий, четко ограниченный, некрозоточащий некроз. Капилляры и маленькие сосуды разрушаются, часто с внутрисосудистым тромбообразованием. Большие артерии и вены наоборот, очень резистентны по отношению к замораживанию. Даже если они замораживаются жидким азотом, некроз и разрыв не образуются.

Образование крионекроза не оказывает ощутимого отрицательного воздействия на организм в целом. Местная реакция вокруг очага криопоражения тканей минимальна. Это позволяет оценить криогенный метод лечения, как один из наиболее физиологичных среди применяемых в медицине.

Сейчас большинство ученых считает, что личность человека определяется деятельностью его мозга. Причем, как общие принципы обработки информации мозгом, так и индивидуальные особенности человека (его память) в основном зависят от характера соединений между собой нервных клеток мозга. Это означает, что для того, чтобы человека было возможно оживить в будущем, достаточно заморозить его голову либо даже небольшие фрагменты мозговой ткани.

Конечно, никто не сможет дать точный ответ на заданный выше вопрос. И это останется загадкой, пока кто-нибудь не будет разморожен...?

Памятные даты в истории развития вакуумной техники

С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева

*Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru*

В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники за 2018 год.

*Memorable dates in the history of Vacuum technology in 2018. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva.
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.*

1608	Родился Эванджелиста Торичелли (1608-1647), итальянский физик и математик, ученик Г.Галилея. В 1644 г. развил теорию атмосферного давления, доказал возможность получения так называемой торричеллиевой пустоты, изобрел ртутный барометр
1623	родился Блез Паскаль – гений, математик, физик, философ, классик французской литературы. Имя Паскаля увековечено в названии единицы давления в системе СИ: паскаль
1648	Ф.Перье, зять Блеза Паскаля, по его просьбе при помощи двух барометров показал, что по мере подъема на гору давление понижается
1678	ушел из жизни Роберт Бойль, ирландский аристократ, физик, химик и богослов. Открыл закон изменения объема воздуха с изменением давления
1743	Михаил Васильевич Ломоносов показал, что физические тела разделяются на мельчайшие частицы
1778	родился Дэви Гемфри, английский химик и физик (1778-1829), один из основателей электрохимии, изобрел безопасную рудничную лампу, придумал спо-

	соб получения высокого вакуума – химическое вакуумирование
1778	родился Жозеф Луи Гей-Люссак, французский физик и химик. Открыл закон: газы при постоянном давлении расширяются пропорционально повышению температуры
1793	Джон Дальтон, английский химик и физик, сформулировал закон парциального давления газов
1818	Родился Джеймс Джоуль, английский физик (1818-1889), установил закон Джоуля-Ленца, эффект Джоуля-Томсона
1823	ушел из жизни Жак Александр Сезар Шарль, французский физик. Установил зависимость давления идеального газа от температуры (закон Шарля)
1878	родился Вольфганг Геде, немецкий физик, родоначальник современной вакуумной техники
1888	ушел из жизни Рудольф Юлиус Эммануэль Клаузиус – немецкий физик и математик. Дал формулировку второго начала термодинамики, ввел понятие длины свободного пути молекул, понятие идеального газа, понятие энтропии, создал кинетическую теорию перехода вещества из одного агрегатного состояния в другое
1908	было предложено назвать число молекул в одном моле вещества постоянной Авогадро (число Авогадро) в память итальянского физика Амедео Авогадро (1776-1856)
1908	родился российский физик Лев Давидович Ландау (1908-1968), лауреат Нобелевской премии
1913	Ирвинг Ленгмюр (1881-1957), американский химик и физик, лауреат Нобелевской премии, сконструировал молекулярный манометр
1918	родился американский физик-теоретик Ричард Фейнман (1918-1988), автор Фейнмановских лекций по физике, лауреат Нобелевской премии
1923	ушел из жизни Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс – голландский физик, лауреат Нобелевской премии (1910)
1923	ушел из жизни Герберт Мак-Леод, английский физик, изобретатель ртутного манометра
1923	ушел из жизни Джеймс Дьюар, шотландский физик и химик. В 1898 г. получил жидкий водород. В 1892 г. изобрел сосуд Дьюара
1968	ушел из жизни Марчелло Пирани, профессор физики берлинского технического университета, изобретатель теплового манометра – манометра Пирани
1993	ушел из жизни Михаил Иванович Меньшиков, ученик С.А.Векшинского, главный инженер НИИ вакуумной техники в 1947-1977 гг.

НАШИ ЮБИЛЯРЫ

Елинсон Вера Матвеевна

*С.Б. Нестеров
РНТВО им. академика С.А.Векшинского*

Приведено описание научно-технической деятельности Елинсон Веры Матвеевны.

Elinson V. M. S.B. Nesterov. The description of scientific and technical activities of V.Elinson is given.



Елинсон Вера Матвеевна, профессор кафедры «Радиотехника, телекоммуникации и нанотехнологии» Московского авиационного института (Национального исследовательского университета) (МАИ), доктор технических наук, профессор.

Елинсон В.М. окончила Московский химико-технологический институт им. Д.И. Менделеева, работала в НИИ вакуумной техники им. С.А.Векшинского ведущим научным сотрудником и начальником лаборатории, в «МАТИ»-Российском государственном авиационно-технологическом университете им. К.Э Циолковского доцентом, а затем профессором на кафедре «Наукоемкие технологии радиоэлектроники».

Основной областью научной деятельности Елинсон В.М. являются: исследование ионно-плазменных процессов нанесения пленок и пленочных структур в вакууме и при атмосферном давлении, нанотехнологии, наноматериалы, нанобиоматериалы, создание материалов с принципиально новыми свойствами.

В настоящее время основной научный интерес Елинсон В.М. связан с разработкой и исследованием барьерных слоев на поверхности полимеров и других материалов, являющимися антиадгезивными к различным микроорганизмам и грибным ассоциациям, что обеспечивает стойкость материалов к биодеструкции и увеличивает ресурс работы изделий. Такие материалы могут быть востребованы в различных областях, в том числе в электронике, космической технике и медицине.

Результаты научных исследований опубликованы более, чем в 300 работах, в том числе 92 статьи опубликованы в рецензируемых Российских и зарубежных журналах, входящих в перечень ВАК, Scopus и Web of Science, и доложены на 108 Российских и зарубежных конференциях. Имеет 12 авторских свидетельств и патентов.

Елинсон В.М. является членом Оргкомитета конференций «Вакуумная наука и техника» (руководитель секции с 2004 г.); «Вакуумная техника, материалы и технологии», Научного симпозиума, включающего 3 конференции «Высокие технологии в промышленности России», «Тонкие пленки в электронике» и «Наноинженерия», а также конференций для молодых

ученых «Актуальные проблемы биомедицинской инженерии» и «Наноматериалы и нанотехнологии: проблемы и перспективы». Также Елинсон В.М. является членом редколлегии журнала «ЕС Microbiology» (GB, с 2017). Член Российского научно-технического вакуумного общества имени академика С.А.Векшинского. Награждена медалью им. С.А.Векшинского.

Под руководством Елинсон В.М. защитили диссертации 4 аспиранта

Сердечно поздравляем Елинсон Веру Матвеевну с юбилеем и желаем ей успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

Панфилов Юрий Васильевич

С.Б. Нестеров

РНТВО им. академика С.А.Векшинского

Приведено описание научно-технической деятельности Панфилова Ю.В.

Panfilov Y.V. S.B.Nesterov. The description of scientific and technical activities of Y.Panfilov is given.



Панфилов Юрий Васильевич, заведующий кафедрой «Электронные технологии в машиностроении», выпускник МВТУ им. Н.Э. Баумана 1972 года, профессор, доктор технических наук.

Являясь заведующим кафедрой, руководит учебной, научной, организационной и воспитательной работой на кафедре. Под его руководством и при непосредственном участии разработаны образовательные стандарты МГТУ им. Н.Э. Баумана по двум направлениям подготовки бакалавров и магистров: «Электроника и наноэлектроника» и «Наноинженерия», а также соответствующие этим стандартам образовательные программы и учебные планы. Руководит учебным процессом на кафедре, включая разработку новых учебных дисциплин с лабораторными работами и инженерным практикумом, который проводится, в том числе, и на производственных и научно-исследовательских предприятиях.

Как преподаватель, Панфилов Ю.В. является ведущим лектором по дисциплинам «Технология и оборудование микро и наноэлектроники» для бакалавров и «Основы технологии изделий наноинженерии» для магистров, обучающихся по направлению подготовки «Наноинженерия». Им издано (в том числе в соавторстве) 1 учебник и 9 учебных пособий, организована учебная лаборатория по ионно-плазменным технологиям, подготовлены методические указания по лабораторным работам и курсовым проектам.

Панфилов Ю.В. является ведущим ученым в Университете по исследованию процессов электронной, ионной и плазменной обработки материалов и изделий электронной техники. Его разработки внедрены на предприятиях электронного машиностроения (НИИ точного машиностроения, НИИ вакуумной техники им. С.А.Векшинского, НИТИ г. Рязань). Результаты научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ опубликованы более, чем в 350 работах, из них 11 монографий, имеет 20 авторских свидетельств и патентов. За последние пять лет им опубликовано 15 статей в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ и Scopus. Подготовил одного доктора и 10 кандидатов технических наук, является руководителем двух аспирантов. Главный редактор журнала «Упрочняющие технологии и покрытия» (Издательство «Машино-

строение», входит в перечень ВАК РФ), член редакционных советов еще 3-х научно-технических журналов, также входящих в перечень ВАК РФ. Заместитель председателя одного и член еще двух диссертационных советов.

Является организатором Научно-технического симпозиума, в который входят три конференции: «Высокие технологии в промышленности России» (проведена 21 конференция), «Тонкие пленки в электронике» (проведено 28 конференций) и «Наноинженерия» (проведено 8 конференций), а также членом организационных комитетов еще трех конференций: «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, Сокольники; «Вакуумная техника и технология», Казань и «Вакуумная наука и техника», Москва, Крым, Сочи.

За активную научную, педагогическую и общественную работу Панфилов Ю.В. неоднократно награждался почетными грамотами и дипломами, медалью имени академика С.А.Векшинского, медалью «В память 850-летия Москвы». Становился лауреатом конкурса «Лучший преподаватель Университета».

Сердечно поздравляем Панфилова Юрия Васильевича с юбилеем и желаем ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

Розанов Леонид Николаевич

С.Б. Нестеров

РНТВО им. академика С.А.Векшинского

Приведено описание научно-технической деятельности Розанова Л.Н. *Rozanov L.N. S.B.Nesterov. The description of scientific and technical activities of L.Rozanov is given.*



Розанов Леонид Николаевич, 1938 года рождения, г. Ленинград. Специалист в области физико-химических процессов в вакууме и на поверхности твердого тела, принципов конструирования вакуумных систем. В 1961 г. окончил Ленинградский политехнический институт им. М.И. Калинина по специальности "Электровacuумные машины". После окончания института работал в вакуумной лаборатории завода "Светлана". С 1962 года работает в Санкт-Петербургском политехническом университете, доктор технических наук (1980г), профессор (1982г). С 2008 года – по совместительству главный научный сотрудник «Центрального научно-исследовательского института робототехники и технической кибернетики».

Имеет 250 научных трудов, из них 8 монографий и 25 изобретений. Является автором учебника "Вакуумная техника" для вузов, вышедшего в трёх изданиях на русском и одном на английском языках). Наиболее важными научными трудами являются разработка: методики расчёта методом Монте-Карло элементов вакуумных систем с произвольным числом входов, теории адсорбционных вакуумных насосов непрерывного действия, экспериментальные исследования изотерм адсорбции паров воды на поверхности элементов вакуумных систем, определение функции распределения адсорбционных центров по энергии адсорбции, математической модели откачки вакуумных камер с адсорбирующими стенками.

Разработал совместно с ЦНИИРТК магниторазрядный датчик высотомера для системы "Альфа-1", работавшей на космических аппаратах и искусственных спутниках Земли. Научный

руководитель разработки бортовой аппаратуры контроля герметичности на борту Международной космической станции.

Являлся научным руководителем работ ВНИИТрансмаш по имитации космического пространства при испытании шасси "Лунохода-1". Была разработана безмасляная система откачки на основе адсорбционного насоса непрерывного действия. За эту работу Федерацией космонавтики России награждён медалью «За создание Лунохода-1 им. А.Л. Кемурджиана». Была предложена методика и разработана установка для имитации ветра в атмосфере Марса. В испытательной камере ТБК-15000 на криопанелях был создан внутренний адсорбционный насос, позволивший обеспечить испытания в сверхвысоком вакууме.

В филиале Государственного оптического института имени С.И.Вавилова (Сосновый Бор) был научным руководителем работ по созданию адсорбционных средств откачки для испытания космической оптики, а в корпорации «Комета» был создан комбинированный откачной пост – течеискатель для откачки электронной аппаратуры космического наблюдения земной поверхности.

Председатель или член оргкомитета всех вакуумных конференций. С 1991 года - главный редактор журнала "Вакуумная техника и технология". Награждён медалью им. С.А. Векшинского.

Сердечно поздравляем Розанова Леонида Николаевича с юбилеем и желаем ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

Капустин Евгений Николаевич

С.Б. Нестеров

РНТВО им. академика С.А.Векшинского

Приведено описание научно-технической деятельности Капустина Е.Н.

Kapustin E.N. S.B.Nesterov. The description of scientific and technical activities of E.Kapustin is given.



Капустин Евгений Николаевич родился 14 октября 1967 г. в Казани.

В 1992 г. окончил Казанский авиационный институт им. А.Н. Туполева (КАИ) по специальности «Радиоэлектронные устройства» (радиоинженер), в 2002 г. Казанский государственный финансово-экономический институт (КГФЭИ) по специальности «Мастер делового администрирования».

В 2003 г. защитил кандидатскую диссертацию на тему «Разработка и исследование методов и средств повышения технического уровня элементной базы вакуумных систем и эксплуатационных характеристик промышленного оборудования тонкопленочных технологий».

С 2006 года возглавляет Акционерное общество «Вакууммаш».

Является председателем Российского технического комитета № 249 «Вакуумная техника». Под его руководством разработано 21 и внедрено 15 национальных и межгосударственных стандартов по вакуумной технике.

Вице-президент Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского.

Член оргкомитетов трёх научно-технических конференций по вакуумной технике, российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология».

Автор и соавтор пяти патентов и десятков работ в области вакуумной науки, техники и технологии.

Совместно с кафедрой "Вакуумная техника электрофизических установок" ФГБОУ ВО "КНИТУ" ведёт подготовку специалистов по профилю "Вакуумная и компрессорная техника физических установок". Является председателем Государственной аттестационной комиссии по защите выпускных квалификационных работ. Под его руководством на предприятии открыта базовая кафедра вакуумной техники, где студенты проходят практики, стажировки и выполняют лабораторные работы. Член попечительского совета ФГБОУ ВО "КНИТУ", вносит большой вклад в развитие Казанской школы вакуумной техники.

Под руководством Капустина Е.Н. АО «Вакууммаш» успешно развивается, осуществляет инвестиции в модернизацию производственной инфраструктуры, научные исследования, разработку новых инновационных продуктов. За последние годы разработана и внедрена в производство линейка бустерных паромасляных вакуумных насосов, запущен проект по разработке новой линейки диффузионных вакуумных насосов, совместно с ФГБОУ ВО "КНИТУ" разработаны инновационные спиральные вакуумные насосы и создано производство для их изготовления.

Награжден государственной наградой Республики Татарстан – медалью «За доблестный труд» (2017), медалью «В память 1000-летия Казани» (2005), Почетной грамотой Министерства промышленности и торговли Российской Федерации (2010), Благодарственным письмом Президента Республики Татарстан (2011), Благодарностью Мэра города Казани (2012), Благодарностью кабинета Министров Республики Татарстан (2013), почетной грамотой Управления гражданской защиты Исполнительного комитета г.Казани (2014).

Сердечно поздравляем Капустина Евгения Николаевича с юбилеем и желаем ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А		И	
Абдуев А.Х.	103	Иванова Д.А.	41
Алфимов А.В.	220	Ивченко Е.А.	110
Анкудинов В.Б.	201	Ильясов Р.И.	220
Артамонов А.М.	163,166,168	Иракин П.А.	26
Асваров А.Ш.	103		
Аскретков М.Б.	31	К	
Ахмедов А.К.	103	Капустин Е.Н.	10,22,212
		Карпухин Д.А.	220
Б		Кечекьян А.С.	185
Багдасарян А.С.	129,134,149	Кислов С.В.	78
Багдасарян С.А.	154	Ковалёв К.Л.	220
Базиненков А.М.	41	Козлов А.Н.	114
Балясный Л.М.	31	Коледов В.В.	220
Беликов А.И.	110,120	Колесник Л.Л.	37
Беляева Е.В.	263	Кондратенко Р.О.	209,212
Белянин А.Ф.	149	Косьянчук В.В.	68,73
Богачёв В.А.	220	Кочетков А.Ю.	197
Богачёв Т.В.	220	Кравец Л.И.	139,144
Бондаренко Г.Г.	78	Кропошин В.С.	220
Борисов В.В.	149,154	Крюков П.В.	220
Борисов В.П.	229	Кузнецов А.А.	185
Бурмистров А.В.	22	Кукушкин Д.Ю.	189
Буторина А.В.	258	Кукушкин С.А.	83,107
Бушин С.А.	53	Куренков П.В.	220
Бычков С.П.	37		
		Л	
В		Лизунов Н.Е.	144
Варнин В.П.	243	Лямин А.Н.	169
Васильев Д.Д.	124		
Векшинский С.А.	234	М	
Вязовецкова А.Е.	58	Макеев И.В.	41
Вязовецков В.В.	58	Малинецкий Г.Г.	220
		Марухин Ю.А.	201
Г		Матанин А.Р.	124
Гайнутдинов Р.В.	139,144	Мачикин В.С.	116
Галаганова Е.Н.	93	Михайлов В.П.	41
Галлямова А.Т.	181	Моисеев К.М.	124
Гарифулина А.Т.	129	Мороз А.В.	97
Гильман А.Б.	139,185	Мысливец А.С.	159,163,166,168
Гордиенко Ю.Н.	31		
Груздев А.С.	129	Н	
Грузевич Ю.К.	31	Наливайченко Д.Г.	220
		Налимов С.А.	154
Д		Недосека Н.М.	31
Деулин Е.А.	48	Нестеров С.Б.	205,209,212,263,265,266, 267,268
Дителева А.О.	189		
Долгополов В.М.	26	Нижельский Н.А.	220
Дорофеева С.С.	134	Никулин Н.К.	63
Дроздов Б.В.	220		
		О	
Е		Одиноков В.В.	26
Егоров В.К.	83	Огородников В.П.	201
Егоров Е.В.	83	Оковитый Д.А.	31
Елинсон В.М.	169,175,181	Осипов А.В.	83,107
Емельяненко Р.О.	48		

П		Х	149
Панин В.В.	26	Хлопов Б.В.	209,212
Панфилова Е.В.	93	Холопкин А.И.	159,163,166,168
Панфилов Ю.В.	37	Хохлов Е.А.	124
Петров В.В.	110	Храмова А.А.	
Пискарев М.С.	185	Ч	120
Полин Д.А.	124	Чжо Зин Пьо	149
Полтавец В.Н.	220	Чучева Г.В.	
Р		Ш	220
Рабданов К.Ш.	103	Шавров В.Г.	100
Райков А.А.	22	Шашин Д.Е.	169
Редьков А.В.	107	Шведов А.В.	197
Рогачев А.А.	144	Шеметова Е.В.	45
Ротарь А.П.	41	Шешин Е.П.	159
Рыжков В.А.	201	Ширипов В.Я.	63
С		Шостак Ю.А.	31
Саликеев С.И.	22	Шулаев В.М.	
Сарапулов Ю.М.	37	Щ	175,181
Семёнов М.Ю.	220	Щур П.А.	
Семенов С.В.	212	Ю	154
Семочкин А.И.	120	Юрин А.И.	
Сильницкая О.А.	175	Я	139,144
Синицына Т.В.	129,134	Яблоков М.Ю.	68,73
Сиротский М.С.	37	Якунчиков А.Н.	144
Сказочкин А.В.	78	Ярмоленко М.А.	159
Слепцов В.В.	189	Ясюнас А.А.	
Смолин В.С.	220	D	139
Соломин В.А.	220	Dinescu G.	
Степанов С.А.	100	M	139
Суслов Д.А.	220	Mitu V.	
Сушенцов Н.И.	97,100	S	139
Т		Satulu V.	
Терентьев Ю.А.	220		
Турбан А.А.	163,166,168		
Тюрин А.В.	22		
Тютюкин Е.Р.	48		
Ф			
Филатов А.А.	205		
Филимонов В.В.	220		
Фомин В.М.	220		
Фонградовски С.В.	220		

**ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА, МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2018, 24 – 26 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
e-mail: ivanova@vacuum.org.ru
Г.Н. Иванова

Подписано в печать 09.04.2018

Отпечатано в типографии ООО «Копиринг»
г. Москва, ул. Нагатинская, д.3 А,

e-mail: copyring@mail.ru, www.copyring.ru
усл. печ. листов: 16 Формат: А4
Тираж: 100 экз.