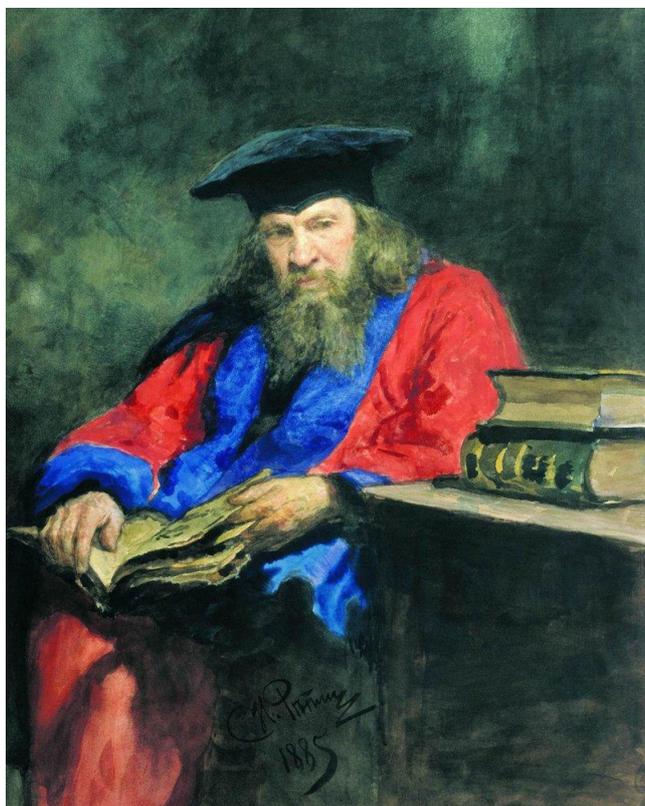




**Российское научно-техническое
Вакуумное Общество
имени академика С.А. Векшинского**

ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА, МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ

**МАТЕРИАЛЫ
XIV МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2019, 16 - 17 АПРЕЛЯ)**



VACUUM EQUIPMENT, MATERIALS AND TECHNOLOGY

**PROCEEDINGS
OF THE XIV INTERNATIONAL CONFERENCE
(MOSCOW, SOKOLNIKI CONGRESS & EXHIBITION CENTRE,
2019, APRIL 16 - 17)**

Международная выставочная компания
Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика
С.А. Векшинского
Московский государственный технический университет
им. Н.Э.Баумана
АО «Вакууммаш»
Российский союз научных и инженерных общественных объединений

**ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА,
МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ**

МАТЕРИАЛЫ
XIV МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ
КОНФЕРЕНЦИИ
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2019, 16 – 17 АПРЕЛЯ)

**VACUUM EQUIPMENT,
MATERIALS AND TECHNOLOGY**

PROCEEDINGS OF THE XIV INTERNATIONAL
CONFERENCE
(MOSCOW, SOKOLNIKI CONGRESS& EXHIBITION CENTRE,
2019, APRIL 16 - 17)

«Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XIV Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2019 – 275 с.

В настоящем томе публикуются материалы докладов XIV 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 приведен портрет Д.И. Менделеева работы И.Е.Репина 1885 г.

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»
И. А.Вершинина Директор выставки «ВакуумТехЭкспо»
А.Е. Зарвин Заведующий отделом прикладной физики НГУ
Г.Н. Иванова Ученый секретарь
А.П. Крюков Профессор МЭИ
В.И. Капустин Профессор МИРЭА
Е.Н. Капустин Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
Л.Л. Колесник Ученый секретарь РНТВО имени академика С.А. Векшинского
А.А. Левченко Директор института физики твердого тела
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.Я. Ширипов Директор ООО «Изовак»
В.М. Шулаев Руководитель научных программ ООО «НПП «НИТТИН»

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», г.Казань, республика Татарстан, Россия
АО «НИИМЭ», г. Зеленоград, 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 государственный университет, г. Махачкала, Россия
Институт физики Дагестанского научного центра РАН, 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 регенеративной медицины, г.Москва, Россия
Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси. г. Минск, Беларусь
Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия
ИПТМ РАН, г.Черноголовка, Московская обл., Россия
ИРЭ РАН им. В.А.Котельникова, г.Москва, Россия
ИСЭ СО РАН, г. Томск, Россия
МАИ (НИУ), г. Москва, Россия
МГМУ имени И.М. Сеченова Минздрава России, г.Москва, Россия
МГТУ имени Н.Э. Баумана, г.Москва, Россия
МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва, Россия
МИРЭА – Российский технологический университет, г. Москва, Россия
Московский физико-технический институт, г.Долгопрудный, Московская обл., Россия
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В.Скобельцына Московского государственного университета им. М.В.Ломоносова, г.Москва, Россия
Национальный университет Монголии, г. Улан-Батор, Монголия
НИЦ «Курчатовский институт», г.Москва, Россия
НТУУ «Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского», Киев, Украина
ОАО «НИИТМ», г.Зеленоград, Россия
Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, г.Дубна, Московская область, Россия
ООО «ИВР»
ООО «ИЗОВАК Технологии», г.Минск, Беларусь
ООО «РМТ», г.Москва, Россия
ООО «Стратнанотек Инвест», г.Минск, Беларусь
ООО «НПП Фотрон-Авто», г.Москва, Россия
ООО НЭСК, Саратов, Россия
ООО «Прикладная Электроника», г.Томск, Россия
ООО «ФЕРРИ ВАТТ», г. Казань, республика Татарстан, Россия
ООО "ЭПОС-Инжиниринг"
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
РТУ МИРЭА, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия
СГУ имени Н.Г. Чернышевского, Саратов, Россия

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

ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН», Москва, Россия

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

ФГБУН «Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН», Москва, Россия

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

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

NILPRP, Бухарест, Румыния.

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	10
СЕКЦИЯ 1. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ.....	11
<i>Е.Н.Капустин.</i> Инновационное развитие Российского центра вакуумного машиностроения.....	11
<i>А.В. Бурмистров, Е.Н.Капустин, С.И.Саликеев, А.А.Исаев.</i> Перспективы развития отечественных «безмасляных» средств создания вакуума.....	15
<i>П.А.Розель, В.Я.Ширшов, Е.А.Хохлов.</i> Низкотемпературный синтез вертикально ориентированного графена, легированного азотом или кремнием, произведенного с помощью ICP-CVD технологии.....	20
<i>Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, С.И.Саликеев, И.А.Сунгатуллин, О.В.Желонкин.</i> Современные инжиниринговые инструменты разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования.....	25
<i>В.М.Долгополов, В.В.Одинокоев, П.А.Иракин, В.М.Варакин, А.В.Шубников, Н.Г.Мицын.</i> Ионно-плазменное оборудование для глубокого анизотропного травления кремния в технологиях формирования глубоких отверстий.....	32
<i>А.Х.Хисамов, Р.Л.Рябцев, А.Г.Новиков, М.В.Назаренко, В.В.Одинокоев.</i> Разработка и производство современной установки для высокопроизводительного нанесения многослойной металлизации методом магнетронного распыления.....	38
<i>М.В.Назаренко, А.Г.Новиков, А.Х.Хисамов.</i> Результаты применения установки с цилиндрическими катодами для высокопроизводительного нанесения многослойной металлизации толщиной более 20 мкм.....	44
<i>Н.К.Никулин, Е.В.Свичкарь, В.С.Ключаров.</i> Исследование энергетических затрат в механическом вакуумном насосе.....	48
<i>С.П.Бычков, Е.А.Зикий, О.В.Огнев, Ю.В.Панфилов, Ю.М.Сарапулов, М.С.Сиротский.</i> Модульная вакуумно-термическая установка для пиролитического разложения этанола.....	55
<i>Е.Д.Суманова, М.В.Гарькуша, Е.П.Шешин.</i> Металло-керамическая рентгеновская трубка нового поколения.....	59
<i>А.Н.Якунчиков, В.В.Косьянчук.</i> Моделирование нестационарных течений многокомпонентного газа в газоразделительных устройствах с движущимися элементами.....	62
<i>И.В.Михайлова, М.Ю.Акишин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев.</i> Зависимость параметров импульсного блока питания от коэффициента заполнения импульсного сигнала и частоты импульсов.....	65
<i>А.Е.Вязовецкова, В.В.Вязовецков.</i> Формирование вакуумной плотности в сверхвысоковакуумных прогреваемых разъёмных соединениях.....	69
<i>В.В.Глявлин, П.В.Петухов, Зау Пхо Аунг, Л.Л.Колесник.</i> Оценка влияния мощности разряда магнетронной распылительной системы на энергетическую эффективность распыления.....	73
<i>Р.Э.Кувандыков, Р.А.Тетерук, А.А.Чернышенко.</i> Состояние работ по созданию МЭМС вакуумметров.....	78
<i>А.С.Кривенко, И.А.Азаров.</i> Геттерный модуль для понижения стартового вакуума запуска магниторазрядного насоса.....	81

СЕКЦИЯ 2. НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	83
<i>В.К.Егоров, Е.В.Егоров, М.С.Афанасьев.</i> Технология формирования рентгеновских наноразмерных малорасходящихся пучков.....	83
<i>Хтет Вэй Ян Чжо, Кхин Маунг Хтау, Зау Йе Мьинт, Хтет Ко Ко Зау, Т.М.Васильева.</i> Возможности применения неравновесной низкотемпературной плазмы, генерируемой при пониженном давлении, для переработки природных полимеров.....	88
<i>Йе Хлаинг Тун, Аунг Чжо У, М.Н.Васильев.</i> Генерация электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности диэлектриков.....	93
<i>О.Д.Вольпян, А.И.Кузьмичёв, Д.В.Чуриков.</i> Ионный обрабатывающий центр для изготовления плёночных элементов наногradientной оптики и метаматериалов.....	96
<i>Н.И.Сушенцов, С.А.Степанов, Д.Е.Шашин.</i> Разработка технологических основ формирования тонких пленок оксида цинка с заданными значениями диэлектрической проницаемости.....	100
<i>Д.В.Духопельников, В.А.Рязанов, С.О.Шилов, Д.К.Алексеев.</i> Распыление титана, нитрида титана, молибдена и меди ионами азота и кислорода.....	105
<i>Е.В.Воробьев, Д.В.Духопельников, С.О.Шилов.</i> Определение профиля эрозии поверхности под действием ионной бомбардировки.....	108
<i>Д.В.Духопельников, Д.В.Кириллов.</i> Экспериментальная проверка возможности испарения капельной фазы вакуумно-дугового разряда при её движении в плазме.....	114
<i>Г.К.Сафаралиев, Г.Д.Кардашова.</i> Исследование морфологии эпитаксиальных пленок $(SiC)_{1-x}(AlN)_x$, полученных методом магнетронного распыления.....	119
<i>Г.Д.Кардашова, Г.К.Сафаралиев.</i> Материалы на основе твердых растворов карбида кремния с нитридом алюминия для экстремальной электроники: монокристаллы, эпитаксиальные пленки.....	124
<i>В.О.Оскирко, В.А.Семенов, А.П.Павлов, А.Н.Захаров.</i> Дуальная магнетронная распылительная система с пакетно-импульсным модулированным биполярным напряжением питания.....	128
<i>В.О.Оскирко, И.М.Гончаренко, А.П.Павлов, А.С.Гренадеров.</i> Импульсный источник электропитания для плазменного азотирования в тлеющем разряде.....	132
<i>А.Х.Абдуев, А.К.Ахмедов, А.Ш.Асваров, Р.М.Эмиров.</i> Реактивное магнетронное распыление цинковой мишени в парах воды.....	136
<i>С.В.Федоров, М.П.Козочкин, Тхеин Хту Маунг, М.А.Зыкова.</i> Исследование возможностей акустического мониторинга процессов модифицирования поверхности в вакуумных камерах.....	140
СЕКЦИЯ 3. НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ.....	145
<i>Э.М.Штилевский, С.А.Филатов, Г.Шилагарди, Д.Улам-Оргих.</i> Диффузия в двухслойных металлофуллереновых пленках.....	145
<i>Л.И.Кравец, М.А.Ярмоленко, А.А.Рогачев, Р.В.Гайнутдинов, Н.Е.Лизунов.</i> Осаждение на поверхности трековых мембран двухслойных супергидрофобных покрытий методом электронно-лучевого диспергирования полимеров в вакууме.....	150
<i>Л.И.Кравец, В.А.Алтынов, А.Б.Гильман, М.Ю.Яблоков, V.Satulu, B.Mitu, G.Dinescu.</i> Исследование химического состава и структуры наноразмерных пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековых мембран в вакууме.....	156

<i>Т.С.Демина, М.С.Пискарев, О.А.Романова, А.Б.Гильман, Т.А.Акопова. Имобилизация хитозана на пленки полиэтилентерефталата, активированные в разряде постоянного тока при пониженном давлении.....</i>	<i>162</i>
<i>М.С.Пискарев, А.В.Зиновьев, А.Б.Гильман, А.С.Кечекьян, А.А.Кузнецов. Влияние модифицирования в плазме на адгезионные свойства полимерных материалов.....</i>	<i>164</i>
<i>А.Ф.Белянин, А.Б.Ринкевич, В.В.Борисов, С.А.Налимов. Структурные и эмиссионные свойства графена и углеродных наностенок при вакуумном отжиге и повторном росте.....</i>	<i>167</i>
<i>А.В.Шведов, В.М.Елинсон, Ю.Г.Богданова, С.М.Гамаюнов. Оптические свойства углеродных и фторуглеродных покрытий, сформированных в матричном режиме низкочастотным плазмотроном атмосферного давления.....</i>	<i>173</i>
<i>В.М.Елинсон, П.А.Щур, В.И.Кузькин, Е.Д.Кравчук, А.Е.Филина. Параметры рельефа антиадгезионных антимикробных покрытий на основе фторуглеродных плёнок на полимерных материалах.....</i>	<i>178</i>
<i>В.И.Кузькин, В.М.Елинсон, Ю.А.Якушкин. Исследование диэлектрических свойств слоистых углеродных структур.....</i>	<i>182</i>
<i>В.К.Переишвайлов, Н.Н.Щербакова, Д.К.Мальчиков, Н.М.Сучилина. Формирование многофункциональных тонкопленочных покрытий на гибкой полимерной рулонной основе.....</i>	<i>186</i>
<i>Е.Р.Тютюкин, Е.А.Деулин. В чем причины появления изотопов водорода при трении?.....</i>	<i>191</i>
<i>В.В.Слепцов, В.И.Бердник, А.В.Савкин, А.В.Иванов, Д.Ю.Кукушкин, А.О.Дителева. Исследование электро-импульсного метода синтеза нанокластеров металлов и осаждения их на поверхность пористых материалов методом электрофореза.....</i>	<i>195</i>
СЕКЦИЯ 4. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС. ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ.....	202
<i>С.Б.Нестеров, А.А.Филатов. Точность воспроизведения параметров солнечного излучения как действующего фактора космического пространства при проведении тепловакуумных испытаний с использованием имитатора солнечного излучения.....</i>	<i>202</i>
<i>Л.Н.Розанов, А.Ю.Скрябнев. Распределение концентрации в собственной атмосфере космического аппарата при наличии течи.....</i>	<i>206</i>
<i>А.Ю.Кочетков. Имитация климатических условий поверхности Марса при проведении тепловакуумных испытаний посадочного аппарата в термовакуумной камере.....</i>	<i>210</i>
<i>Е.В.Жировов, О.Е.Чубаров, В.А.Кобзев, А.М.Зверев, Ф.А.Феимов. Исследование технологических возможностей локальных низкотемпературных испытаний криогенных трубопроводов.....</i>	<i>214</i>
<i>Ю.А.Терентьев, В.В.Коледов, Р.И.Ильясов, Н.А.Нижельский, М.С.Сысоев, В.М.Фомин, Д.Г.Наливайченко, В.Л.Моисеенко, В.В.Точило, П.А.Бражник. Подготовка экспериментальной базы и результаты начального этапа экспериментальной отработки критических элементов технологии ИТТС России на базе ВМЛТ-вакуумного магнито-левитационного транспорта.....</i>	<i>217</i>
СЕКЦИЯ 5. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ И КРИОГЕННОЙ ТЕХНИКИ.....	233
<i>Н.В.Калинин, А.В.Мартьянов, Е.И.Калинина. Эксергия, К.П.Д., Юбилей.....</i>	<i>233</i>
<i>С.Б.Нестеров, Г.Н.Иванова. Бродянский Виктор Михайлович. Воин, инженер, руководитель производства, ученый, педагог, популяризатор науки.....</i>	<i>237</i>
<i>О.К.Курбатов. Воспоминания ветерана-вакуумщика.....</i>	<i>242</i>

<i>В.П.Борисов. С.А.Векшинский и становление отечественного электровакуумного приборостроения.....</i>	<i>248</i>
<i>С.Б.Нестеров. «Трудился всю жизнь, вот и стал гением». К 150- летию открытия периодического закона Д.И.Менделеева.....</i>	<i>251</i>
<i>А.В.Буторина, И.С.Воздвиженский, А.В.Пушкарев, А.В.Шакуров. Применение низких температур в лечении сосудистых поражений кожи.....</i>	<i>252</i>
<i>А.В.Буторина, А.М.Архаров, С.Б.Нестеров, Л.Б.Андропова, О.А.Данько. Размышления о высших научных знаниях.....</i>	<i>256</i>
<i>А.В.Буторина, А.М.Архаров, С.Б.Нестеров, Л.Б.Андропова, О.А.Данько, А.В.Пушкарев, А.В.Шакуров. В.И.Вернадский о биосфере и человеке.....</i>	<i>259</i>
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева. Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2017-2018).....</i>	<i>266</i>
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева. Памятные даты в истории развития вакуумной техники.....</i>	<i>269</i>
ПОЗДРАВЛЯЕМ С ЮБИЛЕЕМ.....	271
<i>С.Б. Нестеров. Крюков Алексей Павлович.....</i>	<i>271</i>
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ.....	273

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

В материалы конференции включены 58 докладов 170 участников, представляющих 53 организаций 19 городов из 5 стран.

150 лет назад, 1 марта 1869 г., была создана периодическая таблица элементов Д.И.Менделеева.

100 лет назад, 14 марта 1919 г. родился крупный ученый в области криогенной и холодильной техники, д.т.н., профессор В.М.Бродянский

В декабре 2018 г. научная общественность отметила 75-летие создания АО "Вакууммаш" - лидера отечественного вакуумного машиностроения

Этим событиям мы посвящаем нашу конференцию.

Мы начинаем издание электронного журнала «Вестник РВО» с периодичностью 4 номера в год.

Ссылка на журнал: <https://www.vestnik-rvo.ru/>

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

СЕКЦИЯ 1 ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ

Инновационное развитие Российского центра вакуумного машиностроения

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

Статья посвящена инновационному этапу развития АО «Вакууммаш», являющегося ведущим предприятием по разработке и выпуску вакуумной техники. Приведены основные направления разработок новой продукции.

Innovative development of the Russian center of vacuum engineering. E.N. Kapustin. The article is devoted to the innovative stage of development of JSC "Vacuummash", which is the leading enterprise in development and production of vacuum equipment. The main directions of new products development are presented.

В 2018 году Акционерному обществу «Вакууммаш» исполнилось 75 лет. Я уже рассказывал о истории создания и развития нашего предприятия. Рассказывал о стратегии создания современного высокотехнологичного производства. Рассказывал о наших новых разработках и продуктах.

Сегодня я продолжу рассказывать о наших новых проектах.

Несмотря на заслуженный возраст, Вакууммаш сегодня молодое и динамично развивающееся предприятие. Мы создали отличную производственную базу. Мы создали отличный коллектив конструкторов, многие из которых являются выпускниками нашей базовой кафедры «Вакуумная техника электрофизических установок» в Казанском национальном исследовательском технологическом университете. И мы начали разработку нескольких новых продуктов, которые в течение нескольких лет появятся на рынке.

Исторически Вакууммаш производил вакуумные насосы, которые работают с использованием вакуумного масла. Это очень хорошие и надёжные насосы, но сегодня наука и промышленность предъявляют новые требования к вакууму – он должен быть без углеводородов. Поэтому сухие насосы занимают всё больше места на рынке. Но и ставить точку в истории, например, диффузионных насосов, пока рано. Поэтому мы активно развиваем несколько проектов.

Началом нового этапа инновационного развития АО «Вакууммаш» можно считать 2013 год, когда мы вместе с Казанским технологическим университетом (ФГБОУ ВПО «КНИТУ») при поддержке Министерства образования и науки РФ начали проект по созданию высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов для индустрии наносистем и наноматериалов.

В результате реализации первого этапа данного проекта создан типоразмерный ряд вакуумных спиральных насосов (НВСп) производительностью 4, 12 и 35 м³/час и организовано высокотехнологичное серийное производство безмасляных спиральных вакуумных насосов.

В конце 2017 года мы приступили ко второму этапу проекта - разработке большого спирального вакуумного насоса НВСп-60, опытный образец которого должен быть изготовлен в ближайшее время.

В процессе реализации проекта удалось не только улучшить удельные характеристики насосов, но и снизить стоимость спиральных насосов по сравнению с зарубежными аналогами, благодаря оптимизации конструкции насоса и выбору оптимальных соотношений основных размеров роторного механизма (включая использование запатентованного профиля спирали), замещению дорогостоящих комплектующих иностранного производства на отечественные, в том числе собственного производства.



Рис. 1. Спиральные насосы типоразмерного ряда HVCn.

Другое важнейшее направление нашей работы – струйные вакуумные насосы, к которым относятся диффузионные и бустерные паромасляные насосы. Вакууммаш разрабатывает и выпускает диффузионные и бустерные насосы уже 60 лет, в том числе последние 25 лет для компании Leybold GmbH. В 2016 году мы начали новый проект по разработке нового типоразмерного ряда диффузионных вакуумных насосов с расширенным диапазоном работы DII.

За последние десятилетия ситуация в вакуумной технике существенно изменилась. При этом существенно поменялись области применения насосов и, соответственно, требования к ним.

Сегодня диффузионный вакуумный насос – это насос чаще всего промышленного применения. Это насос, чаще всего, среднего вакуума. Уже почти никого (или только справочно) не интересует его остаточное давление, потому что подавляющее количество технологических процессов проходят именно при среднем вакууме. Более того, современный диффузионный насос должен начинать работу от 1,33 Па ($1 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст.), т.е. обладать возможностями бустерных насосов.

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

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



Рис.2. Семейство струйных вакуумных насосов: диффузионные и бустерные насосы изготовленные для компании Leybold GmbH.

С учётом всех новых требований, предъявляемых рынком, совместно с компанией Leybold GmbH в настоящее время разрабатывается новое поколение диффузионных насосов, способных устойчиво работать и обеспечивать максимальный поток откачиваемого газа при входном давлении $1 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст.

Уже разработаны и начато серийное производство насосов с условным проходом 320, 500, 630, 1000 мм или 10, 16, 20, 35 дюймов, начато изготовление первого прототипа насоса с условным проходом 800 мм (32 дюйма). Наименование нового насоса DiJ для компании Leybold и НД-Э для российского рынка.

Насосы отличаются геометрией котла, позволяющей применять минимальное количество рабочей жидкости, новой конструкцией устройства для залива и слива рабочей жидкости. Нагревательные элементы новой конструкции позволяют производить их замену непосредственно на месте установки насоса.

Целенаправленная исследовательская и конструкторская работа позволила получить выдающийся результат: насосы не уступают по своим характеристикам лучшим мировым образцам, а порой их превосходят. А вот по массовым характеристикам, по энергоэффективности наши насосы превосходят конкурентов на 10-20 %.

Параллельно с разработкой новых диффузионных насосов, реализуется проект по расширению возможных вариантов ловушек и маслоотражателей для снижения обратного потока масла.

Все хорошо знают наши стандартные решения – стандартный маслоотражатель и ловушку, представленные на рисунке 3. Они давно выпускаются и хорошо себя зарекомендовали. Однако существуют ситуации, когда обратный поток необходимо уменьшить, а место для оборудования ограничено и поставить стандартную ловушку не удаётся. Именно поэтому появились два новых изделия – интегрированная ловушка и увеличенный маслоотражатель, представленные на рис.4.



Рис.3. Стандартная ловушка ЛП и стандартный маслоотражатель насоса НД.



Рис.4. Новая интегрированная ловушка ЛИ и увеличенный маслоотражатель

Ловушки ЛИ выполнены в безкорпусном исполнении и устанавливаются в диффузионном насосе вместо штатного маслоотражателя. Такое решение позволяет установить ловушку сопоставимую по эффективности со стандартной (корпусной) ловушкой ЛП в действующую

систему вакуумирования потребителя без дополнительных капитальных затрат, а также увеличить эффективную быстроту действия вакуумной системы за счет увеличения ее проводимости. Аналогичное решение и по замене штатного маслоотражателя в диффузионном насосе на увеличенный.

Ну и конечно, самый амбициозный проект, вернее сразу три проекта, реализацию которых мы начали в 2018 году – это разработка принципиально новых для нас средств откачки – разработка винтовых насосов НВВ, разработка больших бустерных механических насосов (насосов Рутса) НВД и разработка турбомолекулярных вакуумных насосов НВТ. Мы поставили себе задачу за три года разработать, испытать и начать производство всех трёх типов насосов. Задача необычайно сложная. Запланирована разработка следующих типоразмерных рядов насосов: НВВ 250 и 600 м³/ч, НВД 500, 1000, 2000, 4000 м³/ч, НВТ 160, 250, 400. Первыми среди разрабатываемых насосов будут НВВ-600, НВД-2000 и НВТ-400.

Насосы Рутса мы хорошо знаем и даже производим небольшие типоразмеры, а наша казанская школа под руководством проф. Бурмистрова А.В. сильнейшая в России. Этот проект наиболее проработан и реализуется совместно с нашими коллегами из технологического университета. Проведены все необходимые расчёты, проработана конструкция, почти готова конструкторская документация.

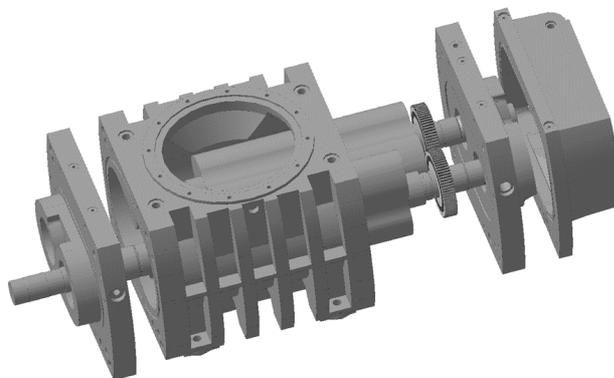


Рис.5. 3D модель узлов насоса НВД-2000.

Винтовые вакуумные насосы - лидер среди всех видов безмасляной низко- и средне-вакуумной откачки. Этот тип насосов объединяет в себе все преимущества, присущие в отдельности остальным типам безмасляных насосов: высокая удельная быстрота действия на единицу массы, низкое предельное остаточное давление (до 0,5 Па) благодаря полному внутреннему сжатию, отсутствие ограничений по скорости действия.

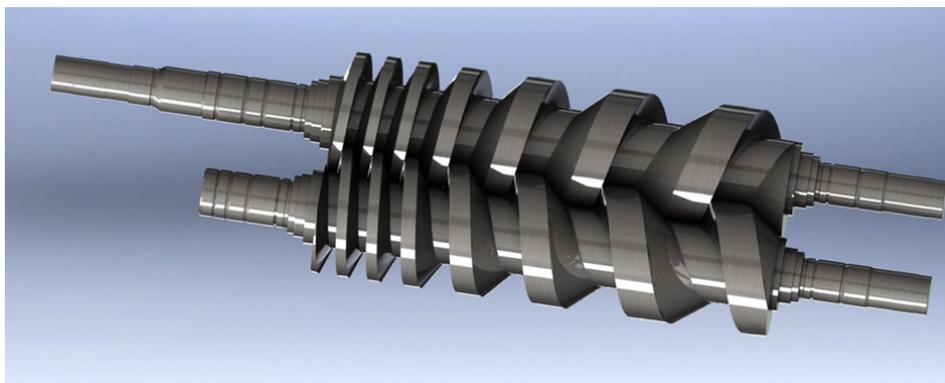


Рис.6. 3D модель винтовой пары насоса НВВ-600.

Винтовая машина - основной конкурент системам откачки с масляным уплотнением: пластинчато-роторным и золотниковым насосам. Особенности конструкции роторного механизма делает этот тип насосов невосприимчивым к загрязнениям и позволяет его использовать в очень «грязных» промышленных технологических процессах.

Но при всех преимуществах, этот насос никто в России до сих пор не производил. Имеющийся опыт по разработке и изготовлению винтовых компрессоров здесь использовать невозможно, так как профили винтов и сложность конструкции несопоставимы. Сейчас идёт моделирование винтовых пар, подбор вспомогательного оборудования.

Турбомолекулярные насосы всем хорошо известны и даже производятся в России. Но для нас это абсолютно новый насос. И мы будем максимально использовать любой опыт, который есть в России. Проблема, однако, не только в отсутствии опыта, но и в полном отсутствии в стране производств современных подшипников, приводов, необходимых приборов и т.д. Это касается всех новых проектов.

Другая задача, которая не менее, а порой и более сложная – технологическая. Мало «нарисовать» насос – его потом надо ещё и сделать. Мы уже начали подбор оборудования, и оказалось, что даже самые продвинутые производители станков не готовы дать гарантию по изготовлению тестовых деталей с требуемой точностью.

Таким образом, подводя итоги вышесказанному, хочу ещё раз подчеркнуть, что АО «Вакууммаш» находится сегодня на новом этапе инновационного развития. Новые проекты находятся в самом начале и говорить о конкретных результатах пока рано. Идёт работа по выбору конструкции, расчёту проточной зоны и конструктивных элементов. Даже названия, присвоенные насосам на этом этапе условные. Но я считаю очень важно заявить о наших амбициях и желании выйти на рынок с самыми современными продуктами. Можно сожалеть, но опыт последних лет доказал необходимость разработки и освоения производства всех необходимых средств откачки в России. Убеждён, что несмотря на исключительную сложность поставленных задач, коллектив АО «Вакууммаш» справится с ними и в очередной раз подтвердит звание российского лидера вакуумного машиностроения.

Перспективы развития отечественных «безмасляных» средств создания вакуума

*А.В. Бурмистров, *Е.Н. Капустин, С.И. Саликеев, *А.А. Исаев
Россия, Республика Татарстан, г. Казань, Казанский национальный исследовательский
технологический университет, , ул. К. Маркса, 68,*

E-mail: burm@kstu.ru

**Россия, Республика Татарстан, г. Казань АО «Вакууммаш», , ул. Тульская, 58*

Рассматриваются достоинства и недостатки основных видов безмасляных насосов среднего вакуума. Показано, что ведущиеся на АО «Вакууммаш» работы по освоению выпуска средств получения безмасляного вакуума, а именно, машин типа Рутс, спиральных и винтовых насосов для России очень актуальны. Представлены характеристики разработанных безмасляных машин и перспективы расширения номенклатуры выпускаемой продукции.

Prospects of domestic oil free pumping means. A.V. Burmistrov, E.N.Kapustin, S.I.Salikeev, A.A. Isaev. Advantages and disadvantages of main types of oil free vacuum pumps of medium vacuum are considered. Development work concerning oil free pumps, i.e. Roots pumps, scroll and screw pumps, at joint stock company VACUUMMASH is of great interest in Russia. Characteristics of developed oil free pumps and prospects of products nomenclature extension are presented.

К современным системам создания вакуума с каждым днем предъявляются все более жесткие требования по чистоте получаемой среды. В некоторых технологических процессах требуется абсолютное отсутствие следов углеводородов присутствующих во многих типах вакуумных насосов. Поэтому все чаще применение находят системы безмасляной «сухой» откачки. Если в условиях высокого и сверхвысокого вакуума готовые надежные решения уже

давно имеются – турбомолекулярные и геттерные вакуумные насосы, то в области низкого и среднего вакуума однозначного лидера нет.

Среди основных претендентов на роль лидера -двухроторные (насосы типа Рутс), спиральные, винтовые, кулачково-зубчатые, мембранные вакуумные насосы. Каждому из этих типов насосов присущи свои достоинства и недостатки, особенности конструкции, определяющие их область применения.

Мембранные насосы [1] имеют малую быстроту действия, до 20 м³/ч, низкий вакуум, до 10³ Па в многоступенчатом исполнении и небольшой ресурс, связанный с износом упругого элемента – резиновой мембраны. Эти недостатки мембранных насосов во многом существенно ограничивают их применение. Поэтому мембранные насосы нельзя считать безмасляной альтернативой вакуумным насосам с масляным уплотнением. Данный тип насоса представлен отечественными фирмами, производящими их на достаточно хорошем, конкурентном иностранном производителям, уровне.

Кулачково-зубчатые насосы [1] – обеспечивают малую степень повышения давления на одной ступени, до 25, поскольку имеют бесконтактное зацепление, поэтому целесообразны системы, состоящие из 3-5 ступеней, либо комбинации нескольких ступеней со ступенью типа Рутс, агрегатированные на единых валах в одном корпусе. Такие конструкции очень сложны и дороги в изготовлении, что в некоторой степени подтверждает отказ фирмы LeyboldGmbH от производства многоступенчатых конструкций этого типа и переход на создание низковакуумных одноступенчатых кулачково-зубчатых насосов, серия Clawvac. Также в связи с особенностями роторного механизма удельная быстрота действия данного типа насосов почти в два раза ниже чем у конкурирующего типа насосов Рутс при соизмеримых массогабаритных показателях.

Спиральные вакуумные насосы находят очень широкое применение в различных технологических процессах с применением вакуума. Максимальная быстрота действия, как правило, не превышает 60 м³/час, предельное остаточное давление – до 1 Па. Особенностью этого типа насосов является очень высокие требования к чистоте откачиваемой среды, поскольку в насосе зазор между роторами составляет ~80-140 мкм, при длине профильной сопрягаемой части роторов до 2 м. Данный вид насосов часто используется в качестве форвакуумных в связке с высоковакуумными турбомолекулярными насосами. Этот тип насосов также отличает чрезвычайная сложность изготовления и достаточно высокая удельная цена единицы производительности насоса, связанная с очень высокой точностью изготовления спиральных элементов.

Насосы типа Рутс единственный тип насосов достаточно широко и продолжительное время серийно производимый на территории России. Особенностью данных насосов является бесконтактное вращение роторов с частотой от 3000 об/мин и более. Благодаря этому они обладают очень хорошими удельными характеристиками по скорости действия, однако это, а также отсутствие внутреннего сжатия в насосе, является причиной малой степени повышения давления в насосе (до 50 при работе с форвакуумным насосом и до 1,5 – 2 с выхлопом в атмосферу). Причем в качестве форвакуумного у нас в стране, как правило, использовались насосы с масляным уплотнением, что сводило на нет безмасляность насосов типа Рутс, поскольку появлялся поток паров масла из ФВН. Однако замена ФВН в агрегатах типа Рутс на безмасляные насосы, например, спиральные или винтовые, позволит создать совершенное средство получения среднего вакуума, сочетающее в себе высокую степень повышения давления и прекрасные удельные характеристики по скорости действия с небольшим энергопотреблением.

Также существуют конструкции насосов типа Рутс в многоступенчатом исполнении, до 5 ступеней. Отсутствие внутреннего сжатия в роторном механизме вновь делает такие агрегаты энергетически не очень эффективными. К отмеченным выше недостаткам можно добавить чрезвычайную сложность агрегатирования большого количества ступеней типа Рутс на одних валах, что ведет к высокой стоимости таких агрегатов.

Винтовые вакуумные насосы - лидер среди всех видов безмасляной низко- и средне-вакуумной откачки. Этот тип насосов объединяет в себе все преимущества, присущие в отдельности остальным типам безмасляных насосов: высокая удельная быстрота действия на единицу массы, низкое предельное остаточное давление (до 0,5 Па) благодаря полному

внутреннему сжатию, отсутствие ограничений по скорости действия. Винтовая машина - основной конкурент системам откачки с масляным уплотнением: пластинчато-роторным и золотниковым насосам. Особенности конструкции роторного механизма делает этот тип насосов невосприимчивым к загрязнениям и позволяет его использовать в очень «грязных» промышленных технологических процессах, например, в вакуумной металлургии. Однако сложность изготовления профильной части винтовых роторов делает эти насосы пока достаточно дорогими.

Представленные выше соображения позволяют сделать вывод о целесообразности продолжения разработки и внедрения в качестве безмасляных средств получения вакуума насосов типа Рутс, спиральных и винтовых насосов. На АО «Вакууммаш», г. Казань при участии кафедры Вакуумная техника электрофизических установок КНИТУ (КХТИ) в рамках выполнения постановления Правительства Российской Федерации № 218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства» освоено производство типоразмерного ряда спиральных вакуумных насосов НВСП-4, НВСП-12, НВСП-35 (рис. 1) [2].

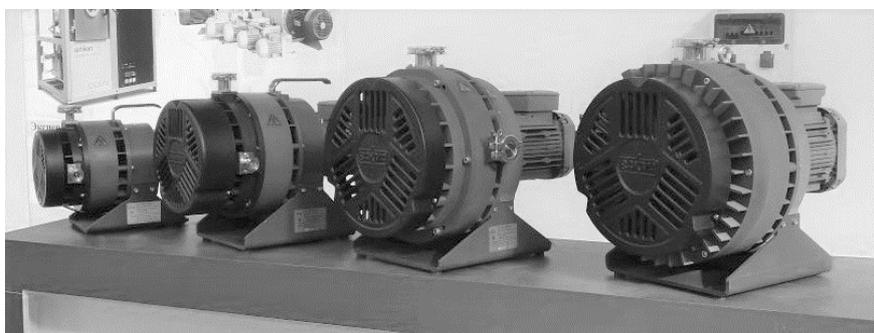


Рис. 1. Типоразмерный ряд спиральных вакуумных насосов производства АО «Вакууммаш».

В дополнение имеющейся линейки насосов типа НВСП разработан и запущен в производство спиральный вакуумный насос с скоростью действия 60 м³/час НВСП-60. Данный насос обладает самой большой скоростью действия среди серийно выпускаемых спиральных вакуумных насосов. Основные технические характеристики спиральных вакуумных насосов производства АО «Вакууммаш» представлены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики спиральных насосов.

Параметры	Значение для насосов			
	НВСП-4	НВСП-12	НВСП-35	НВСП-60
Геометрическая скорость действия на входе в насос, м ³ /ч (л/с)	5 (1,5)	15 (4,2)	43 (12,0)	65 (18,0)
Номинальная скорость действия на входе в насос, м ³ /ч (л/с)	4,3 (1,2)	12,5 (3,5)	37 (10,2)	60 (16,7)
Предельное остаточное давление, не более, Па (мм рт. ст.)	3 (0,023)	1 (0,0075)	1 (0,0075)	1 (0,0075)
Мощность электродвигателя, не более, кВт	0,97	0,37	1,1	1,5
Уровень шума при закрытом газобалластном устройстве, не более, кВт	57	62	63	65
Входной патрубок	NW25	NW25	NW40	NW40
Выходной патрубок	NW16	NW16	NW25	NW40
Синхронная частота вращения	1500			
Наличие газобалластного устройства	да			

Таким образом, все потребности отечественных потребителей в этом типе безмасляных насосов удовлетворены. Запуск в производство спиральных вакуумных насосов, характеризует очень высокий уровень культуры производства на АО «Вакууммаш», ведь не даром говорят, что наличие производства спиральных машин является косвенным показателем степени развития научно-технического потенциала страны.

АО «Вакууммаш» также выпускает безмасляные насосы типа Рутс, а именно НВД-200 и НВД-600 с быстротой действия 200 и 600 м³/час соответственно [3]. Такой номенклатуры явно недостаточно для промышленности. Поэтому на сегодняшний день планируется дополнение этого типоразмерного ряда насосами с быстротой действия 1000, 2000 (рис. 2, 3) и в перспективе 5000 м³/час. Разработаны компоновки этих насосов с учетом самых современных мировых тенденций в области вакуумного насосостроения с характеристиками на уровне лучших аналогов. Разработаны рабочие чертежи основных деталей и узлов насосов. Основные характеристики насосов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Характеристики двухроторных насосов.

Наименование параметра	НВД-1000	НВД-2000
Геометрическая быстрота действия, м ³ /ч (л/с)	1000/277,8	2000 / 555,6
Эффективная быстрота действия с форвакуумным насосом, м ³ /ч (л/с): SOGEVAC SV 300 В 2НВР-250Д НВВ-630	800 / 222,2 820 / 227,8	- - 1800/500
Предельное остаточное давление, Па (мм рт.ст.)	1,3·10 ⁻¹ (1·10 ⁻³)	
Входное соединение	100 ISO-K	250 ISO-K
Выходное соединение	100 ISO-K	100 ISO-K
Частота вращения, об/мин	2900	3000
Рекомендованный форвакуумный насос	2НВР-250Д	НВВ-630
Потребляемая мощность, кВт	4	15
Допустимая температура окружающей среды, °С	от +5 до +40	
Объем рабочей жидкости, л	3	0,8
Охлаждение	Воздушное	Водяное
Масса, кг	220	450

Отличительной особенностью разработанных насосов является отсутствие перепускного клапана, который имеется на насосах НВД-200 и НВД-600 и служит для предотвращения перегрузки привода насоса при работе на повышенных давлениях на входе. Задачу предотвращения перегрузки насосов новой серии решает частотно-управляемый привод на базе асинхронного электродвигателя. При повышении нагрузки на насос при работе на повышенных входных давлениях датчик тока, встроенный в частотный преобразователь, дает команду на уменьшение частоты вращения роторов, что снижает газовую нагрузку на привод и насос в целом. Также в насосах модернизирована система лабиринтных уплотнений между рабочей полостью насоса и масляным картером, снижены потери на трение в опорах качения роторов, и модернизирована система регулирования осевого зазора при сборке.

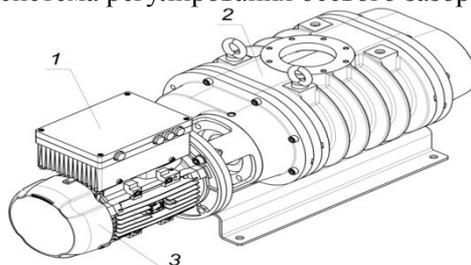


Рис. 2. Насос вакуумный двухроторный НВД-1000:

1 – частотный преобразователь; 2 – роторный механизм; 3 – асинхронный электродвигатель.

Наличие зазоров в роторном механизме исключает трение и необходимость подачи смазки в промежуточную часть насоса. Синхронность вращения роторов обеспечивается двумя шестернями. Материал корпуса насоса серый чугун, роторов – конструкционная сталь.

Насос НВД-2000 (рис. 3) состоит из собственно насоса и соединенного с ним электродвигателя. Два одинаковых ротора вращаются навстречу друг другу с фиксированным зазором благодаря синхронизирующей передаче и форме профиля ротора.

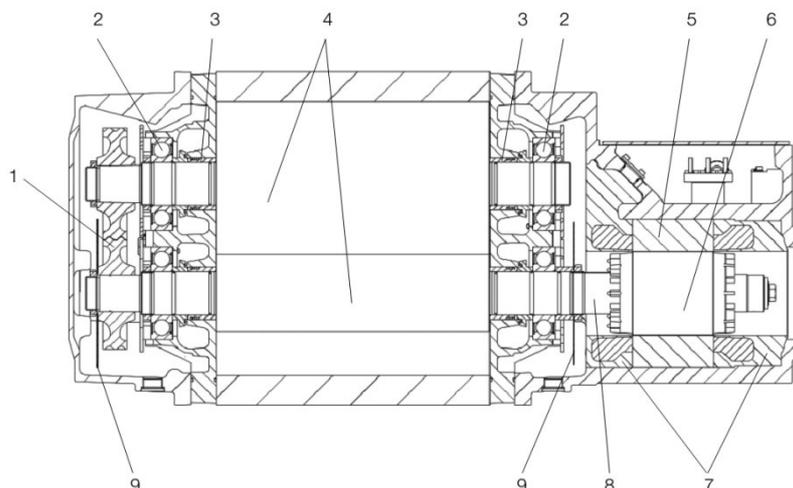


Рис. 3. Роторный механизм насоса вакуумного двухроторного НВД-2000:

*1– синхронизирующие шестерни; 2– подшипники качения; 3– лабиринтное уплотнением;
4– пара роторов; 5– статор электродвигателя; 6– ротор электродвигателя; 7– эпоксидная
изоляция; 8– вал ведущего ротора; 9– разбрызгиватель масла.*

После внедрения в производство насосов НВД-1000 и НВД-2000 планируется модернизация серийно выпускаемых насосов НВД-200 и НВД-600.

В связи с потребностью отечественной промышленности в рамках работ по импортозамещению на АО «Вакууммаш» начата разработка самого перспективного и одновременно сложного типа вакуумных «сухих» насосов – винтовых, в частности речь идет о насосе с быстротой действия $630 \text{ м}^3/\text{час}$. Проведены исследовательские и расчетные работы для разработки современного конкурентного безмасляного средства создания вакуума. Разработана компоновка и основные рабочие чертежи винтового насоса серии НВВ (насос вакуумный винтовой). Данный насос планируется использовать как самостоятельное средство откачки в качестве форвакуумного насоса для насосов НВД-1000 и НВД-2000 что позволит полностью избавиться от обратного потока паров масла из агрегатов с насосами типа Рутс.

Литература

1. Хаблянян М.Х. Вакуумная техника. Оборудование, проектирование, технологии, эксплуатация. Ч.2. Вакуумные насосы: учеб. пособие / М.Х. Хаблянян, Г.Л. Саксаганский, А.В. Бурмистров. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2016. - 300 с.
2. 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.
3. Бурмистров, А. В. Расширение диапазона рабочих давлений насоса типа Рутс/ А.В.Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Тюрин // Материалы XXV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» с участием зарубежных специалистов под редакцией С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. - 2018. – С. 97-100.

Низкотемпературный синтез вертикально ориентированного графена, легированного азотом или кремнием, произведенного с помощью ICP CVD технологии

П.А. Розель, В.Я. Ширипов, Е.А. Хохлов
Минск, ООО ИЗОВАК Технологии, 220040, ул. М. Богдановича, 155-907, Беларусь
E-mail: rozel@izovac.com

Мы представляем новый метод, который сочетает в себе систему ICP с технологией Roll-to-Roll, что позволяет получать вертикально ориентированный графен с использованием пропана в качестве газа-прекурсора и азота или кремния в качестве легирующих примесей. Эта технология позволяет получать вертикально ориентированный графен с различной морфологией и составом на подложке. Наноструктуры были исследованы методами микроскопии FE-SEM, спектроскопии комбинационного рассеяния света и методами энергодисперсионного рентгеновского рассеяния.

Properties of Nitrogen/Silicon Doped Vertically Oriented Graphene Produced by ICP CVD Roll-to-Roll Technology. P.A. Rozel, V.Ya. Shiripov, A.E. Khokhlov. We introduce a new method that combines the ICP CVD with roll-to-roll technology to enable the in situ preparation of vertically oriented graphene by using propane as a precursor gas and nitrogen or silicon as dopants. This new technology enables preparation of vertically oriented graphene with distinct morphology and composition on a substrate. Nanostructures were examined by FE-SEM microscopy, Raman spectroscopy and energy dispersive X-Ray scattering techniques.

Введение. Углеродные наноструктуры являются перспективным материалом для использования во многих областях применения, таких как: накопители электрической энергии – аккумуляторы и конденсаторы, резервуары для хранения водорода при использовании в транспорте. Важность работы над получением 2D углеродных наноструктур заключается в растущем спросе и использовании электроэнергии в автономных устройствах. Среди методов получения ICP метод позволяет формировать структуры при более низких температурах – от 350°C без использования катализаторов, в то время как при использовании CVD метода необходима температура свыше 900°C и использование катализаторов для ориентации роста углеродных наноструктур. Использование CVD метода накладывает определенные ограничения по использованию материалов подложки из-за высокой температуры процесса. Использование ICP метода позволяет изменять свойства и морфологию наноструктур путем добавления в процессе допирующих газов. Вертикальные углеродные наноструктуры представляют особый интерес для применения в суперконденсаторах и литий-ионных аккумуляторах. Для суперконденсатора необходима максимальная площадь поверхности и высокие электрические характеристики электрода, которых позволяют добиться углеродные вертикальные наноструктуры. Недостатком существующей технологии суперконденсаторов на основе углерода является высокое сопротивление за счет использования полимеров для связывания углеродного порошка с подложкой, этого недостатка исключены электроды на основе вертикальных углеродных наноструктур. ICP метод формирования структуры позволяет точно контролировать морфологию структуры и изменять ее в необходимую сторону. Совместное использование R2R технологии и ICP метода формирования структуры позволяет формировать углеродные наноструктуры на больших поверхностях с высокой однородностью структуры по всей площади фольги, при этом на структуру не влияют дефекты на поверхности фольги. Данный метод формирования структуры является очень гибким с широкой возможностью вариации рабочих газов и смесей для изменения морфологии и свойств структуры. Использование азота позволило изменить морфологию структуры сделав ее более плотной и с увеличенной площадью поверхности, что очень важно для емкости конденсаторов.

Материалы. Пропан (C₃H₈, 99,6%) производства Linde gas, аргон (Ar, 99,996%), азот (N₂, 99,9%) и моносилан (SiH₄, 99,9%) Eurogroup (Беларусь), медная фольга (99,8%, толщина

35 мкм, HTE-Cu для применения в литий-ионных батареях) была приобретена у Ostec GmbH (Германия).

Методы. Для нанесения использовалась система индукционно связанной плазмы химического осаждения из газовой фазы (ICP CVD), состоящая из вакуумной камеры с источником индукционного разряда с диаметром 220 мм в сочетании с согласующим блоком (МВ), производства компании Izovac Technologies Ltd. (Беларусь). Данная система была использована для получения вертикально ориентированных графеновых наноструктур на подложке из медной фольги. Данная система показана на рис. 1.

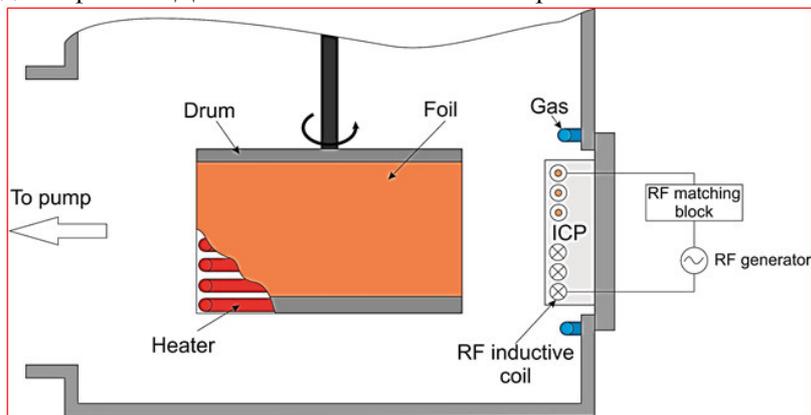


Рис. 1. Схематическая иллюстрация системы химического осаждения из газовой фазы (ICP CVD) с индуктивно связанной плазмой, которая использовалась для выращивания наноструктур VOG на движущейся подложке из медной фольги.

Эта технология ICP CVD была объединена с рулонной технологией (RtR), что позволяет реализовать масштабное производство высококачественных электродов на основе углеродных наноструктур (рис. 1). Технологические устройства, которые размещаются между валками, формируют наноструктуры VOG на поверхности фольги во время ее перематывания. По запросу эти технологические устройства могут быть размещены на внутренней и внешней сторонах фольги для одновременного формирования структур с обеих сторон. Подложка из медной фольги была нагрета до 450°C, и эта температура поддерживалась во время процесса. Контроль температуры медной фольги производился с помощью термопары К-типа, прикрепленной к поверхности образца. Слои наноструктур VOG выращивали в рабочей атмосфере, состоящей из газовых смесей {C₃H₈ + Ar}, {C₃H₈ + Ar + N₂} или {C₃H₈ + Ar + SiH₄}, изменяя отношение давления пропан/аргон как 1/10, 2/5 и 4/5. Различные слои VOG контролировались с помощью технологических параметров, таких как: время осаждения (мин), и температура (°C), более подробная информация в таблице 1.

Таблица 1. Технологические параметры метода ICP CVD.

Образец	Время формирования, мин	Нагрев T (°C)	Давление (+Ar), Па	C ₃ H ₈ , см ³ /мин	N ₂ , Па	SiH ₄ , см ³ /мин
3	10	450	1	200		
N1	10	450	1	200	0.5	
N2	10	450	1.5	200	1	
S1	10	450	1.5	200		50
S2	10	450	1.5	200		100

Время осаждения для образцов составило 10 мин, общее давление 1 Па для нелегированного VOG; 1,0 и 1,5 Па для двух типов легированного азотом VOG и 1,5 Па для легированного кремнием VOG. Температура образцов составила 450 °C.

Синтезированные подложки VOG были охарактеризованы несколькими методами: полевая эмиссионная сканирующая электронная микроскопия (FE-SEM), энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (EDX) и конфокальная комбинационная микроскопия. Морфологию подготовленных материалов VOG анализировали с помощью FE-SEM с

использованием MIRA III (Tescan Brno, Чешская Республика) при энергии первичных электронов 30 кэВ. Объемный элементный состав покрытий VOG был получен с использованием микроскопа SEM S-4800, оснащенного спектрометром EDX при энергии первичных электронов 20 кэВ (Hitachi, Япония).

Спектры комбинационного рассеяния регистрировали с использованием 3D-инвертированного конфокального рамановского микроскопа Confotec NR500 от SOL Instruments Ltd.

Каждый образец был проанализирован путем расчета размера нанографита (L_a , Å) с использованием следующего уравнения [1]:

$$L_a = \frac{(2,4 \cdot 10^{-10}) \lambda_{laser}^4}{IntD/IntG}$$

λ_{laser} – длина волны лазерного возбуждения (473 нм), а $IntD/IntG$ – отношение интенсивностей (высот пиков) полос D и G (обозначено как «R»).

Результаты. Объединенный метод технологии ICP CVD-RtR позволяет формировать однородное вертикально ориентированное графеновое (VOG) покрытие, состоящее из углеродных наноструктур, являющихся непрерывными по поверхностным ступеням и граничным зернам медной фольги с полным охватом площади в сантиметровом масштабе (рис. 2А и Б). FE-SEM доказывает образование однородного 2D покрытия на микромасштабе (рис. 2С и D) независимо от поверхностных дефектов медной фольги, вызванных в процессе промышленного производства фольги (рис.2С). Углеродное покрытие состоит из отдельных двумерных наночешуек VOG с толщиной поверхностных слоев $\sim 14 \pm 3$ нм.

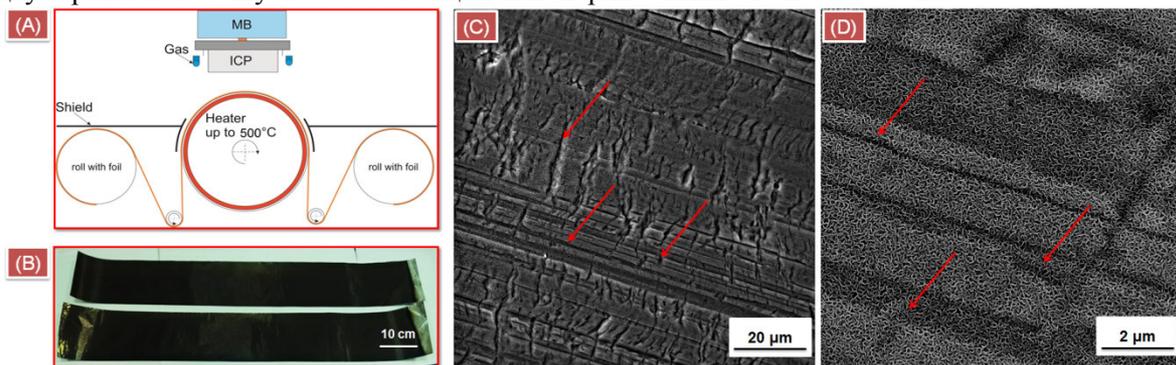


Рис. 2. (а) Схематическое изображение технологии ICP CVD; (б) оптические фазово-контрастные изображения медной фольги с VOG-покрытием; (с) и (d) изображения FE-SEM VOG. Красными стрелками показаны поверхностные дефекты медной фольги, возникшие после промышленного изготовления.

VOG можно рассматривать как сети графеновых наноструктур, вертикально ориентированных на поверхности подложки. Поскольку графен (то есть графит атомного слоя) имеет ван-дер-ваальсовский диаметр углерода около 0,345 нм [2], можно предположить, что синтезированный VOG состоит из около 41 слоя.

Мы применили метод FE-SEM, чтобы охарактеризовать изменения морфологии VOG в газовой смеси $\{C_3H_8 + Ar + N_2\}$ и $\{C_3H_8 + Ar + SiH_4\}$ путем изменения парциального давления пропан/аргон/азот и пропан/аргон/моносилан (рис. 3А-Д и рис. 4). Подобно нелегированному покрытию VOG (рис. 2D), покрытие VOG, легированное азотом или кремнием, также состоит из углеродных наноструктур, являющихся непрерывными по поверхностным ступеням, и граничных зерен медной фольги с полным покрытием площади в сантиметровой шкале (рис. 4 А-В и 4 Е-Ф). Тем не менее, наличие азота значительно изменило морфологию VOG, которая приобрела плотно упакованную форму толстых столбов со средним диаметром ~ 50 нм (~ 145 графеновых слоев) после подготовки в атмосфере при более низком парциальном давлении N_2 (образец N1) (рис. 4 С-Д) и ~ 90 нм (~ 261 графеновых слоев) при более высоком N_2 парциальное давление (образец N2) (рис. 3А-В).

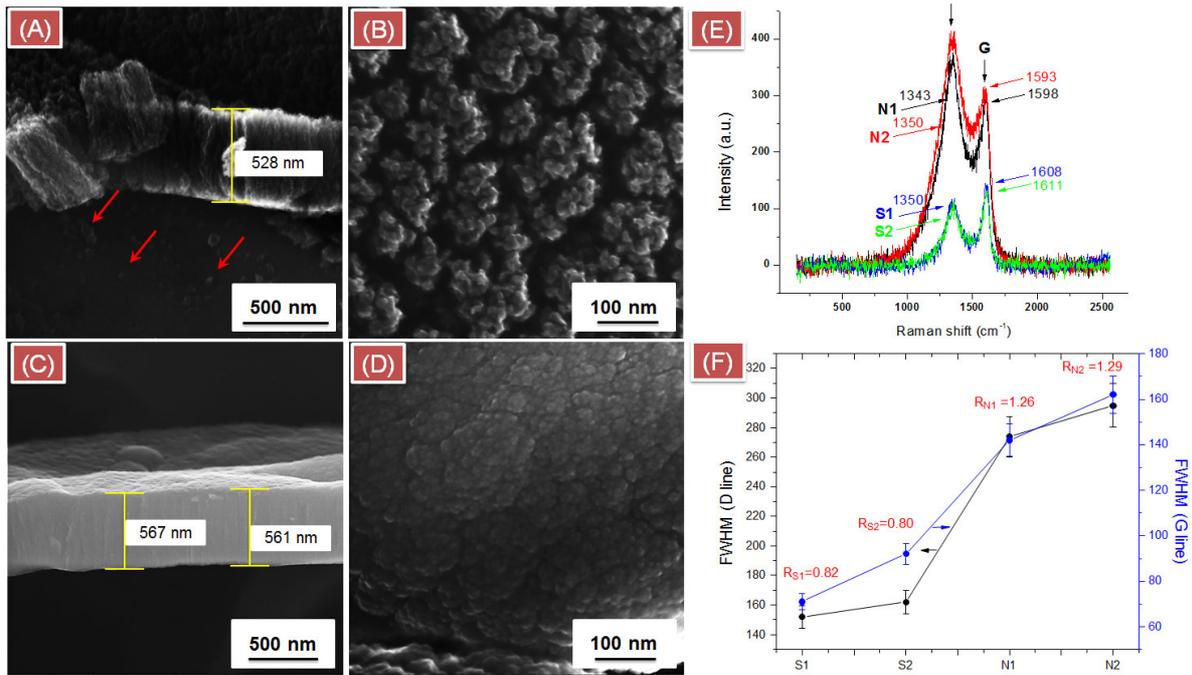


Рис. 3. (A) - (B) Изображения FE-SEM вид со стороны и сверху VOG, легированного азотом (образец N2) и (C) - (D) легированного кремнием VOG (образец S2), (E) усредненные спектры комбинационного рассеяния VOG, легированных азотом (образцы N1 и N2) и VOG, легированных кремнием (образцы S1 и S2); (F) - значения полной ширины на половине максимума (FWHM) для полос D и G, рассчитанные по усредненным спектрам комбинационного рассеяния. 'R' (красным цветом) представляет рассчитанное соотношение $IntD / IntG$ (высота пика).

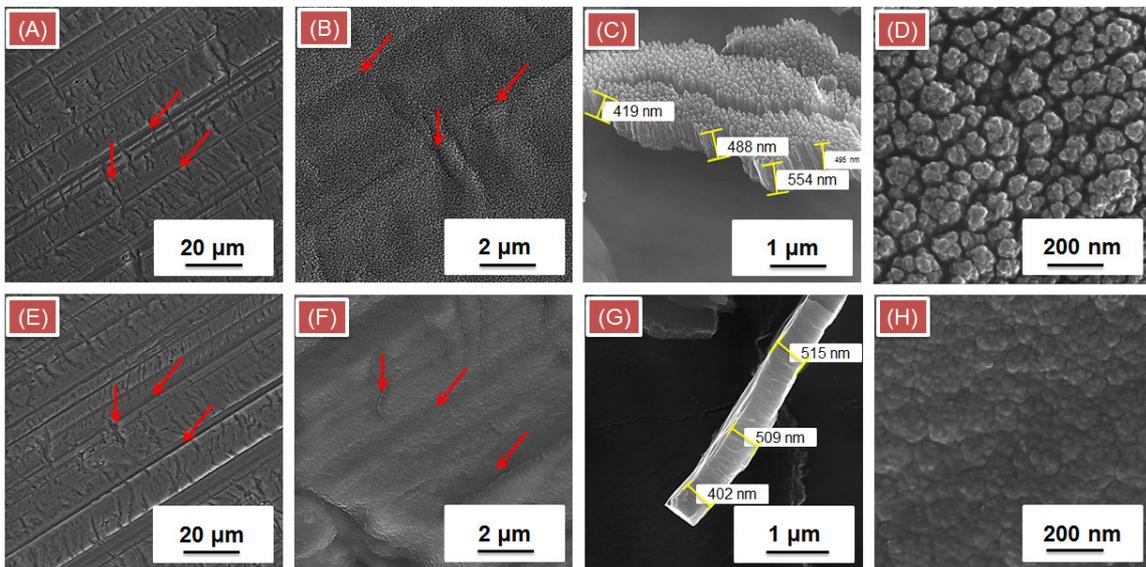


Рис. 4. (A) - (D) репрезентативные изображения FE-SEM для легированного азотом покрытия VOG, полученного с использованием технологии ICP CVD и RtR при парциальном давлении N2 0,5 Па в газовой смеси {C3H8 + Ar + N2} (образец N1). (E) - (H) репрезентативные изображения FE-SEM VOG, легированного кремнием, при парциальном давлении SiH4 в газовой смеси {C3H8 + Ar + SiH4} (образец S1).

Расчетная средняя высота легированного азотом покрытия VOG составляет ~ 489 нм (образец N1, рис. 4С) и ~ 528 нм (образец N2, рис. 3А). На изображениях FE-SEM покрытия этого типа наблюдается повышенная плотность упаковки наноразмерных частиц VOG и

вертикальная ориентация столбчатых графитовых столбов могут указывать на то, что электрическое поле, которое направляет рост наноструктур, может быть локализовано над подложкой во время процесса роста [3, 4]. В этих условиях в атмосфере при более низком давлении N_2 , столбы VOG были собраны в наноструктуры, состоящие из агломерированных колонн (рис. 4D). При более высоком давлении N_2 эти колонны VOG сливаются и образуют колонны с увеличенной толщиной (рис. 3B), тем самым увеличивая площадь поверхности упаковки. FE-SEM выявил наличие избыточного количества центров зародышеобразования в этом покрытии VOG, как показано красными стрелками (рис. 3A)

В отличие от азота, присутствие моносилана не вызывает образование столбчатых графитовых колонн, а представляет собой гладкое плотное вертикально ориентированное непрерывное углеродное покрытие (рис. 4G-H и рис. 3C-D). FE-SEM показывает, что поверхность легированного кремнием покрытия VOG состоит из неоднородных плотно упакованных зерен со средним диаметром ~ 32 нм (~ 93 графеновых слоя) (образец S1, рис. 4H), которые увеличиваются вдвое при более высоком парциальном давлении моносилана, т.е. ~ 67 нм (~ 194 графеновых слоя) (образец S2, рис. 3D). Общая высота этого типа покрытия составляет ~ 497 нм (образец S1) и ~ 564 нм (образец S2), что сопоставимо с легированным азотом VOG.

EDX-анализ образца S2 выявил присутствие C (~ 63 ат.%), O (~ 19 ат.%) И Si (~ 18 ат.%). Наличие кислорода может указывать на мягкую и пористую структуру гидрофобных VOG [5,6]. Присутствие SiC является вероятным, поскольку его можно получить из смеси, состоящей из SiH_4 и CH_4 , при относительно низкой температуре (например, $<450^\circ C$), а также путем разложения из смеси CH_4 и Ag. Мы предполагаем, что в легированном кремнием VOG частицы диоксида кремния отсутствуют, потому что моносилан был разбавлен в Ag, чтобы предотвратить образование радикалов моносилана в плазме в реакционной камере.

Выводы. Новый метод разработан для массового производства наноструктур VOG на движущейся подложке при низкой температуре ($<500^\circ C$). Этот метод основан на технологии ICP CVD, которая в сочетании с рулонной технологией (RtR) позволяет контролируемо формировать и легировать наноструктуры VOG азотом или кремнием, которые приобретают различную морфологию и структуру. Эта технология позволяет формировать однородное двумерное покрытие, состоящее из наноструктур VOG, независимо от поверхностных дефектов подложки, вызванных в процессе промышленного производства. Впервые контролируемое масштабное производство такого покрытия VOG может быть получено с использованием пропана в качестве исходного источника углерода.

Набор технологических параметров, таких как время осаждения, парциальное давление пропана (также азота или кремния), температура нагрева, позволяют контролировать толщину стенки VOG, высоту покрытия и его буферного слоя, а также морфологию от тонкого слоя (несколько нм) изогнутые наноструктуры до более толстых (десятки и сотни нм) столбчатых наностолбов различной плотности упаковки..

Легированные азотом VOG являются гидрофобными с мягкой и пористой структурой. Наноструктуры VOG развивают намного более плотную топологию поверхности упаковки без прерывания непрерывного углеродного покрытия, когда легированы кремнием. Легированные кремнием VOG покрытия, приобретают более гладкую поверхность и состоят из более мелких зерен, которые значительно уменьшают их размер при более высокой концентрации легированного кремния.

Мы полагаем, что легированное азотом покрытие VOG может найти свое применение в катализе, в то время как легированные кремнием наноструктуры VOG могут использоваться для литий-ионных аккумуляторов и суперконденсаторов, обеспечивая лучшую удельную емкость. Предложенный метод может быть успешно распространен на массовое производство VOG, легированного другими материалами, за одну стадию при более низкой температуре, тем самым значительно улучшая свойства VOG.

Литература

1. Cançado, L.; Takai, K.; Enoki, T.; Endo, M.; Kim, Y.A.; Mizusaki, H.; Jorio, A.; Coelho, L.N.; Magalhães-Paniago, R.; Pimenta, M.A. Appl. Phys. Lett. 2006, 88, 163106, DOI: 10.1063/1.2196057.
2. Novoselov, K.S.; Geim, A.K.; Morozov, S.V.; Jiang, D.; Zhang, Y.; Dubonos, S.V.; Grigorieva, I.V.; Firsov, A.A. Electric field effect in atomically thin carbon films. Science 2004, 306, 666–669, DOI: 10.1126/science.1102896.
3. Woehrl, N.; Ochedowski, O.; Gottlieb, S.; Shibasaki, K.; Schulz, S. Plasma-enhanced chemical vapor deposition of graphene on copper substrates. AIP Advances 2014, 4, 047128, DOI: 10.1063/1.4873157.
4. Lee, H.-C. Review of inductively coupled plasmas: nano-applications and bistable hysteresis physics. Appl. Phys. Rev. 2018, 5, 011108, DOI: 10.1063/1.5012001.
5. Muhl, S.; Méndez, J.M.A Review of the preparation of carbon nitride film. Diamond Relat. Mater. 1999, 8, 1809-1830.
6. Chakradhar, A.; Sivapragasam, N.; Nayakasinghe, M.T.; Burghaus, U. Support effects in the adsorption of water on CVD graphene: an ultra-high vacuum adsorption study. Chem. Commun. 2015, 51, 11463-11466, DOI: 10.1039/C5CC03827H.

Современные инженеринговые инструменты разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования

Я.О. Желонкин, А.А. Бикташев, С.И. Саликеев, И.А. Сунгатуллин, О.В. Желонкин
Казань, ООО «ФЕРРИ ВАТТ», ул. А. Кутуя, д. 159, zhelonkin.ya@gmail.com

Представлены используемые в компании средства и методы разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования. Приведено описание используемых проектных инструментов и полученных результатов на примерах разработки вакуумного плавильного, высокочастотного (ВЧ) плазменного и вакуумного испытательного оборудования.

Modern engineering tools for the development of new samples of vacuum process equipment. Ya. Zhelonkin, A. Biktashev, S. Salikeev, I. Sungatullin, O. Zhelonkin. The tools and methods used in the company to develop new samples of vacuum process equipment are presented. A description of the design tools being used and the obtained results are given as the examples of the development of a vacuum melting, radio-frequency (RF) plasma and vacuum test equipment.

Введение

Развитие новых технологий требует новых современных подходов при разработке, изготовлении и вводе в эксплуатацию нестандартных образцов вакуумного технологического оборудования в короткие сроки. Современными инструментами для динамичного решения новых проектных задач выступают компьютерные средства разработки, такие как программные пакеты для САД проектирования и CAE моделирования, так и экспериментальная апробация новых конструктивных и технологических решений, закладываемых при создании нового оборудования. Компания ООО «Ферри Ватт», в стремлении осваивать рынки нового оборудования и технологий, активно внедряет на всех стадиях разработки новых изделий использование программных пакетов для 3D проектирования, моделирования физических процессов, прототипирование и макетирование и экспериментальные исследования, некоторые из которых представлены в настоящей статье с описанием целевых проектов применения и полученных результатов.

Описание проектов и задач

Ключевым проектом реализованным в 2018 г. компанией является разработка и изготовление Вакуумной плавильной печи ВАТТ-1300ВИП-С. Установка предназначена для получения в вакууме инновационных алюминиевых и магниевых сплавов в индукционной печи и последующим разливом в муфельной печи, с возможностью добавления в расплав наномодификаторов и ультразвуковой обработки расплава как в процессе плавки при легировании, так и перед застыванием при разливе в формы [1]. Помимо конструкторских решений в разработке узлов оборудования, на проектных этапах успешно решены новые для компании задачи, такие как расчет и выбор средств вакуумной откачки системы с потоком испарения паров металла, в том числе летучих элементов легирующих добавок (Zn, Mg и др.), прочностные расчеты теплонагруженной многослойной конструкции вакуумной камеры, разработка технологии подготовки ввода наномодификаторов в вакуум с равномерным размешиванием в расплаве. Проект успешно реализован и внедрен в опытную эксплуатацию на предприятие Заказчика.

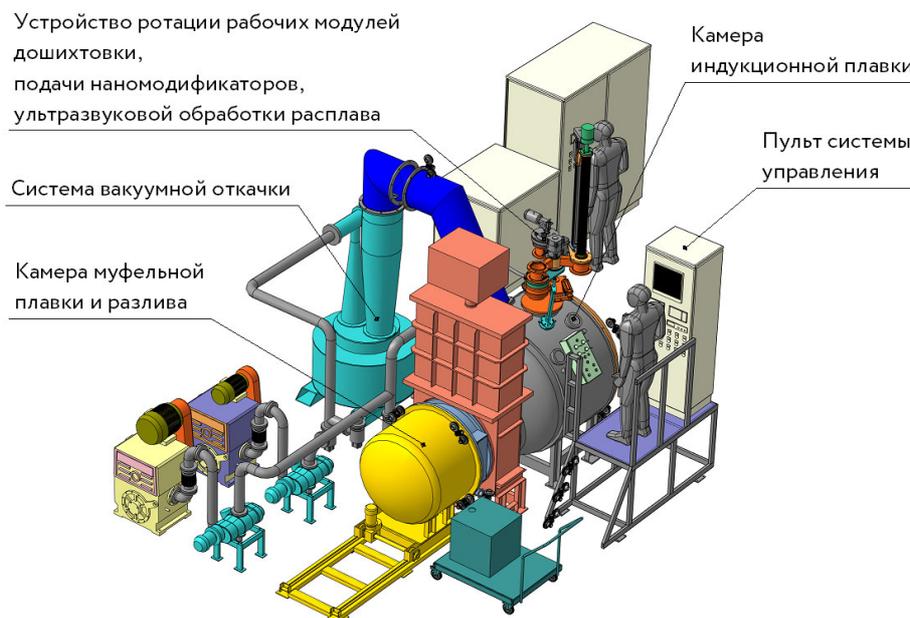


Рис. 1. Вакуумная индукционная плавильная печь ВАТТ-1300ВИП-С.

Проект исследования обработки материалов в ИСР источниках пониженного давления. При реализации проекта ставились задачи сходимости результатов моделирования газодинамических потоков ламинарного режима течения в вакуумной камере с экспериментом и отработка методик измерения параметров индукционной высокочастотной плазмы, а именно концентрации и энергии электронов, измеренных и рассчитанных с использованием радиационно-столкновительной модели оптического эмиссионного спектрального анализа. Исследования проводились совместно с ФГБОУ ВО «КНИТУ» и ООО «ПИ ВИ ЭС». Схемы экспериментальных ИСР источников представлены на рисунках 2а и 2б, соответственно. Цилиндрический ИСР источник представляет собой кварцевую водоохлаждаемую трубку внутренним диаметром 27 мм и длиной 250 мм с индуктором, внутренний диаметр и высота которого 60 мм, 2,5 витка. Плоская ИСР схема выполнена с использованием колбы из силикатного стекла внутренним диаметром 150 мм с размещенным снаружи со стороны дна плоской катушки внешним диаметром 80 мм, 2,5 витка. Электропитание ВЧ плазматронов осуществляется от ВЧ генератора мощностью до 3 кВт, частотой 13,56 МГц. Экспериментальные исследования проведены на базе установок УВН-71 и RFPTPM600, средства откачки – вакуумный агрегат АВР-150, состоящий из форвакуумного насоса АВЗ-20Д и бустерного ДВН-150, вакуумметрия – датчик мембранный емкостной MKS 627В, подача рабочего газа, аргона, осуществляется через регулятор массового расхода PPG-10-360. Диапазон рабочих давлений в эксперименте 1-20 Па.

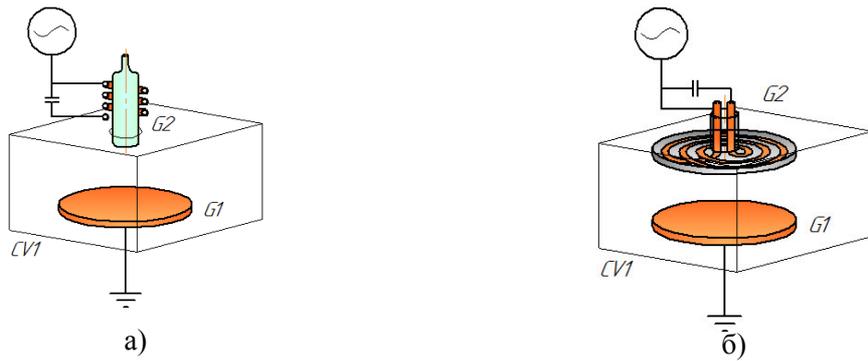


Рис. 2. Схемы цилиндрического ICP источника (а) и плоского ICP источника (б).
CV1 – вакуумная камера, G1 – земляной электрод/держатель образцов, G2 – ICP источник.

Проект Системы теплозащиты термобарокамеры (рис. 3) для проведения вакуумных тепловых испытаний перспективных авиационных комплексов предполагает модернизацию установки на базе установки КТВВ-8000 с дополнительными алюминиевыми отсеками суммарного объема 25 м³. При реализации проекта решалась задача теплового нестационарного расчета толщин теплоизоляции для обеспечения установленного цикла нагрева испытуемого изделия в остаточных парах газовой среды до 700 °С.

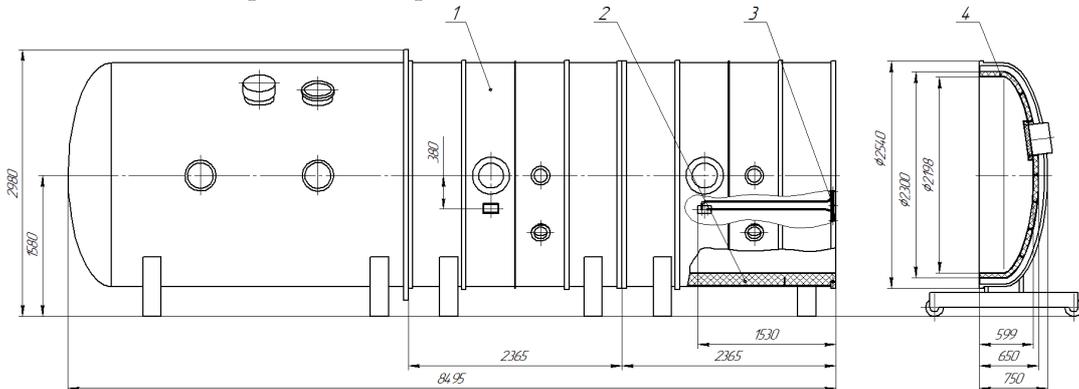


Рис. 3. Система теплоизоляции ТБК.

1 - стенд проведения тепловых испытаний, 2 – теплоизоляция дополнительных отсеков камеры, 3 - устройство охлаждения фланца, 4 – теплоизоляция крышки камеры.

Инструменты и методики решения проектных задач

Для решения проектных задач, представленных в настоящей работе, используются компьютерные средства автоматического проектирования (САПР) различного уровня и назначения. При проектировании конструкций деталей и узлов применяется отечественный САД пакет Компас 3D. Для эскизной проработки конструкторских решений оборудования проводятся проектные расчеты, позволяющие первично определять формы и характеристики деталей и узлов. Проектные расчеты, как правило, проводятся с использованием аналитических методик или эмпирических рекомендаций, в зависимости от специфики физического процесса и задачи. Так, при первичном выборе средств вакуумной откачки в компании разработана и внедрена апробированная методика расчета требуемых значений эффективной скорости откачки и автоматического выбора рекомендуемых насосов. После эскизной проработки конструкций проводятся поверочные расчеты путем моделирования физических процессов с использованием мультифизического САЕ пакета Comsol.

При исследованиях оптических спектров излучения плазмы (OES) использован спектрометр Ocean Optics USB4000-VIS-NIR с коллиматорной оптикой Plasus PL-25-12-00 в диапазоне 345 - 1041 нм и разрешающей способностью 1,5 нм. В OES параметры плазмы извлекаются из спектра излучения, для низкотемпературной плазмы используется, так называемая, радиационно-столкновительная модель (CRM, англ. collisional-radiativemodel), которая состоит из набора кинетических уравнений, описывающих баланс населения и

процессов депопуляции возбужденных электронных уровней атомов плазмаобразующего газа. Из CRM, интенсивности спектральных линий могут быть рассчитаны как функции параметров плазмы, которые затем могут быть определены численно по спектру путем сопоставления расчетных значений с измеренными значениями интенсивностей. Методика, последовательность построения модели и результаты подробно описаны в работах [2-4].

При проектировании нового нестандартного оборудования и разработке систем автоматического управления нашей компанией реализован принцип унификации форм отчетов о работе оборудования и форм ввода параметров для автоматического управления. Таким образом, при отработке режимов в ручном управлении формируются отчетные файлы, которые затем могут быть исходными данными для автоматического повторения полученного эталонного цикла. Такой подход позволяет делать оборудование универсальным с точки зрения управления различными режимами обработки изделий различной номенклатуры и сокращать цикл от настройки технологических режимов до целевого производственного процесса.

Результаты

На рис. 4, 5 представлены результаты расчетов механической прочности камеры Вакуумной плавильной печи ВАТТ-1300ВИП-С. Проектирование конструкции с использованием проектно-проверочных расчетов позволило оптимизировать толщины стенок и конечную массу камеры. Расчетные результаты подтверждены надежностью изготовленного оборудования.

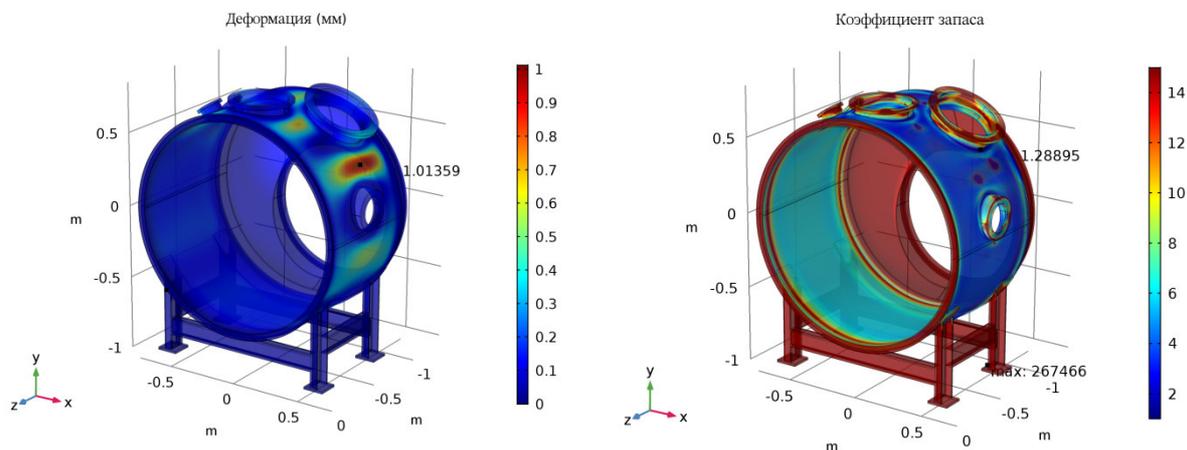


Рис. 4. Результаты проверочных расчетов механической прочности вакуумной камеры.

Результат проверочных расчетов и моделирования свободномолекулярного режима течения на примере плавильной установки представлен на рис. 5. При испытаниях оборудования значения рабочего давления подтверждается с учетом допустимой погрешности.

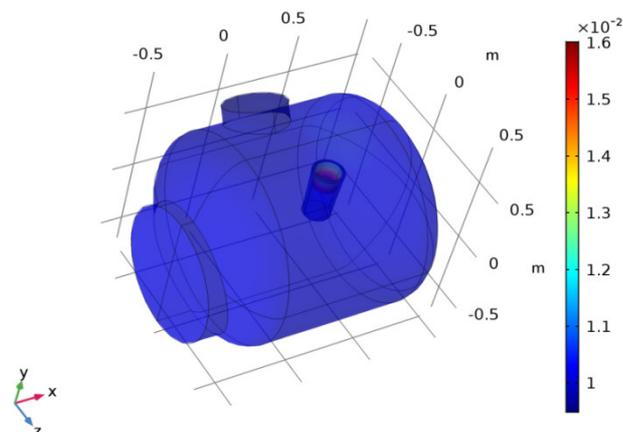


Рис. 5. Результат расчета распределения давления (Па) в вакуумной камере в динамическом режиме работы откачной системы и газового потока испаренных паров алюминия при плавке.

Результаты моделирования ламинарного режима течения на примере установок ВЧ плазменной обработки и сравнение с результатами эксперимента, представленные на рисунке 6, с высокой точностью аппроксимируются прямой. Тангенс угла наклона экспериментальных и расчетных линий отличается, что вызывает рост погрешности при увеличении давления в системе, однако погрешность расчетов в рассматриваемом интервале давлений 1-100 Па не превышает 15%, что является приемлемым при проектировании и прогнозировании технологических процессов. Причины расхождений можно объяснить наличием местных сопротивлений магистрали, значительно снижающих проводимость, которая зависит от диаметра в третьей степени. Результаты расчета с использованием математической модели свободномолекулярного режима течения приведены для того, чтобы визуально показать её неприменимость при указанных давлениях [5].

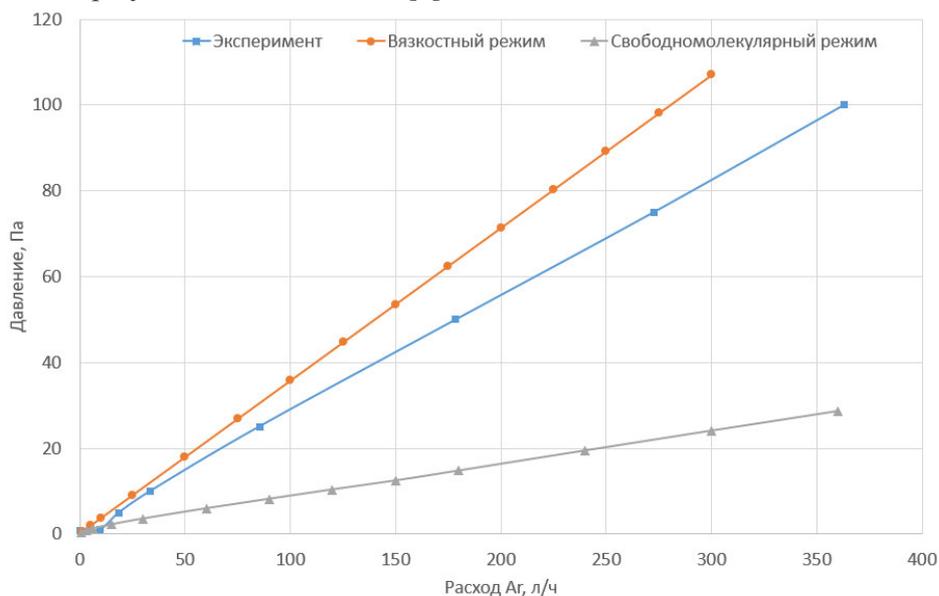


Рис. 6. График зависимости давления в камере от расхода Аргона в диапазоне 1-100 Па (ламинарный режим течения).

Результаты примера расчета нестационарной задачи теплопередачи в вакуумной камере ТБК представлены на рис. 7. Расчет проводился с целью определения оптимальной толщины теплоизоляции, при которой на внешней поверхности камеры температура не превысит 80 °С в течении заданного времени цикла испытаний.

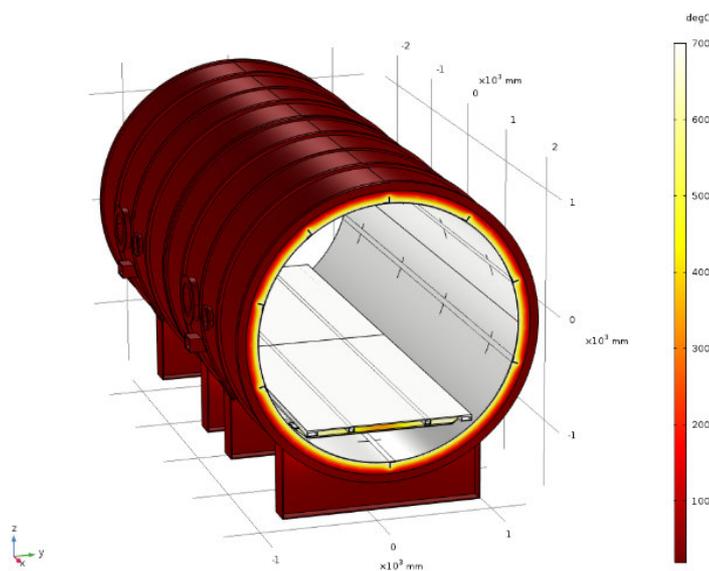


Рис.7. Распределение температуры в конструкции вакуумного стенда ТБК.

Качественные результаты спектральных исследований плоского и цилиндрического источников ИСР разряда в виде нормированных спектров представлены на рис. 8. Анализ спектров показал, что цилиндрический ИСР обладает более высокой энергией электронов, что объясняется более высокими значениями индукции магнитных полей в геометрически более плотной индукционной катушке по сравнению с плоской схемой, а также более высокими значениями локального давления в проточном плазматроне. В то же время, плоский ИСР источник позволяет создавать более плотную плазму, что объясняется большими габаритами пространства для горения разряда, соответственно фактор диффузии и гибели заряженных частиц на стенках камеры значительно ниже. Полученные результаты для различных способов возбуждения индукционного разряда позволяют учитывать особенности той или иной схемы исполнения при их применимости в различных технологических задачах.



Рис.8. Нормированные оптические спектры излучения плоского и цилиндрического ИСР разряда Ar при давлении 10 Па, мощности ВЧ 100 Вт.

В таблице 1 представлены численные результаты определения температуры и плотности электронов в плазме плоского ИСР источника на основе минимизации разности относительных интенсивностей спектральных линий Ar, заданных экспериментом и рассчитанных по CRM. Методика удобна отсутствием необходимости ручной обработки как входных, так и выходных данных, но требует написания сложного расчётного кода и больших вычислительных мощностей. Сравнение параметров плазмы OES с результатами двойной зондовой диагностики показали, что концентрация электронов, определенная оптическим методом, в среднем ниже на 24%, чем плотность, определяемая зондом. Оба метода дают аналогичные значения электронной температуры с максимальной разницей, не превышающей 10%.

Таблица 1 – Результаты расчёта характеристик плазмы с помощью CRM и измерения, полученные с зонда Ленгмюра (R – расстояние от оси кварцевой колбы)

Давление, Па	R, см	T_e^{OES} , эВ	T_e^{probe} , эВ	n_e^{OES} , M^{-3}	n_e^{probe} , M^{-3}
1	0	4.1	3.9	$3 \cdot 10^{15}$	$2.1 \cdot 10^{15}$
1	5	3.9	3.9	$1.6 \cdot 10^{15}$	$1.1 \cdot 10^{15}$
5	0	4.0	4.0	$5.2 \cdot 10^{15}$	$4.1 \cdot 10^{15}$
5	5	3.8	3.9	$2.8 \cdot 10^{15}$	$2.3 \cdot 10^{15}$
20	0	3.7	3.8	$6.0 \cdot 10^{16}$	$5.7 \cdot 10^{16}$
20	5	3.7	3.8	$3.5 \cdot 10^{16}$	$2.1 \cdot 10^{16}$

Заключение

Представленный опыт использования современных средств инжиниринга при создании нестандартного вакуумного технологического оборудования позволяет существенно сократить время цикла вывода нового оборудования от разработки до ввода в эксплуатацию и получать заданные функциональные и технологические требования с минимальными производственными и проектными издержками. Универсальность представленных инструментов проектирования наряду с богатым многолетним опытом команды разработчиков ООО «ФЕРРИ ВАТТ» позволяет выполнять НИОКРы по разработке нестандартного вакуумного технологического оборудования в различных областях вакуумной техники, таких как вакуумное напыление (PVD, CVD, ALD, газотермическое плазменное напыление), RFPT (от англ. RadioFrequencyPlasmaTreatment) технологии обработки в высокочастотной плазме (процессы травления, процессы плазмохимии и плазмофизики), вакуумное оборудование пропитки (формование композитных материалов, пропитка трансформаторов, изделий порошковой и литейной металлургии), специальное оборудование плавки (зонная плавка монокристаллов, литейное оборудование), вакуумные печи, испытательное оборудование (имитация космического пространства, испытания ЭРД), а также других новых задачах отечественной и мировой индустрии.

Литература

1. Желонкин Я.О., Муртазин Р.Н., Саликеев С.И., Бикташев А.А., Пальцев А.В., Сунгатуллин И.А. Разработка технологии изготовления высокопрочных отливок из алюминиевых сплавов с повышенными физико-механическими свойствами с использованием нанопорошков для корпусов автоматики и систем управления перспективных изделий ракетно-космической техники // *Материалы VIII Международной научно-технической конференции «Инновационные машиностроительные технологии, оборудование и материалы – 2017» (МНТК «ИМТОМ–2017»)*. Ч. 2. – Казань, 2017, - С. 31-34.
2. Азамат Р. Гиззатуллин, Я.О. Желонкин, Э.Ф. Вознесенский, Азат Р. Гиззатуллин. Применение столкновительно-излучательной модели плазмы аргона для исследования индукционного ВЧ разряда / *X Юбилейная международная научно-техническая конференция «Низкотемпературная плазма в процессах нанесения функциональных покрытий» 5-8 ноября 2018 года, г. Казань, Сборник трудов.*
3. S.L. Siepa, *Global Collisional-Radiative Model for Optical Emission Spectroscopy of Argon and Argon-Containing Plasmas*, Dissertation for a doctorate degree, Ruhr-Universität Bochum, 2017
4. D. L. Crintea, U. Czarnetzki, S. Iordanova, I. Koleva, and D. Luggenhoelscher. Plasma diagnostics by optical emission spectroscopy on argon and comparison with Thomson scattering. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42 045208, 2009.
5. Азат Р. Гиззатуллин, Я.О. Желонкин, Э.Ф. Вознесенский, Азамат Р. Гиззатуллин. Исследование газодинамических режимов течения в RFPT технологических процессах / *X Юбилейная международная научно-техническая конференция «Низкотемпературная плазма в процессах нанесения функциональных покрытий» 5-8 ноября 2018 года, г. Казань, Сборник трудов.*

Ионно-плазменное оборудование для глубокого анизотропного травления кремния в технологиях формирования глубоких отверстий

*В.М. Долгополов, В.В. Одинокоев, П.А. Иракин, В.М. Варакин, А.В. Шубников,
Н.Г. Мицын

Москва, Зеленоград, ОАО НИИТМ, Панфиловский проспект, д. 10;

**Москва, Зеленоград, АО «НИИМЭ», 1-ый Западный проезд, д.12/1*

E-mail: marketing@niitm.ru

При изготовлении трехмерных структур с применением технологии формирования глубоких отверстий в кремнии (*through-siliconvias, TSV*), а также при изготовлении микроэлектромеханических систем (*МЭМС*) широкое распространение получил процесс глубокого анизотропного травления кремния с применением попеременных процессов травления и пассивации («*Bosch*»-процесс). В настоящее время технология формирования глубоких отверстий в кремнии (*through-siliconvias, TSV*) представляет большой интерес для отечественной микроэлектроники. Однако необходимое промышленное оборудование для пластин 200 мм может быть представлено только импортными образцами ведущих разработчиков (*LAM, SPTS*) и имеет большую стоимость.

Целью данной работы была разработка реактора для глубокого травления кремния на пластинах диаметром до 200 мм, аналогичного по своим характеристикам импортному и разработка технологии глубокого травления кремния для ее применения в изготовлении трехмерных *TSV*-структур.

Ion-plasma equipment for deep anisotropic silicon etching in deep hole formation technologies. V.M. Dolgoplov, V.V. Odinokov, P.A. Irakin, V.M. Varakin, A.V. Shubnikov, N.G.Mitsyn. Process of deep anisotropic silicon etching with alternating steps of etching and passivation (“Bosch” process) is widely used for forming three-dimensional structures with through-silicon-vias (TSV), as well as in the manufacturing of micro electromechanical systems (MEMS). The essence of the process lies in alternating steps of reactive-ion etching of silicon (usually SF_6) and passivation of the surface (typically by using C_4F_8) Currently, technology of deep holes etching is of great interest to the domestic microelectronics. However, the necessary industrial equipment for 200 mm wafers can be represented only by imported models of leading developers (LAM, SPTS) and is very expensive.

The aim of this work was to develop a reactor for deep silicon etching on plates with diameter of up to 200 mm, similar in their characteristics with import and development of technology deep silicon etching for its use in the manufacture of three-dimensional TSV assembly.

Эксперимент

Отработка реактора и технологии для глубокого травления кремния проводилась на базе конструктива установки ПЛАЗМА ТМ 200-02К, разработанной в ОАО «НИИ Точного Машиностроения». Внешний вид установки представлен на рис. 1.



Рис. 1. Установка глубокого анизотропного травления ПЛАЗМА ТМ 200-02К.

Схема реактора представлена на рис. 2. Разряд зажигается в реакционной камере (диаметром 400 мм). ИСР источником с помощью ВЧ генератора (частота 13,56 МГц, мощность до 3 кВт) через согласующее устройство. Для задания необходимого отрицательного смещения на охлаждаемый электрод-подложкодержатель от отдельного ВЧ генератора (частота 13,56 МГц, мощность до 300 Вт) через согласующее устройство подавалось смещение. Высокотурбомолекулярная система откачки на базе турбомолекулярного и форвакуумного насосов обеспечивала предельный остаточный вакуум $1 \cdot 10^{-3}$ Па.

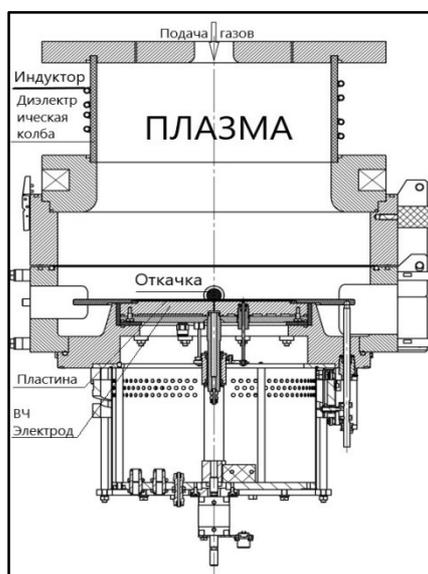


Рис. 2. Схема реактора установки ПЛАЗМА ТМ 200-02К.

Результаты экспериментов

Первоначально эксперименты проводились на пластинах диаметром 200 мм. На пластинах предварительно были сформированы маски из оксида кремния толщиной 0,6 мкм и фоторезиста толщиной 2,2 мкм. На фоторезисте присутствуют отверстия диаметрами 2, 3, 5 и 10 мкм. При получении приемлемого показателя неоднородности травления по пластине, наряду с пластинами диаметром 200 мм были проведены эксперименты на пластинах

диаметром 100 мм. Фотографии поверхностей пластин 200 мм и 100 мм под микроскопом приведены на рис.3.

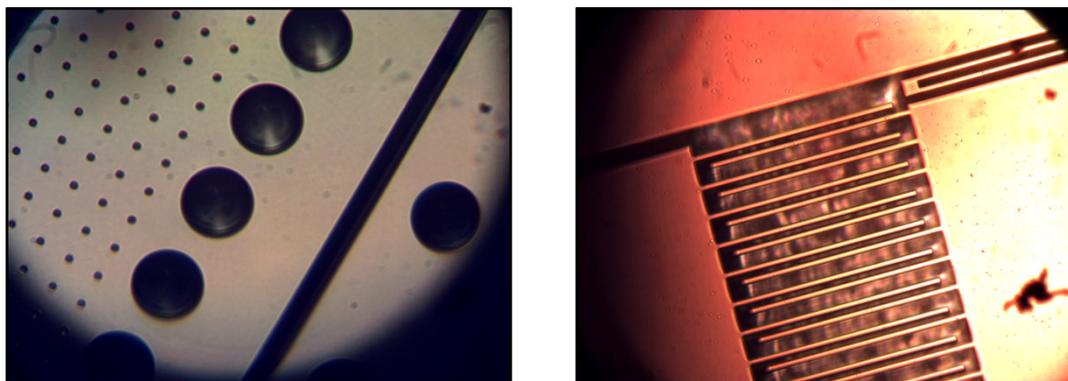


Рис.3. Снимки на микроскопе МИИ-4 пластин 200 мм(слева) и 100 мм(справа).

Для проверки процесса глубокого травления кремния подобран режим со следующими параметрами:

Таблица №1.

Стадия	Травление 1	Травление 2	Пассивация
Расход Ar, л/ч	2	2	2
Расход SF6, л/ч	120	120	0
Расход C4F8, л/ч	0	0	80
Давление, Па	4	4	3
Мощность источника плазмы, Вт	1000/36	1000/44	1200/29
Мощность подложкодержателя, Вт	90/51	40/33	8/8
Смещение, В	147	70	14
Положение конденсатора источника плазмы грубо, В	1,8	1,8	1,8
Положение конденсатора источника плазмы точно, В	0,7	0,7	0,7
Положение конденсатора подложкодержателя, %	52,6	52,6	52,6
Положение конденсатора подложкодержателя, %	47,2	47,2	47,2
Время, с	1,5	1,5	2-6
Количество циклов	100-250	100-250	100-250
Расход гелия под пластиной, л/ч	0,36	0,36	0,36

Результаты процесса приведены на рис. 4.

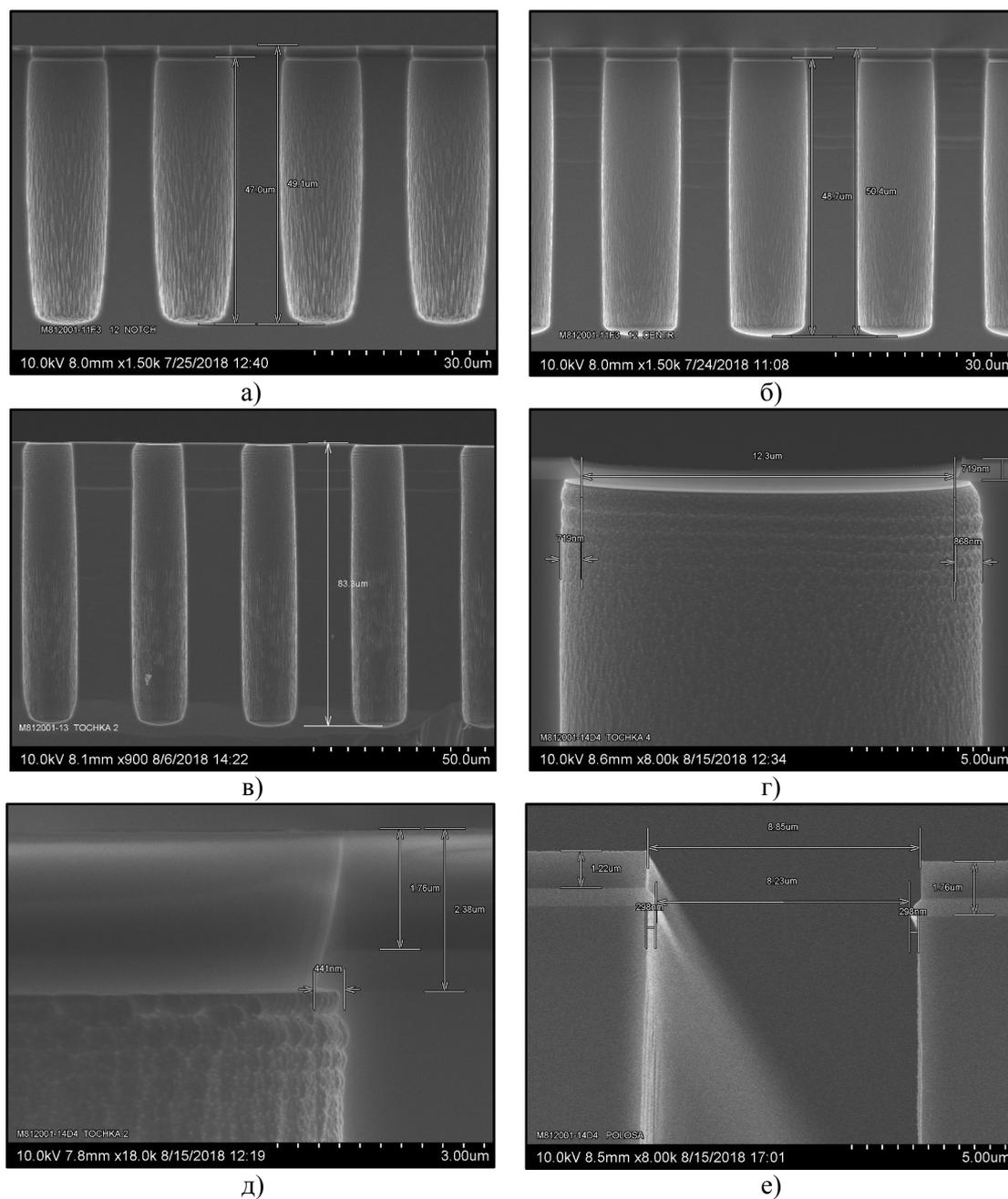


Рис. 4. РЭМ-снимки после операции травления пластин диаметром 200 мм.

Основные характеристики процесса травления:

Средняя скорость травления кремния: $\approx 2,36 \mu\text{м}/\text{мин}$;

Равномерность травления, измеренная в стандартных 5 точках: $\approx 1,77\%$;

Средняя селективность к маске: $\approx 25:1$;

Подтрав под маску: $\approx 286 - 556 \text{ нм}$;

Угол наклона профиля: $\approx 90 \pm 0,5^\circ$;

Величина «scallop» менее 100 нм;

Результаты процесса приведены на рис.5.

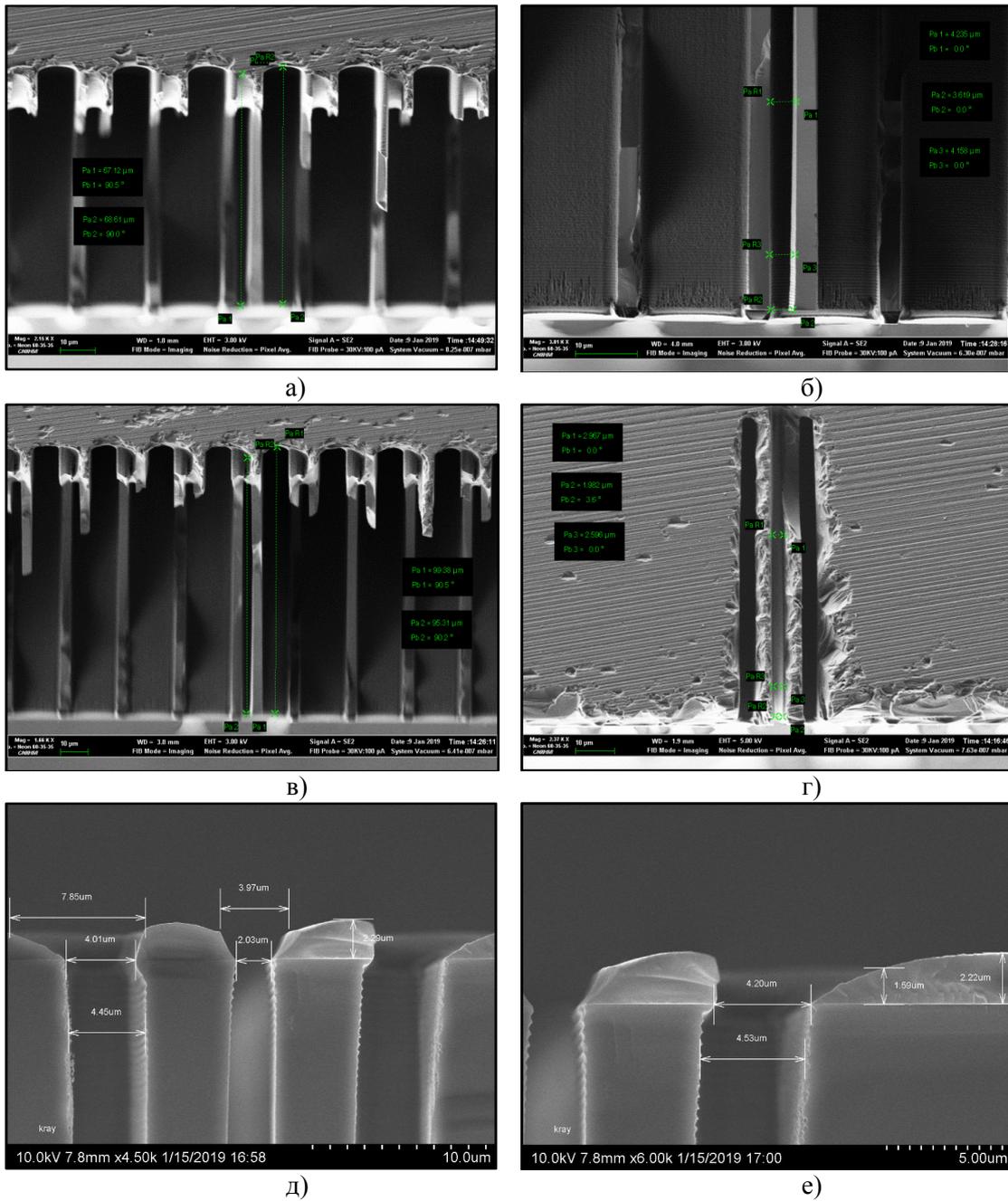


Рис. 5. РЭМ-снимки после операции травления пластин диаметром 100 мм.

Основные характеристики процесса травления:

Средняя скорость травления кремния: $\approx 5 \text{ мкм/мин}$;

Равномерность травления, измеренная в стандартных 5 точках: $\approx 1,5\%$;

Средняя селективность к маске: $\approx 25:1$;

Подтрав под маску: $\approx 529 \text{ нм}$;

Угол наклона профиля: $\approx 90 \pm 0,5^\circ$;

Величина «scallop» менее 132 нм;

Обсуждение результатов травления

Сужение профиля травления, заметное на рис.4 а) связано с избытком полимера на стадии пассивации, об этом же говорит и образование миниатюрных борозд ближе ко дну канавки. Уменьшение полимера позволило выправить профиль травления и избавиться от борозд, однако некая бочкообразность в профиле травления осталась, что видно на рис. 4 б). Для исправления профиля травления было решено разбить стадию травления на два этапа. На первом этапе происходило скоростное удаление полимера со дна отверстия, на втором этапе производилось травление кремния. Это позволило значительно уменьшить бочкообразность, и выправить профиль, что видно на рис. 4 в), где глубина травления в 2 раза больше и профиль травления имеет вертикальное направление.

При полученных скоростях травления (~ 2 мкм/мин) величина подтравы под маску (рис. 4 д) е)) незначительна и не превышает 556нм. Уменьшения подтравы под маску в случае необходимости можно добиться при уменьшении скорости травления.

При травлении щелей (рис. 5) подтрав под маску не превышает 529 нм, несмотря на более высокую скорость травления (~ 5 мкм/мин), что может объясняться различной топологией структур, при этом величина шероховатостей стенок («scallops») увеличивается с увеличением скорости травления, но не превышает 130 нм. Минимальное достигнутое значение шероховатости порядка 75 нм (рис. 4 д)).

Представленные режимы травления, возможно, не являются оптимальными для данных образцов, т.к. в ходе исследования не использовались все технологические возможности установки. Представленные результаты носят информационный характер с целью демонстрации возможностей оборудования.

Выводы

Разработан реактор и установка Плазма ТМ200-02К для формирования углублений в кремнии, с применением «Bosch»-процесса на кремниевых пластинах диаметром до 200 мм.

Получены значения неоднородности процесса травления в пределах 2 – 3 %, глубокие отверстия и щели с большим аспектным соотношением (более 15) и низкой шероховатостью стенок, при скорости травления кремния до 5 мкм/мин, что позволяет применять установку для промышленного производства.

Литература

1. О.П. Гущин, А.С. Валеев, А.А. Чамов, Н.Г. Мицын, В.М. Долгополов, В.В. Одинокоев, В.Э. Немировский, П.А. Иракин, «Исследование и разработка оборудования и технологии глубокого травления кремния», Микроэлектроника-2015. Интегральные схемы и микроэлектронные модули: проектирование, производство и применение, стр. 561-564.
2. 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.
3. Амиров И.И., Изюмов М.О., Морозов О.В., «Анизотропное травление глубоких канавок в кремнии во фторсодержащей плазме», 2008 год, стр. 653-656.
4. Oxford Plasma Technology, «Deep Si Etching at room temperature: the "Bosch" process» (http://www.oxfordplasma.de/process/sibo_1.htm).
5. Oxford Plasma Technology, «High Rate Bosch Process by ICP Accelerator» (http://www.oxfordplasma.de/process/sibo_acc.htm).
6. Samsung begins to produce 64GB DDR4 modules based on TSV chips (<http://www.kitguru.net/components/memory/anton-shilov/samsung-begins-to-produce-64gb-ddr4-memory-modules-based-on-tsv-chips/>).
7. Micron's 320GB/sec Hybrid Memory Cube comes to market in 2013, threatens to finally kill DDR SDRAM (<http://www.extremetech.com/computing/152465-microns-320gbsec-hybrid-memory-cube-comes-to-market-in-2013-threatens-to-finally-kill-ddr-sdram>).

Разработка и производство современной установки для высокопроизводительного нанесения многослойной металлизации методом магнетронного распыления

*А.Х. Хисамов, Р.Л. Рябцев, А.Г. Новиков, *М.В.Назаренко, **В.В. Одинок*
ООО “Стратнанотек Инвест”, г. Минск, Беларусь
**ООО “РМТ”, г. Москва, Российская Федерация*
*** ОАО НИИТМ, г. Москва, Зеленоград, Российская Федерация*
e-mail: khissamov@stratnanotech.com, m.v.makarova@list.ru, vodinokov@niitm.ru

Описан проект по созданию установки, реализующей технологию магнетронного распыления для нанесения многослойных покрытий со скоростью напыления до 400 нм/мин и производительностью 160 подложек в смену для двухсторонней металлизации толщиной более 20 мкм. Показаны особенности разработки и производства современного технологического оборудования в короткие сроки.

Design of state-of-the art equipment for high-throughput deposition of multilayer metallization using magnetron sputtering. A.Kh.Khissamov, R.L.Ryabtsev, A.G.Novikov, M.V.Nazarenko, V.V.Odinokov. A project to create an equipment that implements magnetron sputtering technology for deposition of multilayer coatings with a rate of up to 400 nm / min and a capacity of 160 substrates per shift for two-sided metallization with a thickness of more than 20 microns is described. The details of the development and production of modern technological equipment in a short time are shown.

Введение.

При современных темпах развития технологий и бизнеса часто требуется разработка нового технологического оборудования в короткие сроки с обеспечением надежности, производительности и качества конечной продукции на уровне серийно выпускаемого оборудования. Это особенно актуально для отечественных разработчиков и производителей оборудования, которые в последние десятилетия не имели возможности сформировать линейки современного оборудования ввиду отсутствия емкого рынка и недостаточности инвестиций.

Сроки выполнения заказа важны, так как они определяют как инвестиционную эффективность проектов, так и скорость, с которой заказчик может отреагировать на изменения требований рынка. Не менее актуальна необходимость соблюдения сроков выполнения госпрограмм, в рамках которых производится закупка большей части технологического оборудования в РФ.

В то же время, сжатые графики поставок не должны отрицательно сказываться на уровне технических решений и качестве оборудования, т.к. они также в значительной степени определяют эффективность инвестиций и конкурентоспособность заказчика. Более совершенные технические решения обеспечивают экономическую эффективность производства с использованием такого оборудования благодаря таким факторам как:

- снижение себестоимости за счет уменьшения расходов на материалы и электроэнергию;
- уменьшение трудоемкости при производстве и обслуживании;
- увеличение доступного производственного времени за счет большего интервала между остановками на профилактическое обслуживание;
- увеличение выхода годных изделий.

Более совершенные технические решения способны дать лучшие технические показатели продукции, что также способствует повышению конкурентоспособности предприятия-заказчика.

Качество оборудования проявляется в таких характеристиках как среднее время наработки между отказами и уровень выхода годных изделий. Их залогом является достаточная зрелость применяемых технических решений, наличие системы управления качеством, опыт и компетентность сотрудников компании-изготовителя оборудования.

Решение указанных задач требует правильного планирования и организации работ, поставленных процессов разработки и производства, слаженной команды специалистов с высоким уровнем подготовки. Не менее важным для таких проектов является компетентность и мотивированность предприятия-заказчика. Опыт показал, что успех проекта определяется не только возможностями предприятия-исполнителя, но скорее суммой и взаимной поддержкой компетенций заказчика и исполнителя.

При наличии этих факторов, предприятие-разработчик и изготовитель оборудования получает возможность выполнять большее количество заказов, а также постепенно развивать и совершенствовать свой продуктовый портфель за счет внедрения инноваций в каждом новом проекте. Для предприятия-заказчика, риски новой разработки минимизируются и окупаются возможностью получать оборудование современного уровня, максимально адаптированного под его технологические и производственные задачи, в достаточно короткие сроки и по приемлемой стоимости.

Далее будет представлена установка магнетронного распыления, разработанная и изготовленная по заказу ООО «РМТ» - ведущего производителя миниатюрных термоэлектрических преобразователей для телекоммуникационных, медицинских, промышленных и аэрокосмических применений. Будут также затронуты особенности планирования и организации разработки и производства адаптированного под задачи заказчика вакуумного технологического оборудования в короткие сроки.

Исходные требования проекта

Проект выполнялся с целью расширения производственных возможностей заказчика в условиях предполагаемого роста его продаж. При этом, заказчик уже эксплуатировал несколько единиц оборудования, имел соответствующий опыт и представления о требуемом результате.

Назначением установки являлось нанесение на керамические подложки проводниковых слоев в структуре термоэлектрического элемента. Основные первичные требования приведены в Таблице 1.

Таблица 1.

Наименование	Требование
Подложки	Керамика, ситалл Размер 60x48 Толщина от 0,15 до 1,5 мм
Покрытие	Двухстороннее, до 3-х материалов
Толщина покрытия (с каждой стороны)	Основного слоя –20..25 мкм Маскирующего слоя - до 2 мкм Адгезионного слоя - до 0,5 мкм
Объем загрузки	80 подложек
Производительность	160 подложек в смену
Равномерность	±5 % по загрузке
Предельная температура подложек	не более 220 °С в процессе напыления
Срок выполнения проекта	7месяцев

Данная техническая задача может решаться с использованием различных технологий, таких как термическое или электронно-лучевое испарение, катодное или магнетронное распыление. Предлагается также решение на базе жидкофазного магнетронного распыления. Каждая из перечисленных технологий обладает своими достоинствами и недостатками, связанными с производительностью, качеством покрытий, равномерностью, ограничениями по применяемым материалам.

По результатам анализа первичных требований и расчетов, была предложена реализация установки по образцу успешной и хорошо зарекомендовавшей себя компоновки установки УВН-70, с увеличением объема загрузки и применением цилиндрических

магнетронов. Магнетронное распыление обеспечивает хорошую плотность и однородность пленок, адгезию, возможность применения широкого спектра материалов включая сплавы. Цилиндрические магнетроны обеспечивают большой запас материала, высокий коэффициент его использования (75-85% против типичных 20-40% у планарных магнетронов), эффективное охлаждение мишени, и давно зарекомендовали себя в условиях массовых производств за рубежом.

Расчет показал, что для обеспечения нужной производительности, с учетом требований по предварительной обработке подложек, необходимо вести напыление с мощностью 18-25 кВт. При таких параметрах, одной из основных задач стало обеспечение температурного режима подложек, теплоотвод от которых затруднен ввиду необходимости обеспечить двухстороннюю обработку.

Организация выполнения проекта

Для сокращения сроков выполнения проектов при обеспечении высокого качества разработки и изготовления, в компании Стратанотек применяется организация работ с наложением этапов (рис. 1). С самого начала проекта совместную работу ведет выделенная команда проекта, включающая конструктора, автоматизатора, электрика, закупщика, наладчика, технолога и клиент-менеджера. Это позволяет сократить потери от ошибок и нестыковок за счет их раннего выявления, повысить общее качество разработки за счет комплексного подхода.

На старте проекта, были проведены уточняющие расчеты по откачке, равномерности и скорости нанесения, нагреву и т.п. По результатам анализа и обсуждения принятой к реализации концепции (технического проекта) были, в числе прочих, приняты решения о необходимости проведения упреждающего изготовления и испытания системы вращения и переворота подложек (в 2-х вариантах) и держателя подложек (в 2-х вариантах). По защите от запыления, наряду с «основным» вариантом с косвенным охлаждением, было принято решение предусмотреть возможность перехода на вариант с непосредственным охлаждением, с принятием решения о его разработке и реализации по результатам испытаний. Остальные узлы и системы шли по стандартным процессам разработки, изготовления и испытаний.

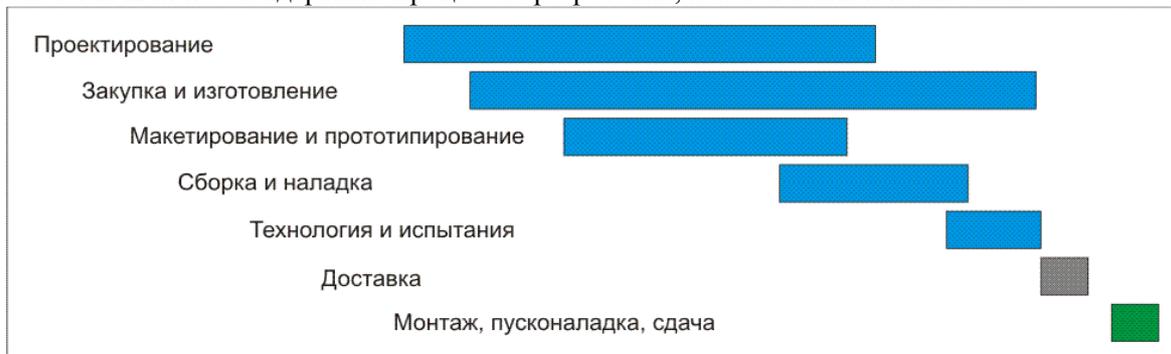


Рис.1 Этапы выполнения проекта.

Укрупненный план проекта был составлен на основе условий договора и типовых сроков разработки, изготовления, сборки и наладки, с последующим внесением в него приемлемых дат по упреждающим работам. Далее была проведена итерационная детализация и корректировка плана с согласованием графика сборки, сроков поставки и графика разработки. В дальнейшем по ходу проекта, этот план дополнялся и корректировался исходя из выявленных или возникших обстоятельств для обеспечения его основной цели – своевременной передаче заказчику установки, полностью соответствующей требованиям.

Описание разработанной установки

Общая вид установки и компоновка камеры приведены на рис. 2. Установка представляет собой однокамерное оборудование с технологической камерой в виде горизонтального цилиндра с отростком порта откачки. Оба торца камеры открываются на откатном механизме, и могут поворачиваться вокруг вертикальной оси для удобства обслуживания. На фронтальной двери размещен механизм вращения и переворота держателей

подложек и заслонка, на задней – три цилиндрических магнетрона и нагреватели. В проеме порта откачки размещен ионный источник очистки и дроссельная заслонка. Откачка построена на базе криогенного насоса и безмасляного механического насоса. Управление установкой полностью автоматизировано, с возможностью гибкого составления рецептов, протоколирования истории проведенных технологических процессов, аварийных ситуаций и действий оператора.

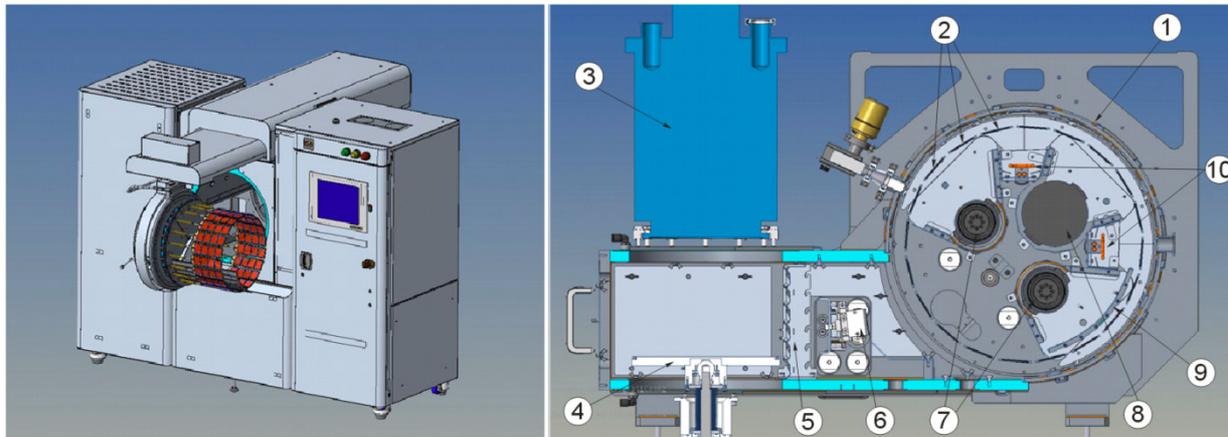


Рис. 2. Внешний вид установки и компоновка камеры.

1 – камера; 2 – подложки; 3 – крионасос; 4 – затвор; 5 – дроссельная заслонка; 6 – ионный источник очистки; 7 – магнетроны адгезионного и защитного слоев; 8 – магнетрон меди; 9 – поворотная заслонка; 10 – нагреватели.

Подложки, закрепленные в держателях, располагаются по цилиндрической поверхности вдоль стенок камеры, вокруг технологических устройств. Механизм вращения и переворота держателей обеспечивает перемещение держателей по кругу, с переворотом на их на 180 градусов один раз за оборот, для обеспечения двухстороннего нанесения покрытий. Держатели подложек – съемные, что дает возможность производить установку-снятие подложек на них на отдельном рабочем месте, параллельно с проведением технологического процесса либо обслуживания установки. Конструкция держателя, сделанная по опыту предыдущих разработок оборудования для массовых производств, обеспечивает мягкое и надежное крепление подложек различной толщины (от 0,15 до 1,5 и более миллиметров) с минимальным затенением, без переналадки и применения резьбовых соединений.

Существенной частью разработки стал механизм вращения и переворота держателей подложек. Желанием было создать простую, компактный механизм, обеспечивающий плавный переворот на минимальной дистанции поворота, и надежно работающий в большом диапазоне скоростей вращения. Итоговая конструкция воплощает оригинальную идею, позволившую реализовать заданную динамику переворота с минимизацией возникающих усилий и безударным взаимодействием элементов конструкции. Проведенное в ходе проекта прототипирование и испытания позволили довести конструкцию в части выбора подшипниковых элементов и других нюансов. Итоговый вариант был подвергнут длительным (~ 650 ч) испытаниям при повышенных оборотах (23 об/мин, при целевых 20 об/мин по ТЗ), и показал надежную работу при скоростях вращения до 40 оборотов/минуту.

Главным вызовом с технической точки зрения было обеспечение теплового режима подложек при требуемых для производительности уровнях мощности. Для решения этой задачи, были реализованы технические решения:

1. Применение цилиндрических магнетронов;
2. Формирование общей конфигурации магнитного поля для минимизации воздействия плазмы магнетронов на подложки;
3. Применение водоохлаждаемых анодов и экранов от запыления с косвенным охлаждением от стенок камеры, а также водоохлаждаемой заслонки.

Цилиндрические магнетроны, помимо ранее указанных эксплуатационных преимуществ, могут иметь усиленное магнитное поле без ущерба для коэффициента

использования мишеней. Высокая эффективность охлаждения мишени обеспечивает отсутствие ее перегрева даже при значительных мощностях распыления. В совокупности, указанные факторы обеспечивают снижение теплового воздействия на подложки по сравнению с планарными магнетронами.

Общая конфигурация магнитного поля в системе – часто упускаемый при проектировании технологического оборудования момент. Между тем, она может существенным образом влиять на интенсивность воздействия плазмы на подложки. В ряде применений (например, реактивное магнетронное распыление при нанесении упрочняющих или оптических покрытий), необходимо максимально увеличить его. В рассматриваемом проекте стояла противоположная задача. Один из этапов моделирования компоновки и расчета магнитных полей приведен на рис. 3. Вместе с конечным результатом проектирования.

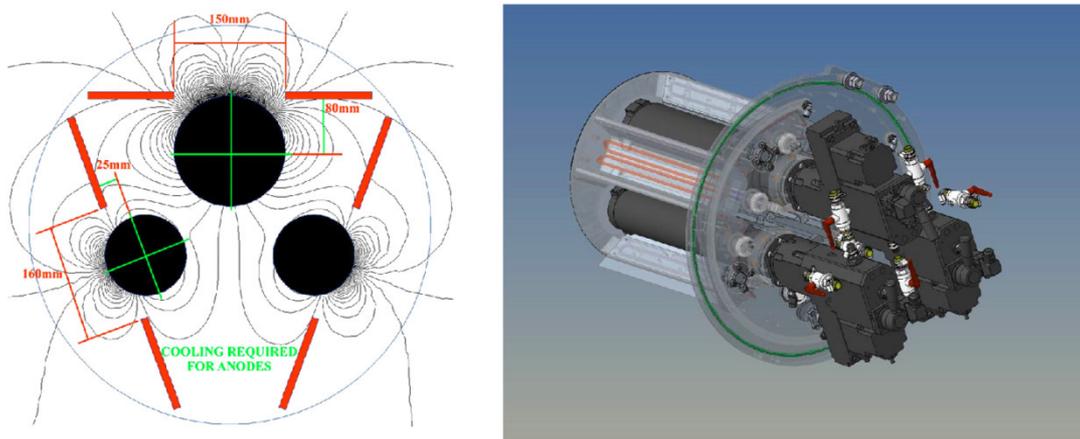


Рис.3. Моделирование магнитных полей и результат проектирования системы магнетронов.

Результаты

Результаты прямо-сдаточных испытаний и последующей эксплуатации показали достижение требуемых параметров качества покрытий и производительности, а также надежную работу созданного оборудования.

Итоговые параметры оборудования приведены в Таблице 2. Фотография установки в цеху заказчика – на рис. 4.



Рис.4 Установка в цеху заказчика.

Таблица 2.

Показатель	Значение
Объем загрузки	80/160 подложек 60x48x(0,15..1,5) мм (двухсторонняя/односторонняя обработка)
Производительность	2 процесса в смену (двухстороннее трехслойное покрытие с толщиной медного слоя 20...25 мкм)
Равномерность	±2 % по загрузке
Максимальная скорость нанесения	400 нм/мин(по меди, без перегрева подложек)
Скорость вращения подложек	1..40 об/мин (с переворотом)
Интервал замены мишеней	1700 мкм в покрытии/36 процессов (медь)
Средняя потребляемая мощность	20 кВт
Занимаемая площадь	3,5x3,8 м ² (без криокомпрессора)
Срок выполнения проекта	7 месяцев

Заключение

Была разработана и изготовлена современная высокопроизводительная установка магнетронного распыления на цилиндрических катодах, обеспечивающая нанесение металлических слоев высокого качества на керамические подложки. Благодаря примененным техническим решениям установка имеет высокие технико-экономические показатели. Эффективное проектное управление и поставленные процессы разработки и производства, слаженной команды специалистов с высоким уровнем подготовки позволили выполнить проект в короткие сроки. Заказчик получил современное оборудование, применение которого позволило упростить некоторые производственные процессы и повысить технические характеристики продукции.

Результаты применения установки с цилиндрическими катодами для высокопроизводительного нанесения многослойной металлизации толщиной более 20 мкм

*М.В.Назаренко, *А.Г.Новиков, *А.Х.Хисамов*
Москва, РФ, ООО «РМТ»,
**Минск, Беларусь ООО «Стратнанотек Инвест»*
E-mail: m.v.makarova@list.ru, andrey.novikov@stratnanotech.com

В работе исследованы особенности двухстороннего нанесения многослойной металлизации с толщиной проводящего слоя меди более 20 мкм, полученного путем магнетронного распыления цилиндрических катодов. Проведена оценка качества покрытия на основании результатов измерения толщины слоев, шероховатости поверхности, равномерности травления и адгезии при термоциклировании.

High-throughput deposition of multilayer metallization with thickness more than 20 microns using a coater with cylindrical cathodes. M.V.Nazarenko, A.G.Novikov, A.Kh.Khissamov. Key features of double-sided multilayer metallization deposition with copper layer more than 20 μm of thickness formed by magnetron sputtering of rotatable targets were studied and discussed. The quality of metallization was estimated by measurements of thickness, surface roughness, etching uniformity and adhesion at thermo-cycling.

Введение

На сегодняшний день толстые проводящие пленки меди применяются в таких перспективных областях, как термоэлектричество и силовая электроника [1]. Толщина проводящих слоев меди в изделиях должна составлять десятки, и даже сотни микрометров. Одним из наиболее перспективных методов формирования толстых проводящих пленок является метод ионного распыления в магнетронных системах с цилиндрическими катодами [2]. Пленки, полученные данным методом, обладают всеми преимуществами магнетронного распыления, а именно, высокой равномерностью слоев на большой площади, высокой плотностью и низким количеством дефектов. Вследствие наличия ионизированной фазы покрытия обладают отличными показателями адгезии. Использование цилиндрических водоохлаждаемых катодов позволяет существенно повысить мощности распыления без риска перегрева мишени и отличается высокими скоростями осаждения, составляющими до 450 нм/мин. Использование этого метода на производстве позволяет сократить время формирования пленки до нескольких часов и, тем самым, обеспечить высокое качество покрытий за короткое время, а учитывая большую загрузку установок с цилиндрическими катодами, можно существенно увеличить и производительность производства. Не менее важным аспектом является качество сформированного покрытия, которое должно удовлетворять требованиям, предъявляемым к проводящим покрытиям.

В связи с чем, целью данной работы является изучение свойств и характеристик слоев меди толщиной более 20 мкм, нанесенных методом магнетронного распыления.

Методика эксперимента

В работе использовали полированные подложки из AlN с шероховатостью Ra7...9 нм, размерами 60x48 мм и толщиной 0,25 мм. Двухстороннее напыление адгезионных слоев и слоя меди расчетной толщиной 25 мкм проводили на установке SNT Epsilon 74M путем магнетронного распыления цилиндрических катодов. Осаждение пленок проводили в вакуумной камере при остаточном давлении не хуже $P = 8 \cdot 10^{-4}$ Па. Перед процессом напыления металлических слоев проводилась дегазация подложек с нагревом до 250 °С и ионно-лучевая очистка подложек с обеих сторон в смеси аргон/кислород. Установка позволяет напылять до 3 типов материалов в одном вакуумном цикле на вращающийся барабан с подложкодержателями. Скорость вращения может регулироваться в диапазоне до 20 об/мин. В данной работе использовали напыление адгезионного подслоя толщиной 300 нм. Далее

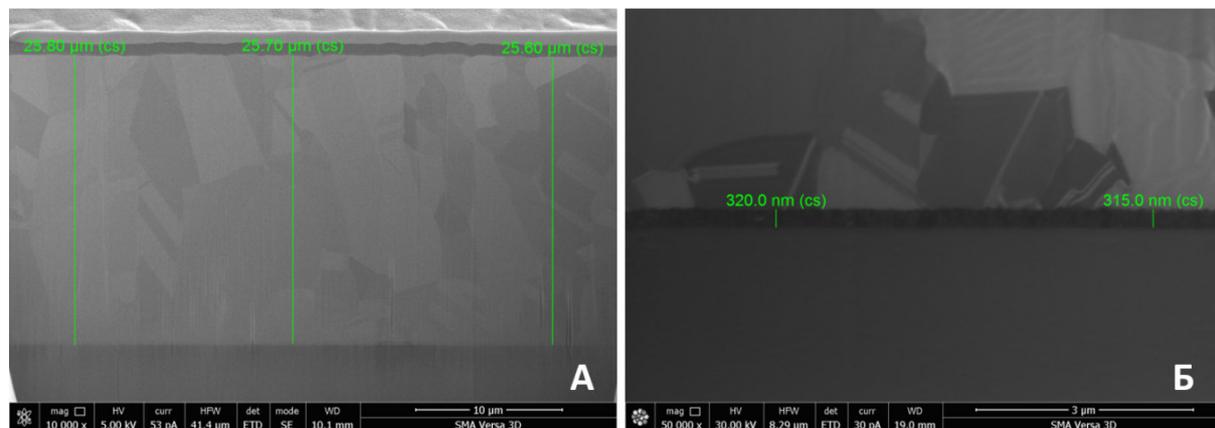
проводили напыление меди при давлении в камере порядка 0,5 Па, мощности на блоке питания 16 кВт в течении 200 мин. Таким образом расчетная скорость напыления составляла не менее 250 нм/мин.

Результаты и их обсуждение

Толщина металлизации

Для определения качества покрытия и соответствия металлизации регламентам производства проведена оценка толщины слоя меди, шероховатости поверхности, линейных размеров дефектов и их количества, изучены равномерность травления, измерена адгезия до и после термоциклирования. Для сравнения качества металлизации использовали полученные ранее результаты аналогичных измерений слоев меди, полученных методом жидкофазного магнетронного распыления [3].

РЭМ микрофотографии (рис. 1) сколов подложек показывают, что толщина слоя меди составляет порядка 25,7 мкм, а толщина адгезионного слоя – 320 нм. Из анализа размеров зерен в пленке меди можно сделать вывод о том, что пленки не подвергались перегреву, то есть температура поверхности слоев не превышала в процессе напыления 220 °С.



*Рис. 1. РЭМ микрофотографии слоев в поперечном сечении,
а) – толщина меди, б) – толщина подслоя*

Шероховатость поверхности и качество адгезии

Параметр шероховатости Ra измерен с помощью профилометра “Mahr MarSurfPS1” при длине сканирования 1,75 мкм. Результаты измерения шероховатости приведены в таблице 1 в сравнении с результатами для метода жидкофазного магнетронного распыления. Из сравнения результатов установлено, что шероховатость пленок полученных методом магнетронного распыления цилиндрических катодов ниже, чем шероховатость пленок, полученных методом жидкофазного магнетронного распыления.

Таблица 1 – Результаты измерения шероховатости.

	ЖМР		Цилиндрические катоды	
Исх. Подл.	11	359	10	360
	68	-	51	313
	70	-	44	325
	98	-	51	292
	89	-	42	330
Ср	81	-	42	315

Оценку качеств адгезии покрытий проводили для полированных и шлифованных подложек. Контролировали адгезию путем измерения усилия на отрыв припоя ПОС63.

Результаты измерений приведены в таблице 2. Для обоих типов подложек значение адгезии превышает стандартное значение в два и более раз. Такие результаты могут быть обусловлены, качественной подготовкой подложек, дегазацией и предварительной ионно-лучевой очисткой в камере, а также большей степенью ионизации рабочего газа при традиционном магнетронном распылении, следовательно, и большей по сравнению с другими методами нанесения энергией распыляемых частиц меди.

Таблица 2 – Результаты измерения адгезии.

№	кг/мм ²	
	Полированная поверхность	Шлифованная поверхность
1	4,3 б/о	3,2 б/о
2	4,4 б/о	4,0 б/о
3	4,0 б/о	4,1 б/о
5	4,1 б/о	3,9 б/о
Среднее	4,2	3,8
Стандарт	2,0	1,2

Равномерность травления

Равномерность нанесения покрытия оценивали по результатам химического травления. Равномерность покрытия около 2% приводит к высокой равномерности травления топологии на подложках. Геометрия край-центр отличается не более чем на 8-10 мкм в линейном направлении, что значительно превосходит требования (рис. 2). Количество протравов по причине несплошности маски или из-за наличия микрокапель минимально.

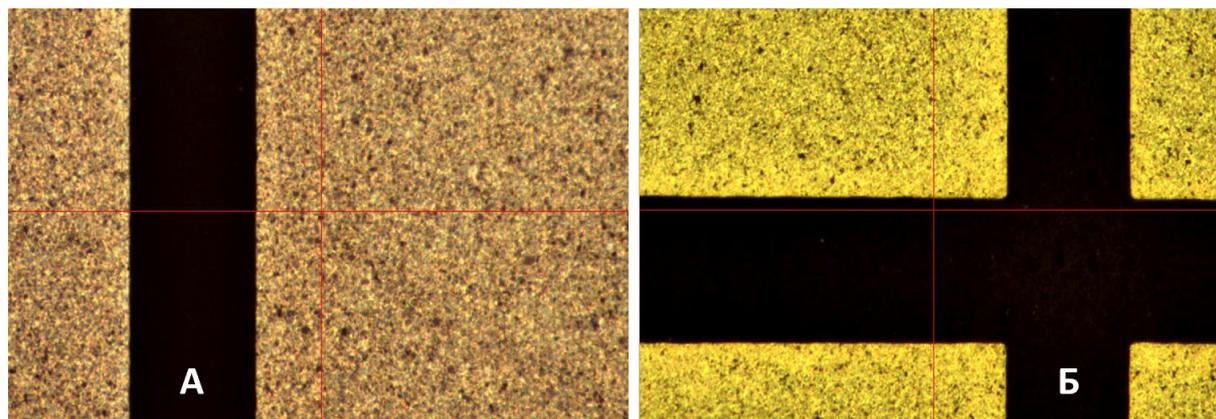


Рис. 2. Край экранов и площадок при травлении $\times 20$.

Вместе с тем стоит отметить, что на подложках могут присутствовать единичные дефекты. Обнаружены несколько видов дефектов: типа “капель” и типа вкраплений. Размеры дефектов варьируются от 5 до 50 мкм. Формирование дефектов такого типа может быть обусловлено осаждением кластеров или микрокапель в процессе быстрого нанесения пленки.

Таким образом, в результате проведенного исследования качества и характеристик слоев двухсторонней металлизации можно выделить следующие основные особенности:

- толщина осаждаемой металлизации соответствует расчетным значениям, то есть возможно нанесение проводящих покрытий без перегрева и деградации слоев со скоростями нанесения более 250 нм/мин, используя традиционные методы магнетронного распыления;
- шероховатость функциональной пленки меди в 2 раза ниже, чем при использовании жидкофазного магнетронного распыления;
- адгезия проводящих слоев меди в два раза выше типично требуемых значений;
- значительно повышается равномерность травления проводящего слоя меди вследствие повышения равномерности осаждения при использовании протяженных цилиндрических катодов;

- использование традиционного магнетронного распыления позволяет наносить плотные пленки с малым количеством дефектов, что позволяет маскирующим слоям отлично выдерживать процесс травления.

Заключение

В рамках расширения производства ООО «РМТ» реализовано осаждение многослойной металлизации с толщиной медного слоя более 20 мкм на установке SNTepsilon 74M. Двухстороннее нанесение металлизации проводилось в одном вакуумном цикле методом магнетронного распыления цилиндрических катодов. Скорость нанесения меди составляла 240-360 нм\мин, общее время нанесения металлизации – 150-230 минут при мощности распыления 16-22 кВт и объеме загрузки 80 подложек 60*48 мм. Для определения качества покрытия и соответствия металлизации регламентам производства проведена оценка шероховатости поверхности, линейных размеров дефектов и их количества, изучены равномерность травления, измерена адгезия до и после термоциклирования. Показано, что шероховатость слоев металлизации при осаждении с использованием цилиндрических катодов снизилась в два раза. Установлено, что адгезия составляет 4,2 кг/мм² для полированной поверхности и 3,8 кг/мм² для шлифованной поверхности, что более чем в 2 раза превышает требуемые значения. Таким образом, все проведенные измерения и испытания показали высокие характеристики слоев металлизации и пригодность проводящих слоев меди на керамических пластинах, произведенных с использованием установки SNTepsilon 74M для сборки термоэлектрических охладителей. Полученные результаты позволили существенно увеличить мощности производства, повысить выход годных изделий и качество выпускаемой продукции.

Литература

1. И. Кокорева. Отечественная силовая электроника. Фирмы-производители. Электроника: НТБ. 2007. №3. С. 26-33;
2. <http://www.genco.com/rotatable-magnetron>
3. М.В. Макарова, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев, Будущее машиностроения: сб. тр. 9-ой всероссийской конференции молодых ученых и специалистов / МГТУ имени Н.Э. Баумана. – Москва: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2016 – С. 298 – 305.

Исследование энергетических затрат в механическом вакуумном насосе

Н.К. Никулин, Е.В. Свичкар, В.С. Ключаров
Москва, МГТУ им. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
E-mail: svic@bk.ru

Одним из важных параметров вакуумных насосов является энергетическая характеристика, определяющая изменение мощности двигателя в зависимости от времени выхода на режим, геометрических и скоростных параметров. Изменение указанных параметров при проектировании насоса позволяет понизить мощность электродвигателя, влияя на стоимость системы, и позволяет работать в условиях ограниченного энергопотребления, например в космических аппаратах.

A study of energy costs in the mechanical vacuum pump. N.K.Nikulín, E.V.Svichkar, V.S.Klyucharov. One of the important parameters of vacuum pumps is the energy characteristic, which determines the change in engine power depending on the time of entering the mode, geometric and speed parameters. Changing these parameters in the design of the pump allows us to reduce the power of the electric motor, affecting the cost of the system, and allows us to work in conditions of limited energy consumption, for example in spacecraft.

Актуальность совершенствования существующих и создания новых средств откачки

Одна из наиболее актуальных задач развития и совершенствования вакуумных систем заключается в обеспечении безмасляности технологического процесса, что достигается использованием вакуумного оборудования соответствующего данному условию. В связи с чем постоянно совершенствуются существующие вакуумные насосы, которые являются одним из основных источников паров углеводородов способных загрязнить откачиваемые объемы. Например, подшипниковые узлы турбомолекулярных насосов (ТМН), в которых использовались подшипники качения, работающие с жидкой смазкой, заменены на подшипниковые узлы с керамическими подшипниками на консистентной вакуумной смазке, либо на газовые и магнитные опоры. Такое решение позволяет улучшать конструктивные параметры современных турбомолекулярных насосов. Параллельно с совершенствованием конструкций вакуумных насосов выполняется улучшение и расширение диапазонов откачных параметров насосов. Для этого в комбинированные турбомолекулярные вакуумные насосы устанавливаются дополнительные форвакуумные ступени, как правило, молекулярные, вихревые и молекулярно-вязкостные проточные части [1]. В результате в последних колесах турбомолекулярной проточной части снижена вероятность нарушения молекулярного режима течения газа, увеличен диапазон рабочих давлений всего насоса, увеличено давление газа в форвакуумной области, что позволяет снизить требования к форвакуумной системе откачки. Наиболее часто производителями комбинированных ТМН используются молекулярные проточные части, которые могут работать не только в молекулярном, но и молекулярно-вязкостном режимах течения газа.

Создание новых типов вакуумных насосов, к которым можно отнести молекулярно-вязкостные вакуумные насосы (МВВН) [4], состоящие из молекулярно-вязкостных проточных частей, и совершенствование комбинированных ТМН на базе молекулярно-вязкостных проточных частей, позволило увеличить быстроту действия не менее чем в два раза за счет наличия каналов на роторе и статоре, а также увеличить максимальное отношение давлений в молекулярно-вязкостном режиме. При использовании молекулярно-вязкостных проточных частей величина радиального зазора увеличена до $0,15 \cdot 10^{-3}$ м для ротора диаметром $60 \cdot 10^{-3}$ м [1] без изменения откачных характеристик проточной части насоса.

Таким образом, создание новых и совершенствование существующих средств откачки позволяют расширять диапазоны рабочих параметров насосов, обеспечивать безмасляность откачки, упрощать условия эксплуатации и требования, предъявляемые к производству

насосов. Вследствие доработки существующих конструкций насосов и создании новых насосов, необходимо разрабатывать новые методы расчета основных параметров насосов и получать экспериментальное подтверждение полученных данных.

Энергетические характеристики вакуумных насосов

Одним из важных параметров вакуумных насосов является его энергетическая характеристика [2, 3], определяющая изменение мощности двигателя вакуумного насоса в зависимости от времени выхода на режим, геометрических и скоростных параметров насоса. Изменение указанных параметров при проектировании вакуумного насоса позволяет понизить мощность электродвигателя и энергозатраты всей вакуумной системы, что позволит не только уменьшить стоимость системы, но и работать в условиях ограниченного энергопотребления, например в космических аппаратах.

Как показано в работе [2] работа МВВН в диапазоне давлений от 10 Па до 10^5 Па при окружной скорости на роторе 150 – 180 м/с приводит к чрезвычайно большим затратам мощности (рис 1). Для уменьшения потребляемой мощности необходимо перераспределять скорости движения ступеней, уменьшая ее по мере увеличения давления, что достигается применением ступеней с различными величинами диаметров. Основная нагрузка приходит на последние ступени при давлении 10^4 Па. Поэтому необходимо минимизировать окружную скорость движения поверхности ротора последней ступени с уменьшением ее диаметра, т.е. с уменьшением ее быстроты действия.

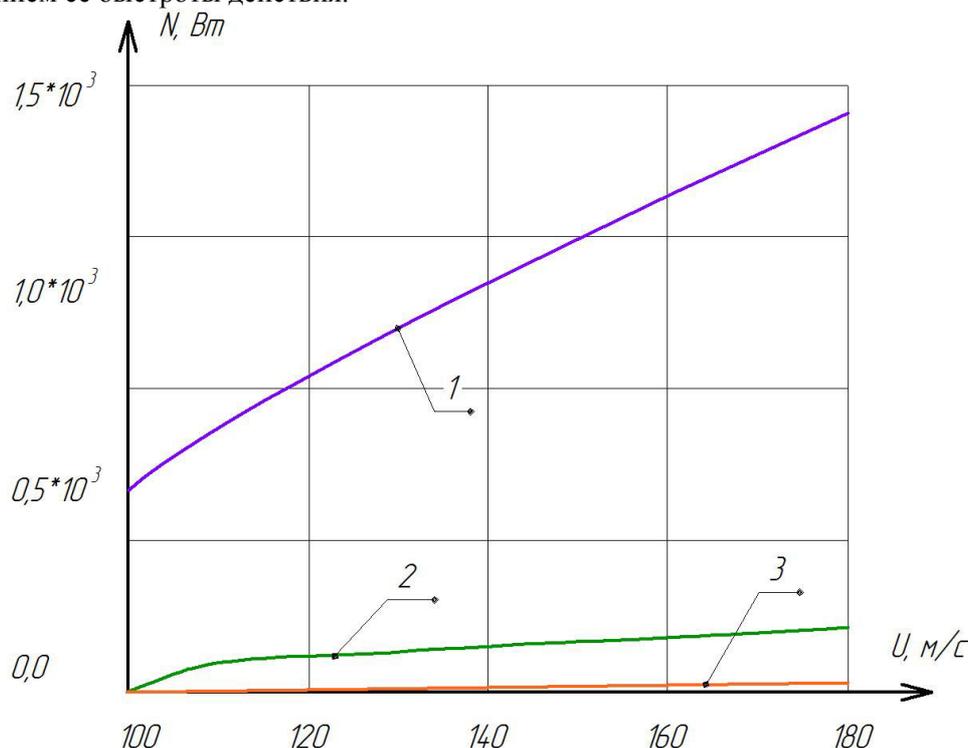


Рис. 1. Зависимость мощности потребляемой ступенью МВВН в зависимости от окружной скорости движения ротора.

1 – при давлении в ступени 10^5 Па; 2 – при давлении в ступени 10^4 Па;
3 – при давлении в ступени 10^3 Па.

К тому же согласно данным работы [4] на изменение потребляемой мощности влияет длина ступени. По данным рис. 2 можно сказать, что отношение давлений зависит от длины проточной части насоса и диаметра ротора, т.к. величина диаметра определяет окружную скорость ротора. В результате с увеличением длины проточной части возрастает мощность насоса, затрачиваемая на сжатие газа.

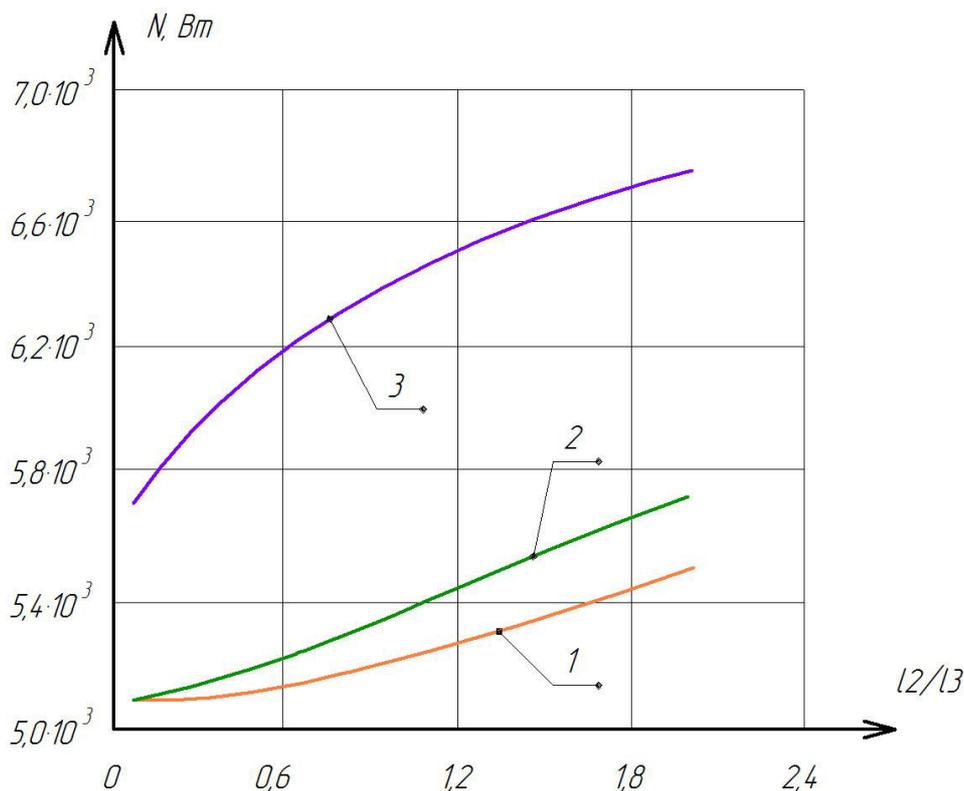


Рис. 2. График зависимостей потребляемой мощности МВВН от отношения l_2/l_3 при разных длинах первой ступени.
 $1 - l_1 = 50$ мм; $2 - l_1 = 100$ мм; $3 - l_1 = 200$ мм.

В работе [3] отмечается необходимость применения энергосберегающих технологий для повышения энергоэффективности вакуумных насосов в связи с ростом стоимости энергоносителей. Определение энергетических характеристик кулачково-зубчатых вакуумных насосов осуществляется теоретически по индикаторной диаграмме. Сведений об экспериментальном исследовании авторами не приводится.

Ведущие производители турбомолекулярных и диффузионных вакуумных насосов, которые, как и МВВН относятся к перекачивающим насосам, не публикуют полные данные по энергетическим характеристикам своих изделий. Цифровое значение мощности по каталогам может не включать максимальную выходную мощность, а на близкие по параметрам насосы одного производителя могут указываться одинаковые показатели выходной электрической мощности. При этом в рамках класса вакуумных насосов, мощности по каталогам различных производителей носят близкий характер. В связи с чем, можно говорить о сравнимости энергетических характеристик.

Основная цель данной работы состоит в теоретическом и экспериментальном исследовании энергетических характеристик молекулярно-вязкостных вакуумных насосов и определении возможности снижения требуемой для работы насоса мощности.

Описание экспериментального стенда для определения энергетических характеристик МВВН

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

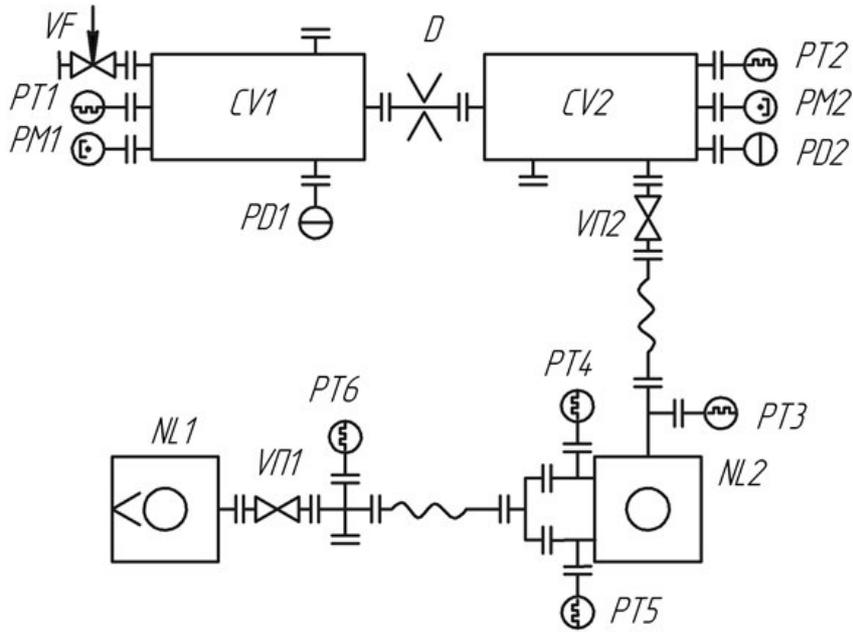


Рис. 3. Принципиальная схема экспериментального стенда.

Вакуумная установка состоит из напускной камеры CV1 и измерительной камеры CV2, изготовленных из нержавеющей стали с полированными внутренними поверхностями. Между ними установлена диафрагма D известной проводимости для определения быстроты действия МВВН.

В качестве локализованного источника напуска газа в камеру CV1 служит игольчатый напекатель VF, позволяющий регулировать газовые потоки. Равномерное распределение напускаемого потока по входному сечению обеспечивается кольцевой системой напуска, разработанной и исследованной на кафедре Э–5 «Вакуумная и компрессорная техника» МГТУ им. Н.Э. Баумана или сеточным сепаратором. Такая система осуществляет подачу газовых потоков одновременно в нескольких точках поперечного сечения вакуумной камеры, при этом потоки равномерно распределены по поперечному сечению и равны между собой. Напускаемые потоки измеряются регулятором расхода газа РРГ–12.

По своей природе асинхронный двигатель, используемый для привода насоса, является универсальным преобразователем, в котором происходит преобразование напряжения статора U_1 в напряжение ротора U_2 , частоты питания f_1 в частоту тока ротора f_2 , электрической мощности $N_{эл}$, потребляемой из сети, в механическую мощность $N_{мех}$, развиваемую двигателем [5].

Электрическая энергия, забираемая двигателем из сети, сначала преобразуется в энергию вращающегося магнитного поля, которое в основном сосредоточено в воздушном поле машины. Основная часть энергии магнитного поля преобразуется в механическую энергию на валу двигателя и идет на выполнение работы, остальная, существенно меньшая часть энергии, преобразуется в электрическую энергию передаваемую в обмотку ротора как во вторичную обмотку трансформатора, эта энергия идет на нагрев ротора. Она необходима для создания тока ротора, который участвует в формировании момента развиваемого двигателем. На рис. 4 изображена энергетическая диаграмма асинхронного двигателя.

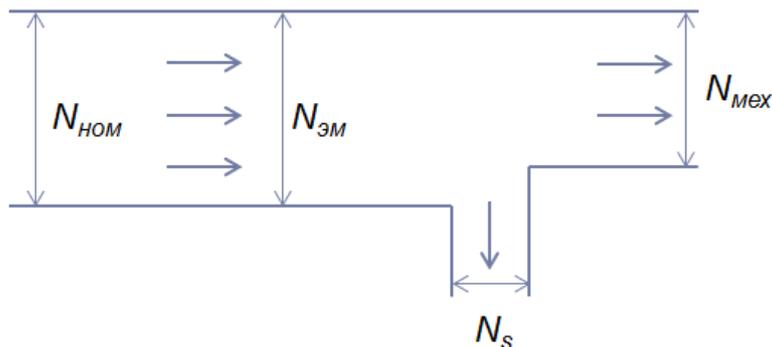


Рис. 4. Энергетическая диаграмма асинхронного двигателя.

При подключении обмотки статора асинхронного электродвигателя к сети трехфазного тока возникает вращающееся магнитное поле, угловая скорость которого ω_0 , называемая синхронной, находится по формуле

$$\omega_0 = \frac{2\pi \cdot f_1}{p_n}$$

где f_1 – частота переменного тока промышленной частоты, Гц;

p_n – число пар полюсов двигателя, которые определяются из паспортных данных.

Синхронную угловую скорость в научно-технической литературе также обозначают как ω_1 . Разность между ней и текущим значением угловой скорости ротора ω , отнесенная к скорости ω (ω_1), называется скольжением

$$S = \frac{\omega_0 - \omega}{\omega} = \frac{\omega_1 - \omega}{\omega_1}.$$

Для двигательного режима $S = 1 \dots 0$ мощность на валу двигателя составляет

$$N_{\text{мех}} = M \cdot \omega = N_{\text{эм}} \cdot (1 - S).$$

Мощность электромагнитного поля

$$N_{\text{эм}} = M \cdot \omega_0.$$

Электрическая мощность, передаваемая в ротор

$$N_S = M \cdot \omega_0 \cdot S,$$

а разность

$$N_{\text{эм}} - N_{\text{мех}} = N_{\text{эм}} \cdot S$$

дает тепловые потери в цепи ротора, которые пропорциональны скольжению. Максимальное значение КПД при этом составит

$$\eta = \frac{N_{\text{мех}}}{N_{\text{эм}}} = \frac{N_{\text{эм}} \cdot (1 - S)}{N_{\text{эм}}} = 1 - S.$$

Определение мощности молекулярно-вязкостного вакуумного насоса

Так как величина максимального отношения давлений зависит от окружной скорости ротора, рабочая частота вращения ротора МВВН определяется требуемыми откачными параметрами насоса. При диаметре ротора $58 \cdot 10^{-3}$ м максимальное отношение давлений для исследуемого насоса обеспечивается при окружной скорости ротора от 80 м/с (частота вращения ротора 26340 об/мин) до 274 м/с (частота вращения ротора 90000 об/мин).

Так как колеса насоса работают в газовой среде (особенно при пуске насоса), необходимо увеличить его мощность на 10 - 15% для увеличения момента трогания и сокращения времени выхода ротора на рабочее число оборотов. В результате расчетная механическая мощность молекулярно-вязкостного вакуумного насоса определяется зависимостью

$$N = 1,1(N_{сж} + N_{г.тр} + N_n + N_{ин} + N_{в.о.}),$$

где $N_{сж}$ – мощность, затрачиваемая на сжатие газа в проточной части насоса, Вт;
 $N_{г.тр}$ – мощность, затрачиваемая на газодинамическое трение, Вт;
 N_n – мощность, затрачиваемая на преодоление трения в подшипниковом узле, Вт;
 $N_{ин}$ – мощность, затрачиваемая на преодоление сил инерции, Вт;
 $N_{в.о.}$ – мощность, необходимая для питания вспомогательного оборудования, Вт.

Мощность $N_{сж}$, затрачиваемая на сжатие газа в проточной части насоса, определяется зависимостью

$$N_{сж} = L_{из} \cdot G = 2,3 S_n p_{вс} \lg \left(\frac{p_n}{p_{вс}} \right)$$

где G – массовый расход газа, кг/с;
 $L_{из}$ – изотермическая работа, Дж/кг;
 S_n – быстрота действия насоса, м³/с;
 $p_{вс}$ – минимальное рабочее давление всасывания, Па;
 R – газовая постоянная, Дж/(кг·К);
 T – температура газа, К;
 p_n – давление нагнетания газа, Па.

При нагнетании газа в атмосферу мощность $N_{сж}$ увеличивается по отношению к мощности ТМН, давление нагнетания которого соответствует 1Па. Так как МВВН работает в основном в диапазоне давлений от 1 Па до 10⁵Па, необходимо учитывать увеличение мощности $N_{сж}$ и $N_{г.тр}$ за счет увеличения концентрации газа (сплошная среда) и влияния трения газа о поверхности каналов проточной части насоса.

В зависимости от типа подшипникового узла мощность [6], затрачиваемая на преодоление трения в нем, составляет от 50 до 150 Вт. Мощность, затрачиваемая на преодоление трения в подшипниковом узле, определяется зависимостью

$$N_n = \frac{10^{-7} M \cdot n}{9550},$$

где M – момент трения в подшипнике, определяемый при высокой частоте вращения по следующей зависимости

$$M = 10^{-7} (\nu \cdot n)^{\frac{2}{3}} \cdot f_o \cdot D_{ср.п}^3,$$

ν – кинематическая вязкость смазочного материала подшипника, мм²/с;

f_o – коэффициент, зависящий от типа подшипника и условий смазки;

$D_{ср.п}$ – средний диаметр подшипника, м.

Мощность, затрачиваемая на преодоление сил инерции, определяется зависимостью

$$N_{ин} = \frac{\pi \cdot I \cdot n^2}{1800 \cdot t \cdot \eta_{мех}},$$

где I – момент инерции ротора относительно оси вращения, кг·м²;

n – частота вращения ротора, об/мин;

t – время разгона ротора до рабочих числе оборотов, с;

$\eta_{мех}$ – механический КПД.

Регулирование частоты вращения в асинхронном электродвигателе может осуществляться путем варьирования большего числа параметров (рис. 5).



Рис. 5. Способы регулирования скорости асинхронного двигателя.

Так как в качестве электропривода МВВН используется асинхронный высокочастотный электродвигатель с короткозамкнутым ротором, схема подключения электродвигателя к насосу осуществляется через муфту. При этом регулирование параметров двигателя выполняется преобразователем частоты (рис. 6). Для экспериментального определения механической мощности в исследуемом диапазоне частот вращения невозможно установить между насосом и двигателем дополнительные устройства (такие как, торсионный вал), поэтому производится замер электрической мощности вместо механической мощности.

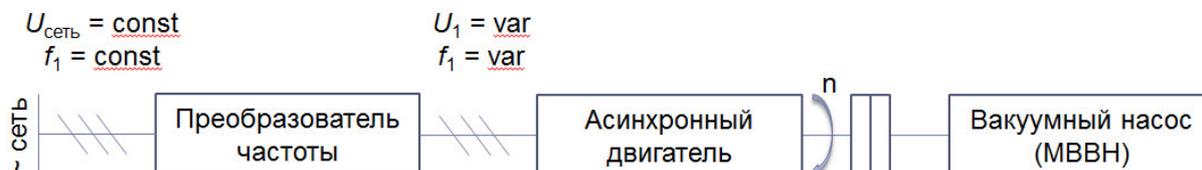


Рис. 6. Схема подключения электродвигателя к МВВН.

Заключение

По проведенному исследованию определены основные факторы, влияющие на величину мощности насоса и составляющие суммарной мощности.

Установлено, что:

- часть расходуемой мощности (потребляемой на трение в подшипниковом узле, инерционный разгон вращающихся масс и питание вспомогательного оборудования) определяется конструкцией насоса и практически не изменяется в широком диапазоне давлений.
- мощность, затрачиваемая на газодинамическое трение и сжатие газа, в проточной части МВВН для молекулярного режима не значительна, однако в молекулярно-вязкостном и вязкостном режимах течения газа существенно возрастает.

Так как МВВН является новым типом вакуумных насосов, необходимо провести экспериментальное исследование энергетических характеристик насоса на разных режимах работы и в широком диапазоне давлений.

Основным направлением работы по снижению энергетических затрат привода МВВН является определение зависимости изменения мощности, требуемой для сжатия газа в молекулярно-вязкостном и вязкостном режимах течения газа, за счет:

1. перераспределения нагрузки в ступенях многоступенчатых МВВН;
2. изменения длин проточных частей;
3. изменения скоростей вращения роторов насоса.

Литература

1. Демихов К.Е., Никулин Н.К. Расчет комбинированных турбомолекулярных высоковакуумных насосов. *Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Сер. Машиностроение*, 2001, №3, с. 23-28.
2. Демихов К.Е., Никулин Н.К. Энергетические характеристики молекулярновязкостного вакуумного насоса. *Конверсия в машиностроении*, 2002, № 1, с. 18 – 20.
3. Бурмистров А.В., Райков А.А., Саликеев С.И. Энергетические характеристики безмасляного кулачково-зубчатого вакуумного насоса. *Вестник Казанского технологического университета*, 2012, № 8 (15), с. 257-258.
4. Антипов И.А., Никулин Н.К. Исследование энергетических характеристик многоступенчатого молекулярно-вязкостного вакуумного насоса. *Сборник трудов I Всероссийской студенческой научно-практической конференции «Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты»*. М.: МГТУ, 2008, с. 182 – 186.
5. Романов А.В. *Электрический привод: Курс лекций*. Воронеж: Воронеж. гос. техн. ун-т, 2006, 143 с.
6. Демихов К.Е., Панфилов Ю.В. и др. *Вакуумная техника: Справочник*. Демихов К.Е., Панфилов Ю.В. ред. М.: Машиностроение, 2009, 590с.
7. Официальный сайт компании АО «Atlas Copco» URL:<https://www.atlascopco.com> (дата обращения: 15.04.2018).

Модульная вакуумно-термическая установка для пиролитического разложения этанола

С.П.Бычков, Е.А. Зикий, О.В. Огнев, Ю.В. Панфилов, *Ю.М. Саранулов, *М.С. Сиротский
Москва, ФГБОУВО МГТУ им Н.Э. Баумана, ул.2-я Бауманская, д.5, bychkov@bmstu.ru
**** Брянск, АО НПО «Спецэлектромеханика», ул. Карачижская, д. 79, sem-bf@semgroup.ru***

Рассмотрены возможности применения модульной вакуумно-термической установки для проведения процессов пиролитического разложения газов. Проведены расчет температур поверхностей рабочей камеры на основе разработанной математической модели. Установка является совместной разработкой кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика» (г. Брянск).

Modular vacuum-thermal unit for pyrolytic decomposition of ethanol. S.P.Bychkov, E.A.Zickiy, O.V.Ognev, Y.V.Panfilov, Y.M.Sarapulov, M.S.Sirotskiy. The possibilities of using a modular vacuum-thermal unit for pyrolytic decomposition of gases are considered. The working chamber surface temperature is calculated on the basis of the developed mathematical model. This unit is a joint work of the department МТ-11 "Electronic technologies in mechanical engineering" (BMSTU, Moscow) and NPO "Spetsselektromekhanika" (Bryansk).

В результате сотрудничества кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика» (г.Брянск) была спроектирована и изготовлена лабораторная модульная вакуумно-термическая установка (МВТУ) для реализации технологических процессов в вакууме в условиях локального распределения температур в рабочей камере, позволяющая получать достаточно высокую температуру на обрабатываемой подложке при холодных стенках камеры. Это делает

возможной реализацию на ней достаточно широкой гаммы физико-химических процессов, используемых в электронных технологиях [1].

Например, при синтезе углеродных нанотрубок (УНТ) всё большую популярность набирают пиролитические методы, так как они применимы для массового получения УНТ, не требуют столь высоких температур, как при возгонке графита, могут применяться для выращивания УНТ на значительных площадях, ими легче управлять. Выход УНТ в пиролитических методах может достигать 90 – 95%.

Наиболее простой и распространённый пиролитический метод – пиролиз с порошкообразным катализатором [2]. Самая распространённая установка для реализации данного метода представляет собой обогреваемую кварцевую горизонтальную камеру, в которой расположена подложка с навеской катализатора (рис. 1).

После разогрева подложки до требуемой температуры в камеру напускается углеродсодержащий газ, например, этанол. Обычно рабочее парциальное давление паров спирта находится в пределах от 0,7 до 1,4 кПа, а необходимая рабочая температура подложки может варьироваться от 400 до 850°С [3].

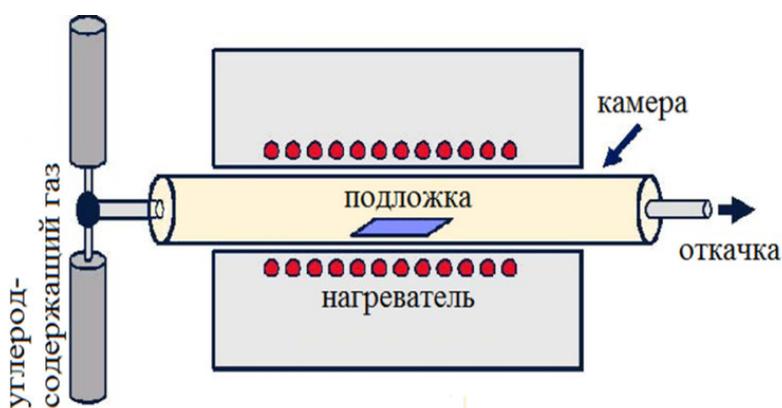


Рис.1. Общая схема пиролиза с термическим активированием.

В случае пиролиза на подложке в качестве катализатора выступает либо тонкая плёнка активного металла (соединения) толщиной от нескольких долей нанометра до нескольких нанометров, либо островковая плёнка активного соединения. Замечена зависимость диаметра получаемых УНТ от толщины плёнки катализатора. Обычно с ростом толщины плёнки увеличивается и диаметр формирующихся на ней УНТ. Замечено, что нанесение буферного слоя (Al_2O_3 , TiO_2 , $TiNi$ др.) между подложкой и слоем катализатора обычно позитивно влияет на качество получаемых УНТ. Также на качество получаемых УНТ влияет шероховатость подложки. После завершения процесса содержимое лодочки промывается в специальных растворах для очистки от остатков катализатора [4].

МВТУ – модульная вакуумная термическая установка, схема которой представлена на рис.2.

Синтез УНТ здесь осуществляется каталитическим пиролизом на гладкой подложке с катализатором на носителе посредством термического активирования в камере с холодными стенками. Предполагается использование керамических, полупроводниковых и стеклянных подложек. В качестве катализатора предполагается использовать островковые плёнки никеля, полученные методом резистивного испарения или магнетронного распыления.

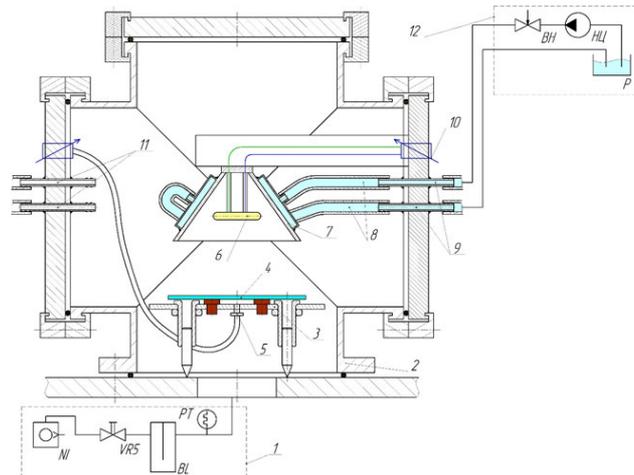


Рис. 2. Схема модульной вакуумной термической установки:

- 1- откачная система; 2 - вакуумная камера; 3 - подложкодержатель;
4 - подложка; 5 - терморпара; 6 - галогенная лампа; 7- водоохлаждаемый рефлектор;
8 - шланги для водяного охлаждения; 9 - водяные патрубки;
10 - токоввод; 11 - газовые патрубки; 12- система циркуляции воды.

Внешний вид установки представлен на рис. 3.

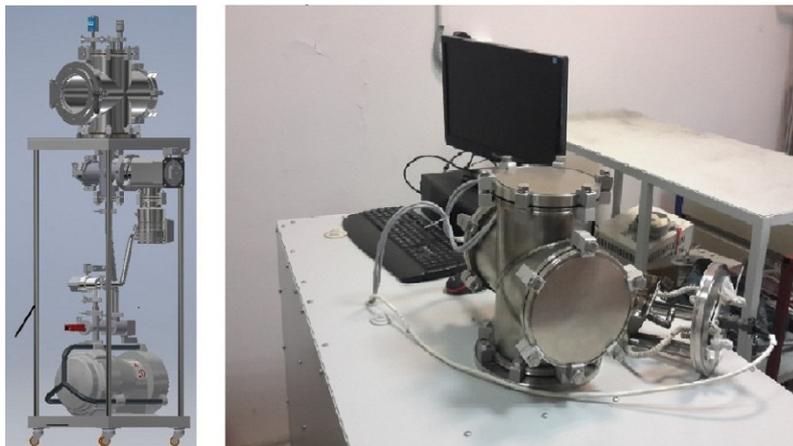


Рис. 3. Модульная вакуумно-термическая установка.

Для оценки возможной температуры подложки, обеспечиваемой нагревательным элементом в виде ГЛН типа КГМ-36-500 в вакууме, был выполнен тепловой расчёт. Задача расчёта – определение максимальной температуры нагрева изделия при заданной мощности нагревателя при известных геометрических и теплофизических параметрах рассматриваемой системы тел. Базовая расчетная схема - система 5-ти поверхностей - представлена на рис.4.

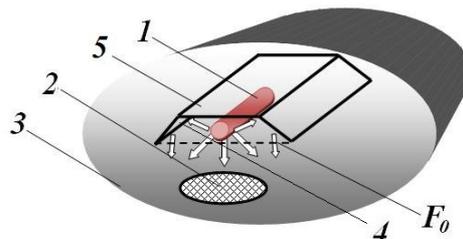


Рис. 4. Расчетная схема системы 5-ти поверхностей:

- 1 – нагреватель, 2 – изделие, 3 – поверхность рабочей камеры, 4 – рабочая поверхность рефлектора, 5 – обратная поверхность рефлектора, F_0 – вспомогательная поверхность.

При эффективном охлаждении рабочей камеры и рефлектора при диффузном отражении взаимодействующих поверхностей значение максимальной температуры нагрева изделия T_2 [K]

$$T_2 = \sqrt[4]{\frac{E_{02}}{\sigma_0}}$$

где $\sigma_0 = 5,67 \cdot 10^{-8} [\frac{Вт}{м^2 K^4}]$ – постоянная Стефана – Больцмана,

$$E_{02} = A^* \frac{p_n}{F_2} + E_{охл} [Вт/м^2]$$

где p_n - мощность нагревателя [Вт], F_2 – площадь поверхности подложки [м²]. Значения остальных величин рассчитываются по следующим формулам:

$$A^* = \frac{1 - \varphi_{14} + (\varphi_{42} + \varphi_{43})R_4 + \frac{A_{12}^D}{A_{11}^D} (\varphi_{12} + \varphi_{42}R_4)}{\varphi_{24} + \frac{A_{12}^D}{A_{11}^D}}$$

$$A_{11}^D = \varphi_{32}R_3 - \varphi_{42}R_4 \left(1 + \frac{\varphi_{35}R_3}{1 + R_5}\right)$$

$$A_{12}^D = \left(1 + \frac{\varphi_{35}R_3}{1 + R_5}\right) (1 + (\varphi_{42} + \varphi_{43})R_4) + \varphi_{34}R_3$$

$$E_{охл} = \sigma_0 T_{охл}^4 = 5,67 \cdot 10^{-8} \cdot 280^4 = 348,5 [\frac{Вт}{м^2}]$$

Коэффициенты A^*, A_{11}^D, A_{12}^D зависят от значений соответствующих угловых коэффициентов (φ_{ij}) и относительных рефлективностей ($R_i = (1 - \varepsilon_i)/\varepsilon_i$) поверхностей в рассматриваемой системе тел (ε_i – коэффициент излучения i -ой поверхности), при этом максимальная температура нагреваемой поверхности не зависит от ее коэффициента излучения ε_2 .

Расчетные зависимости температуры на поверхности подложки от расстояния между подложкой и рефлектором для заданной конструкции рабочей камеры при нагреве в атмосфере и в вакууме представлены на рис. 5.



Рис. 1. Изменение температуры на поверхности подложки в зависимости от расстояния между подложкой и рефлектором.

Расчеты показывают, что водоохлаждаемый нагревательный модуль с нагревательным элементом типа ГЛН мощностью 500Вт позволяет получить на подложке при нагреве в вакууме температуру от 250 до 900°C, достаточную для реализации заявленного процесса. Требуемая температура обеспечивается изменением расстояния между подложкой и

рефлектором. Это расстояние определяется расчетом, при этом точная регулировка при необходимости может быть осуществлена незначительным изменением питающего напряжения на нагревателе.

Литература

1. С.П.Бычков, Л.Л.Колесник, Ю.В.Панфилов, Ю.М. Сарапулов, М.С. Сиротский. Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика - XIII Международная научно-техническая конференция "Вакуумная техника, материалы и технология» - Москва, 2018
2. Раков, Э.Г. Получение тонких углеродных нанотрубок каталитическим пиролизом на носителе /Э.Г.Раков//Успехи химии. 2007. – Т.76, №1. – С.3-26.
3. Исмагилов Р.Р. Получение и свойства углеродных тубулярных наноструктур: дис. к-татехн. наук/ Р.Р. Исмагилов. – Москва, 2011. – 121с.
4. Карнаухов, А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов/ А.П. Карнаухов. — Новосибирск: Наука. 1999. — 470 с.

Металло-керамическая рентгеновская трубка нового поколения

Е.Д. Суманова, М.В. Гарькуша, Е.П. Шешин

*г. Долгопрудный. ФГАОУВО «Московский физико-технический институт (НИУ)»
mizori133@mail.ru, m.v.garkusha@gmail.com, sheshin.ep@mipt.ru*

Предложен прототип металлокерамической рентгеновской трубки нового образца с автоэмиссионным катодом на основе остеклованного пучка углеродных волокон. Изготовлен образец данной рентгеновской трубки с наиболее оптимальными параметрами конструкции.

Metal-ceramic X-ray tube. E.D.Sumanova, M.V.Garkusha, E.P.Sheshin. A design is proposed for an X-Ray tube with glassed polyacrylonitrile fiber field emission cathode. The prototype X-Ray tube is manufactured and presented with the most optimal design parameters.

Введение

В настоящий момент времени использование рентгеновской аппаратуры приобрело широкий спектр. Рентгеновское излучение нашло свое применение в различных областях науки, медицины и иных областей. За счет высокой проникающей способности рентгеновского излучения, появилась возможность получать информацию о внутреннем строении веществ на микроуровне с помощью острофокусных рентгеновских трубок. Они используются для структурного анализа, микродефектоскопии, кристаллографических исследований, медицинской диагностики и т.п. На качество получаемого изображения сильно влияют многие параметры рентгеновской трубки[1]. В связи с этим в сфере острофокусной рентгеновской трубки наблюдается тенденция разработки конструкций, каждая из которых должна максимально подходить под заданные цели исследований и их требования.

Наиболее распространенный тип острофокусных рентгеновских трубок, приобретших популярность – приборы с анодом прострельного типа, на мишень которого попадают электроны, создавая наименьшее фокусное пятно при наибольшей возможной мощности(мощности, которая позволяет трубке эффективно работать не разрушая слой мишени).[2] Также существует необходимость в создании компактных трубок с отсутствующей системой охлаждения на основе данных характеристик. Это достигается заменой термоэмиссионных катодов на автоэмиссионные катоды, например, из полиакрилонитрильных (ПАН) углеродных волокон[3].

Конструкция электронной пушки

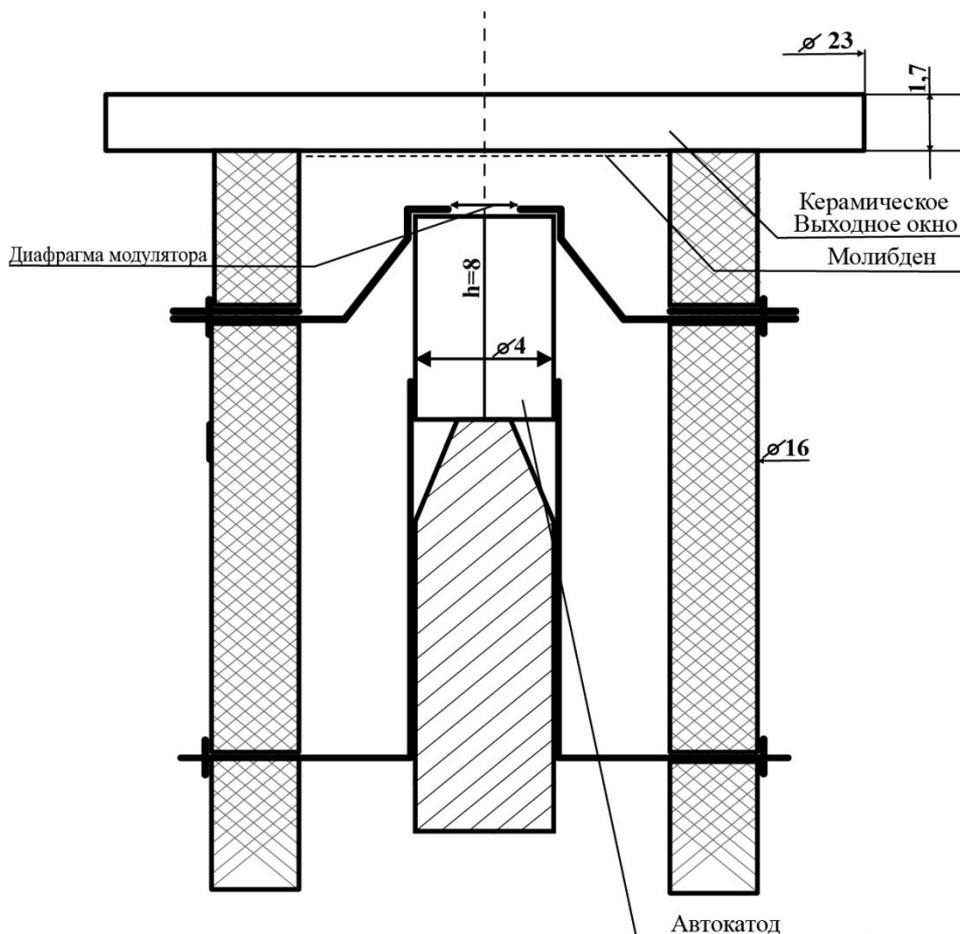
Выбирая подходящую конструкцию катодно-модуляторного узла (КМУ), было решено основываться на необходимой простоте и технологичности изготовления устройства, а также его компактности (менее 50 мм).

При проектировании электронной пушки было достигнуто практически полное отсутствие перехвата автоэмиссионного тока на управляющем модуляторе, а автоэмиссионные электроны практически лишены возможности попадания на вертикальные стенки керамической оболочки трубки. Также чтобы избежать подобного попадания электронов на стенки вблизи анода, было решено напылить дополнительный обод из алюминия [4].

Для создания высокоэффективной рентгеновской трубки необходимо, чтобы при небольших направляющих напряжениях электронная пушка давала высокий автоэмиссионный ток.

Внутри электронной пушки был использован один автоэмиссионный катод. Было учтено, что при появлении искрового разряда, острое эмиттера разрушается. Исходя из этого, в качестве материала для автоэмиссионного катода, использовались остеклованные полиакрилонитрильные углеродные волокна. Полиакрилонитрильное (ПАН) углеродное волокно имеет высокую устойчивость к процессам деградации эмиттирующей поверхности, а значит, длительный срок службы. Этот материал технологичен и удобен в обработке, что расширяет область его применения в качестве автоэмиссионного катода. Мишень на прострельном аноде сделана из молибдена, напылённого тонким (≤ 1 мкм) слоем.

Мощность данной электронной пушки составляет $\sim 1-5$ Вт.



Размеры указаны в мм.

Рис. 1. Схема электронной пушки с размерами в мм.

Рентгеновская трубка с автоэмиссионным катодом

Разработанная на первом этапе электронная пушка на основе полиакрилонитрильных углеродных волокон была применена при создании рабочего прототипа рентгеновской трубки.

Нижняя часть экспериментальной рентгеновской трубки присоединена к компактному магниторазрядному насосу, который должен создавать и поддерживать вакуум нужного уровня при эксплуатации трубки. Верхняя часть выполнена из металла и керамики. Внешний вид рабочего прототипа предоставлен на рис.2.



Рис.2. Вид рабочего прототипа рентгеновской трубки с автокатодом.

Заключение

Разработана эффективная, компактная конструкция металлокерамической рентгеновской трубки открытого типа с автоэмиссионным катодом на основе полиакрилонитрильных углеродных волокон. Преимущество данной трубки заключается в возможности работы в большом диапазоне температур окружающей среды благодаря отсутствию греющихся частей (наличие автоэмиссионного катода). Данная разработка может использоваться в широком спектре задач по исследованию структур и их диагностик. В дальнейшем от внешнего насоса можно отказаться.

Литература

1. Бугаев А.С., Ерошкин П.А., Романько В.А., Шешин Е.П. Маломощные рентгеновские трубки(современное состояние) // Успехи физических наук. 2013.№7. С. 727-740.
2. Ерошкин П.А., Шешин Е.П. Электронная пушка с автоэмиссионным катодом для вакуумных приборов // Нано- и микросистемная техника.2014.№1.С. 43-44.
3. З. Я. Лвин, Е. П. Шешин, Н. Ч. Чжо, Л. Н. Вин, М. М. Мье Углеродные материалы для автоэмиссионных приборов на их основе // Труды МФТИ.2018. Т.10.№2(38). С. 31-46
4. Ерошкин П.А., Шешин Е.П. Электронная пушка для рентгеновской трубки с автоэмиссионным катодом // Труды МФТИ.2014. Т.6.№1(21). С. 46-53.

Моделирование нестационарных течений многокомпонентного газа в газоразделительных устройствах с движущимися элементами

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 изучаются нестационарные течения смеси газов в переходном режиме в области с подвижной границей. Интерес к данной задаче вызван поиском новых принципов газоразделения, которые можно реализовать на практике в виде микроэлектромеханической системы (MEMS). Для решения поставленной задачи использовался метод событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD), обобщенный авторами на случай, когда расчетная область имеет подвижные границы (моделирующие подвижные элементы устройства). Предложен и исследован новый принцип работы разделительного устройства, коэффициент разделения которого существенно выше, чем у диффузионного метода.

Simulation of non-stationary multicomponent gas flows in separation devices with moving elements. A.N. Yakunchikov, V.V. Kosyanchuk. *The paper studies non-stationary gas flow in a transitional regime in a region with a moving boundary. It is of interest due to the search for new principles of gas separation, which can be realized in practice as a micro-electromechanical system (MEMS). To solve the problem, we used the method of event-based molecular dynamic simulation (EDMD), which was generalized by the authors for the case when the computational domain has moving boundaries (simulating moving elements of the device). A new principle of operation of the separation device was proposed and investigated, its separation coefficient is significantly higher than that of the diffusion method.*

Физические методы разделения смеси газов на компоненты основаны на отличии молекулярных масс различных компонент. Самый простой способ состоит в пропускании смеси газов через мембрану, в каналах которой течение происходит в свободномолекулярном или переходном режиме. При этом условия газ с меньшей молекулярной массой движется в среднем быстрее через канал мембраны, чем газ с большей молекулярной массой. В результате на выходе из мембраны получается смесь, обогащенная легким компонентом. В настоящей работе исследуется возможность увеличения коэффициента разделения в таких системах за счет нестационарности течения. Предпосылкой к этому послужило следующее рассуждение. Рассмотрим канал, в котором в начальный момент газ отсутствует. На одном из торцов канала открывается задвижка и начинается истечение смеси газов из некоторого резервуара в рассматриваемый канал. Пусть режим течения в канале переходный или свободномолекулярный. Так как легкий газ движется в данных условиях в среднем быстрее, чем тяжелый, то в некоторый момент времени на определенном удалении от входного сечения канала будет находиться преимущественно легкий газ (т.к. тяжелый еще не успел преодолеть данное расстояние). Представим, что есть техническая возможность быстро перекрыть канал в этом месте, и часть смеси, которая успела преодолеть данное расстояние, направить в продуктовый резервуар, а ту часть, что не успела – вернуть в резервуар с исходной смесью. Тогда в данной идеализированной ситуации в продуктивном резервуаре окажется смесь, которая будет существенно более обогащена легким компонентом, чем та смесь, которая получается при стационарном истечении.

Для проверки приведенных выше рассуждений была поставлена задача, схема которой представлена на рис. 1. Система состоит из неподвижной части (статора) и пластины (ротора или бегунка), которая движется над статором с постоянной скоростью. Слева от статора находится резервуар с исходной смесью, справа – продуктивный резервуар, который откачан. В подвижной пластине сделано углубление высоты h (рис. 1). Сначала подвижная пластина

полностью закрывает резервуар с исходной смесью. Далее, когда в процессе движения пластины углубление оказывается над статором, резервуары становятся сообщающимися. Смесь может перетекать до тех пор, пока левая граница углубления не достигнет статора. При этом газ, не успевший попасть в продуктовый резервуар, будет оттеснен обратно в исходный резервуар.

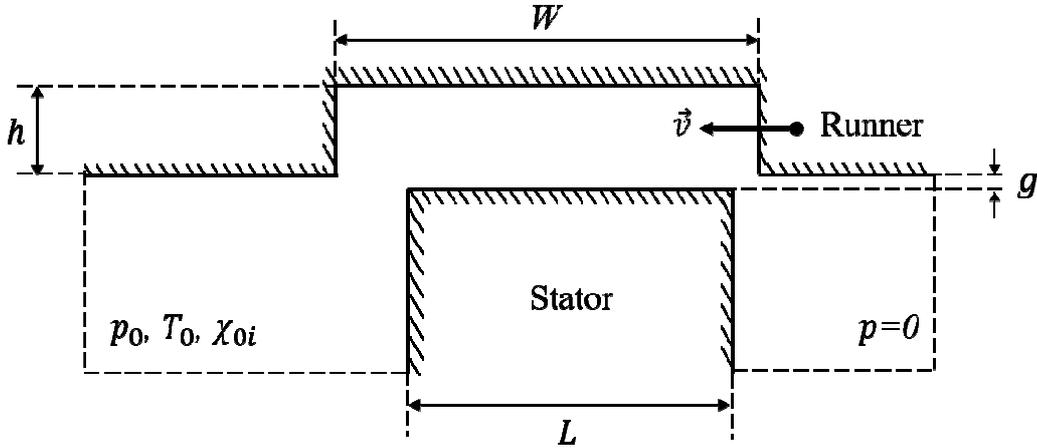


Рис.1. Геометрия изучаемой системы.

В качестве начального условия для описанной задачи использовалось решение вспомогательной стационарной задачи, схема которой изображена на рис. 2. И в основной, и во вспомогательной задаче резервуары слева и справа от статора моделируются областями конечных размеров. На открытых границах левого резервуара (изображены пунктиром на рисунках) ставились условия равновесия, соответствующие давлению, температуре и составу исходной смеси. На открытых границах правого резервуара ставилось нулевое давление.

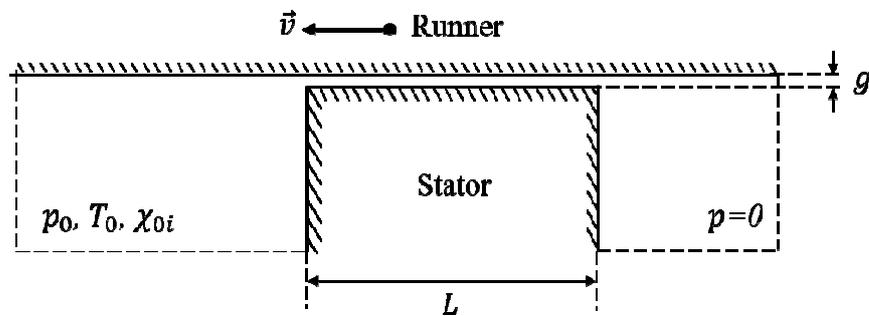


Рис. 2. Схема вспомогательной задачи, решение которой использовалось в качестве начального условия для основного расчета.

Задача исследовалась на примере смеси неона (Ne) и аргона (Ar), молярная концентрация которых в исходной смеси была $\chi_{0i} = 0.5$, $i = 1,2$. Температура исходной смеси $T_1 = 300K$, число Кнудсена $Kn = \lambda/h = 1$. Геометрия и скорость движения верхней пластины варьировались: $L/h = 1, 2, 4$, $v\beta_1 = 0.01 - 0.2$, где $\beta_1 = \sqrt{m_1/2kT_w}$, m_1 – масса молекулы легкого компонента (Ne). Влияние зазора g между статором и подвижной пластиной (см. рис. 1) пока не исследовалось, расчеты проведены для идеализированной геометрии $g = 0$.

Расчеты проводились с помощью подхода событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD) [1]. 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. Рассматриваемая в настоящей работе задача имеет важную особенность – подвижные твердые поверхности. Это потребовало обобщения

разработанного авторами метода EDMD на случай движущейся границы. Расчеты каждой конфигурации проводились с помощью 10^7 моделирующих частиц и распараллеливались по одной задаче на ядро процессора.

На рис. 3 представлены характерные распределения числовой плотности в различные моменты времени для геометрии $L/h = 2$ и скорости $v\beta_1 = 0.04$. Для анализа состава смеси, успевшей перетечь в правый резервуар, на входе в него была выставлена контрольная поверхность, потоки через которую суммировались. Результаты по всем рассчитанным конфигурациям представлены на рис. 4. Видно, что за счет нестационарности, можно существенно повысить молярную концентрацию легкого компонента по сравнению со стандартным диффузионным методом. Погрешности в определении состава для больших L/h и больших скоростей $v\beta_1$ (левая часть кривой $L/h = 4$) возникли из-за критически малого количества газа, успевающего протечь, через систему.

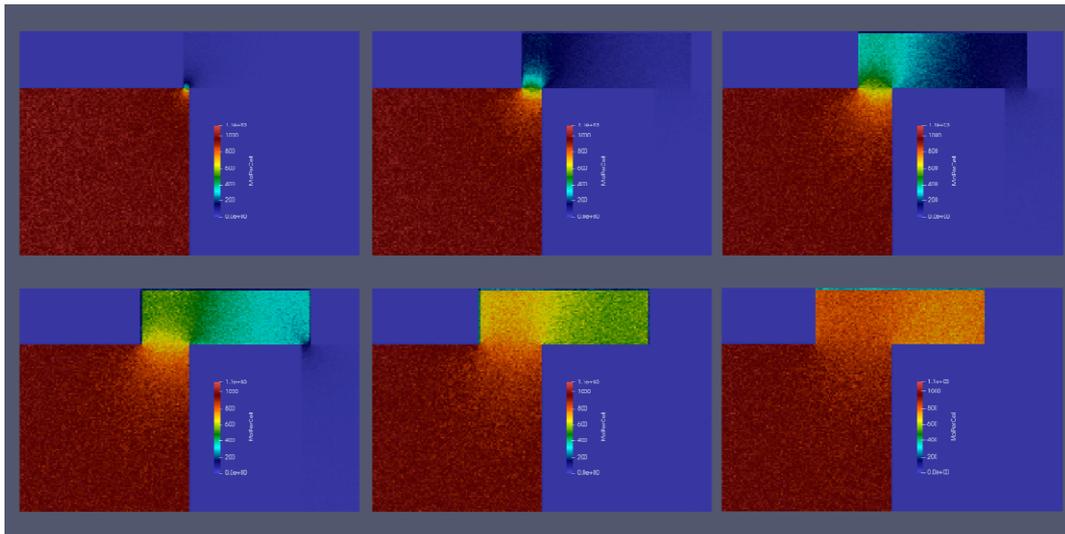


Рис. 3. Распределение числовой плотности в моменты времени $t_j = (0.1 + 0.25j)L/v$, $j = 0, 1, \dots, 5$ (слева направо, сверху вниз).

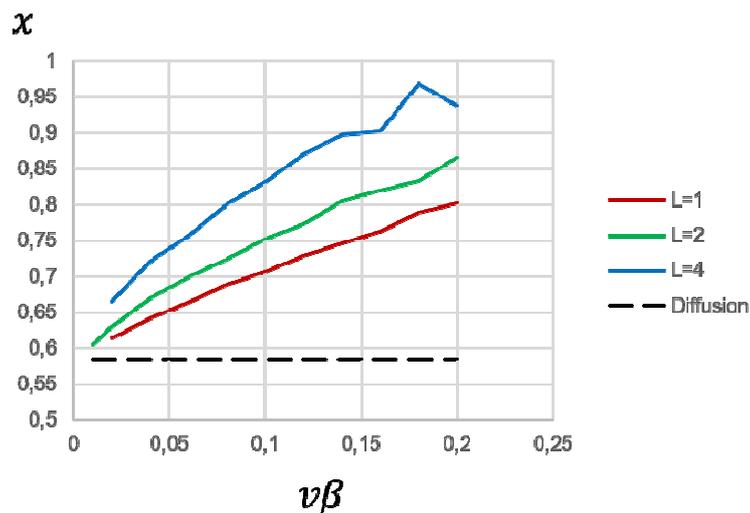


Рис. 4. Молярная концентрация в продуктовом резервуаре в зависимости от скорости подвижной пластины для различных геометрий $L/h = 1, 2, 4$. Пунктиром нанесен максимальная концентрация легкого компонента, достижимая диффузионным методом для данной смеси.

Необходимо отметить известный факт, что эффект разделения смеси возникает и в турбомолекулярном насосе (тяжелые газы откачиваются заметно лучше, чем легкие). С точки

зрения авторов, данный механизм достаточно близок к тому эффекту, который изучается в настоящей работе, но значительным отличием является скорость ротора. Как видно из рис. 4, эффект разделения в предложенном устройстве удается получить уже при скоростях пластины в несколько сотых от характерной тепловой скорости молекул. Такие скорости значительно легче достичь в микротехнике (по сравнению со скоростями, характерными для лопаток турбомолекулярных насосов).

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования сверхвысокопроизводительными вычислительными ресурсами МГУ имени М.В. Ломоносова [2] и вычислительных ресурсов МСЦ РАН. Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 17-71-10227).

Литература

1. A. Yakunchikov, V. Kosyanchuk, Application of event-driven molecular dynamics approach to rarefied gas dynamics problems, *Comput. Fluids*. 170 (2018) 121–127. doi:10.1016/j.compfluid.2018.05.002.
2. V. Sadovnichy, A. Tikhonravov, V. Voevodin, V. Opanasenko, “Lomonosov”: Supercomputing at Moscow State University, *Contemp. High Perform. Comput. From Petascale Towar. Exascale*. (2013) 283–307. doi:doi:10.1201/b14677-14.

Зависимость параметров импульсного блока питания от коэффициента заполнения импульсного сигнала и частоты импульсов

*И.В. Михайлова, М.Ю. Акишин, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
E-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru*

В статье рассмотрены параметры импульсного блока питания, такие как скорость осаждения материала, средний ток, напряжение разряда, пиковый ток и мощность, в зависимости от коэффициента заполнения импульсного сигнала и частоты импульсов при импульсном магнетронном распылении.

Dependence of parameters of the pulsed power supply unit on the duty ratio of the pulse signal and the pulse frequency. I.V. Mihaylova, M.U. Akishin, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. Parameters of the pulsed power supply unit are reviewed: the deposition rate of the material, the average current, the discharge voltage, the peak current, the peak power according of the duty ratio of the pulse signal and the pulse frequency by pulsed magnetron sputtering.

Введение

Импульсные режимы магнетронного распыления применяются в технологии нанесения тонких пленок. Они имеют преимущества перед обработкой на постоянном токе. При импульсных режимах питания магнетронов снижается тепловая нагрузка на подложку и мишень. Это происходит вследствие увеличения скважности импульсов или нанесения многокомпонентного покрытия путём поочередного короткоимпульсного распыления нескольких мишеней для получения практически однородного состава покрытия. Импульс характеризуется коэффициентом заполнения импульсного сигнала и частотой.

Свойства покрытий зависят от скорости осаждения. В случае SSPD скорость влияет на разупорядоченность плёнки [1]. При импульсном магнетронном распылении можно увеличить скорость распыления без перегрева мишени или подложки, сохраняя постоянной среднюю мощность разряда, путем изменения значений коэффициента заполнения импульсного сигнала(D) и частоты импульсов(f) [2].

Пиковый ток влияет на ионизацию и структуру тонкой пленки. Следовательно, увеличение пикового тока повышает плотность покрытия, что, в свою очередь, влияет на свойства тонкой плёнки[3].

Для достижения необходимых свойств покрытий необходимо знать зависимости между входными и выходными параметрами.

Целью работы является установление зависимостей между скоростью осаждения материала, среднего тока, среднего напряжения, пикового тока, пиковой мощности и коэффициента заполнения импульсного сигнала и частоты импульсов для импульсного блока питания.

Эксперимент

Установка ВУП-11М [4] кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана оснащена униполярным импульсным блоком питания. Блок питания создает импульсный сигнал с частотой от 1 кГц до 100 кГц и коэффициентом заполнения от 10% до 80%. Исходя из предположения, что зависимости имеют нелинейный характер, в качестве метода исследования было выбрано построение поверхности 3-й степени по полученным данным в MathCad.

Проведены эксперименты при рабочем давлении $P_{\text{раб}} = 2,1 \cdot 10^{-3}$ мбар, потоке аргона в камеру $Q_{\text{Ar}} = 1,56$ л/час, фиксированной мощности $W = 120$ Вт на магнетроне с вольфрамом(W) диаметром 50 мм. Измерены скорости осаждения материала, показания среднего тока и напряжения, пиковый ток и пиковая мощность при варьировании значений D и f .

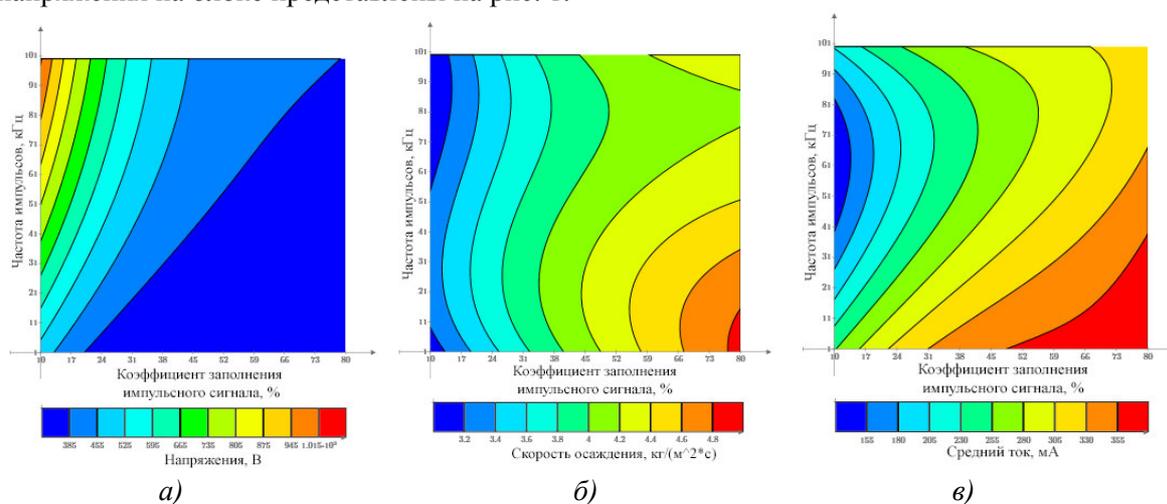
Результаты

Значения измерения скорости осаждения материала, тока и напряжения на блоке при варьировании D и f представлены в таблице 1.

Таблица 1. Значения скорости осаждения, среднего тока и напряжения от D и f при мощности разряда 120 Вт.

Коэффициент заполнения D , %	Частота тока f , кГц	Удельная массовая скорость, $\text{кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{с})$	Напряжение, В	Средний ток, мА
48	50	$4,05 \cdot 10^{-6}$	408	294
79	50	$4,37 \cdot 10^{-6}$	357	335
70	20	$4,40 \cdot 10^{-6}$	347	343
70	80	$4,19 \cdot 10^{-6}$	383	311
26	80	$3,58 \cdot 10^{-6}$	603	195
26	20	$3,85 \cdot 10^{-6}$	425	279
17	50	$3,42 \cdot 10^{-6}$	673	175
48	50	$4,13 \cdot 10^{-6}$	404	295
48	8	$4,22 \cdot 10^{-6}$	354	337
48	92	$3,98 \cdot 10^{-6}$	453	264
48	50	$4,11 \cdot 10^{-6}$	407	294
80	1	$4,81 \cdot 10^{-6}$	334	372
80	100	$4,29 \cdot 10^{-6}$	373	320
59	65	$4,13 \cdot 10^{-6}$	398	300
37	65	$3,88 \cdot 10^{-6}$	474	253
37	35	$3,97 \cdot 10^{-6}$	421	282
59	35	$4,23 \cdot 10^{-6}$	374	320
17	5	$3,36 \cdot 10^{-6}$	420	274
19	100	$3,35 \cdot 10^{-6}$	780	151

Результаты построения поверхностей 3-й степени скорости осаждения, тока и напряжения на блоке представлены на рис. 1.



*Рис.1. Поверхности 3-й степени как функции от D и f
а) скорости осаждения; б) напряжения разряда; в) среднего тока разряда.*

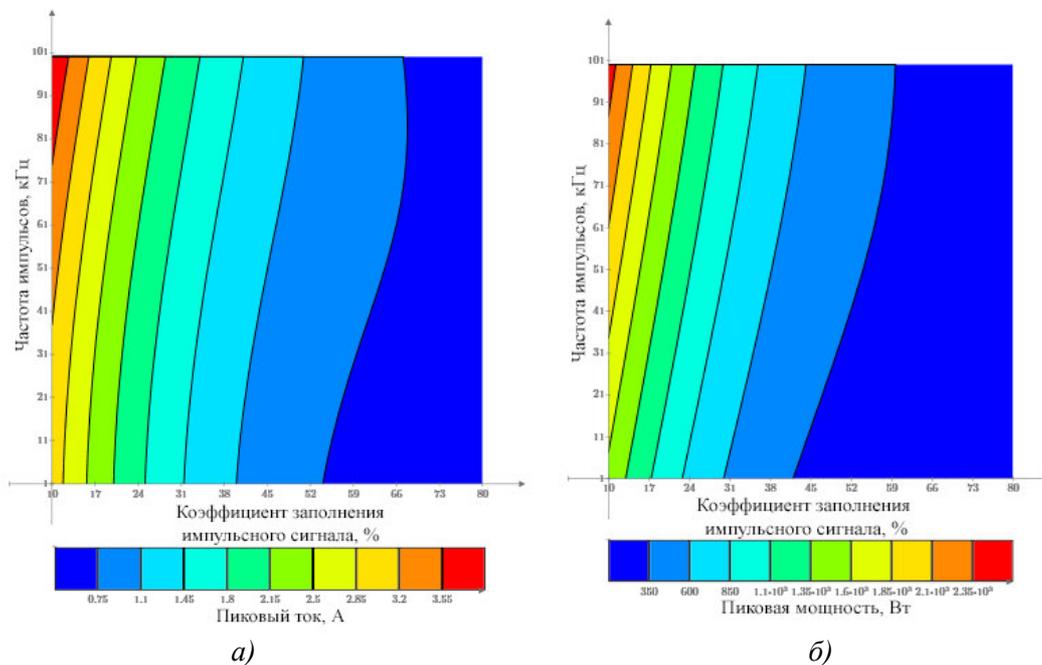
Из рисунков видно, что при уменьшении коэффициента заполнения импульса и увеличении частоты импульсов скорость осаждения и средний ток уменьшаются, а напряжение увеличивается.

Значения измерения пикового тока и пиковой мощности при варьировании D и f представлены в таблице 2.

Таблица 2. Значения пикового тока и пиковой мощности от D и f при средней мощности разряда 120 Вт.

Коэффициент заполнения D, %	Частота тока f, кГц	Пиковый ток, А	Пиковая мощность, Вт
24	24	1,96	945,1
24	43	2,01	1062,2
38	24	1,19	491,3
38	43	1,29	559,1
38	100	1,59	772,2
52	24	0,84	323,4
52	43	0,93	370,5
52	62	0,97	393,7
52	100	1,07	455,8
66	24	0,64	235,0
66	43	0,71	267,4
66	62	0,75	283,8
66	81	0,76	294,5
66	100	0,74	285,5
80	5	0,44	155,0
80	24	0,52	183,4
80	43	0,56	200,6
80	62	0,60	218,1
80	81	0,59	212,1
80	100	0,57	207,9

Результаты построения поверхностей 3-й степени пикового тока и пиковой мощности представлены на рис. 2.



а) б)
Рис. 2. Поверхности 3-й степени как функции от D и f
а) пикового тока разряда; б) пиковой мощности разряда.

При уменьшении коэффициента заполнения импульса и увеличении частоты импульсов пиковый ток и пиковая мощность увеличиваются.

На рис. 3 представлена область значений скорости осаждения от пикового тока.

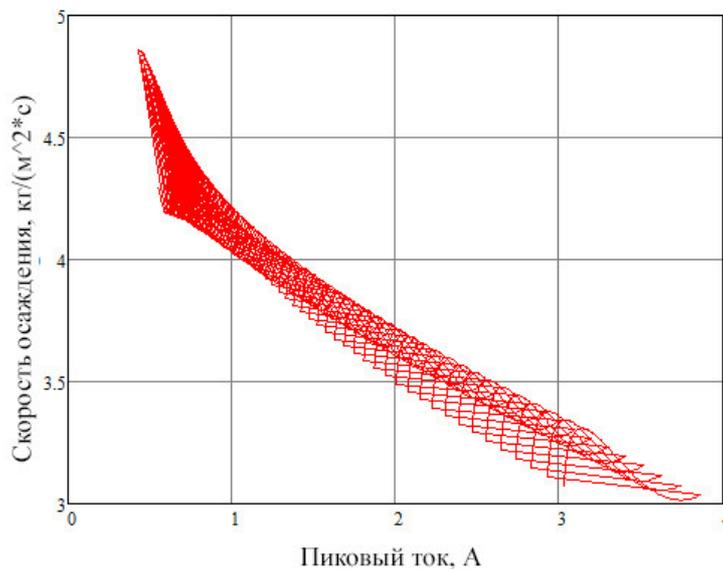


Рис. 3. Область значений скорости осаждения от пикового тока.

Заключение

При уменьшении коэффициента заполнения импульсного сигнала и увеличении частоты импульсов скорость осаждения и ток разряда уменьшаются, а напряжение разряда, пиковый ток и пиковая мощность увеличиваются.

По области значений скорости осаждения от пикового тока можно увидеть линейную зависимость.

Литература

1. Ivry Y., Surick J., Barzilay M., Kim Chung-Soo, Najafy F., Kalfon-Cohen E., Dane A.D., Bergren K.K. Superconductor-superconductor bilayers for enhancing single-photon detection. IOP Publishing. Nanotechnology 28, 207. 7p.
2. Кузмичев А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. Киев: Аверс, 2008. 244 с.
3. Ehasarian A.P., Wen J.G., Petrov I. Interface microstructure engineering by high power impulse magnetron sputtering for the enhancement of adhesion. Journal of Appl. Phys, 2007. 10p.
4. Моисеев К.М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – № 8. – 18-21 с.

Формирование вакуумной плотности в сверхвысоковакуумных прогреваемых разъёмных соединениях

*А.Е.Вязовецкова, В.В.Вязовецков
Москва, РНТВО им. академика С.А. Векшинского
aev241@yandex.ru, vyazovetskov@rambler.ru*

Представлен график обобщённой зависимости натекания от усилия, прикладываемого к закрываемому разъёмному соединению. Обсуждается влияние строения уплотнителя, геометрии герметизирующей поверхности на подвижность поверхностного слоя уплотнителя. Указаны направления совершенствования фланцевых соединений и клапанов, а также конструктивное выполнение узлов герметизации.

***Formation of vacuum density in ultrahigh-vacuum heated sectional.** A.E. Vyazovetskova, V.V. Vyazovetskov. A graph of the generalized dependence of the leakage on the force applied to the closed plug connection is presented. The influence of the structure of the seal, the geometry of the sealing surface on the mobility of the surface layer of the seal is discussed. The directions of improvement of flange connections and valves, as well as the constructive implementation of sealing units are indicated.*

Успешная эксплуатация сверхвысоковакуумных систем невозможна без надёжного функционирования коммутационных устройств (фланцевых соединений и клапанов), являющихся наиболее многочисленными её элементами. Даже малая точь насыщает внутрикамерные поверхности газами атмосферы и препятствует достижению предельного давления. Наименее надёжным являются сверхвысоковакуумные прогреваемые коммутационные устройства с большими сечениями вакуумпроводов.

Целью доклада является обоснование рекомендаций выполнения коммутационных устройств, выполненное на основании изучения поверхностных деформационных процессов в зоне герметизации.

Разработка новых коммутационных устройств должна направляться на снижение величины натекания через разъёмное соединение и увеличение гарантированной работоспособности (количества закрытий устройств и термоциклирования в закрытом состоянии). Важными дополнительными требованиями являются создание и совершенствование дистанционного управления прогреваемых клапанов, использование освоенных материалов и технологий, минимальные эксплуатационные затраты (необслуживаемость устройств), сравнительно малая стоимость коммутационных устройств, снижение величины усилия герметизации и мощности привода.

Многие экспериментаторы изучали поведение потока натекания в цикле нагружения – разгрузки разъёмного соединения [1- 3]. На рис. 1 представлен график зависимости величины натекания от прикладываемого усилия герметизации в единичном цикле срабатывания разъёмного соединения, качественно обобщающий экспериментальные данные испытаний основных конструкций деформационных схем узлов герметизации.

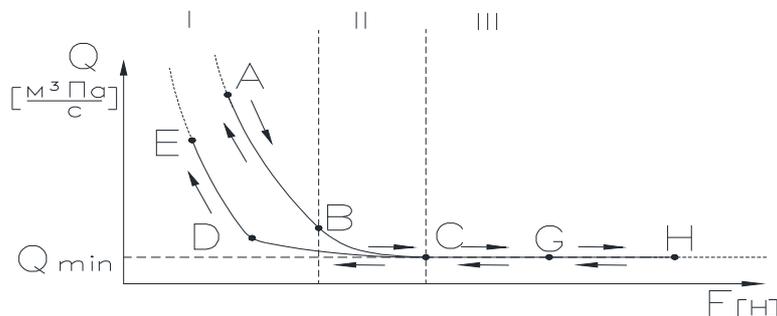


Рис. 1. График обобщённой зависимости потока натекания Q от прикладываемого аксиального усилия F в разъёмном соединении:

Кривая $ABCGH$ – направление кривой графика при герметизации соединения, кривая $HGCD$ – направление кривой графика при снижении прикладываемых усилий к разъёмному соединению. Q_{min} – наименьшее значение потока натекания, проходящего через соединение.

I – зона активного заполнения газопроводящих каналов при герметизации; II – зона перераспределения прикладываемой к соединению энергии с поверхностной деформации на объёмную; III- зона объёмной деформации герметизирующих элементов.

В области I наиболее интенсивно перекрываются газопроводящие каналы в приповерхностной области контакта. В более пологой области II происходит перераспределение энергии не только на приповерхностную, но и на объёмную деформацию уплотнителя. Неспособность дальнейшего перекрытия газопроводящих каналов (канавок шероховатостей твёрдой герметизирующей поверхности) отражается в поведении графической зависимости в области III.

В области I наибольший наклон кривой графика имеют деформационные схемы с врезанием твёрдого выступа в пластичный массивный уплотнитель. Чем ближе угол наклона врезающей поверхности к оси отверстия и толще уплотнитель, тем быстрее начинается снижение потока натекания. Причём в данной схеме сопротивление внедрению выступа сравнительно мало и вакуумная плотность соединения при этом существенно не улучшается. Процесс сминания уплотнителя отличается тем, что кривая графика имеет явное стремление к стабилизации проходящего потока, несмотря на заметное нарастание нагрузки. Причём кривая смещается вправо и плато кривой натекания заметно выше, чем при врезании твёрдого выступа [2,3].

Кривая изменения величины натекания при разгрузке соединения всегда находится ниже линии графика, соответствующей предшествующему линии соответствующей увеличению усилия на соединение. Для клапанов-герметизаторов величина потока натекания может незначительно повышаться даже при снятии нагружения [4].

Закономерности графических зависимостей мы связываем с наличием корреляционной зависимостью между вакуумной плотностью разъёмного соединения и перемещением материала уплотнителя в зоне герметизации при его силовом цикле нагружении в процессе эксплуатации. Регулировка подвижности поверхностных микроучастков уплотнителя на участке герметизации соединения позволит более плотно заполнять канавки шероховатостей герметизирующей поверхности и сохранить полученную вакуумную плотность контакта при термоциклировании соединения.

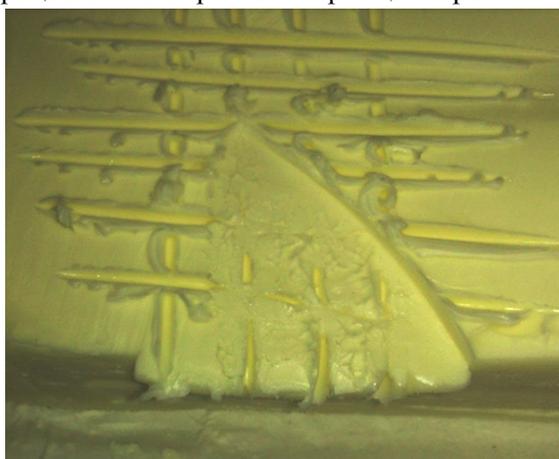
Оценка возможных полей деформации осуществлялась посредством универсального закона перемещения энергетического потока в открытой энергетической системе:

1. Из множества возможных траекторий перемещение будет осуществляться по направлению с минимальными затратами внешнего вносимого энергетического потока на внутренних противодействующих связях системы.

2. Если векторная величина внешнего энергетического потока недостаточна для преодоления этого барьера, то движения энергетического потока внутри системы не произойдёт.
3. Если векторная величина внешнего энергетического потока превосходит минимальные затраты по преодолению противодействующих связей, то перемещение энергетического потока обязательно произойдёт. При равенстве затрат на противодействующих связях перемещение энергетического потока частиц произойдёт по кратчайшему расстоянию (области). Движение энергетического потока (системы частиц) будет происходить по траектории (области) с максимально полным использованием подводимой энергии.

На рис. 2 наглядно показано перемещение поверхностных слоёв в пластичном материале на примере внедрения плоскости ножа в охлаждённое сливочное масло. Эксперимент проводился для наглядной демонстрации приповерхностного течения пластичного материала при внедрении в него жёсткой полуплоскости. Видно, что при малой энергии сопротивления перемещению пластичного материала вблизи свободного края масла поверхностные риски сохраняются, а при внедрении выступа в плоскость пластичного материала риски исчезают.

Согласно принятым представлениям во втором случае преодоление повышенного сопротивления перемещению материала на свободную поверхность сопровождалось наличием значительных поверхностных касательных течений. Предлагаемые нами деформационные схемы цельнометаллических узлов герметизации используют этот краевой эффект для достижения вакуумной плотности соединения, а также сохранение такого состояния в процессе многократного термоциклирования.



а



б

Рис. 2. Приповерхностные течения пластичного материала при внедрении в него твёрдого выступа.

а – вид сверху отпечатка ножа на риски поверхности масла; б- деформация масла. вблизи свободного края.

Экспериментально отмечено сохранение шероховатых выступов на поверхности пластичного материала при нормальном направлении взаимодействия с гладкой твёрдой поверхностью [5]. Это явление объясняется противодействием соседних энергетических зон деформации пластичных выступов [6]. Стабилизация потока натекания при смятии уплотнителя на сравнительно большом значении натекания наблюдается даже при повышенных усилиях герметизации [2,3]. Явление повышения жёсткости приповерхностного слоя плоскости упругого эластомера наблюдается при внедрении в него жестких штампов, размещённых на некотором расстоянии друг от друга [7, с.165-177]. Некоторое ослабление влияния соседних деформационных зон на заполнение канавок шероховатостей достигается при касательном взаимодействии наклонных герметизирующих поверхностей, что ведёт к снижению потока натекания при более низких значениях усилия герметизации [2,3].

Как уже указывалось, на некотором этапе повышения усилия герметизации энергетически становится выгоднее деформироваться материалу уплотнителя с расширением площади взаимодействия, а не заполнять микро зазоры контакта герметизирующих

поверхностей. Для стабилизации площади герметизирующего взаимодействия VATRING технология предусматривает точное выполнение герметизирующих элементов с их линейным герметизирующим контактом и покрытием одной из поверхности слоем серебра. В контакте твёрдых поверхностей с жёсткими упругими связями поверхностных слоёв достичь значительной вакуумной плотности невозможно.

На первых циклах термоциклирования обязательно происходит ослабление контакта, вызванное дополнительными расшатывающими напряжениями и ползучестью уплотнителя. Известна рекомендация формования уплотнителя и фланцев предварительным обжатием для повышения надёжности герметизации соединения, эксплуатируемого в условиях термоциклирования в области криогенных температур [8]]. Применение деформационных схем со сравнительно малыми напряжениями объёмных деформаций являются малонадёжными, требуют частых подтяжек и смен уплотнителя. Как и Д.Б.Зворыкин [1] мы рекомендуем держать соединения в напряжённом состоянии с некоторым перекрытием необходимой величины усилия герметизации. Такому состоянию с упругим поджатием соответствует точка G на рис.1.

На основании изучения деформационных процессов в зоне герметизации, сравнения результатов экспериментальных испытаний различных конструкций разъёмных соединений и работоспособности существующих сверхвысоковакуумных фланцевых соединений и клапанов сделаны следующие предложения и выводы:

1. Основными направлениями повышения качества сверхвысоковакуумных прогреваемых коммутационных устройств являются увеличение вакуумной плотности (снижение потока натекания), увеличение числа запирающих и термоциклирования соединения.
2. Указано на наличие корреляционной зависимости при создании и сохранении вакуумной плотности герметизируемого соединения от подвижности приповерхностных слоёв уплотнителя. В устройствах с массивным пластичным уплотнителем меньшую обслуживаемость и повышенную вакуумную плотность имеют деформационные схемы с большей величиной энергии, необходимой для деформирования уплотнителя в зоне герметизации.
3. На основании общей закономерности распространения энергетических потоков для повышения вакуумной плотности соединения рекомендуется использовать краевой эффект увеличения подвижности приповерхностного слоя уплотнителя вблизи твёрдого выступа с преимущественно касательным взаимодействием герметизирующих поверхностей. Ограниченное увеличение радиальной составляющей усилия герметизации поверхности способствует расширению петли гистерезиса натекания и снижению усилия герметизации.
4. С целью снижения микро коробления силовых герметизирующих элементов для крупногабаритных фланцевых и клапанных соединений рекомендуется применять гибкие упругие герметизирующие поверхности и систему равномерного упругого деформирования уплотнителя.

Убеждённости в реальности изготовления новых модернизированных сверхвысоковакуумных устройств с повышенной надёжностью герметизации основана на многолетней успешной эксплуатации и освоенной технологии изготовления отечественных прототипов (канавочно-клиновых фланцев, прогреваемых клапанов серии КЭУТ и прямопролётных затворов типа ЗПА).

Литература

1. Д.Б.Зворыкин «Вопросы расчёта и конструирования цельнометаллических высоковакуумных систем и их элементов». Диссертация на соискание учёной степени к. т. н. М., 1955 г.
2. 2.С.Н. Домрачёв, В.Я. Моисеев, Г.Л. Саксаганский «Конструирование разъёмных вакуумных соединений с металлическими уплотнителями.» Электронная техника, серия 4. Электровысоковакуумные и газоразрядные приборы. 1975 г., с.67 – 74.
3. A.Rot “Sealing mechanisms in bakeable vacuum seals” The Journal of Vacuum Science & Technol. A1 (2), Apr-June 1983, p.211-219.

4. В.В.Вязовецков «Экспериментальные результаты исследования герметизации сферических пар». Межвузовский сборник «Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП», М.1984 г., с.149-155.
5. A.J.W.Moore, “Deformation of metals in static and sliding contact”, Prjceedings of the royal society, Series A “Mathematical and Physical Sciences”, N1041, 7 December 1948, v.195, London.
6. T.H.C. Childs «The persistence of asperities in indentation experiments».–Wear, 1973, v.25, p.3-16.
7. Л.А. Галин «Контактные задачи теории упругости и вязко вязкоупругости». -М.: «Наука». 1980.-304 с.
8. Авторское свидетельство на изобретение № 1043411 А. Способ герметизации разъёмных криогенных трубопроводов. F 16L 19/00, F 16 L 23/00. Авторы: В.Г.Данченко,Ф.П.Савин, В.И.Косинский. Опубликовано в БИ № 33 1983г.

Оценка влияния мощности разряда магнетронной распылительной системы на энергетическую эффективность распыления

В.В. Тлявлин, П.В. Петухов, ЗауПхоАунг, Л.Л. Колесник
г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
kolesnik@bmstu.ru

В работе исследованы закономерности эволюции тепловых процессов в мишени и камере МРС, а также описан баланс энергии на катодном узле магнетрона на постоянном токе. Установлено, что основным источником энергии является ионный ток разряда, а наиболее существенные компоненты стока энергии – тепловое излучение, энергия, расходуемая на испарение и распыление, энергия отраженных частиц, энергия, отводимая системой охлаждения магнетрона.

Estimation of impact of magnetron sputtering system power discharge on energy efficiency of sputtering. V. Tlyavlin, P. Petuhov, Zaw Phyo Aung, L.Kolesnik. The laws governing the evolution of thermal processes in the target and the MSS chamber are investigated, and the energy balance at the cathode node of the magnetron at a constant current is described. It has been established that the main source of energy is the ion discharge current, and the most significant components of the energy drain are thermal radiation, energy consumed for evaporation and sputtering, energy of reflected particles, energy removed by the magnetron cooling system.

В работе исследованы закономерности эволюции тепловых процессов в мишени и камере МРС, а также описан баланс энергии на катодном узле магнетрона на постоянном токе. Установлено, что основным источником энергии является ионный ток разряда, а наиболее существенные компоненты стока энергии – тепловое излучение, энергия, расходуемая на испарение и распыление, энергия отраженных частиц, энергия, отводимая системой охлаждения магнетрона.

Актуальность работы обусловлена необходимостью нахождения зависимости энергетической эффективности распыления от варьирования режимов работы МРС для ее последующего усовершенствования.

В работе [2] для анализа энергетической эффективности этого типа устройств был предложен интегральный коэффициент энергетической эффективности $K_w = \frac{\Delta m}{tW}$, где Δm — полная масса распыленного материала катода, t — время распыления (мин), W — средняя интегральная мощность магнетронного разряда (Ватт).

Такой выбор размерности удобен при экспериментальном измерении данного параметра. Эксперименты проводились на вакуумной напылительной установке с безмасляной системой откачки. Все результаты получены на планарных магнетронах с дисковым катодом, магнитной системой на постоянных магнитах и в режиме постоянного тока.

Результаты экспериментальных исследований зависимости коэффициента энергетической эффективности распыления Kw в планарном магнетронном распылительном устройстве на постоянном токе от условий напыления представлены в таблице 1.

Таблица 1. Влияние различных факторов на параметр Kw .

Факторы	Влияние на параметр Kw
Эрозия мишени	До 40%
Давление рабочего газа	До 17%
Толщина катода	До 10%
Мощность разряда	Практически не зависит

В данной статье предложен альтернативный способ определения влияния условий напыления на его энергоэффективность, а именно мощности разряда.

Из уравнения баланса, через параметры, которые относительно просто контролировать, была выражена мощность потока распыленных с мишени атомов на подложку $Q_{расподл}$, характеризующая количество энергии, затрачивающиеся непосредственно на напыление. Автором был введен параметр $\varepsilon = \frac{Q_{расподл}}{P_d}$ как показатель энергетической эффективности процесса напыления.

Был проведен ряд опытов, при которых изменялась мощность разряда и материал мишени, остальные параметры оставались неизменными. Опыты проводились при значениях мощности разряда P_d равных 480 и 580 Ватт ,

В ходе экспериментов посредством термопары было установлено, как изменяется температура подложки во времени, с помощью разработанного устройства параллельно осуществлялся контроль разности температур входящего и выходящего потока воды. По описанным зависимостям [3] были найдены тепловой поток на подложку $Q_{подл}$, тепловой поток $Q_{охл}$, отводимый системой охлаждения МРС. Мощность теплового потока на подложку можно найти по следующей зависимости[1]:

$$Q_{подл} = mc_p A \tag{1}$$

где m , c_p – масса и удельная теплоемкость чувствительного элемента термопары соответственно.

A находится из зависимости [1]:

$$\frac{T(t)}{dt} \approx A - CT \tag{2}$$

Определение мощности теплового потока $Q_{охл}$: [1]

$$Q_{охл} = Gc_p(t)\Delta t, \tag{3}$$

где Δt – разница температур между входящим и выходящими потоками, °С ; c_p – удельная теплоемкость воды, зависящая от температуры, $\frac{кДж}{кг \times ^\circ C}$,

G – расход воды, кг.

Зависимость удельной теплоемкости воды от температуры представлена в таблице 2.

Таблица 2. Зависимость c_p от температуры.

Температура, °С	$c_p, \frac{кДж}{кг \times ^\circ C}$
10	4,191
20	4,183
30	4,174

Далее, зная материал мишени и то, что рабочий газ – аргон, рассчитывается мощность, уносимая распыленными частицами $Q_{рас}$ и мощность, уносимая отраженными частицами $Q_{отр.ионов}$.

Затем составляется уравнение баланса на мишени [4]:

$$P_i = Q_{охл} + Q_{рас} + Q_{излуч} \quad (4)$$

где P_i – мощность ионного тока, кДж;

$Q_{излуч}$ – мощность теплового излучения с поверхности мишени, кДж.

$$Q_{излуч} = Q_{охл} + Q_{рас} - P_i \quad (5)$$

$$Q_{излуч} = \varepsilon_{п} c_0 \left[\left(\frac{T_{миш}}{100} \right)^4 \right] \times F_1 \quad (6)$$

$$\varepsilon_{п} = \frac{1}{1/\varepsilon_{миш} + 1/\varepsilon_{подл} - 1} \quad (7)$$

$$c_0 = 5,67 \frac{\text{Вт}}{\text{м}^2 \times \text{К}^4} \quad (8)$$

где $\varepsilon_{миш}$ и $\varepsilon_{подл}$ – степень черноты мишени;

$\varepsilon_{подл}$ – степень черноты подложки.

Найдем мощность излучения на подложку [6]:

$$Q_{излподл} = \varepsilon_{п} c_0 \left[\left(\frac{T_{миш}}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_{подл}}{100} \right)^4 \right] \times \frac{F_1 \times F_2}{\pi \times R^2} =$$

$$= \varepsilon_{п} c_0 \left[\frac{Q_{излуч}}{F_1 \varepsilon_{п} c_0} - \left(\frac{T_{подл}}{100} \right)^4 \right] \times \frac{F_1 \times F_2}{\pi \times R^2} \quad (9)$$

Составим уравнение теплового баланса на подложке:

$$Q_{расподл} + Q_{излподл} = Q_{подл} \quad (10)$$

Из (9) и (10) найдем мощность теплового потока распыленных атомов на подложку:

$$Q_{расподл} = Q_{подл} - \varepsilon_{п} c_0 \left[\frac{(Q_{охл} + Q_{рас} + Q_{отр.ионов} - P_i)}{F_1 \varepsilon_{п} c_0} - \left(\frac{T_{подл}}{100} \right)^4 \right] \times \frac{F_1 \times F_2}{\pi \times R^2} \quad (11)$$

Для проведения необходимых вычислений пришлось принять некоторые допущения:

- 1) коэффициент излучения и инерционность нагрева чувствительного элемента термпары равны нулю;
- 2) мощность потока тепла, поступающего на мишень за счет светового излучения плазмы равна нулю;
- 3) мощность тепловыделения от прохождения электрических токов через вещество мишени (ток электрической цепи и ток, возникающий в результате эффекта Холла) равна нулю;
- 4) мощность, передаваемая нейтральными частицами из плазмы равна нулю;
- 5) излучение от стенок вакуумной камеры равно нулю;
- 6) мощность, уносимая отраженными ионами для «легких» мишеней незначительна и ее можно принята равной нулю.

Мощность ионного тока на поверхности мишени рассчитывается по формуле [4]:

$$P_i \approx 0,6 U_d \times 0,95 I_d = 0,57 P_d \quad (12)$$

где P_d – мощность разряда, кДж;

P_i – мощность ионного тока, кДж.

В таблице 3 указаны значения мощности разрядов, устанавливаемых при опытах и соответствующих им ионных токов.

Таблица 3. Мощность разрядов.

P_d	P_i
480 Ватт	273,6 Ватт
580 Ватт	330,6 Ватт

Эксперименты были выполнены в вакуумной камере объемом 0,01 м³, оснащенной плоским магнетроном диаметром 75 мм, работающим на постоянном токе. При проведении

опытов использовалась мишень из меди. Мишень была закреплена на водоохлаждаемой пластине по схеме, изображенной на рис. 1.

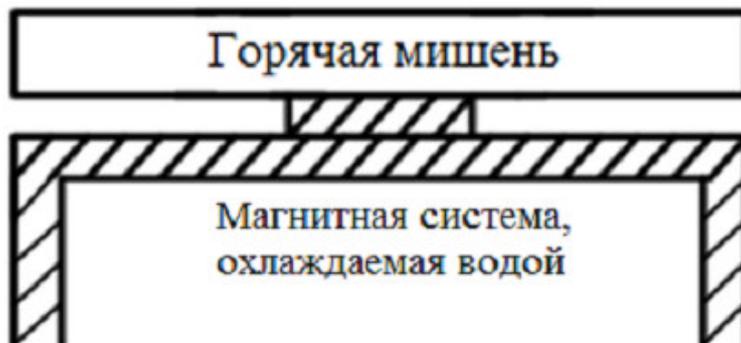


Рис. 1. Схема закрепления мишени.

Распыление проводилось в среде аргона при давлении $p = 2,4 \times 10^{-2}$ Торр. Источник электропитания для магнетронного распыления: АРЕL–М-ВР. Были проведены опыты с различными плотностями мощности разряда P_d . Мощность разряда P_d регулировалась на блоке питания магнетрона.

Для охлаждения магнетрона использовался чиллер GursuGrs 150 с расходом равным $G = 432 \frac{\text{кг}}{\text{ч}} = 0.12(5) \frac{\text{кг}}{\text{с}}$.

Весь процесс был разделен на несколько этапов:

- 1) закрепление пластины с термопарой на расстоянии $L=70$ мм от магнетрона;
- 2) откачка вакуумной системы до давления $p = 2.4 \times 10^{-2}$ Торр;
- 3) задание требуемой мощности на блоке питания (480, 580 Ватт) и времени работы магнетрона $\tau = 7$ мин;
- 4) контроль температуры подложки во время работы магнетрона посредством термопары;
- 5) контроль разности температур поступающего и выходящего потока воды во время работы магнетрона посредством разработанного устройства.

Для мощности разряда в 480 и 580 Ватт в течение работы магнетрона была измерена разница температур между патрубками системы охлаждения магнетрона, которая изображена на рис. 2. На рис. 3 показано изменение температуры подложки от времени.



Рис. 2. Зависимость разности температур между патрубками от времени.

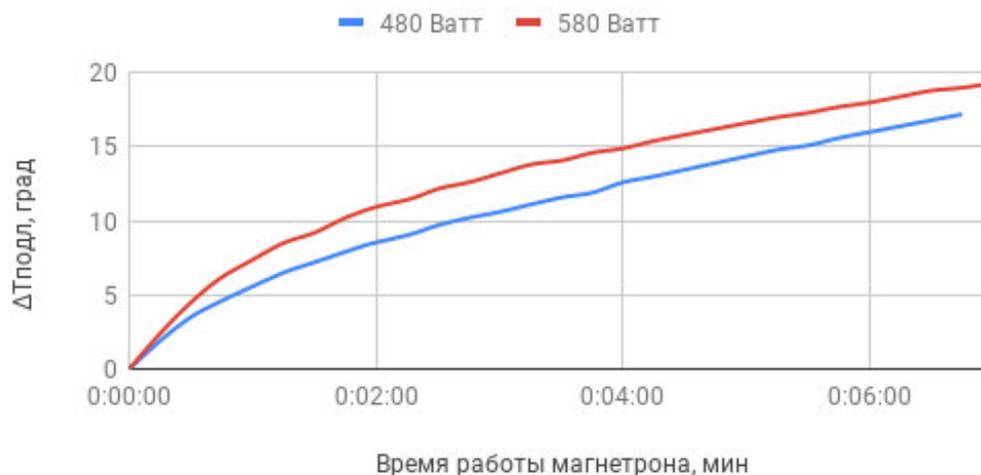


Рис. 3. Зависимость $\Delta T_{подл}$ от времени.

Таблица 4. Сводная таблица результатов.

	$P_d=480$ Ватт	$P_d=580$ Ватт
P_i	273,6 Ватт	330,6 Ватт
$Q_{излуч}$	138 Ватт	164,22 Ватт
$Q_{охл}$	115 Ватт	141,7 Ватт
$Q_{рас}$	19,68 Ватт	23,78 Ватт
$Q_{подл}$	8,11 Ватт	10 Ватт
$Q_{излподл}$	0,313 Ватт	0,373 Ватт
$Q_{расподл}$	7,8 Ватт	9,627 Ватт
ε	0,01625	0,01659

1) была определена мощность потока тепла отводимого системой охлаждения магнетрона $Q_{охл}$, во время его работы. $P_d=480$ Ватт $Q_{охл} = 115$ Ватт, что составляет 0,239 P_d , при $P_d=580$ Ватт $Q_{охл} = 141,7$ Ватт, что составляет 0,244 P_d ;

2) было составлено уравнение теплового баланса системы и из него выражена мощность излучения со всей поверхности мишени $Q_{излуч}$ $P_d=480$ Ватт $Q_{излуч} = 138$ Ватт, что составляет 0,2875 P_d , при $P_d=580$ Ватт $Q_{излуч} = 164,22$ Ватт что составляет 0,2831 P_d . Была определена мощность излучения с мишени на подложку $Q_{излподл}$, $P_d=480$ Ватт $Q_{излподл} = 0,313$ Ватт, при $P_d=580$ Ватт $Q_{излподл} = 0,373$ Ватт;

3) поток тепла излучаемого с поверхности мишени на подложку $Q_{излподл}$ незначителен, ввиду малых размеров мишени и подложки;

4) зависимость мощности потока тепла излучаемого с поверхности мишени на подложку $Q_{излподл}$ от изменения температуры на ней пренебрежительно мало;

5) было составлено уравнение теплового баланса на подложке и из него определена мощность теплового потока расплывённых атомов;

6) определена зависимость между мощностью теплового потока расплывённых атомов $Q_{расподл}$ и устанавливаемой мощностью разряда магнетрона P_d во время работы магнетрона:

$$\varepsilon = \frac{Q_{расподл}}{P_d} = \frac{7,8 \text{ Ватт}}{480 \text{ Ватт}} = 0,01625$$

$$\varepsilon = \frac{Q_{расподл}}{P_d} = \frac{9,627 \text{ Ватт}}{580 \text{ Ватт}} = 0,01659$$

Таким образом, можно сделать вывод о том, что мощность теплового потока распылённых атомов при распылении мишени практически не зависит от мощности разряда, что согласуется с исследованием [2].

Литература

1. Кузьмичёв, А.И. Магнетронные распылительные системы [Текст]/ А.И. Кузьмичёв – Киев: Аверс, 2008. – 244 с.
2. А.В. Рогов, Ю.В. Капустин, Ю.В. Мартыненко, «Факторы, определяющие эффективность магнетронного распыления. Критерии оптимизации», 2014
3. Минжулина Е.А. Изучение процесса нагревания мишени магнетрона по результатам измерения температуры подложки [Текст] / В.В. Смирнов, А.А. Козин, В.И. Шаповалов // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2017. - №2. – С. 543-546.
4. Юрьева А.В. Баланс энергии на катодном узле магнетронной распылительной системы с жидкофазной мишенью [Текст] / А.В. Юрьева, Г.А. Блейхер, О.М. Степанова, Ю.Н. Юрьев // Известия ВУЗов. Физика. – 2014. – №3 – С. 276-280.
5. Юрьева А.В. Осаждение металлических покрытий с помощью магнетронной распылительной системы с жидкофазной мишенью: дис. ... канд. техн. наук. Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, 2017.
6. Михеев, М. А. Основы теплопередачи [Текст]/ М.А. Михеев, И.М. Михеева. – Москва: Энергия, 1977. – 344 с.

Состояние работ по созданию МЭМС вакуумметров

*Р.Э. Кувандыков, Р. А.Тетерук, А.А. Чернышенко
Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Московский пр., д. 19,
E-mail: vacuum@vniim.ru*

В статье описывается текущее состояние работ по созданию во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» вакуумметров по технологии МЭМС.

Current state of researches in MEMS vacuum gauges creation. R.E. Kuvandykov, R.A.Teteruk, A.A. Chernyshenko. The article describes the current state of researches in creating of MEMS vacuum gauges in D.I. Mendeleev Institute for Metrology.

В настоящее время в области измерений абсолютных давлений существует ряд проблем, связанных, в первую очередь, с отсутствием на рынке высокоточных отечественных средств измерений (СИ) низких абсолютных давлений. Можно обозначить следующие основные проблемы:

- отсутствие серийно выпускаемых отечественных высокоточных СИ, соответствующих эталонам 1 и 2 разрядов согласно ГОСТ 8.107-81 [1] и ГОСТ Р 8.840-2013 [2];
- отсутствие отечественных эталонов сравнения для проведения сличений между государственными первичными эталонами давлений РФ, проведения межлабораторных сравнительных испытаний, а также проведения международных сличений;
- санкционные ограничения, введенные западными странами, не позволяют осуществлять закупку целого ряда высокоточных СИ иностранного производства.

Для решения указанных проблем ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» было предложено разработать отечественные вакуумметры в рамках концепции «Эталон на столе». Эта концепция предполагает реализацию различных новых и существующих принципов измерений давлений, в том числе абсолютных принципов, в компактном и удобном для

использования исполнении. Причем ставится задача не только уменьшения габаритов средств измерений абсолютных давлений, но и задача комплексирования и оптимизации различных принципов измерения абсолютных давлений в едином компактном высокоточном приборе.

Таким образом, к разрабатываемым отечественным вакуумметрам были предъявлены следующие требования:

- компактные размеры чувствительных элементов;
- слабая зависимость от рода газа;
- комплектующие отечественного производства;
- низкая стоимость.

Анализ показал, что этим требованиям более всего удовлетворяют технологии микроэлектромеханических систем (МЭМС). Результаты исследовательских работ, которые велись в инициативном порядке в отделе государственных эталонов в области измерений давления [3, 4], инициировали в 2017 году во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» ОКР «Разработка и исследование высокоточных деформационных средств измерений низких абсолютных давлений в диапазоне $1 \cdot 10^{-3}$ - $1 \cdot 10^4$ Па, создаваемых по технологии микроэлектромеханических систем», шифр «Элемент».

В ходе ОКР было решено реализовать следующие принципы измерений давления:

– так называемый метод измерения «жесткости газовых пружин», основанный на измерении резонансной частоты колебаний пластины на подвесах, расположенной между стационарными плоскостями;

– метод, основанный на измерении коэффициента затухания колебаний инерционной массы на подвесах;

– метод, основанный на компенсации давления газа электростатическим давлением, аналогичный метод реализован в государственном первичном специальном эталоне ГЭТ 49-2016;

– компрессионный метод измерений, основанный на сжатии газа, имеющего низкое абсолютное давления из большого объема в малый, и последующем измерении уже измеримого высокого давления, аналогичный метод реализован в государственном первичном специальном эталоне ГЭТ 49-2016.

Было принято решение разработать два типа опытных образцов: вакуумметр, основанный на одном из резонансных методов измерений давления, и комплексный вакуумметр, реализующий такие абсолютные методы измерений давления, как мембранно-емкостный метод с применением компенсации, и компрессионного метода.

На этапе написания технического задания были сформулированы требования к метрологическим характеристикам разрабатываемых опытных образцов, которые приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики опытных образцов вакуумметров

Наименование метрологических характеристик	Значения метрологических характеристик
Опытный образец 1 типа	
Диапазон измерений	от 10 Па до 10^4 Па
Относительная погрешность измерений	не более $\pm(2 \dots 1) \%$
Опытный образец 2 типа	
Диапазон измерений	от 10^{-3} Па до 10 Па
Относительная погрешность измерений	не более $\pm(10 - 2) \%$

На сегодняшний день получены следующие результаты. Изготовлен опытный образец вакуумметра резонансного типа. Общий вакуумметра и его составных частей приведен на рис.1.



Рис. 1. Вакуумметр резонансного типа.

В широком диапазоне давлений выполнена индивидуальная градуировка изготовленного вакуумметра на государственном рабочем эталоне 2 разряда единицы давления для области низких абсолютных давлений в диапазоне $1,3 \cdot 10^{-3}$ - $1,06 \cdot 10^5$ Па регистрационный номер эталона 3.1.ZZB.0056.2014.

Полученная градуировочная кривая вакуумметра представлена на рис. 2.

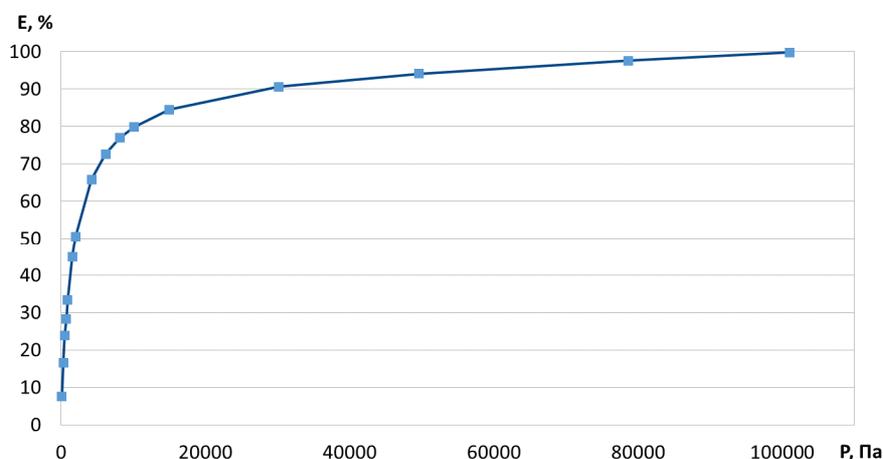


Рис.2. Зависимость энергопотерь от давления.

В ходе дальнейших исследований изготовленного опытного образца была проведена калибровка изготовленного вакуумметра на том же самом эталоне в диапазоне от 30 до 5000 Па.

Результаты калибровки представлены на рис. 3.

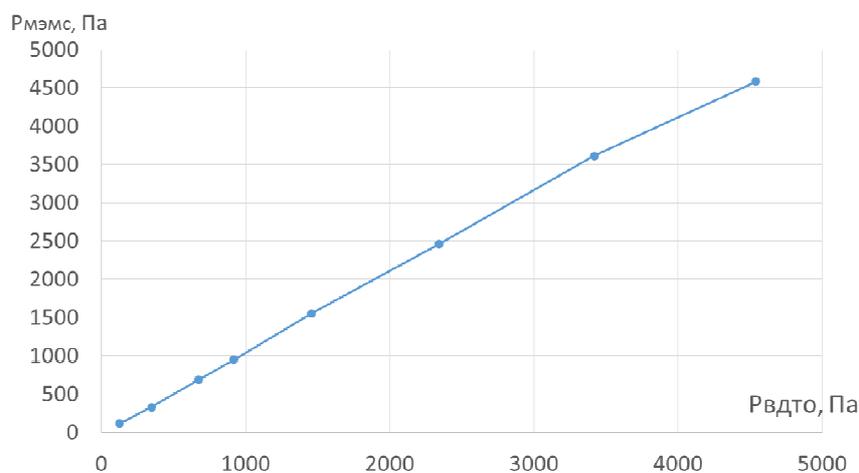


Рис.3. Результаты калибровки

Относительная погрешность измерений давления при помощи изготовленного вакуумметра не превысила 7,5 %. На данном этапе работ полученные результаты уже сейчас позволяют говорить о достаточно широком практическом применении разрабатываемых вакуумметров для измерений абсолютных давлений в диапазоне от 10 до $1,0 \cdot 10^5$ Па в различных отраслях науки и промышленности.

Отметим, что здесь представлены промежуточные и неполные результаты, поскольку работа еще не завершена. До окончания ОКР предполагается выполнить следующие задачи:

- провести предварительные испытания;
- доработать рабочую конструкторскую документацию и опытные образцы;
- провести приемочные испытания.

Литература

1. ГОСТ 8.107-81 Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-3}$ Па.
2. ГОСТ Р 8.840-2013 Государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне 1 - $1 \cdot 10^6$ Па.
3. А.Я. Гаршин, В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков. «Резонансный вакуумметрический преобразователь, созданный по технологии МЭМС» Вакуумная техника и технологии -2017. Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием 06.06.2017 г.
4. А.Я. Гаршин, В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков. «К расчету уравнения измерений МЭМС вакуумметрического преобразователя» Вакуумная техника и технологии -2018. Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 5-7 июня 2018 г.

Геттерный модуль для понижения стартового вакуума запуска магниторазрядного насоса

*А.С. Кривенко, *И.А. Азаров
ООО "ЭПОС-Инжиниринг", *ООО «ИВР»*

Научно-техническая задача, на решение которой направлен проект - создание компактного высоковакуумного поста, обеспечивающего эффективное откачивание газов от атмосферного давления до высокого вакуума.

Getter module to lower the starting pressure of magnetic discharge pump. A.A.Krivenko, I.A.Azarov. Scientific and technical task is the creation of a compact high-vacuum post providing effective pumping of gases from atmospheric pressure to high vacuum.

Процесс откачивания реализуется за счет форвакуумного и разрабатываемого комбинированного ионно-геттерного насоса. При этом после предварительной откачки объема мембранным насосом пост должен работать без использования движущихся частей.

Преимуществом данной системы перед существующими является стойкость к вибрациям и прорыву атмосферы во время работы средств откачки.

Изготовленный экспериментальный модуль содержит управляемый поджиг вакуумной дуги, систему питания с регулируемой длительностью импульса тока дуги и принудительное перемещение дуги поперечным к току магнитным полем.

Для испытаний работы геттерного модуля, как вакуумного насоса, он был подключен к вакуумной системе, содержащей форвакуумный насос AnestIwata ISP-250с, откачиваемый объем, систему для напуска газов, вакуумметр Pfeiffer PKR251, магниторазрядный насос НМД-016.

Показана возможность геттерной откачки с использованием катодного распыления геттера при высоких давлениях старта до 100 Па.

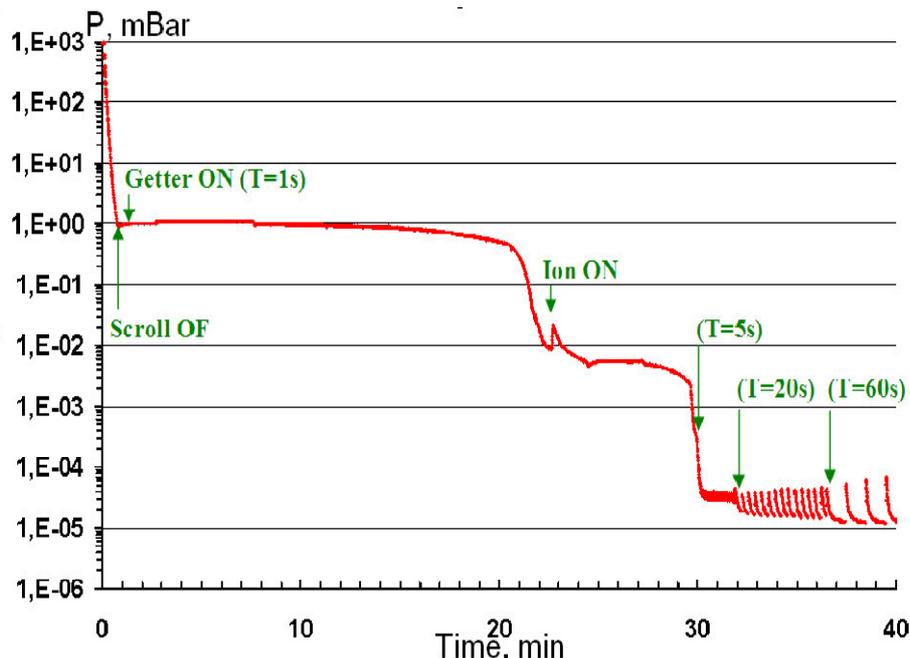


Рис.1 Откачка воздуха тремя насосами с атмосферы.

Форнасос отсечён через 1 минуту действия при давлении 1 mBar.

Геттер запущен через 20 секунд после отключения фор-насоса с периодом 1 секунда, через 22 минуты включен МРН.

Оптимальный диапазон давлений для работы геттерного модуля оказался $5 \cdot 10^{-2} \div 5$ Па, что соответствует неустойчивому режиму запуска и работы магниторазрядных насосов. По этой причине, сочетание магниторазрядного насоса и разработанного геттерного модуля позволяет добиться устойчивой откачки с давлений вплоть до 100 Па и сократить время запуска магниторазрядного насоса на высоком давлении до 1-2 мин даже после напуска и выдержки всей вакуумной системы на атмосфере.

Получен патент на изобретение «Способ управления скоростью распыления материала в геттерном насосе и устройство геттерного насоса».

СЕКЦИЯ 2 НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ. ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Технология формирования рентгеновских наноразмерных малорасходящихся пучков

В.К. Егоров, **Е.В. Егоров, М.С. **Афанасьев*

**Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, 142432 Черноголовка, Мос. обл.,
Россия*

***Институт Радиотехники и электроники им В.А. Котельникова РАН, Фрязино, Россия*

****Финансовый университет при правительстве РФ, Москва, Россия*

E-mail: egorov@iptm.ru

Кратко обсуждаются особенности плоского рентгеновского волновода-резонатора, способного формировать рентгеновские пучки наноразмерного сечения. Дана характеристика одной из разновидностей этого устройства, позволяющей уменьшать угловую расходимость формируемых рентгеновских пучков без снижения его интегральной интенсивности.

Technology of formation of X-ray nanosize low divergence beams. V.K. Egorov, E.V. Egorov, M.S. Afanas'ev. The planar X-ray waveguide-resonator properties are discussed. Main attention is devoted to description of its ability to form of X-ray nanobeams. Specific variety of this device allows to decrease the emergent beam angular divergence without its integral intensity attenuation.

Одной из важнейших задач нанотехнологии и nanoиндустрии является разработка различных аспектов нанозондовой техники. Наблюдаются значительные успехи в развитии силовой микроскопии, а также электронных и ионных пучковых методов нанодиагностики различных свойств материалов. В последнее время появилась возможность зондирования нанообъектов с помощью рентгеновских методов исследований вследствие разработки новых устройств рентгеновской нанофотоники – плоских рентгеновских волноводов-резонаторов, функционирующих на базе механизма волноводно-резонансного распространения потоков квазимонохроматического (характеристического) рентгеновского излучения [1].

Идея создания таких резонаторов возникла после публикации материалов об особенностях формирования потоков рентгеновского излучения с помощью бесщелевых коллиматоров [2,4] и непосредственной регистрации интерференционного поля стоячей рентгеновской волны в условиях полного внешнего отражения (ПВО) потока квазимонохроматического рентгеновского излучения на плоской материальной границе раздела [5]. Концепция интерференционного поля стоячей рентгеновской волны, введенная в обиход профессором Лауэ для обоснования объяснения эффекта Бормана [6], позволила найти логичную альтернативную интерпретацию функционирования бесщелевых рентгеновских коллиматоров и инициировала систематические исследования зависимости параметров рентгеновских пучков, формируемых плоскими протяженными щелевыми зазорами, от ширины этих зазоров [7]. В итоге появилась парадигма ранее неизвестного механизма распространения потоков квазимонохроматического рентгеновского излучения – механизма волноводно-резонансного распространения, характерного для наноразмерных щелевых зазоров. Устройство, функционирующее на основе данного механизма, было названо плоским рентгеновским волноводом-резонатором. Несмотря на то, что в мире этим направлением исследований пока никто так и не заинтересовался, мы продолжаем активно работать в этой области рентгеновской нанофотоники, хотя попытки формирования наноразмерных рентгеновских пучков в рамках других парадигм имеют место [8].

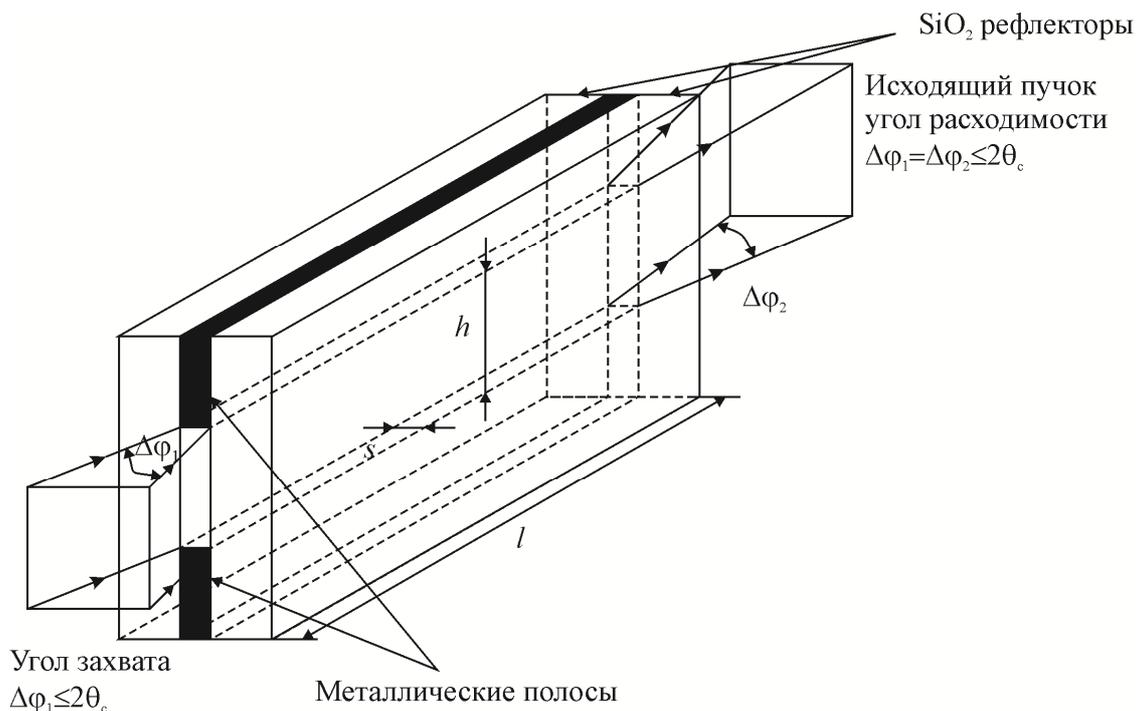


Рис. 1. Конструкция простейшего плоского рентгеновского волновода-резонатора. θ_c – критический угол, $\Delta\varphi_1$ – угол захвата излучения, $\Delta\varphi_2$ – угол расходимости, h , s – высота и ширина щели, l – длина волновода-резонатора.

Изучение особенностей простейшего плоского рентгеновского волновода-резонатора (рис. 1) показало, что он захватывает квазимонохроматическое излучение в угловом интервале, не превышающем удвоенного значения критического угла ПВО для материалов рефлекторов, образующих резонатор. Далее транспортирует его через щелевой зазор практически без ослабления и формирует выходной поток с угловой расходимостью, соответствующей углу захвата излучения. Концепция, позволившая построить модель волноводно-резонансного распространения потоков рентгеновского квазимонохроматического излучения, основана на гипотезе возникновения однородного интерференционного поля стоячей рентгеновской волны, которая коренным образом отличается от идеи модели распространения рентгеновских потоков в результате их многократного полного отражения в плоском протяженном щелевом зазоре. При попадании в широкий протяженный щелевой зазор этот поток испытывает многократное полное отражение с образованием множества локальных интерференционных областей стоячей рентгеновской волны (рис. 2а). Продольный размер этих областей определяется половиной длины когерентности (L) транспортируемого излучения [9]:

$$c = L/2 = \frac{\lambda_0^2}{2\Delta\lambda_0}, \quad (1)$$

где λ_0 – средняя длина волны, $\Delta\lambda_0$ – степень монохроматичности транспортируемого излучения. Поперечный размер этих области для условий ПВО примерно соответствует продольному размеру [10]. Поскольку интерференционное поле возбуждается не только над отражающими границами раздела рефлекторов, но и в их объеме, для прохождения потока с относительно минимальным ослаблением необходима сфазированность последовательных отражений. При отсутствии сфазированности интенсивность формируемого потока резко падает вследствие необходимости при каждом последующем отражении перевозбуждать рефлекторные объемы. Ситуация коренным образом меняется, если расстояние между рефлекторами становится меньше половины длины когерентности (рис. 2б). В этом случае локальные интерференционные области стоячей рентгеновской волны сливаются, образуя однородное интерференционное поле во всем пространстве щелевого зазора. Поток излучения, захваченный под любым углом (меньше критического угла ПВО), будет находиться в условиях

сфазированного отражения и практически не будет ослабляться. Будет реализовываться так называемое условие радиационной сверхтекучести.

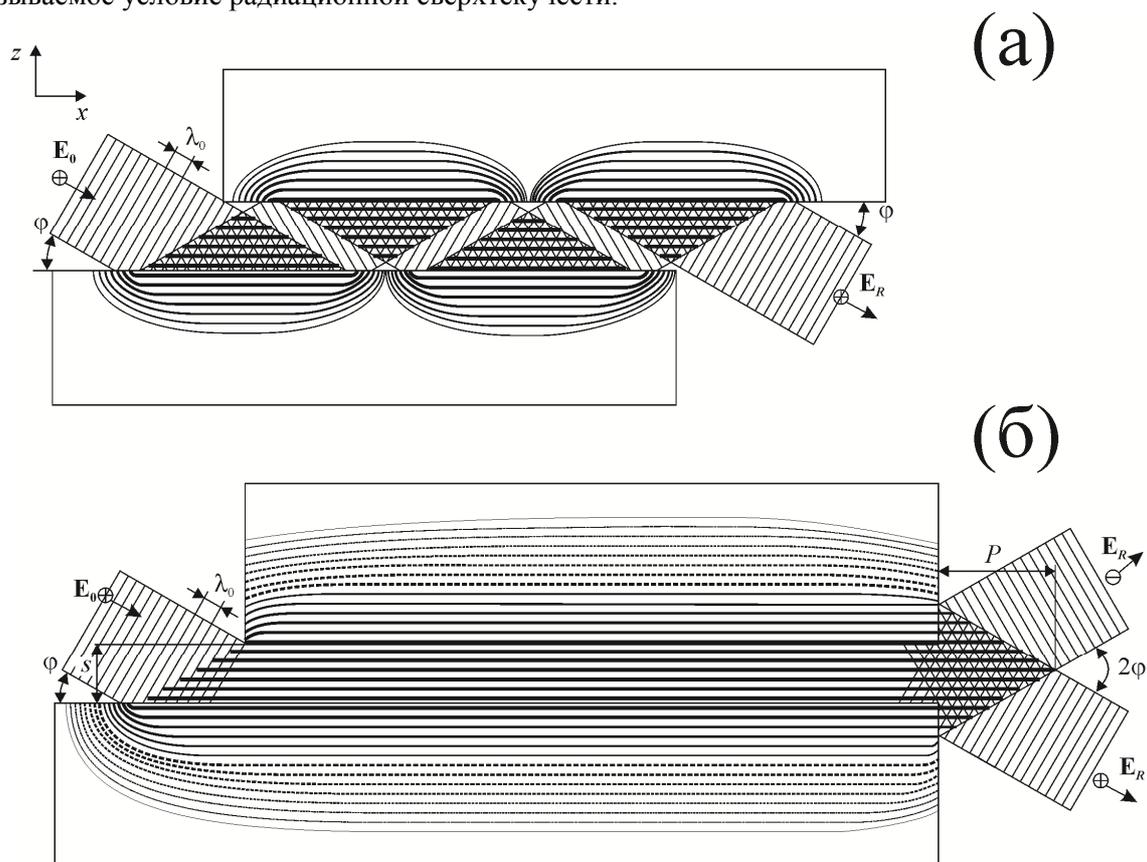


Рис. 2. Модельные представления, характеризующие транспортировку потока квазимонохроматического рентгеновского излучения плоским протяженным щелевым зазором шириной $S > \lambda_0^2/2\Delta\lambda_0$, в соответствии с механизмом многократного полного внешнего отражения (а) и плоским протяженным щелевым зазором шириной $S < \lambda_0^2/2\Delta\lambda_0$ в соответствии с механизмом волноводно-резонансного распространения радиации (б). $P = \lambda_0^3/8\Delta\lambda_0^2$ – величина выпучивания однородного интерференционного поля стоячей рентгеновской волны из щелевого зазора в условиях волноводно-резонансного распространения потока. φ – угол падения пучка, λ_0 – длина волны, s – ширина щели, P – величина выступа интерференционной волны.

Другой важной особенностью плоского рентгеновского волновода-резонатора является возможность формировать рентгеновские пучки нитевидной формы наноразмерной ширины, поскольку длины когерентности характеристических излучений, генерируемых лабораторными источниками, соответствуют наноразмерным величинам [11]. Например, длина когерентности излучения $\text{CuK}\alpha$ составляет 430 нм, а $\text{MoK}\alpha$ – 220 нм. Экспериментальные исследования показали, что щелевые зазоры шириной менее половины длины когерентности, образованные диэлектрическими материалами, действительно формируют наноразмерные рентгеновские пучки, которые характеризуются радиационной плотностью, на три–четыре порядка превосходящей плотность рентгеновских пучков, сформированных системами обрезавших щелей [12]. Этот факт оказался крайне полезным в практическом отношении при модификации рентгенофлуоресцентных спектрометров ПВО. Применение волноводно-резонансных формирователей для рентгенофлуоресцентной спектроскопии в области ПВО позволило более чем на порядок понизить пределы обнаружения примесей при диагностике материалов для диагностики элементного состава.

В то же время плоский рентгеновский волновод-резонатор простейшей конструкции имеет один существенный недостаток. Формируемый им пучок квазимонохроматического рентгеновского излучения характеризуется угловой расходимостью, близкой к 0.1 град.

Кажущаяся незначительность этой величины в то же время приводит к тому, что на расстоянии несколько сантиметров от выходного среза резонатора формируемый им поток теряет свои главные достоинства – наноразмерность и повышенную радиационную плотность. Поэтому важнейшей задачей рентгеновской волноводно-резонансной методологии был поиск конструктивных решений, которые могли бы обеспечить снижение угловой расходимости потока при сохранении его интегральной интенсивности. К настоящему времени предложены два решения этой задачи, проиллюстрированные на рис. 3.

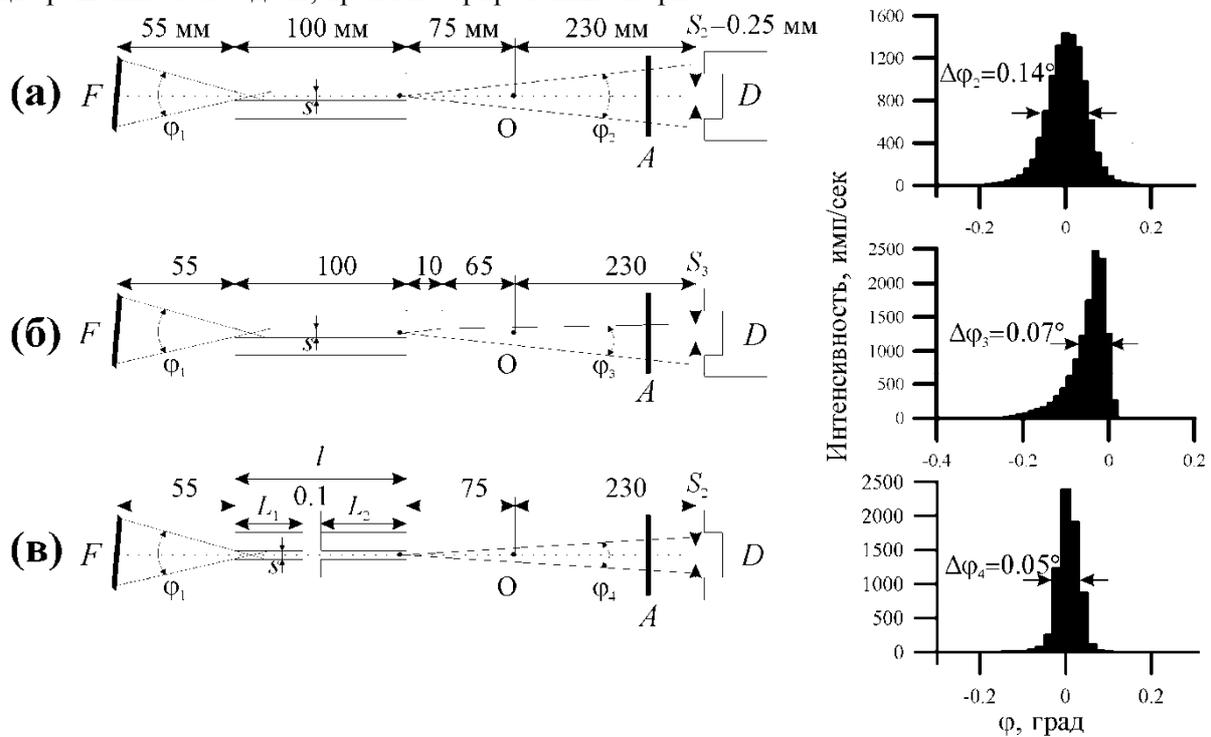


Рис. 3. Схемы формирования потоков квазимонохроматического рентгеновского излучения с помощью кварцевого плоского рентгеновского волновода-резонатора простейшей конструкции (а), волновода-резонатора, построенного на базе неравномерных рефлекторов (б) и составного волновода-резонатора (в), а также соответствующие пространственные распределения интенсивности излучения CuK_α в потоках, сформированных этими устройствами. Распределения зарегистрированы в условиях работы источника БСВ-24 (Cu) $U = 20$ кэВ, $J = 10$ мА. Коэффициент поглощения фильтра А $K = 50$. Ширина щелей волноводно-резонансных устройств $s = 40$ нм. S_2, S_3 – ширина щели детектора, φ_1 – угол захвата излучения, $\varphi_2, \varphi_3, \varphi_4$ – угол расходимости, L_1, L_2 – длины волноводов-резонаторов, составляющие составной волновод-резонатор, l – длина составного волновода-резонатора.

Наиболее простым способом решения стала идея построения плоского рентгеновского волновода-резонатора при использовании рефлекторов разного размера. На рис. 3б показано, что волновод-резонатор, построенный на базе разновеликих рефлекторов, действительно, почти вдвое, в сравнении с простейшим резонатором, уменьшает угловую расходимость формируемого рентгеновского пучка. В то же время пространственное распределение интенсивности в нем отклоняется от распределения Гаусса. Другой подход к решению этой задачи выразился в разработке конструкции составного волновода-резонатора – двух последовательно установленных и съюстированных относительно друг друга волноводов-резонаторов простейшей конструкции (рис. 3в). Опыт показал, что для сохранения интегральной интенсивности рентгеновского потока расстояние между последовательно установленными резонаторами не должно превышать величину:

$$\ell = \frac{\lambda_0^3}{8\Delta\lambda_0^2}, \quad (2)$$

где λ_0 – средняя длина волны транспортируемого излучения, а $\Delta\lambda_0$ – степень его монохроматичности. Было установлено, что уменьшение угловой расходимости формируемого составным волноводом-резонатором рентгеновского потока сопровождается ухудшением его монохроматичности [13]. В соответствии с разработанной моделью связь между этими параметрами подчиняется выражению:

$$\delta\lambda = \varphi_1\lambda_0(\varphi_1 - \varphi_2), \quad (3)$$

где φ_1 – угол захвата радиации входным срезом составного резонатора, а φ_2 – угол расходимости формируемого потока. Таким образом, за уменьшение угловой расходимости

$$\Delta\varphi = (\varphi_1 - \varphi_2) \quad (4)$$

приходится “платить” ухудшением монохроматичности пучка. В итоге его степень монохроматичности будет определяться выражением:

$$\Delta\lambda_2 = \Delta\lambda_0 + \varphi_1\lambda_0\Delta\varphi. \quad (5)$$

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе приведены экспериментальные данные, описывающие некоторые особенности функционирования простейшего и составного плоского рентгеновского волновода-резонатора, а так же основные положения модели работы составного резонатора. Ухудшение монохроматичности потока, формируемого этим резонатором, не является препятствием для его применения для рентгенофлуоресцентного анализа, но имеет ограничения при его использовании для дифрактометрии.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках Государственного задания № 007-00220-18-00 и при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (Программа повышения конкурентноспособности РУДН “5-100” среди ведущих мировых научно-образовательных центров на 2016–2020 гг).

Литература

1. Egorov V.K., Egorov E.V. // Thin Solid Films. 2001. V. 398–399. P. 405.
2. Мингазин Т.А., Зеленов В.И., Лейкин В.Н. // Приборы и техника эксперимента. 1981. № 1. С. 229.
3. Лейкин В.Н., Мингазин Т.А., Зеленов В.И. // Приборы и техника эксперимента. 1981. № 3. С. 208.
4. Лейкин В.Н., Мингазин Т.А., Зеленов В.И. // Приборы и техника эксперимента. 1984. № 6. С. 33.
5. Bedzyk M., Bommarito G., Schildkraut J. // Phys. Rev. Lett. 1989. V. 69. P. 1376.
6. Laue M. Rontgenstrahlinterferenzen. Berlin: Acad. Verlag-Ges., 1960. 540 p.
7. Егоров В.К., Егоров Е.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2005. № 12. С. 24.
8. Gio T. X-ray nanochemistry, concept and development. Cham: Springer, 2018. 513 p.
9. Egorov V.K., Egorov E.V. // Proceed. MRS. 2002. V. 716. P. 189.
10. Egorov V.K., Egorov E.V. // X-Ray Spectrometry. 2007. V. 36. P. 381.
11. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М.: ГИФМЛ, 1961. 863 стр.
12. Egorov V.K., Egorov E.V. // Trends in Appl. Spectrometry. 2010. V. 8. P. 67.
13. Егоров В.К., Егоров Е.В. // Успехи прикладной физики. 2017. Т. 5. № 6. С. 534.

Возможности применения неравновесной низкотемпературной плазмы, генерируемой при пониженном давлении, для переработки природных полимеров

*Хтет Вэй Ян Чжо, Кхин Маунг Хтау, Зау Йе Мьинт, Хтет Ко Ко Зау,
Т.М. Васильева*
г. Долгопрудный, Московская обл., Московский физико-технический институт,
Институтский пер., 9
E-mail: hvyk54@gmail.com

Экспериментально исследована возможность применения неравновесной низкотемпературной плазмы, генерируемой при пониженном давлении, для деструкции и функционализации биополимеров (целлюлозы, хитина и хитозана, лигнина и его производных). Были разработаны следующие методики, основанные на плазменных процессах:

- деструкция порошков биополимеров электронно-пучковой плазме (ЭПП), получаемой инжекцией электронного пучка в плотные газообразные среды;
- функционализация гидролизного лигнина и лигносульфонатов молочной кислотой в гибридной плазме, полученной путем инжекции электронного пучка в плазму ВЧ-разряда.

В результате ЭПП-деструкции целлюлозы, хитина и хитозана происходило образование олигосахаридов с молекулярной массой 800-2000 Да и степенью полимеризации от димеров до гептамеров. Показано, что в гибридной плазме возможно осуществление связывания молочной кислоты с поверхностями гидролизованного лигнина и лигносульфонатов.

Possibilities of non-equilibrium low-temperature plasma generated at low pressure for processing of natural biopolymers. Htet Wai Yan Kyaw, Khin Maung Htay, Zaw Ye Myint, Htet Ko Ko Zaw, T.M. Vasilieva. Applications of non-equilibrium low-temperature plasmas for the processing of biopolymers (cellulose, chitin and chitosan, lignin and its derivatives) are described. The following techniques based on plasma-assisted processes were developed:

- *destruction of biopolymers solid powders in Electron-Beam Plasma (EBP), generated by the injection of the electron beam into dense gaseous media;*
- *functionalizing of lignin and lignosulfonates in Hybrid Plasma, produced by the electron beam injection into RF gas-discharge plasma.*

The formation of oligosaccharides with molecular weight 800-2000 Da and polymerization degree varying from dimers to heptamers during the EBP-stimulated destruction of cellulose, chitin, and chitosan powders was observed.

В настоящее время резко возрос интерес к природным полисахаридам – целлюлозе, хитину и его деацетилованному производному хитозану – и их востребованность для создания современных материалов с инновационными свойствами. Это связано с широким распространением биополимеров в природе, возобновляемостью их сырьевых источников, а также уникальным комплексом физико-химических, механических и биологических особенностей: прочностью, низкой токсичностью, высокой комплексообразующей активностью, возможностью химической модификации, хорошей совместимостью с тканями организма, способностью к биодegradации, возможностью получения наноструктур (например, наноцеллюлозы) [1-4].

В отличие от кристаллических полисахаридов еще один распространенный природный полимер – лигнин – обладает нелинейной аморфной структурой и состоит из метоксилированных пропиловых фениловых блоков [5]. Являясь ароматическим соединением, лигнин представляет собой ценное перспективное сырье для органического синтеза, создания композитных материалов и получения биотоплива, что делает его перспективной альтернативой нефтяному сырью [6, 7].

Традиционным методом переработки целлюлозы, хитина и хитозана является

химический гидролиз, которому присущ целый ряд ограничений и недостатков [1]: многостадийность, длительность, образование значительных количеств побочных продуктов, что требует весьма трудоемкого выделения целевых соединений, применение концентрированных растворов кислот и щелочей, необходимость обезвреживания отходов, высокая температура процесса. Лигнин вообще трудно подвергается какой-либо химической переработке и модификации и поэтому в основном используется в качестве топлива, несмотря на наличие большого количества потенциальных коммерческих применений [8]. Таким образом, разработка новых экологически чистых методов переработки природных полимеров, основанных на нетрадиционных воздействиях на вещество, остается крайне актуальной задачей.

Плазмохимическая модификация/предобработка природного сырья позволяет не только сократить экономические и временные затраты на следующих этапах его переработки, но и добиться увеличения выхода целевых продуктов (например, низкомолекулярных водорастворимых олигосахаридов, мономерных ароматических веществ, биотоплива), способных улучшить качество и технологические свойства производимых из них материалов. В настоящее время интенсивно изучаются процессы модификации перечисленных природных полимеров в плазме атмосферного давления в системах «раствор-плазма» [9, 10]. Однако для практического применения такой подход не всегда является оптимальным и технологически оправданным. В первую очередь ограничения связаны с нерастворимостью целлюлозы, хитина и лигнинов в воде, а также с трудностями обработки в атмосферной плазме больших количеств материала. Поэтому низкотемпературная плазма, генерируемая при пониженном давлении, остается перспективным подходом к экологически безопасной и быстрой модификации биополимеров в достаточных для практики количествах.

В работе изучалась возможность модификации и функционализации полисахаридов и лигнина в низкотемпературной сильнонеравновесной электронно-пучковой плазме (ЭПП), которая возбуждается инжекцией электронного пучка (ЭП) в плотную газообразную среду, и гибридной плазме, генерируемой при инжекции электронного пучка в область ВЧ-разряда. Характерными давлениями для генерации ЭПП и гибридной плазмы является диапазон 0,1-10 Торр.

По сравнению с плазмой газовых разрядов различных частотных диапазонов ЭПП имеет целый ряд преимуществ, которые наиболее полно проявляются при решении задач, связанных именно с модификацией и переработкой биополимеров:

- ЭП может быть инжектирован в практически любую газообразную среду, поскольку процесс инжекции пучка не накладывает каких-либо принципиальных ограничений на химический состав плазмообразующей среды, а пучково-плазменные системы, являясь безэлектродными, позволяют организовать рабочий процесс без контакта плазмы с элементами конструкции реакционной камеры.

- При повышении давления плазмообразующего газа реакционный объем не только не контрагирует, но, наоборот, его поперечные размеры увеличиваются за счет более интенсивного рассеяния ЭП. Это, в частности, позволяет избежать возникновения зон с высокой плотностью энерговыделения, в которых температура среды может существенно повышаться.

- ЭПП может генерироваться как в свободном газовом объеме, так и внутри какого-либо контейнера, что открывает возможности создания реакторов с различной геометрией реакционной камеры и позволяет селективно обрабатывать внутренние поверхности полых изделий.

- Специальным подбором условий генерации удается получать плазму заданной температуры, значение которой может варьироваться в очень широком диапазоне (от комнатной до 1000 К и выше). Даже при низких температурах ЭПП обладает высокой химической активностью [11], что особенно важно для плазменных технологий обработки, не допускающих нагрева материалов (таких как биоорганические полимеры).

- В реакционный объем можно вносить компактные твердые тела, а также диспергировать порошки, при этом сохраняется устойчивость реакционного объема [11].

- Реакционным объемом легко управлять посредством практически безинерционного сканирования пучка после его вывода в плотную среду. Это позволяет, в частности,

регулировать объемную плотность энерговыделения добиваться достаточно высокой однородности воздействия на материалы в процессе их обработки [11].

Гибридная плазма генерируется при одновременном действии на плазмообразующую среду двух или большего числа ионизаторов. В настоящей работе гибридная плазма была получена путем инъекции ЭП в область ВЧ-разряда. При этом ЭП был основным ионизатором, а ВЧ-газовый разряд - дополнительным. Гибридная плазма сочетает в себе все перечисленные преимущества ЭПП, а также особенности ВЧ-разрядов низкого давления (возможность травления и плазмохимической очистки поверхности полимера, высокую скорость формирования на ней химически активных функциональных групп, эффективное управление гидрофильно-гидрофобными свойствами). Кроме того, в гибридной плазме возможно осаждение на поверхность материала, активированную в плазме ВЧ-разряда, паров различных органических и неорганических соединений. Для этого навеску соединения испаряют с помощью ЭП. Таким образом, в наших предыдущих работах были получены полисахаридные материалы, содержащие на поверхности ацетилсалициловую кислоту и тромбин [12, 13].

В работе были исследованы следующие процессы:

- Деструкция порошков целлюлозы, хитина и хитозана в ЭПП и гибридной плазме;
- Функционализация гидролизного лигнина и лигносульфонатов в гибридной плазме.

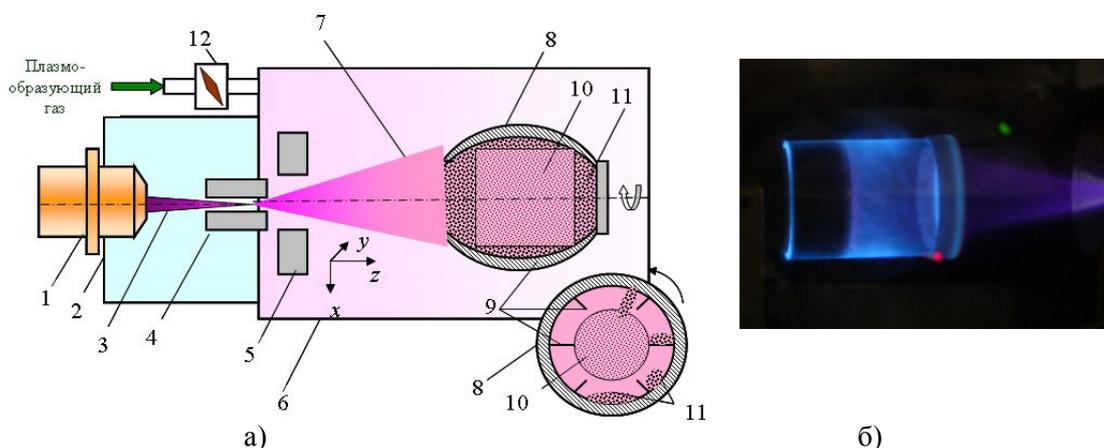


Рис. 1. Схема плазмохимического реактора (а) и процедура ЭПП-стимулированной деструкции порошков полисахаридов (б): 1 – электронная пушка; 2 – высоковакуумная камера; 3 – электронный пучок; 4 – выводное устройство; 5 – электромагнитная отклоняющая система; 6 – рабочая камера; 7 – облако ЭПП; 8 – кварцевая труба; 9 – внутренние ребра; 10 – реакционная зона; 11 – порошок обрабатываемого полисахарида; 12 – регулируемый натекатель.

В работе были использованы высокомолекулярные хитин (средневязкостная масса, $M_v = 1000$ кДа) и хитозан ($M_v = 500$ кДа, степень деацетилирования 85%, индекс полидисперсности 2,5), а также микрокристаллическая целлюлоза ($M_v = 1000$ кДа), гидролизный лигнин и лигносульфонаты. Все биополимеры представляли собой либо мелкодисперсные порошки, либо как в случае лигносульфонатов – частицы с характерным с размером $3 \times 2 \times 2$ мм.

Экспериментальная установка и методика экспериментов

Плазменно-стимулированная деструкция порошков биополимеров проводилась в электронно-пучковом плазмохимическом реакторе, устройство и принцип действия которого представлены в [14]. Рис. 1а иллюстрирует процесс ЭПП-обработки порошков биополимеров. Сформированный в высоком вакууме (10^{-5} Торр) электронный пучок (ЭП) (3) инжестрировался в заполненную плазмообразующей средой реакционную камеру (6) через газодинамическое выводное окно (4), при этом формировалось облако химически активной ЭПП (7). ЭП сканировали в круглый растр с помощью электромагнитной системы (5), что повышало равномерность обработки материала (10).

С целью увеличения массы обрабатываемого порошка были разработаны специальные

дополнительные устройства, в реакционном объеме которых организовано перемешивание значительного количества порошка в процессе обработки. Барабан устанавливали в реакционной камере так, что его ось совпадала с осью инъекции ЭП. Расстояние от выводного окна до барабана выбирали так, чтобы облако ЭПП было локализовано преимущественно внутри барабана (рис. 1б).

Температура образцов измерялась оптическим пирометром Optris LS (Optris GmbH, Германия) и не превышала 40 °С. Сила тока пучка I_b подбиралась таким образом, чтобы поддерживать постоянным указанное значение температуры и варьировалась в пределах $1 < I_b < 100$ мА. Энергия электронов на входе в реакционную камеру была постоянной и составляла 30 кэВ. В экспериментах в качестве плазмообразующего газа использовался спектрально чистый кислород при давлении 5 Торр.

Гибридную плазму получали путем инъекции ЭП в область ВЧ-разряда, для генерации которого использовали ВЧ-генератор Genesis GHW-12 (MKS Instruments, Великобритания) с частотой 13,6 МГц и номинальной мощностью 1 кВт. В качестве плазмообразующей среды использовали химически чистый кислород при давлении 0,5 Торр. Схема эксперимента представлена на рис. 2.

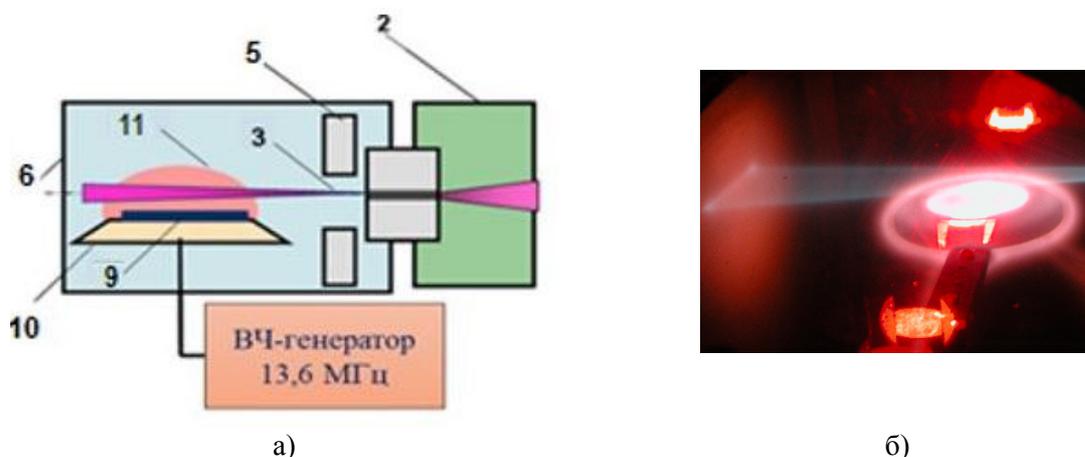


Рис. 2. Схема гибридного плазмохимического реактора (а) и процедура модификация в гибридной плазме биополимеров (б): 2- высоковакуумная камера; 3– электронный пучок; 5 – электромагнитная отклоняющая система; 6 – рабочая камера; 9 – образец биополимера; 10 – ВЧ-электрод;; 11 – область ВЧ-разряда.

Результаты модификации биополимеров в ЭПП и гибридной плазме

По данным гельпроникающей ВЭЖХ молекулярная масса для наибольшего пика у соединений, полученных в процессе ЭПП-деструкции целлюлозы, хитина и хитозана, варьировалась в пределах 800-2000 Да. Таким образом происходило образование олигосахаридов со степенью полимеризации от димеров до гептамеров, что связано с действием активных форм кислорода на β -1,4 гликозидные связи биополимера. При этом следует особо отметить два фундаментальных результата:

- пороговый характер зависимости, связывающей степень деструкции полимера с длительностью пучково-плазменного воздействия;
- вероятность появления побочных, не растворимых в воде соединений в составе продуктов пучково-плазменной модификации биополимеров – эффекта, обусловленного обратной полимеризацией образующихся низкомолекулярных продуктов при неоптимальном выборе условий обработки. С использованием ИК-спектроскопии было показано увеличение содержания полярных химически активных кислородсодержащих групп ($-\text{OH}$, $-\text{CON}$ и $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{COOH}$) в ЭПП-обработанных биополимерах.

В тоже время обработка в ЭПП гидролизного лигнина практически не влияла на размер его макромолекул. Однако количество карбоксильных групп в лигнине увеличивалось после ЭПП-модификации в среднем в 2 раза, а количество общих гидроксильных групп, к которым относятся фенольные, первичные и вторичные алифатические OH -группы - в 1,5-1,8 раз. Поскольку данные химические группировки являются химически активными центрами для

связывания с поверхностью лигнина других соединений (аминокислот, пептидов, олигосахаридов и др.), то ЭПП-модификация может быть перспективным методом получения на основе лигнина новых композиционных материалов для техники и биомедицины.

В гибридной плазме проводили прививку молочной кислоты на поверхность гидролизного лигнина и лигносульфонатов. Эксперимент проводили по следующей схеме:

- 1) Активация и функционализация поверхности лигниновых материалов посредством ее обработки в течение 10 мин в гибридной плазме кислорода (0,5 Торр) при эффективной мощности ВЧ-разряда 50 Вт, ток ЭП варьировали в пределах $I_b = 0,4-0,6$ мА, $U = 30$ кэВ;
- 2) Нанесение на активированную поверхность губки раствора молочной кислоты, которое производили сразу же после извлечения плазменного-модифицированных лигнинов из реакционной камеры.
- 3) Обработка лигниновых субстратов с нанесенным лактатом в плазме ВЧ-разряда (эффективная мощность 20 Вт, плазмообразующий газ – гелий при давлении 0,5 Торр) в течение 10 мин и $T_s = 30$ °С. Предполагалось, что данный этап будет способствовать формированию прочных ковалентных связей между активными группами функционализированных лигнинов и лактата.

Модификация лигнина лактатом способствовала незначительному уменьшению содержания атомов С и Н, за счет повышения содержания атомов О, что указывает на увеличение количества кислородсодержащих функциональных групп. При химическом анализе полученных образцов было показано увеличение количества карбонильных и карбоксильных групп в 8,5 и 1,7 раза соответственно по сравнению с их значениями в контрольных образцах, не подвергавшихся плазменной модификации.

Литература

1. Zargar V., Asghari M., Dashti A. // *ChemBioEng Reviews*, 2015, 2, 226.
2. Biederman H. // *European Cells and Materials*, 2003, 6, 28.
3. Klemm, D., Heublein B., Fink H.P., Bohn A. // *Angew. Chem. Int. Edit*, 2005, 44, 3393.
4. Yan X., Zihao M., Huining X. // *Nanoscale*, 2017, 9, 14758.
5. Wood chemistry, fundamentals and applications, 1992, ed. E. Sjostrom, Academic press, San Diego, 2nd edn.
6. Li C., Zhao X., Wang A., Huber G.W., Zhang T. // *Chemical Reviews*, 2015, 115, 11624.
7. Vishtal A., Kraslawski A. // *BioResources*, 2011, 6, 3568.
8. Patel M., Zhang X., Kumar A. // *Renewable & Sustainable Energy Reviews*, 2016, 53, 1499.
9. Pavliňák D., Švachová V., Libor Vojtek L., Zarzycká J., Hyršl P., Alberti M., Vojtová L. // *Open Chemistry*, 2015, 13, 229.
10. Titov V.A., Lipatova I.M., Mezina E.A., Kuzmicheva L.A. // *High Energy Chemistry*, 2016, 50, 411.
11. Vasiliev M., Vasilieva T. Beam plasmas: materials production // *Encyclopedia of Plasma Technology*, 2016, ed. J.L. Shohet, Boca Raton: Taylor & Francis Inc., 152.
12. Vasilieva T.M. // *High Energy Chemistry*, 2011, 45, 69.
13. Vasilieva T.M., Chuhchin D.G., Kosyakov D.S., Uluanovskii N.V., Sigarev A.A., Vasiliev M.N., Miasnikov V.A., Aung Myat Hein // *OAHOST*, 2016, 1, <http://oahost.org/index.php/journal/article/view/15>.
14. Vasilieva T.M. // *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2010, 38, 1907.

Генерация электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности диэлектриков

Йе Хлаинг Тун, Аунг Чжо У, Васильев М.Н.

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

E-mail: yehlaingtun@phystech.edu

Экспериментально исследована генерация электронно-лучевой плазмы (ЭЛП) вблизи поверхности твердых тел и жидкостей. Диэлектрические материалы использовались в качестве объектов воздействия пучка плазмы, а различные молекулярные газы (воздух и его компоненты, благородные газы, газообразные углеводороды) являлись плазмообразующими средами. Генерация плазмы изучалась в широком диапазоне давлений газа $10^{-1} - 2 \cdot 10^1$ Торр; выявлены особенности плазменных облаков вблизи поверхности термоэлектронной керамики.

Generation of electron-beam plasma near the surface of dielectrics. Ye Hlaing Htun, Aung Kyaw Oo, M.N.Vasiliev. Electron-Beam Plasma (EBP) generation near a surface of solid bodies and liquids was studied experimentally. Dielectric materials were used as subjects of the beam-plasma action and various molecular gases (air and its components, noble gases, gaseous hydrocarbons) were plasma-generating media. Plasma generation was studied in wide range of the gas pressure $10^{-1} - 2 \cdot 10^1$ Torr; peculiarities of plasma clouds near a surface of thermionic ceramics were detected.

Задачи о генерации электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности компактного твердого тела, слоя жидкости, частицы диспергированного порошка или жидкой капли являются типичными для анализа процессов пучково-плазменной модификации материалов, плазмохимического синтеза и управляемой деструкции сложных органических и биоорганических соединений. Как показано в [1], вблизи поверхности образца (не зависимо от его агрегатного состояния), контактирующего с электронно-пучковой плазмой, одновременно протекают многочисленные физические и химические процессы, кинетика которых определяется свойствами приповерхностной плазмы. Свойства электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности могут существенно отличаться от свойств плазмы в неограниченном объеме. Теоретическое описание этих процессов и компьютерное моделирование взаимодействия электронно-пучковой плазмы с поверхностью помещенного в нее образца, требуют самосогласованного решения многочисленных электрофизических, молекулярно-кинетических, плазмохимических тепловых и газодинамических задач, каждая из которых, даже решаемая отдельно, является весьма сложной. Поэтому при исследовании упомянутых выше процессов наиболее информативными оказываются экспериментальные методы.

Целью настоящего исследования является накопление экспериментальных данных об особенностях генерации электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности помещенного в нее объекта в различных условиях, определяемых свойствами материала, параметрами электронного пучка и плазмообразующей среды, а также факторами, характеризующими специфические условия взаимодействия плазмы с объектом, в частности - углом падения быстрых электронов.

Рис.1 иллюстрирует общую постановку задачи экспериментального исследования. Тонкий электронный пучок (ЭП), предварительно сформированный в высоковакуумной камере электронной пушкой, инжектируется в заполненную плазмообразующим газом рабочую камеру через выводное устройство (газодинамическое окно). В результате упругих и неупругих процессов, сопровождающих распространение ЭП в газе, пучок рассеивается и деградирует. В результате, формируется облако электронно-пучковой плазмы (ЭПП); в облако ЭПП помещается

плоская мишень, твердая или жидкая. Направление оси инжекции пучка образует угол ϕ с плоскостью мишени.

Поверхность мишени, взаимодействуя с ЭПП, подвергается воздействию тяжелых

частиц плазмы (заряженных и нейтральных), а также электронов деградационного спектра ЭП. Поглощение быстрых электронов веществом изолированной от «земли» мишени приводит к ее электростатической зарядке. Если мишень диэлектрическая, то потенциалы различных ее зон могут отличаться друг от друга, т.е. наблюдается эффект дифференциальной электростатической зарядки. При определенных условиях сама мишень может быть источником электронов, в частности, упруго- и неупругоотраженных электронов и электронов истинно-вторичной эмиссии. Если мощность ЭП достаточно велика, мишень может нагреваться, а на ее поверхности происходить фазовые переходы. Имея в виду, что неравновесная ЭПП является химически активной, нельзя исключить изменение электрофизических свойств материала в приповерхностном слое в результате плазмохимических реакций, стимулированных пучково-плазменным воздействием на вещество.

В ходе наших экспериментов измерялась температура мишени T ; регистрировался спектр излучения приповерхностной плазмы на фоне спектра люминесценции мишени и непрерывного спектра ее теплового излучения. Варьировались давление плазмообразующего газа P_m (в диапазоне 10^{-1} - $2 \cdot 10^1$ Торр) и ток пучка I_b , (от 1,0 до 100 мА). Эксперименты проводились для различных углов ϕ в следующих газах: воздух, кислород, инертные газы (гелий, аргон), газообразные углеводороды (метан, пропан). Для исследования электростатической зарядки диэлектрических материалов, также как и в [2], применялся метод «конденсатора» в импульсно-периодическом режиме работы установки. Потенциал поверхности мишени восстанавливался путем интегрирования измеренного тока зарядки и разрядки диэлектрика в переходных процессах. Для сравнения исследовалась зарядка и металлических мишеней такой же геометрии.

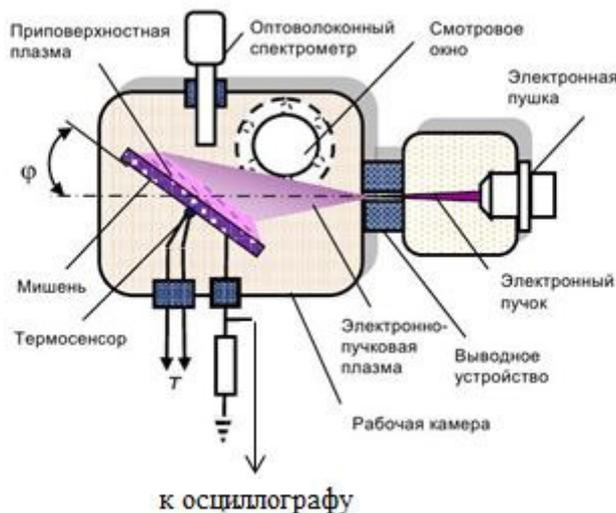


Рис.1. Схема экспериментов по генерации плазмы вблизи поверхности плоской мишени.

Эксперименты по воздействию ЭПП на мишени, изготовленные из материалов с различными электрическими и теплофизическими свойствами, показали, что:

1. Отрицательный потенциал на поверхности мишени, изготовленной из диэлектрического материала, значительно (вплоть до 2-х раз) превышает потенциал изолированной металлической мишени при тех же условиях. При давлениях $P_m \sim 0,1$ Торр он может достигать 500 В.
2. Потенциал диэлектрических мишеней практически не зависит от площади поверхности мишени, в то время как при прочих равных условиях потенциал металлической мишени возрастает по мере увеличения ее площади.
3. Увеличение давления приводит к резкому снижению потенциала: при давлениях $P_m > 1$ Торр потенциал U не превосходит нескольких вольт.
4. При увеличении тока пучка потенциал U возрастает и для металлических, и для

диэлектрических мишеней.

5. При давлениях $P_m < 0,1$ Торр наблюдается дифференциальная зарядка диэлектрических мишеней, сопровождающаяся электрическими пробоями по их поверхности.
6. Наибольшие размеры облака приповерхностной плазмы зарегистрированы при использовании в качестве мишени термоэмиссионных керамик, например LaB_6 .
7. Наличие заземленных элементов внутренней оснастки рабочей камеры вблизи мишени, заряженной до высокого потенциала (при $P_m < 1$ Торр), провоцирует электрический пробой между мишенью и «землей». Возникновению этого явления способствует повышение температуры мишени, которым сопровождается увеличение тока пучка.
8. Слой приповерхностной плазмы является оптически тонким и прозрачным для излучения поверхности мишени (теплого и/или люминесценции). Спектры, регистрируемые, как изображено на Рис. 1, представляют собой суперпозицию спектра излучения поверхности мишени и спектра излучения ЭПП.

На рис.2, представлен спектр излучения плазмы, возбуждаемой вблизи поверхности керамики Al_2O_3 , помещенной в ЭПП воздуха, а на рис.3- фотография, иллюстрирующая вид облака приповерхностной плазмы.

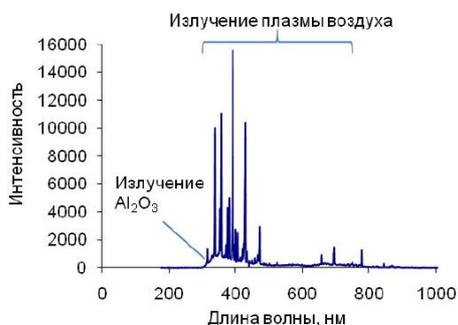


Рис.2. Спектр излучения ЭПП воздуха вблизи поверхности керамики Al_2O_3 , $P_m = 5,0$ Торр, $T = 420\text{K}$, $U \approx 4\text{В}$.



Рис.3. Плазма вблизи поверхности керамической мишени: мишень LaB_6 , плазмообразующий газ – гелий, $P_m = 0,5$ Торр, $T \approx 1400\text{K}$, $U \approx 250\text{В}$.

Литература

1. *M. Vasiliev, T. Vasilieva. Materials production with Beam Plasmas // In Encyclopedia of Plasma Technology (Ed. J.L. Shohet, Taylor & Francis), 2017. P. 152-166.*
2. *Юшков Ю.Г. Форвакуумный импульсный плазменный источник электронов для модификации поверхности диэлектрических материалов // Дисс.на соискание уч.степени канд. техн. наук, Томск, 2012. 104с.*

Ионный обрабатывающий центр для изготовления плёночных элементов наноградиентной оптики и метаматериалов

*+*** О.Д. Вольпян, ** А.И. Кузьмичёв, *** Д.В. Чуриков

* ООО «НПП Фотрон-Авто», РФ, 115191, Москва, ул. Тульская М, д.45 «А», кор. 6
E-mail: fotron-auto@mail.ru

** НТУУ «Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского», 03056,
Украина, Киев, пр. Победы, 37, КПИ-2230, E-mail: a.kuzmichev@kpi.ua

*** ФГБУН «Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН»
117342, Россия, Москва, ул. Бутлерова, 15

Представлена разработка автоматизированного ионно-плазменного вакуумного оборудования для изготовления плёночных элементов наноградиентной оптики и метаматериалов методом физико-химического синтеза покрытий из оксидов и нитридов. Оборудование выполнено в виде обрабатывающего центра на базе магнетронных ионных распылителей твёрдых металлических мишеней и ВЧ индукционного активатора реакционных газов. Электрическое и газовое питание центра осуществляется в импульсном среднечастотном режиме. Функционирование центра организовано на принципах цифровых технологий.

Ion processing center for fabrication of film elements of nanogradient optics and metamaterials. O.D. Volpian, A.I. Kuzmichev, D.V. Churikov. The development of automatic ion-plasma vacuum facilities for manufacturing film-like elements of nanogradient optics and metamaterials by physical-chemical synthesis of oxide and nitride coatings are presented. The facilities are fulfilled as a processing center on the base of magnetron ion sputters and RF induction activator of reactive gases. Electrical and gas supplying is in mid-frequency pulsed mode. The center function is managed on the digital technology principles.

Технология нанесения микро- и нанослоёв необходима для получения плёночных систем различного назначения, включая оптические изделия и метаматериалы. При этом наряду с многослойными изотропными тонкоплёночными системами всё большее значение приобретают градиентные структуры, т. е. структуры с плавным изменением их локальных характеристик [1, 2]. В оптике это приводит к плавному, но по определённому закону, изменению показателя преломления n [1], что позволяет создавать оптические метаматериалы с уникальными свойствами. Применение градиентных структур существенно улучшает оптические приборы в отношении спектральных параметров, лазерной прочности, стойкости к климатическим и механическим воздействиям [3]. Поскольку природные материалы дают только дискретный набор значений n , то для получения промежуточных значений необходимо создавать структуры с переменным химическим составом, используя смесь из нескольких исходных веществ. Для реализации такого процесса требуется соответствующее оборудование, его созданию посвящена наша работа. Исходя из тенденций развития современного производства, в новом оборудовании должны реализовываться принципы цифровых технологий.

Для нанесения прецизионных градиентных тонкоплёночных структур применяют два базовых процесса – подачу на подложку плёнокообразующих веществ и физико-химический синтез из них требуемой структуры. Как показывает мировой опыт [1,4-6], сочетание высокой производительности при высоком качестве изделий обеспечивает метод магнетронного распыления металлов в комбинации с обработкой конденсата на подложке активированным реакционным газом. В качестве газа чаще всего применяют кислород или его смесь с азотом, поскольку оксиды и оксинитриды обладают востребованными оптическими свойствами. Для уменьшения «отравления» мишеней магнетронных ионных распылителей (МИР) их изолируют от зоны обработки реакционным газом. Использование металлических мишеней, а не диэлектрических, оправдано тем, что можно применять среднечастотные (10-100 кГц) импульсные источники питания и получать более высокие скорости распыления и осаждения

покрытий, чем при ВЧ (10-100 МГц) питания МИР, и при этом успешно подавлять дугообразование на мишенях, которое является серьёзной проблемой при распылении в реакционном газе на постоянном токе. Подложки большого диаметра (> 25 см) обрабатывают индивидуально, а подложки меньшего размера – групповым способом с применением подложкодержателей барабанного или дискового типа. Имеются также установки конвейерного типа. Применяют шлюзовые камеры для загрузки-выгрузки подложек с целью стабилизации условий обработки.

Изложенные соображения были учтены при создании нового оборудования для нанесения градиентных наноструктур на оптические изделия. В нём был реализован принцип интегрирования разных обработок подложек ионами и плазмой в едином технологическом пространстве, поэтому данное оборудование следует определить, как “ионный обрабатывающий центр”. Такой термин-определение был предложен в своё время проф. В. П. Белевским [7]. Перечень выполняемых обработок определяется технологией получения структур с заданными параметрами, но обязательно включает обезгаживание и финишную очистку поверхности подложек, собственно нанесение градиентной (наноградиентной) структуры, финишную обработку. При этом вакуумное и ионно-плазменное технологическое оборудование должно отвечать критериям высокого уровня автоматизации, прецизионного мониторинга процесса и адаптивного управления при минимальном участии оператора, т.е. критериям цифровой технологии. Структурная блок-схема ионно-плазменного обрабатывающего центра на базе МИР представлена на рис. 1. В нём реализуются импульсные режимы работы базовых модулей (узлов), комплект которых обеспечивает широкий диапазон параметров импульсных воздействий и обработок.

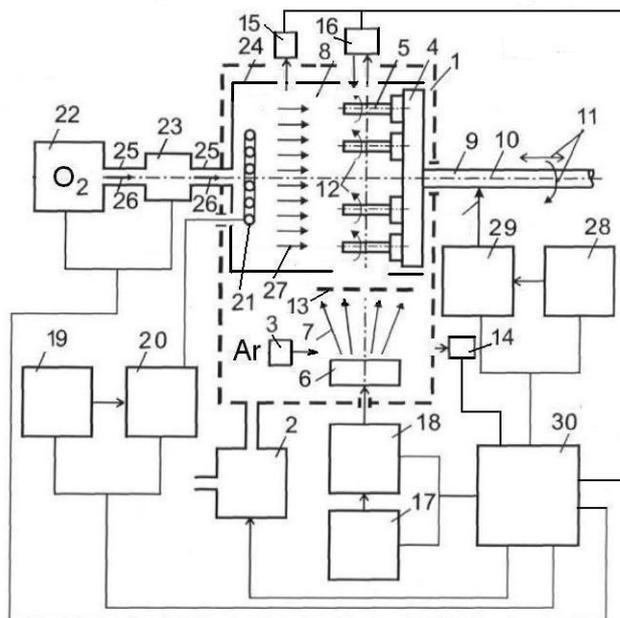


Рис. 1. Блок-схема ионно-плазменного обрабатывающего центра для нанесения градиентных покрытий: 1 – вакуумируемое рабочее технологическое пространство, 2 – система безмасляной откачки, 3 – источник распыляющего газа (Ar), 4 – держатель подложек 5, 6 – МИР, 7 – поток распылённого вещества, 8 – И-АРГ, 9 – вал-шток, 10 – главная ось, 11 – направления перемещения и вращения вала-штока и держателя подложек, 12 – направление вращения подложек, 13 – заслонка, 14 – спектрофотометр для контроля распыляющего разряда, 15 – спектрофотометр для контроля разряда, активирующего реакционный газ, 16 – лазерный спектровизор для контроля параметров покрытия, 17 – блоки питания для МИР, 18 – импульсный модулятор, 19 – блок питания для И-АРГ, 20 – импульсный модулятор, 21 – электрод (индуктор) И-АРГ, 22 – источник реакционного газа (O₂), 23 – импульсный клапан, 24 – оболочка И-АРГ, 25 – газопровод, 26 – поток реакционного газа (O₂), 27 – поток активированного реакционного газа, 28 – источник отрицательного напряжения, 29 – импульсный модулятор, 30 – управляющий компьютер

Топология обрабатываемого центра была ранее частично апробирована в установке нанесения покрытий на лопатки газотурбинных двигателей [8]. В рабочем вакуумированном пространстве 1 размещены подложкодержатель 4 с подложками 5, блок распылителей 6 ($P = 1 \dots 10$ кВт), а также ионизатор-активатор реакционного газа (И-АРГ) 8. Под оболочкой 24 И-АРГ размещён индуктор 21 для возбуждения разряда на $f = 13,5$ МГц и плазменной активации реакционного газа (генерации ионов и радикалов кислорода). Напротив индуктора 21 расположен подложкодержатель 4 для постоянного нахождения подложек 5 в потоке активированного реакционного газа 27. Оболочка 24 имеет отверстия для прохождения потока распылённого материала 7 к поверхности подложек 5. Подложкодержатель 4 может вращаться вокруг оси 10, а подложки 5 могут дополнительно вращаться вокруг своих осей для улучшения однородности толщины покрытия на подложках. Подложкодержатель 4 загружается и выгружается в шлюзовой камере. Газовые источники 3 и 22 подают распыляющий газ (Ag) в блок МИР и реакционный газ (O_2) в И-АРГ. Для мониторинга технологического процесса введены спектрофотометры 14 и 15 излучений из распыляющих и активирующего газ разрядов, а также спектровизор 16 для текущего контроля параметров наносимой структуры. Импульсные модуляторы 18, 20, 29 обеспечивают импульсную модуляцию ($\tau = 5-100$ мкс, частота повторения – десятки килогерц) напряжений, подаваемых на блоки МИР 6, индуктор 21 и подложкодержатель 4. Модуляция напряжений, подаваемых на индуктор и подложкодержатель, применяется для управления средней мощностью газового разряда, генерируемого индуктором, и ионным воздействием на подложку. Последнее используется для тепловой обработки и финишной очистки подложки, а также управления свойствами конденсата (покрытия). Предусмотрена импульсная подача реакционного газа в И-АРГ для расширения диапазона управления вакуумными условиями в технологической камере.

Рис. 2 показывает варианты взаимного расположения подложек и МИР: *а* – раздельное осаждение распылённых материалов из двух МИР, при этом текущий химический состав конденсата управляется либо электрическим режимом МИР, либо положением заслонок-диссекторов 13; *б* – на подложку одновременно поступают потоки распыленных материалов из обоих МИР, а соотношение потоков регулируется изменением геометрического положения МИР.

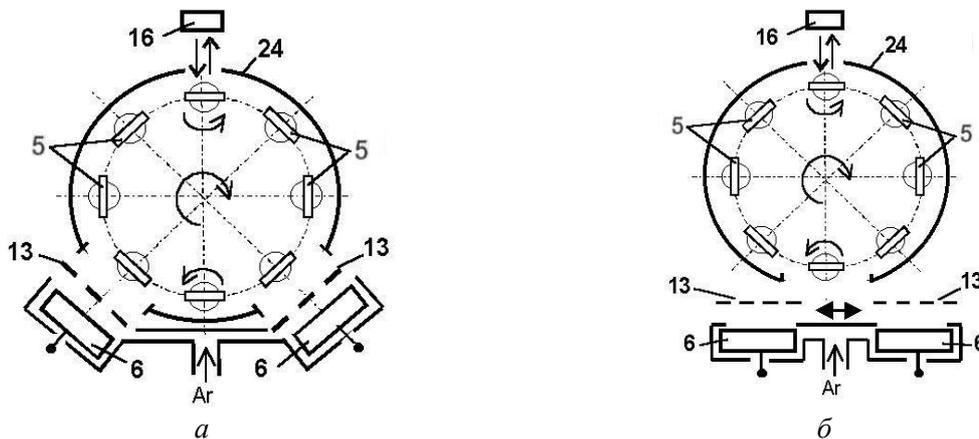


Рис. 2. Варианты взаимного расположения подложек (5) и магнетронных ионных распылителей (6). Остальные позиции определены в подписи к рис. 1

Также был создан и успешно испытан вариант конструкции активатора реакционного газа в виде безэлектродного СВЧ газоразрядного устройства со скрещенными полями, работающего на частоте 2,45 ГГц, в том числе в режиме электронного циклотронного резонанса [9].

На рис. 3 приведена градуировочная кривая распылительной системы, представленной на рис. 2б. Она показывает, как изменяется значение коэффициента преломления n при смещении обоих МИР относительно вертикальной оси системы в случае осаждения на подложках смеси $SiO_2-Ta_2O_5$ и сохранении постоянного расстояния между МИР.

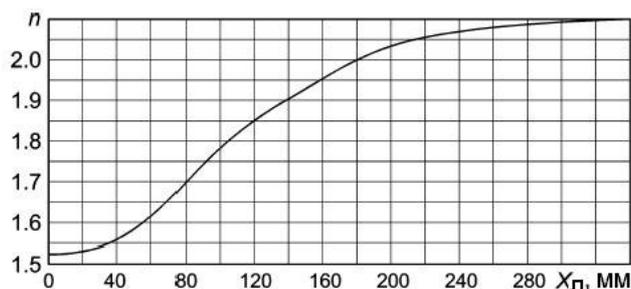


Рис. 3. Зависимость коэффициента преломления n от положения левого МИР относительно вертикальной оси системы, показанной на рис. 2б, при осаждении смеси $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ и постоянном расстоянии между левым и правым МИР

Градиентные оптические системы с многослойной периодической наноструктурой в системе $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$, изготовленные с помощью макета ионного обрабатывающего центра [10], подтвердили его эффективность и перспективность применения в оптической технологии. В настоящее время выполняется доработка центра для реализации в полной мере принципов цифровой технологии.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы». Соглашение № 075-02-2018-155 «Оборудование и цифровые технологии изготовления элементов наноградиентной оптики и из метаматериалов для приборов индивидуализированной медицины, технологий здоровьесбережения и космической фотоники». Уникальный идентификатор RFMEFI60718X0206.

Литература

1. Вольпян О.Д., Кузьмичев А.И. Наноградиентные оптические покрытия // Российский химический журнал. – 2012. – Т. 56. – № 1-2. – С. 58-69.
2. PLATIT. Gradient Coating. Nanogradients. <http://www.platit.com>.
3. Volpian O., Kuzmichev A., Ermakov G., Obod Yu., Silin N., and Shkatula S. Thin film dielectric gradient optical structures for space photonics. – Proc. PIERS-2015, Prague, Czech Republic, 2015. – P. 1498-1501.
4. Вольпян О.Д., Кузьмичев А.И., Обод Ю.А. Магнетронная технология градиентных оптических покрытий // Физика и химия обработки материалов. – 2014. – № 3. – С. 25-32.
5. Берлин Е.В., Сейдман Л.А. Получение тонких пленок реактивным магнетронным распылением. – М.: Техносфера, 2014. – 256 с.
6. Willey R.R. Practical design and production of optical thin films. – N.-Y., Basel: Marcel Dekker, Inc., 2002. – 568 p.
7. Белевский В.П. Интегрированные ионные процессы в тонкопленочных технологиях микроэлектроники // ВАНТ. – 1998. – Вып. 4(5)-5(6). – С. 67-72.
8. Кузьмичёв А.И., Цыбульский Л.Ю. Устройство для нанесения покрытий в вакууме с ионно-плазменной активацией. Патент Украины № 101342. МПК С23С 14/00 // Бюл., 2015. – № 17.
9. Вольпян О.Д., Кузьмичев А.И., Перевертайло В.В. Безэлектродный активатор реакционного газа для тонкопленочной оптической технологии. – Мат. 9-й Междунар. н.-техн. конф. «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, Сокольники, 2014. – С. 30-33.
10. Вольпян О.Д., Кузьмичев А.И., Ermakov G.F., Krikunov A.I., Obod Yu.A., Silin N.V., and Shkatula S.V. Magnetron discharge sputtering for fabrication of nanogradient optical coatings // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol. 652. – P. 012009.

Разработка технологических основ формирования тонких пленок оксида цинка с заданными значениями диэлектрической проницаемости.

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 разработана математическая модель, связывающая технологические параметры магнетронного распыления с комплексной диэлектрической проницаемостью тонких пленок оксида цинка. Показаны вычислительные процедуры, для расчета коэффициентов уравнения регрессии. Описано оборудование для получения тонких пленок оксида цинка, методом реактивного магнетронного распыления.

Development of technological bases for the formation of zinc oxide thin films with a given dielectric constant. N.I. Sushentsov, S.A. Stepanov, D.E. Shashin. The mathematical model connecting technological parameters of magnetron sputtering with complex permittivity of thin films of zinc oxide is developed. The computational procedures for calculating the coefficients of the regression equation are shown. The equipment for the production of thin films of zinc oxide by the method of reactive magnetron sputtering is described.

Введение

Оксиды металлов относятся к полупроводникам с широкой запрещенной зоной и находят широкое применение при изготовлении информационно–измерительных приборов, фотоэлектрических датчиков, приемников излучения [2,3]. Оксид цинка (ZnO) является наилучшей заменой дорогостоящим пленкам оксида индия – олова ($\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$). Экспериментальные работы многих отечественных и зарубежных научных коллективов [1-3] показали, что оксид цинка, обладает более высокими оптическими свойствами, по сравнению с оксидом индий–олова, и является перспективным оптическим тонкопленочным материалом. Целью работы является построение математической модели, связывающей технологические параметры изготовления с комплексной диэлектрической проницаемостью тонких пленок оксида цинка. Для достижения цели решались следующие задачи:

1. Получить серию образцов тонких пленок оксида цинка методом реактивного магнетронного распыления при различных условиях напыления.
2. Определить диэлектрическую проницаемость полученных пленок.
3. Составить математическое выражение, связывающее технологические параметры получения с комплексной диэлектрической проницаемостью тонких пленок оксида цинка.
4. Проверить полученное выражение на адекватность.

Технологическое оборудование и измерительная аппаратура

Напыление серии образцов тонких пленок оксида цинка проводилось на установке вакуумного напыления УВН-71ПЗ, модернизированной под магнетронное распыление. До рабочего значения вакуума, установка откачивалась механическим (2НВР-5ДМ) и диффузионным паромасляным (Н-2Т) насосами. Газовая смесь ($\text{Ar} + \text{O}_2$) подавалась в зону распыления. Для получения образцов тонких пленок оксида цинка использовали аргон и кислород чистотой 99%.

В качестве изменяемых факторов выбирались три основных параметра: рабочее давление газов, концентрация кислорода в рабочей смеси и время распыления. Значения других параметров поддерживались и измерялись с необходимой точностью:

мощность магнетронного разряда – $0,38 \pm 0,02$ кВт, расстояние от подложки до мишени – $100 \pm 0,5$ мм, температура подложки – 100 ± 2 °С.

Спектры пропускания тонких пленок оксида цинка были получены на спектрофотометре СФ-2000 в диапазоне длин волн 190-1100 нм, с шагом 1 нм. Оксид цинка напылялся на кварцевое оптическое стекло марки ВК толщиной 1,5 мм, с поглощением в интервалах длин волн 170-250 нм. Показатель преломления и коэффициент поглощения определяли из спектра пропускания конвертным методом, достаточно полно описанным в [4,5]. Данный метод целесообразно применять при высоком пропускании пленки и подложки оптического излучения, толщина подложки, при этом, должна быть гораздо больше, чем толщина пленки. Указанные ограничения выполняются при проведении данного эксперимента. Конвертные кривые $T_{max}(\lambda)$ и $T_{min}(\lambda)$ являются основой конвертного метода. Они строятся с помощью параболической или линейной интерполяции, полученных в ходе исследования на спектрофотометре точек, которые находятся на максимумах и минимумах интерференционных волн [2-6].

Из значений показателя преломления и коэффициента пропускания, для каждой пленки была определена величина диэлектрической проницаемости. Показатель преломления $n(\lambda)$ и коэффициент поглощения $k(\lambda)$ входят в действительную (1) и мнимую (2) части комплексной диэлектрической проницаемости (3)[6]:

$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2, \quad (1)$$

$$\varepsilon_2 = 2nk, \quad (2)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2, \quad (3)$$

Построение математической модели

Математическая модель технологического процесса — это математическая зависимость выходного показателя изделия (Y) от технологических параметров, его определяющих ($X = (X_1, X_2, \dots, X_k)$) [7]. Расчетные процедуры и их алгоритм, для разработки математической модели, взят из [7].

Зависимость выходного показателя изделия (Y) от технологических параметров, его определяющих ($X = (X_1, X_2, \dots, X_k)$), описывается уравнением регрессии:

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{\substack{i,j=1 \\ i < j}}^k b_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_i^2, \quad (4)$$

где b_0, b_i, b_{ij}, b_{ii} – оценки коэффициентов уравнения регрессии;
 k – число входных параметров.

Методики расчета математических моделей и примеры их применения достаточно полно рассмотрены в [9,10].

Реализация плана эксперимента, содержащего конечное число опытов, позволяет получить только выборочные оценки для коэффициентов уравнения. Их точность и надежность зависят от свойств выборки и нуждаются в проверке. Значения переменных в уравнении регрессии представляются в нормированном виде и имеют значения +1 и -1. Для построения моделей второго порядка, которые наиболее подходят для описания процессов формирования пленочных покрытий, в работе [7] обосновывается применение планов Бокса B_n и Коно Co_{23} , в которых эксперименты проводятся в определенной последовательности в точках +1, -1, 0, - α , α , здесь $\pm\alpha$ – звездные точки, то есть диапазон варьирования факторов разбивается на четыре участка, соответственно + α обозначает максимальное значение фактора, - α –

минимальное значение фактора, +1, 0, -1 – точки внутри диапазона варьирования. Значение α рассчитывается по формуле [7]:

$$\alpha = 2^{\frac{k}{4}} \tag{5},$$

где k - число входных параметров, для $k=3$, $\alpha=1,682$

Расчет коэффициентов уравнения регрессии и коэффициентов дисперсии проводился по следующим формулам [7]:

$$\left\{ \begin{array}{l} b_0 = \frac{A}{N} \left[2\lambda_1^2 (k+2) \sum_{u=1}^N Y_u - 2\lambda_1 \lambda_2 \sum_{i=1}^k \sum_{u=1}^N X_{iu}^2 Y_u \right]; \\ b_i = \frac{\lambda_2}{N} \sum_{u=1}^N X_{iu} Y_u (i=1, k); \\ b_{ij} = \frac{\lambda_2^2}{N\lambda_1} \sum_{u=1}^N X_{iu} X_{ju} Y_u (i \neq j=1, k); \\ b_{ii} = \frac{A}{N} \left\{ \lambda_1^2 [(k+2)\lambda_1 - k] \sum_{u=1}^N X_{iu}^2 Y_u + \right. \\ \left. + \lambda_2^2 (1 - \lambda_1) \sum_{i=1}^k \sum_{u=1}^N X_{iu}^2 Y_u - \lambda_1 \lambda_2 \sum_{u=1}^N Y_u \right\} \end{array} \right. \tag{6}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma^2(b_0) = 2 \frac{A}{N} \lambda_1^2 (k+2) \sigma^2(Y); \\ \sigma^2(b_i) = \frac{\lambda_2}{N} \sigma^2(Y); \\ \sigma^2(b_{ij}) = \frac{\lambda_2}{N\lambda_1} \sigma^2(Y); \\ \sigma^2(b_{ii}) = \frac{A}{N} [(k+1)\lambda_1 - (k-1)] \lambda_2^2 \sigma^2(Y) \end{array} \right. \tag{7}$$

где

$$\lambda_1 = \frac{2^{k-p} N}{(2^{k-p} + 2\alpha^2)^2}; \quad \lambda_2 = \frac{N}{2^{k-p} + 2\alpha^2}; \quad A = \frac{1}{2\lambda_1 [(k+2)\lambda_1 - k]}.$$

Значения диэлектрической проницаемости, технологические параметры напыления, а также соответствующие им условные значения, согласно плану эксперимента, занесены в Таблицу 1. Центр плана: давление (параметр X_1) – 1 Па, содержание кислорода (параметр X_2) – 50 %, время напыления (параметр X_3) – 300 секунд. Откликом модели (Y) является диэлектрическая проницаемость (Y). Параметры варьировались в пределах $\pm 0,2$ Па, ± 10 %, ± 60 с соответственно, другие контролируемые параметры не изменялись и поддерживались с заданной точностью (мощность, подводимая к магнетрону – $0,425 \pm 0,05$ кВт, температура подложки – 100 ± 2 °C).

Таблица 1. Матрица и результаты эксперимента

№	X_1		X_2		X_3		Y
1	-1	0,8 Па	-1	40 %	-1	240 с	3,151
2	+1	1,2 Па	-1	40 %	-1	240 с	4,193
3	-1	0,8Па	+1	60 %	-1	240 с	3,652
4	+1	1,2 Па	+1	60 %	-1	240 с	4,69
5	-1	0,8 Па	-1	40 %	+1	360 с	3,154
6	+1	1,2 Па	-1	40 %	+1	360 с	4,193
7	-1	0,8 Па	+1	60 %	+1	360 с	3,652
8	+1	1,2 Па	+1	60 %	+1	360 с	4,691
9	+1,682	1,3 Па	0	50%	0	300 с	4,804
10	-1,682	0,7 Па	0	50 %	0	300 с	3,054
11	0	1 Па	+1,682	67 %	0	300 с	4,344
12	0	1 Па	-1,682	33 %	0	300 с	3,502
13	0	1 Па	0	50 %	+1,682	401 с	3,924
14	0	1 Па	0	50 %	-1,682	199 с	3,921
15	0	1 Па	0	50 %	0	300 с	3,922
16	0	1 Па	0	50 %	0	300 с	3,923
17	0	1 Па	0	50 %	0	300 с	3,925
18	0	1Па	0	50 %	0	300 с	3,924
19	0	1 Па	0	50 %	0	300 с	3,922
20	0	1 Па	0	50 %	0	300 с	3,921

Результаты расчетов:

$b_0 = 3,923$; $b_1 = 0,52$; $b_2 = 0,25$; $b_3 = 0,0006$; $b_{12} = 0,0005$; $b_{13} = 0$; $b_{23} = 0$; $b_{11} = 0,03$; $b_{22} = 0,023$; $b_{33} = 0,029$.

Для определения оценки значимости коэффициентов регрессионного уравнения применяют критерий Стьюдента [7]:

$$|b_i| > \varepsilon = t\sigma(b), \quad (8)$$

где t – критерий Стьюдента (при количестве степеней свободы $f = N - 1$); N – число экспериментов; $\sigma(b)$ – ошибка в значении коэффициента [7].

При вычислении $\sigma(b)$ используется формула [6]:

$$\sigma^2(b_i) = \frac{\sigma^2(Y_i)}{\sum_{u=1}^N X_{iu}^2}, \quad (9)$$

где $\sigma^2(Y)$ – дисперсия воспроизводимости по параметру Y .

Дисперсия $\sigma^2(Y)$ может быть определена с помощью эксперимента, или задаваться допустимыми значениями погрешности, в частности принимается $\sigma^2(Y) = 0,05 \times b_0$ (5%-ная погрешность модели).

После определения ε , члены уравнения регрессии, значения которых $|b_i| < \varepsilon$ отбрасываются. В итоге оставлены следующие коэффициенты регрессии: $b_0 = 3,923$; $b_1 = 0,52$; $b_2 = 0,251$; $b_{11} = 0,03$.

После нахождения незначимых факторов, уравнение проверяется на адекватность [7]. В данном расчете для этого был использован критерий Фишера [7]:

$$F = \frac{\sigma_{ад}^2(Y)}{\sigma_{вос}^2(Y)}, \quad (10)$$

где $\sigma_{ад}^2(Y) = \frac{\sum_{u=1}^N (Y_u - Y'_u)^2}{f_1}$ – дисперсия адекватности;

$\sigma_{вос}^2(Y) = \frac{\sum_{q=1}^n (Y_q - Y'_q)^2}{f_2}$ – дисперсия воспроизводимости;

f_1, f_2 – значение степеней свободы;

Y – экспериментальное значение выходного параметра, рассчитанное по полученной математической модели;

Y' – расчетное значение выходного параметра, рассчитанное из показателя преломления, по формулам (1,2,3);

N – количество проведенных опытов, в данном случае равное 20;

n – количество параллельных опытов.

Для проверки адекватности расчетные значения F сравнивают с табличными. Если $F_{расч.} < F_{табл.}$, то с вероятностью 95%, полученную математическую модель можно считать адекватной.

Проверка на адекватность показала, что разработанную математическую модель формирования тонких пленок оксида цинка с заданным значением комплексной диэлектрической проницаемости можно с вероятностью 0,95 считать адекватной ($F_{расч.} = 2,368 < F_{табл.} = 2,7$).

Полученное регрессионное уравнение принимает следующий вид:

$$\varepsilon = 3,923 + 0,52P_{раб} + 0,03P_{раб}^2 + 0,251C_{кис}$$

Выводы

1. Разработана математическая модель вида $\varepsilon = 3,923 + 0,52P_{раб} + 0,03P_{раб}^2 + 0,251C_{кис}$.

2. Показано, что параметр $X_3 = t_n$ (время напыления) в исследуемом диапазоне не влияет на комплексную диэлектрическую проницаемость полученных тонких пленок оксида цинка. Варьирование значений других параметров $X_1 = P_{раб}$ (рабочее давление) и $X_2 = C_{кис}$ (содержание кислорода в рабочей смеси) позволяет выращивать тонкие пленки оксида цинка со значениями комплексной диэлектрической проницаемости ε от 3,2 до 4,8.

3. Полученное уравнение регрессии проверено на адекватность с помощью критерия Фишера. Расчет показал, что уравнение можно с вероятностью 0,95 считать адекватным.

Литература

1. Ghorannevis Z., Hosseinnejad M.T. Effect of substrate temperature on structural, morphological and optical properties of deposited Al/ZnO // Theoretical Applied Physics- 2015. Т. 21, №8.- P. 33-38.
2. Weiqiang S., Yuehui H., Yichuan C. Investigation of the Properties of Al-doped ZnO Thin Films with Sputtering Pressure Deposition by RF Magnetron Sputtering// Advances in Computer Science Research (ACSR)- 2017. vol. 76 – P. 1790-1792.
3. Зайцев С.В., Ващилин В.С. Влияние концентрации кислорода на микроструктуру, морфологию и оптические свойства пленок оксида цинка, формируемых методом магнетронного распыления // Вестник ИрГТУ. - 2017. Т. 21, №8.- С. 167-175.
4. Брус В.В., Ковалюк З.Д. Оптические свойства тонких пленок TiO₂-MnO₂, изготовленных по методу электронно-лучевого испарения // Журнал технической физики, - 2012. Т. 82, вып.8.- С. 110-113.
5. Swanepoel R. Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon// Printed in Great Britain-1983. № 16 – P. 1215-1222

6. Вольпян О.Д., Обод Ю.А., Яковлев П.П. Получение оптических пленок оксида цинка магнетронным распылением на постоянном и переменном токе// Прикладная физика. 2010. № 3.- С. 24-30.
7. Гусейнов Ф.Г., Мамедяров О.С. Планирование эксперимента в задачах электроэнергетики. М.: Энергоатомиздат, -1988. -150 С.

Распыление титана, нитрида титана, молибдена и меди ионами азота и кислорода

Д.В. Духопельников, В.А. Рязанов, С.О. Шилов, Д.К. Алексеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-ая Бауманская, д.5, 105005, rzn@bmstu.ru

В работе представлены экспериментальные данные результатов воздействия ионов реактивных газов на конструкционные материалы (титан, нитрид титана, молибден и медь). Обосновано использование магнетронной распылительной системы для исследования стойкости материалов в ионных пучках азота и кислорода. Приведены эффективные коэффициенты распыления титана, нитрида титана, молибдена и меди.

Sputtering of Titanium, Titanium Nitride, Molybdenum and Copper Induced By Ions of Nitrogen and Oxygen. D.V.Dukhopelnikov, V.A.Riazanov, S.O.Shilov, D.K.Alekseev. The work presents experimental data on the effects of reactive gas ions on structural materials (titanium, titanium nitride, molybdenum and copper). The usage of magnetron sputtering system to study the durability of materials in ion beams of nitrogen and oxygen is justified. The effective sputtering yields of titanium, titanium nitride, molybdenum and copper are presented.

ВВЕДЕНИЕ

Титан, медь и молибден используются в качестве конструкционных материалов и покрытий в авиации, микроэлектронике, ракетостроении и многих других областях. В качестве функциональных материалов они встречаются в системах диагностики плазмы. В устройствах, где ионные потоки взаимодействуют с поверхностью, основным критерием, определяющим стойкость материала, является коэффициент распыления. Однако воздействие ионных потоков реактивных газов на исследуемые материалы изучено слабо [1]. При этом для диапазона энергий ионов от 300 до 800 эВ экспериментальные данные по коэффициентам распыления исследуемых материалов азотом и кислородом отсутствуют.

Возможность применения исследуемых материалов в качестве конструкционных для элементов электрических ракетных двигательных установок, работающих на заборном воздухе [2, 3], и как материалов многослойных покрытий, применяемых в методике ускоренных эрозионных испытаний [4], определяется их устойчивостью в ионных потоках реактивных газов.

Целью работы являлась определение эффективных коэффициентов распыления титана, нитрида титана, молибдена и меди ионами азота и смеси азота и кислорода в соотношении 2 к 1.

ЭКСПЕРИМЕНТ

В качестве моделирующего устройства была выбрана магнетронная распылительная система (МРС), так как процессы, протекающие на поверхности катода МРС, схожи с взаимодействием ионных потоков с элементами технологических холловских ускорителей ионов и электростатических ракетных двигателей. Возможность работы с различными материалами мишени и различными газами в широком диапазоне плотности ионного тока позволяют с легкостью использовать МРС для исследования воздействия ионных потоков на поверхность материалов.

Для немонотонного энергетического пучка ионов эффективный коэффициент распыления $S_{эф}$ и средняя энергия ионов $\langle e \rangle$ могут быть определены как:

$$S_{эф} = \int f(\varepsilon)S(\varepsilon)d\varepsilon, \quad (1)$$

$$\langle \varepsilon \rangle = \int f(\varepsilon)\varepsilon d\varepsilon, \quad (2)$$

где $f(\varepsilon)$ – функция распределения ионов по энергиям,
 $s(\varepsilon)$ – коэффициент распыления в моноэнергетическом пучке ионов с энергией ε .

Анализ работ [5, 6] позволяет сделать вывод о том, что форма функции распределения ионов по энергиям на поверхности катода в МРС слабо зависит от материала катода, давления и рода плазмообразующего газа и индукции магнитного поля на поверхности катода. Это позволяет ввести функциональную зависимость коэффициента распыления от средней энергии ионов:

$$S_{эф}(\langle \varepsilon \rangle) = k \cdot S(\langle \varepsilon \rangle), \quad (3)$$

где k – константа,

$s(\langle \varepsilon \rangle)$ – коэффициент распыления в моноэнергетичном пучке ионов, при энергии ионов равной средней энергии ионов в МРС.

При этом средняя энергия ионов в МРС может быть оценена как:

$$\langle \varepsilon \rangle = \int_0^{eU_p} f(\varepsilon)d\varepsilon = 0,8 \cdot eU_p, \quad (4)$$

где U_p – напряжение разряда.

Исследования проводились на катодах из титана, молибдена и меди диаметром 50 мм и 105мм, установленных в соответствующие МРС. Для исследования распыления нитрида титана, на титановый катод наносилось покрытие нитрида титана TiN вакуумно-дуговым методом. При этом толщина наносимого покрытия выбиралась исходя из условия существенного изменения массы катода в результате распыления, при не полной проработке покрытия.

Остаточное давление в вакуумной камере не превышало $5,6 \cdot 10^{-4}$ Па. Давления рабочих газов лежали в диапазоне от $1,5 \cdot 10^{-2}$ до $3 \cdot 10^{-1}$ Па. Источник питания МРС работал в режиме постоянного тока заданное время. Величина напряжения стабилизировалась изменением расхода плазмообразующего газа. Катод взвешивался до установки в МРС и после распыления. Взвешивание проводилось на весах с точностью до 0,01 мг. Эффективный коэффициент распыления определялся по полученной разнице масс:

$$S = \frac{e \cdot (m_0 - m_1)}{m_p \cdot M_a \cdot I \cdot t} \quad (5)$$

где $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ – элементарный электрический заряд, Кл;

$m_p = 1,6 \cdot 10^{-27}$ – масса протона, кг;

m_0, m_1 – массы образца до и после травления соответственно, кг;

M_a – атомная масса исследуемого материала, а.е.м.;

I – ионный ток, А;

t – время работы магнетрона, с.

Полученные экспериментальные зависимости эффективного коэффициента распыления от средней энергии ионов показаны на рис.1.

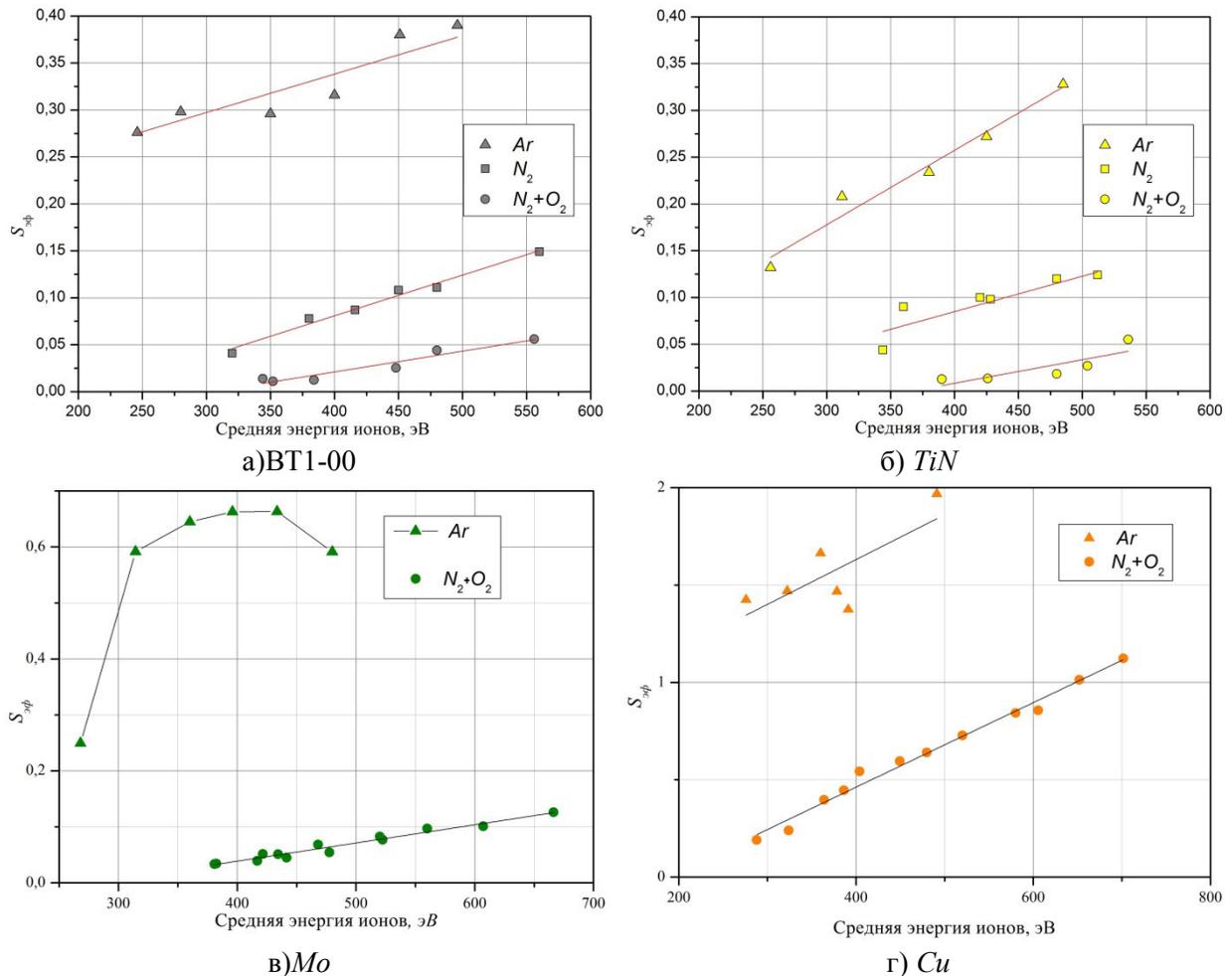


Рис. 1. Экспериментальные значения эффективного коэффициента распыления.

ОБСУЖДЕНИЕ

Сравнение данных о распылении титана и меди моноэнергетическим пучком ионов аргона [1, 7] с полученными позволяет говорить о справедливости предположения, о том, что эффективный коэффициент распыления может быть оценен как коэффициент распыления моноэнергетическим пучком ионов с энергией равной средней энергии ионов в МРС. При этом константа k в выражении (3) близка к единице. Например, для титана $k = 0,77$.

Анализируя полученные значения эффективных коэффициентов распыления, можно сделать вывод, что стойкость материалов при взаимодействии ионных потоков реактивных газов выше, чем при воздействии ионами инертных газов.

Высокая стойкость материалов при воздействии на них ионами реактивных газов может быть объяснена образованием на поверхности мишени оксидных и нитридных соединений. Эффективные коэффициенты распыления таких соединений меньше, чем у чистых материалов. Это, в свою очередь, объясняется распылением из образующихся пленок атомов не самого материала, а кислорода или азота. Распыленные атомы замещаются новыми из среды плазмообразующего газа. В результате даже после длительного воздействия масса мишени меняется не значительно, по сравнению с работой в среде инертных газов.

ВЫВОДЫ

1. Эффективные коэффициенты распыления титана, нитрида титана, молибдена и меди ионами азота и кислорода значительно ниже, чем коэффициенты распыления ионами аргона;
2. Эффективный коэффициент распыления может быть рассчитан как коэффициент распыления моноэнергетическим ионным потоком с энергией, равной средней энергии ионов в моделирующем устройстве.

Финансовая поддержка

Исследование эффективных коэффициентов распыления молибдена и меди ионами смеси азота и кислорода выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00522мол_а.

Литература

1. R. Behrisch, W. Eckstein (Eds.): Sputtering by Particle Bombardment, Topics Appl. Physics 110, 33–187 (2007).
2. Духопельников Д.В., Ивахненко С.Г., Рязанов В.А., Шилов С.О. О возможности использования холловского двигателя на забортном воздухе для удержания космического аппарата на низкой околоземной орбите//Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана.2016. №12.С.57-71.
3. Ерофеев А.И., Никифоров А.П., Попов Г.А. и др. Разработка воздушного прямоточного электрореактивного двигателя для компенсации аэродинамического торможения низкоорбитальных космических аппаратов//Вестник НПО им. С.А. Лавочкина. 2016. № 3. С.104-110.
4. Д.В. Духопельников, Е.В. Воробьев, С.Г. Ивахненко, Р.В. Ахметжанов, В.А. Обухов, Г.А.Попов, С.А. Хартов. Методика визуализации и определения профиля эрозии поверхности, вызванной ионной бомбардировкой. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.-2016, №1, с. 15-21.
5. Хохлов Ю.А. Плазменные ускорители с азимутальным дрейфом электронов для получения тонких оптических пленок: Дис. канд. техн. наук. М.: МГТУ им. Баумана, 1987. 254 с.
6. Елистратов Н.Г. Экспериментальное моделирование взаимодействия плазмы изотопов водорода с элементами стенки реактора ИТЭР: Дис.канд. техн. наук. – Москва, 2004. – 192 с.
7. Распыление твёрдых тел ионной бомбардировкой: Физ. распыление одноэлементных твёрдых тел. Пер. с англ./ Под ред. Р. Бериша. – М.: Мир, 1984. – 336 с., ил.

Определение профиля эрозии поверхности под действием ионной бомбардировки

Е.В. Воробьев, Д.В. Духопельников, С.О. Шилов
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
E-mail:duh@bmstu.ru

Предложена методика определения профиля распыления поверхности под действием ионной бомбардировки при помощи многослойных покрытий, предварительно нанесенных на исследуемую поверхность. В работе приведено математическое обоснование применимости методики и даны рекомендации по выбору параметров многослойных покрытий. Показано, что результаты измерения профиля травления при помощи описанной методики хорошо согласуются с прямыми измерениями при помощи профилометра.

The determination of the surface erosion profile under the ion bombardment. E.V.Vorobev, D.V.Dukhopelnikov, S.O.Shilov. The new technique to determine the surface sputtering profile under the ion bombardment is offered. The technique is based on sputtering of the multilayer coatings preliminarily applied to the test surface. The mathematical justification of the technique usage and the recommendations for the choice of multilayers coating parameters are presented. It is shown that the results of etching profile measurement obtained with this technique are in good agreement with direct measurements made with the profilometer.

Распыление поверхности твердых тел наблюдается во многих технических устройствах: технологических ионных источниках, ускорителях для ионно-лучевого формообразования [1],

магнетронных распылительных системах [2], электрических ракетных двигателях (ЭРД) [3] и других газоразрядных приборах. В некоторых приборах это явление является полезным. Например, в магнетронных распылительных системах благодаря ионному распылению технологические ионные источники и ускорители для ионно-лучевой обработки удаляют с поверхности изделий загрязнения и слои материала, а в магнетронных распылительных системах осуществляется распыление материала мишени. Но в ряде случаев ионное распыление имеет негативное значение, например распыление полюсов технологических ионных источников приводит к загрязнению поверхности подложек, а распыление элементов ионно-оптической системы ЭРД ограничивает их ресурс. При проектировании газоразрядных устройств необходимо оперативно определять профили распыления обрабатываемой поверхности и элементов самого устройства.

При отработке конструкции ускорителя возникает необходимость быстрой экспериментальной оценки места, формы и скорости распыления элементов ускорителя. При размерной ионно-лучевой обработке важно знать истинные распределения плотности ионного пучка и получаемые выработки поверхности с учетом всех неравномерностей по глубине и в плоскости обработки.

Для исследования топологии поверхности оптических деталей обычно используются интерферометрические методы измерения. Наиболее распространены приборы на основе интерферометра Физо [4]. В этом приборе интерференционная картина формируется в результате интерференции лучей, отраженных от исследуемой и эталонной поверхности. В качестве эталонной поверхности используется оптический клин, в результате интерференционная картина представляет собой набор чередующихся темных и светлых полос, по форме которых вычисляется топология поверхности. Реализация этого метода требует оптически гладкой и близкой к плоскости поверхности деталей, что затруднительно при работе с изделиями сложной формы и элементами конструкций газоразрядных устройств.

Особенно актуальна возможность быстрого определения профиля эрозии элементов ионно-оптической системы электрических ракетных двигателей, так как в настоящее время такие измерения проводятся напрямую после нескольких сотен часов работы. Особенно это важно при проектировании электрических ракетных двигателей, работающих на нетрадиционных рабочих веществах, таких как заборный воздух [5].

В данной работе рассматривается метод определения скорости распыления и профиля эрозионной выработки для экспресс-диагностики технологических ионных источников и настройки ионных пучков при размерной ионно-лучевой обработке. Метод основан на распылении предварительно нанесенного на исследуемую поверхность многослойного покрытия, состоящего из оптически контрастных материалов.

Если нанести на поверхность многослойное покрытие, состоящее из оптически контрастных материалов, например медь и алюминий, то полученная при распылении выработка будет визуализироваться в виде разноцветных полос. При этом границы между полосами будут изолиниями, соответствующими равной глубине выработки.

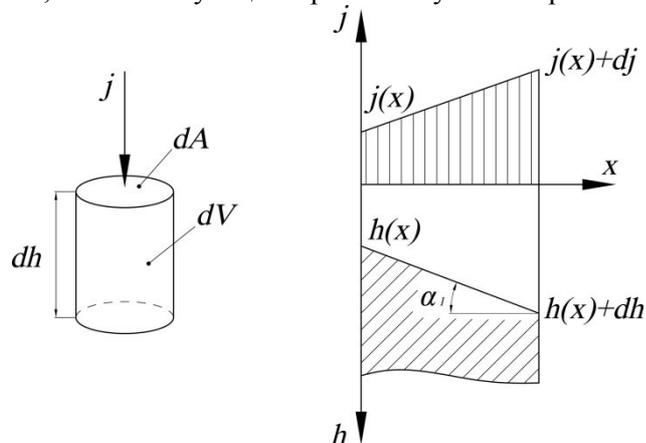


Рис. 1. Схема определения профиля распыления.

При ионном распылении с поверхности dA уносится масса вещества dm , и объемом dV (рис.1):

$$dm = \rho dV = \rho dh dA \quad (1)$$

где ρ - плотность распыляемого вещества.

Тогда глубина эрозии составит dh :

$$dh = \frac{dm}{\rho dA} \quad (2)$$

Масса вещества dm распыленного за время dt может быть определена как:

$$dm = \frac{M_a S(\varepsilon_i)}{q} dJ dt = \frac{M_a S(\varepsilon_i)}{q} j dA dt \quad (3)$$

где M_a - масса атома распыляемого вещества;

S - коэффициент распыления, зависящий от энергии ионов ε_i ;

j – плотность ионного тока;

q – заряд иона.

Тогда глубина выработки h за время t составит:

$$h = \frac{M_a S(\varepsilon_i)}{q \rho} j t \quad (4)$$

При неоднородном распределении плотности ионного тока глубина выработки будет изменяться по поверхности. Если считать энергию ионов ε_i постоянной (коэффициент распыления S постоянный) то при изменении плотности тока по поверхности dj/dx , поверхность будет выработываться под углом α (рис. 2а):

$$\alpha = \frac{dh}{dx} = \frac{M_a S t}{q \rho} \frac{dj}{dx} \quad (5)$$

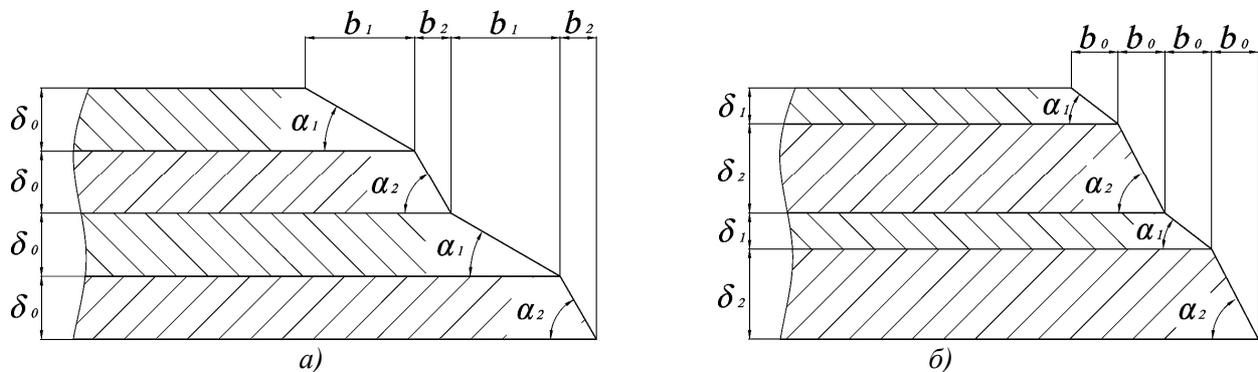


Рис.2. Профиль распыления многослойного покрытия:
(а) – с равной толщиной слоев; (б) – с равной шириной полос.

При травлении поверхности с многослойным покрытием видимая ширина b_i полосы соответствующей слою i толщиной δ_i будет определяться как:

$$b_i = \frac{\delta_i}{\alpha_i} \quad (6)$$

Если покрытие состоит из слоев одинаковой толщины $\delta_1 = \delta_2 = \delta_0$ с разными коэффициентами распыления $S_1 < S_2$ то углы α_i и видимая ширина полос b_i будет разной при одном градиенте плотности ионного тока (рис. 2б) $\alpha_1 < \alpha_2$, $b_1 > b_2$.

Если для толщин слоев из разных материалов выполняется соотношение:

$$\frac{\delta_1}{(M_{a1} S_1 / \rho_1)} = \frac{\delta_2}{(M_{a2} S_2 / \rho_2)} = C \quad (7)$$

где M_{at} - масса атома распыляемого вещества;
 S_i - коэффициент распыления;
 ρ_i - плотность распыляемого вещества;
 C – константа.

то при постоянном градиенте плотности ионного тока ширина полос будет одинаковой:

$$b_1 = b_2 = \frac{\delta_i}{\alpha_i} = \frac{C}{t} \frac{1}{dj/dx} \quad (8)$$

Для определения профиля травления поверхности под действием ионной бомбардировки на нее наносились многослойные покрытия, состоящие из слоев меди и алюминия. Покрытия наносились в ионно-плазменной установке БЭТА-500 производства компании «ООО «НПП УВН» [6] при помощи магнетронных распылительных систем MPC-105 [7]. В качестве подложек использовались стеклянные пластинки размерами 20x50x2 мм (для верификации предлагаемой методики) и 50x50x3 (для исследования профиля распыления скорости травления при ионно-лучевой обработке) мм, установленные на вращающемся подложкодержателе. Скорость роста покрытий определялась по образцам-свидетелям методом ступеньки при помощи стилусного профилометра 17622, производства завода «Калибр», который также использовался для верификации результатов определения профиля травления по картинам распыления.

Исследование профиля поверхности по визуальным картинам эрозии производилось при помощи микроскопа CarlZeissAxioImagerZ2m. Для получения профиля поверхности на микрофотографиях измерялись расстояния между границами полос, образованных медным и алюминиевым слоями. Глубина травления вычислялась по суммарной толщине всех вышележащих слоев.

Для верификации предлагаемой методики нанесения покрытия на образцы 20x50x2 мм наносились два типа покрытий:

- 8 чередующихся слоев меди и алюминия толщиной 130 нм;

- 8 чередующихся слоев меди и алюминия, толщина медных слоев составляла 340 нм, алюминиевых – 130 нм.

После нанесения покрытий они распылялись в ионном пучке ускорителя с анодным слоем УАС-200 [8]. При этом образцы устанавливались поперек ионного пучка на расстоянии 10 мм от среза ускорительного канала. Ускоритель работал на аргоне при напряжении разряда 3000 В и токе разряда 75 мА.

На рис. 3 показаны профили эрозии образцов с многослойными покрытиями обоих рассматриваемых типов. Видно, что профили эрозии, определенные по картинам распыления хорошо согласуются с результатами, полученными при помощи прямых измерений стилусным профилометром.

Покрытие для исследования профиля распыления поверхности при помощи источника ионов для ионно-лучевого формообразования наносилось на подложки размерами 50x50x3 мм и состояло из 10 чередующихся слоев меди и алюминия толщиной 100 нм каждый. Распыление покрытия производилось при помощи ионного источника ИИ-100К, ионный пучок которого имеет гауссово распределение плотности ионного тока по радиусу на расстоянии 400 мм от среза ускорительного канала. Держатель с образцом устанавливался на расстоянии 400 мм от ускорителя. Обработка образца производилась через отверстие в держателе диаметром 44 мм. Ионный источник работал на аргоне, напряжение разряда составляло 3000 В, ток – 110 мА. Обработка образца производилась до сквозного распыления покрытия в точке с максимальным ионным пучком.

На рис. 4а показана фотография образца с распыленным покрытием, а на рис. 4б – профиль выработки поверхности, полученный по изображению и график зависимости плотности ионного тока от радиуса ионного пучка. Видно, что профиль выработки поверхности уже, чем профиль плотности ионного пучка. Это объясняется тем, что ионы с низкими энергиями сильнее отклоняются магнитным полем в ускорительном канале и попадают в периферийные области ионного пучка. Также в этой области оказываются ионы перезарядки.

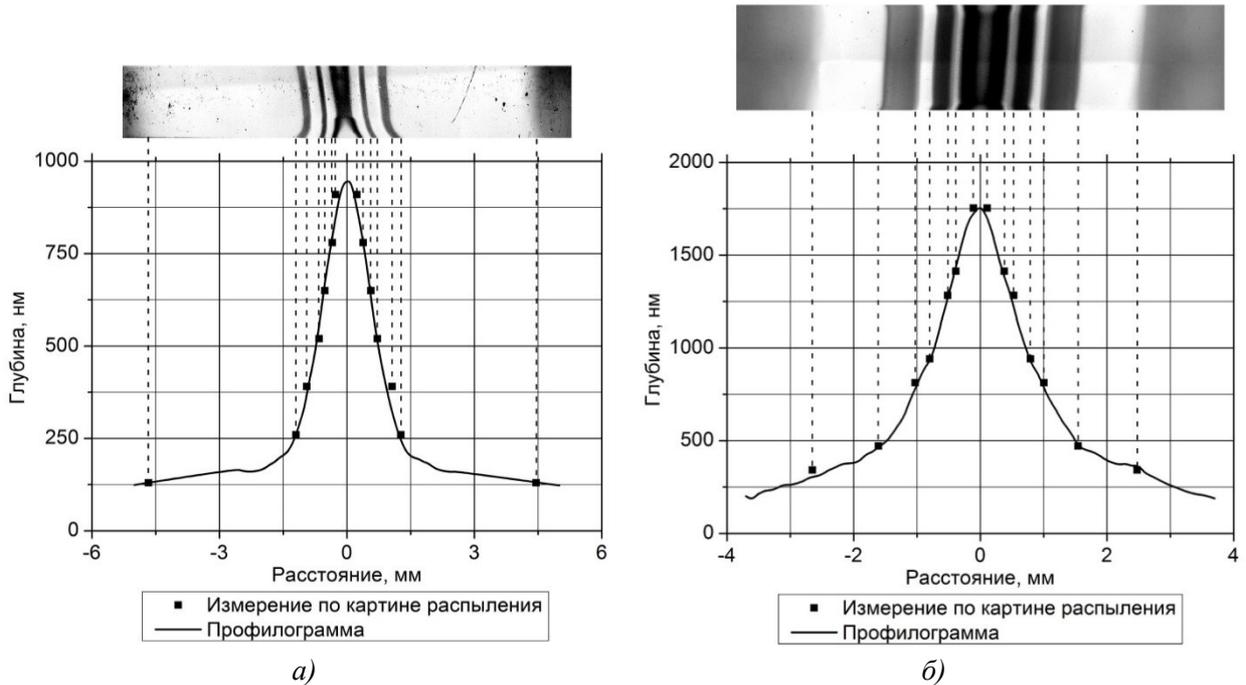


Рис. 3. Сравнение результатов измерения профиля поверхности образца, полученных по картине эрозии и с помощью механического профилометра:
(а) – покрытие состоит из слоев равной толщины; (б) – покрытие состоит из слоев с равным временем нанесения.

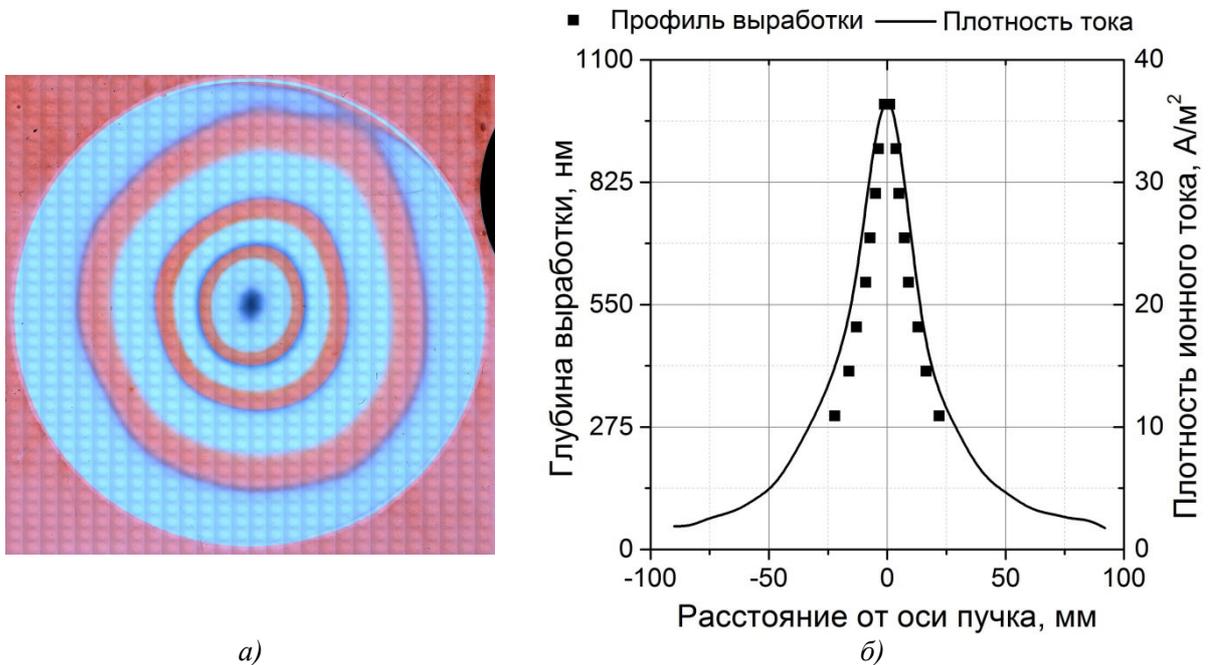


Рис. 4. Изображение поверхности образца с многослойным покрытием после обработки ионным пучком ускорителя для ионно-лучевого формообразования:
(а) – фотография поверхности; (б) – профиль выработки поверхности и зависимость плотности ионного тока от радиуса пучка.

Приведенные результаты показывают, что предлагаемая методика позволяет быстро и с высокой точностью определить профили выработки поверхности под действием ионной бомбардировки. В случае моноэнергетичных пучков (например в сеточных ЭРД), зная

коэффициенты распыления материалов слоев и энергию ионов, по изображениям распыленной поверхности можно определить распределение плотности ионного тока. Предложенная методика также позволяет определять скорости износа элементов самих ионных источников, а также других газоразрядных приборов (например, ускоряющего электрода ионно-оптической системы электростатических ионных двигателей). Для этого многослойные покрытия необходимо наносить на поверхность исследуемых деталей. При этом форма поверхности слабо влияет на точность измерения, которая ограничивается лишь точностью нанесения толщины и количеством слоев в покрытии.

Важное преимущество описанной методики заключается в том, что предварительную оценку профиля эрозии обработанной ионным пучком поверхности можно сделать без использования сложных измерительных приборов. Картины зоны травления видны невооруженным взглядом, либо с использованием простейшей оптики, такой как лупа.

Литература

1. Духопельников, Д.В., Воробьев, Е.В., Ивахненко, С.Г., Кириллов, Д.В. Управление формой пучка технологического ионного источника для высокоточной обработки поверхности // Вестник Московского Государственного Технического Университета им. Н.Э. Баумана. Серия: естественные науки. 2017. № 3. С. 24-36.
2. Духопельников Д.В. Магнетронные распылительные системы. В 2 ч. Ч. 1. Устройство, принципы работы, применение: учеб. пособие. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. 53 с.
3. Архипов А.С., Ким В.П., Сидоренко Е.К. Стационарные плазменные двигатели Морозова. – М.: Изд-во МАИ, 2012. -292 с.: ил.
4. Полещук А. Г., Насыров Р. К., Маточкин А. Е., Черкашин В. В., Хомутов В. Н. Лазерный интерферометр ФТИ-100//Интерэкспо Гео-Сибирь. 2013. Т. 5. № 3. С. 25-31.
5. Духопельников Д.В., Ивахненко С.Г., Рязанов В.А., Шилов С.О. О возможности использования холловского двигателя на забортном воздухе для удержания космического аппарата на низкой околоземной орбите. Наука и образование МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2016, № 12.
6. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г., Булычев В.С., Рязанов В.А., Афонин О.И. Решения МГТУ им. Н.Э. Баумана и компании «НПП «УВН» для тонкопленочной технологии оптической и электронной промышленности. Материалы XII Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология». Москва, Новелла, 2017.
7. Духопельников Д.В. Измерение индукции магнитного поля и моделирование холловского тока в разряде магнетронной распылительной системы // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2015. № 10.
8. Духопельников Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г. Исследование и оптимизация характеристик ионного источника ИИ-200 // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. 405 Баумана. Электрон. журн. 2011. № 10.

Экспериментальная проверка возможности испарения капельной фазы вакуумно-дугового разряда при её движении в плазме

Д.В. Духопельников, Д.В. Кириллов
МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва, ул. 2-ая Бауманская, д. 5, стр. 1
kirillovdy@bmsu.ru

Проведена экспериментальная работа по проверке возможности полного или частичного испарения капельной фазы в плазме вакуумно-дугового разряда в арочном магнитном поле. Было предположено, что в плазме вакуумно-дугового разряда испарение микрокапель может происходить путём их нагрева высокоэнергетичными потоками плазмы. Для подтверждения или опровержения этого предположения производилось осаждение тестовых покрытий на различных расстояниях от поверхности катода 100 и 300 мм. Затем выполнялся подсчёт количества капель в покрытиях в двух диапазонах размеров: для мелких и для крупных капель. Также было показано влияние арочного магнитного поля на снижение количества капельной фазы.

Experimental verifying of cathodic arc macroparticles evaporation possibility during its movement in discharge plasma. D.V. Dukhopelnikov, D.V. Kirillov. The experimental study to verify a possibility of full or partial evaporation of the steered cathodic arc macroparticles during its movement in discharge plasma was carried out. It was suggested that the evaporation of macroparticles in the cathodic arc plasma is due to its heating with the high energy plasma actions. The test coatings were produced on the different distances from the cathode (100 and 300 mm) to approve or disapprove of this assumption. Then the macroparticles quantity in the coatings was counted for two size ranges: for little macroparticles and for large macroparticles. The arch-like magnetic field effect for reduction the macroparticles quantity was noted.

Введение

Основными сферами применения метода вакуумно-дугового испарения являются нанесение износостойких, коррозионностойких, жаростойких, а также декоративных покрытий. Метод основан на использовании вакуумно-дугового разряда с холодным катодом. Характерной особенностью дугового разряда с холодным катодом является эмиссия микрокапель из области катодной привязки. Катодная привязка формирует кратеры, заполненные расплавленным материалом катода [1, 2]. Под действием взрывных процессов в прикатодной области расплавленный материал выбрасывается из кратера [3], формируя поток капель размером от 20 нм до 10 мкм [4-8]. Капельная фаза генерируется наравне с плазмой разряда (ионная и электронная фазы) и осаждается на изделиях, что ограничивает применение метода в таких отраслях промышленности, как микроэлектроника и оптика. Снижение доли капельной фазы может расширить применение метода.

Для снижения массовой доли капельной фазы применяются магнитные сепараторы, которые позволяют почти полностью избавиться от микрокапель, однако, применение магнитных сепараторов снижает производительность метода в 7-10 раз [9], что, порой, делает их применение экономически неоправданным. Также снижение капельной фазы может быть достигнуто применением дуговых испарителей с арочным магнитным полем [10].

После эмиссии с поверхности катода движение микрокапель происходит в плазме вакуумно-дугового разряда, где они взаимодействуют с ионами и электронами. Учитывая, что энергии частиц достаточно высоки (энергия электронов составляет 1-5 эВ [11-14], энергии ионов по разным данным от 1 до 150 эВ [15]) могут формироваться условия для испарения некоторой части капельной фазы. Испарение капель подробно рассматривалось в работах [16-19]. В различных работах приведены данные, свидетельствующие как о возможности испарения капель, в том числе, крупных [16, 18, 19], так и о невозможности их испарения [17]. При этом экспериментальных подтверждений или опровержений факта испарения капель в плазме подобного вакуумно-дугового разряда авторам настоящей работы не известно.

Данная работа посвящена экспериментальной проверке возможности испарения капель в плазме вакуумно-дугового разряда.

Оборудование

Вакуумно-дуговой испаритель с холодным катодом и арочным магнитным полем [19, 20] закреплялся на боковой двери вакуумной камеры (рис. 1). Напыление осуществлялось в стационарном режиме при токе разряда 100 А на подложки из флюат-стекла М1 размером 30х40х3 мм. Подложки располагались перпендикулярно потоку материала на расстояниях $L_1 = 100$ мм и $L_2 = 300$ мм от поверхности катода. Материал катода – титан ВТ1-0. Анализ количества капель проводился при помощи лазерного сканирующего конфокального микроскопа CarlZeiss LSM 700.

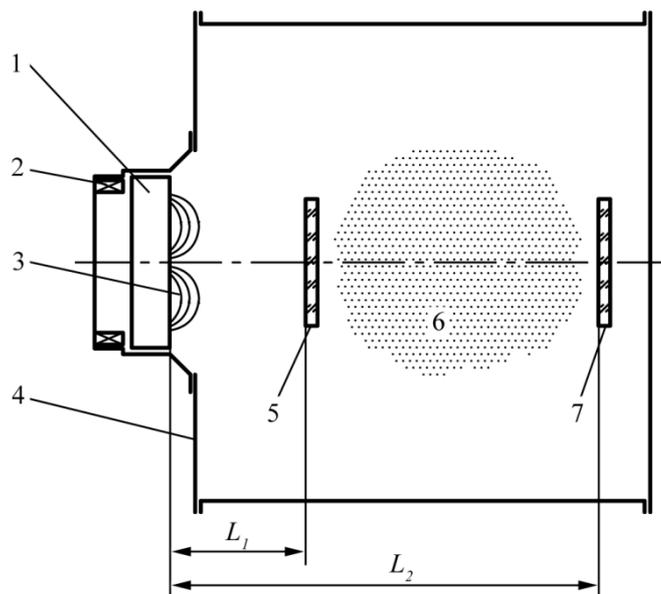


Рис. 1. Схема проведения эксперимента.

1 – катод; 2 – магнитная система; 3 – силовые линии магнитного поля; 4 – вакуумная камера; 5, 7 – подложки на расстоянии L_1 и L_2 соответственно; 6 – плазма дугового разряда.

Рассматривалось два режима работы вакуумно-дугового испарителя: без внешнего магнитного поля и при индукции арочного магнитного поля на поверхности катода $B = 7$ мТл.

Эксперимент

Перед осаждением покрытий проводилось пропыление катода на заслонку в течение 30 секунд. После этого заслонка открывалась на время 15 и 135 секунд на расстояниях 100 и 300 мм соответственно. Время осаждения покрытия рассчитывалось, как величина, пропорциональная квадрату расстояния от катода. При этом на подложку, находящуюся на разных расстояниях от катода, приходила одинаковая масса вещества, и осаждалось покрытие одинаковой толщины. Схема определения соотношения количества капель в конденсатах на различных расстояниях приведена на рис. 2.

Анализ работ [16-18] показывает, что испарение микрокапель различных размеров происходит с различной скоростью, так как при примерно равной поверхности, собирающей электронные и ионные токи, мелкие капли обладают меньшей массой и площадью поверхности. Учитывая, что капли различных размеров движутся в одинаковых условиях, была проведена оценка отношения их количества на различном расстоянии от катода. Было выбрано два диапазона: от 0,2 до 0,5 мкм (мелкие капли) и от 1,0 до 3,0 мкм (крупные капли).

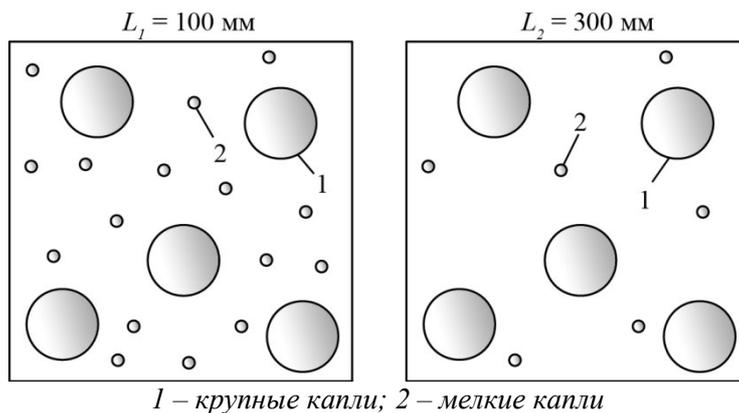


Рис. 2. Схема определения соотношения количества капель в конденсатах на различных расстояниях.

На рис. 3 приведены микрофотографии покрытий, осаждённых на различном расстоянии от катода с арочным магнитным полем и без него.

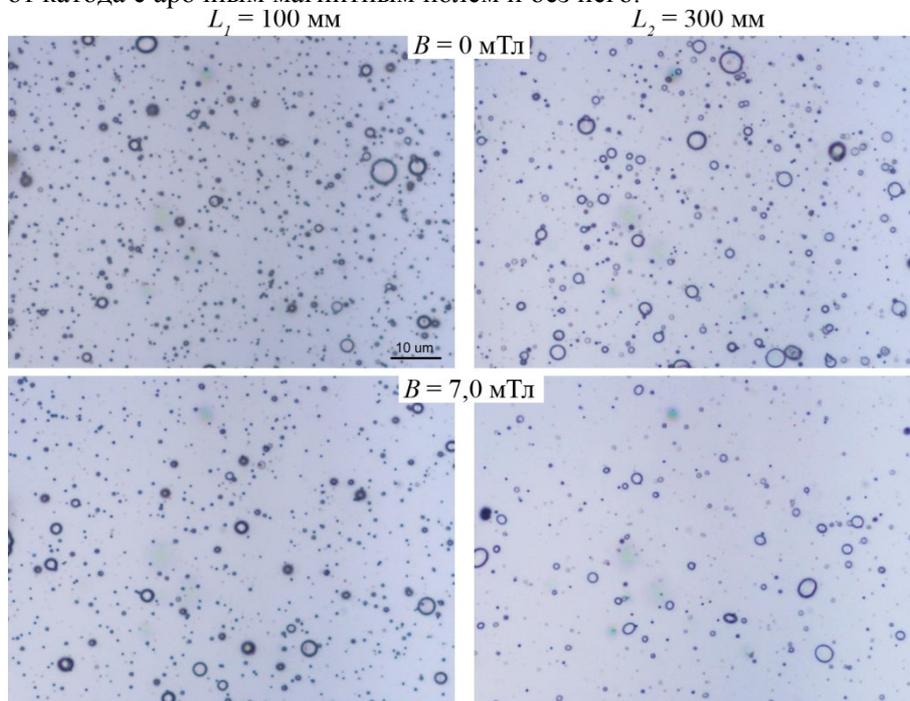


Рис. 3. Капли в покрытиях, осаждённых на различных расстояниях от катода дугового испарителя.

B – индукция арочного магнитного поля на поверхности катода; L – расстояние от катода до образца.

Подсчёт количества капель проводился по микрофотографиям на одинаковых площадях покрытия $8,2 \cdot 10^4$ мкм² и при равном увеличении (увеличение $\times 700$, поле зрения 330×248 мкм). В табл. 1 приведены полученные результаты измерений: количество капель $N_{0,2-0,5}$ и $N_{1,0-3,0}$, общее количество капель диапазонов Σ , отношение количества капель $N_{0,2-0,5} / N_{1,0-3,0}$. Данные проиллюстрированы на рис. 4. Показано, что при удалении от катода относительное количество мелких капель на подложке уменьшается, в то время как количество крупных капель остаётся почти неизменным:

$$\left(\frac{N_{0,3-0,5}}{N_{1,0-3,0}} \right)_{100} > \left(\frac{N_{0,3-0,5}}{N_{1,0-3,0}} \right)_{300}$$

Результаты экспериментальной проверки свидетельствует о том, что доля мелких капель уменьшается при движении капельной фазы в плазме разряда. Это позволяет сделать вывод о том, что мелкие капли испаряются в плазме разряда. Также видно, что арочное магнитное поле вызывает более интенсивное испарение капель, что, по-видимому, обусловлено локальным увеличением концентрации плазмы в прикатодной области.

Таблица 1. Результаты измерений относительно количества капель.

d , мкм	Без внешнего магнитного поля		$B = 7$ мТл	
	$L=100$ мм	$L=300$ мм	$L=100$ мм	$L=300$ мм
$N_{1,0-3,0}$	48,4	45,2	40,8	42
$N_{0,2-0,5}$	624	253,2	440	201,6
Σ	672,4	298,4	480,8	243,6
$\frac{N_{0,2-0,5}}{N_{1,0-3,0}}$	12,9	5,6	10,8	4,8

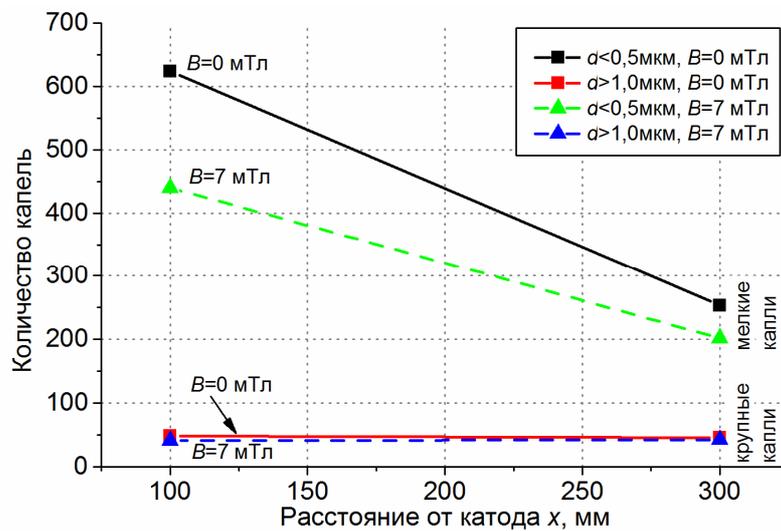


Рис. 4. Количество мелких и крупных капель на различном расстоянии от катода при различных индукциях арочного магнитного поля.

В тоже время, при увеличении индукции арочного магнитного поля происходит также снижение количества крупных капель размером от 1,0 до 3,0 мкм. Учитывая, что капли этих размеров практически не испаряются, можно заключить, что арочное магнитное поле также создаёт условия для подавления образования капель в катодном пятне, что подтверждает данные работ [6, 10]. Наиболее вероятным механизмом подавления образования капель является снижение температуры материала катода в катодном пятне и количества расплавленного материала в нём при увеличении скорости движения катодных пятен по поверхности катода в арочном магнитном поле [6].

Заключение

Экспериментально показано, что в плазме вакуумно-дугового разряда происходит испарение капель с диаметром менее 0,5 мкм, в то время как капли размером 1 мкм и более не испаряются. Это позволяет сделать вывод о том, что существует два механизма снижения количества капель в продуктах эрозии дугового испарителя: подавление образования капель в катодном пятне в результате увеличения скорости движения катодных пятен в арочном магнитном поле и испарение мелких капель в плазме дугового разряда.

Литература

1. Месяц Г.А., Баренгольц С.А. Взаимодействие плазменных струй и капель в прикатодной области ва-куумной дуги // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 75, вып. 6. С. 306-308.
2. Марахтанов М.К., Марахтанов А.М. Формирование катодного кратера в низковольтной вакуумной дуге с холодным катодом // Письма в ЖТФ, Т. 24, № 13, 1998, с. 14-19.
3. Anders A. Velocity distribution of carbon macroparticles generated by pulsed vacuum arcs // Plasma Sources Science Technology. Vol. 8. 1999. P. 567–571. DOI: <https://doi.org/10.1088/0963-0252/8/4/307>.
4. Monteiro O.R., Anders A. Vacuum-arc-generated macroparticles in the nanometer range // IEEE transactions on plasma science, Volume 27, Number 4, 1999, p. 1030-1033. DOI: 10.1109/DEIV.1998.738739
5. Хороших В.М. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги // ФП ФИП PSE. 2004. Т. 2, № 4, vol. 2. С. 200-213.
6. Береговский В.В., Духопельников Д.В., Марахтанов М.К., Щуренкова С.А. Сравнительный анализ капельной фазы в покрытиях, полученных методом вакуумно-дугового осаждения на установках типа ННВ и Platit л80 // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2008. №4. С. 29-32. Электрон.журн. Режим доступа: http://vestnik.magtu.ru/content_en/Vestnik%20MSTU%20for%202008,%20Number%204.pdf (дата обращения 27.02.2019).
7. Dukhopelnikov D.V., Kirillov D.V., Bulychev V.S. Characteristics of silicon microdroplets in coatings de-positied by vacuum arc evaporation // Polymer Science. Series D. 2016. Т. 9. № 2. С. 238-242. DOI: 10.1134/S1995421216020040
8. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Булычев В.С. Характеристики кремниевых микрокапель в по-крытиях, осаждённых методом вакуумного дугового испарения // Все материалы. Энциклопедический спра-вочник. 2015. № 12. С. 18-24.
9. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasmas of macro- and nanoparticles: a review // Surface and Coatings Technology, Volumes 120–121, 1999, P. 319–330. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00460-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00460-0)
10. Кириллов Д.В. Исследование процессов эрозии катода и тепломассообмена между микрокаплями и плазмой вакуумно-дугового испарителя с арочным магнитным полем: диссертация кандидата технических наук : 01.04.14; [Место защиты: Моск. гос. техн. ун-т им. Н.Э. Баумана]. - Москва, 2018. – 187 с.
11. Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М. и др. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия // Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005. - 236 с.
12. Ivanov V.A., Juttner B., Zimin A.M. Development of cathode spots on the surface of a beryllium // Plasma devices and operations. 2002. V. 10. P. 109-116.
13. Зимин А.М., Иванов В.А., Ютгнер Б. Динамика катодных пятен на поверхности бериллия в дуговом вакуумном разряде // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Термоядерный синтез. 2001. № 2. С. 44-50.
14. Саксаганский Г.Л. Электрофизические вакуумные насосы // М.: Энергоатомиздат, 1988. 280с.
15. Бугаев А.С., Гушенец В.И., Николаев А.Г. и др. Исследования направленных скоростей ионов в ва-куумном дуговом разряде эмиссионными методами // Журнал технической физики, Т. 70, вып. 9, 2000, с. 37-43.
16. Бизюков А.А., Ромашенко Е.В., Серeda К.Н. и др. Нагрев и испарение металлических макрочастиц в пучково-плазменных системах // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Плазменная электроника и но-вые методы ускорения. 2010. № 4 (7). С.189-192.
17. Anders A. Growth and decay of macroparticles: A feasible approach to clean vacuum arc plasmas? // Jour-nal of Applied Physics. 1997. V. 82. Is. 8. P. 3679-3688. DOI: 10.1063/1.365731
18. Proskurovsky D.I., Popov S.A., Kozurev A.V., Pryadko E.L., Batrakov A.V., Shishkov A.N. Droplets Evaporation in Vacuum Arc Plasma // IEEE transactions on plasma science, Volume 35, Number. 4, 2007, p. 980-985. DOI: 10.1109/TPS.2007.897906
19. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г. Влияние выработки катода дугового испарителя на равномерность толщины покрытия и угловое распределение продуктов эрозии // Наука и образование: электронное научно-техническое издание. 2014. № 4.

- С. 1-9. DOI:10.7463/0414.0707391. Режим доступа:
<https://technomagelpub.elpub.ru/jour/article/view/564> (дата обращения 27.02.2019)
20. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К., Воробьев Е.В., Булычёв В.С. Вакуумная дуга на поликристаллическом кремниевом катоде // Наука и образование: электронное научно-техническое издание. 2014. № 11. С. 188-197. Режим доступа: http://engineering-science.ru/file/749851.html?__s=1 (дата обращения 27.02.2019).

Исследование морфологии эпитаксиальных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных методом магнетронного распыления

Г.К.Сафаралиев, Г.Д.Кардашова

Махачкала, Дагестанский государственный университет, ул. Гаджиева, д. 43-а

E-mail: gulya-kal1@yandex.ru

В данной работе приведены результаты исследования свойств эпитаксиальных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ полученных магнетронным распылением составных мишеней SiC-AlN. Представлены результаты исследований методами рентгенодифрактометрии и атомно-силовой микроскопии и $I(V)$ спектроскопии слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ для определения оптимальных параметров роста. Начальная стадия поверхности пленок характеризуются аморфной структурой, с ростом толщины формируются монокристаллические островки с гексагональной структурой. $I(V)$ спектры туннельного тока зонд-пленка имеют сложный характер с несколькими изломами.

The study of the morphology of epitaxial films $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ obtained by the method of magnetron sputtering. G.K.Safaralie, G.D. Kardashova. This paper presents the results of studying the properties of epitaxial $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ films obtained by magnetron sputtering of SiC-AlN composite targets. The results of X-ray diffraction and atomic-force microscopy studies and $I(V)$ spectroscopy of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ solid solution layers to determine the optimal growth parameters are presented. The initial stage of the film surface is characterized by an amorphous structure. Single-crystal islands with a hexagonal structure are formed with the thickness growth, The $I(V)$ spectra of the probe-film tunnel current are of complicated character with several kinks.

В настоящее время наиболее совершенными методами исследования строения поверхности твердых тел являются зондовые методы. Применение для изучения поверхности сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) и спектроскопии, обладающей пространственным разрешением на уровне 0.1 \AA , исключает усреднение данных и позволяет измерять физико-химические характеристики единичных адсорбированных частиц, дефектов и наноструктур.

В работе представлены результаты исследований методами рентгенодифрактометрии (XRD) и АСМ и $I(V)$ спектроскопии слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных ионно-плазменным распылением поликристаллической мишени, для определения оптимальных параметров роста.

Пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ толщиной до 2 мкм формировались на подложках – пластинах монокристаллического SiC методом ионно-плазменного магнетронного распыления поликристаллических мишеней SiC-AlN [1]. Основные технологические параметры роста пленок твердых растворов: температура подложки в диапазоне $1300 \div 1620 \pm 5\text{K}$; время распыления, в диапазоне $0.5 \div 4$ часов; скорость в диапазоне $10 \div 30 \text{ nm/min}$. Для получения кристаллоориентированных слоёв был проведен отжиг полученных гетероструктур в нейтральной среде при температуре 1200°C .

Морфологию полученных слоев определяли с помощью АСМ «Интегра». Результаты по получению наноразмерных слоев показали, что после их формирования наблюдаются отдельные конусообразные выступы высотой $50\text{-}100 \text{ nm}$ (рис.1).

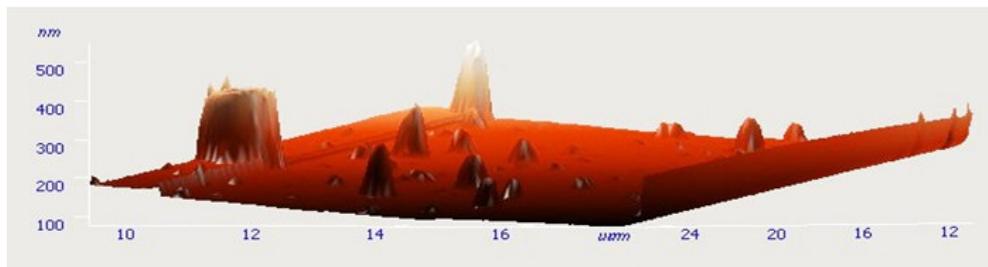


Рис. 1. АСМ изображение поверхности плёнки $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

Наименьшая плотность конусообразных выступов отмечается в середине подложек, что может быть связано с неравномерностью плотности потока распылённых ионов и частиц по диаметру подложки. Попытка снизить концентрацию конусообразных выступов путём ионного травления показала принципиальную возможность достижения цели (рис.2). Последующий отжиг поликристаллических наноразмерных слоёв позволяет утверждать, что неоднородность микрорельефа уменьшается до 5-10 нм, а структура пленки становится более крупнокристаллической (рис. 3).

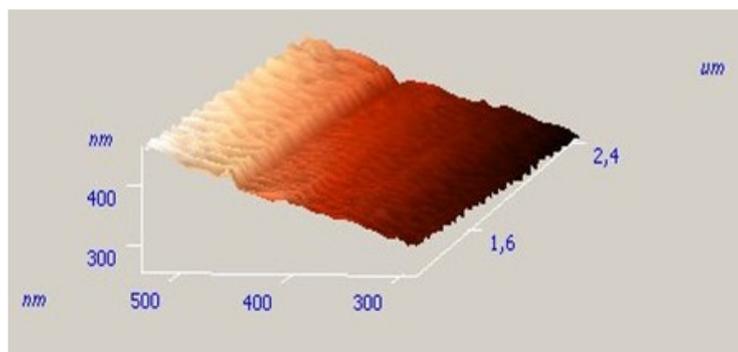


Рис. 2. Увеличенная поверхность «склона» в области травления плёнки $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

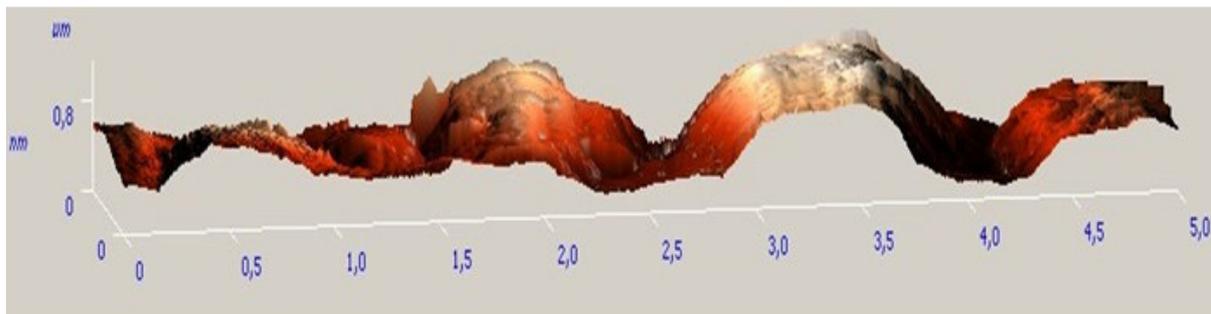


Рис. 3. Поверхность плёнки $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ после отжига.

Изучение морфологии пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ было осуществлено с помощью сканирующего зондового микроскопа Ntegra Prima, с термостолком с нагревом до 450К и низкоточковой сканирующей туннельной головкой ST020NTF. Результаты исследования морфологии пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с $x = 0,64$ приведены на рис. 4. Как видно, пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ изначально растут равномерно по поверхности до 300-400 нм (рис.4,а), не имеют определенную кристаллическую структуру. В более толстых пленках формируются островки с гексагональной структурой (рис.4,б). Эти исследования подтверждают закономерности формирования гексагональной структуры в пленках $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

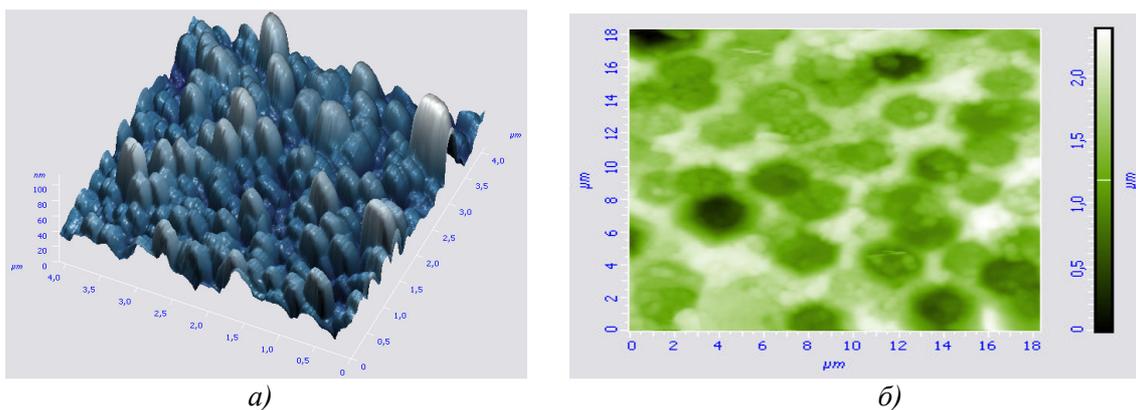


Рис. 4. АСМ изображение пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{0,36}(\text{AlN})_{0,64}$:
а) в 3D, б) в 2D.

На рис. 5 представлено СТМ-изображение поверхности пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{0,36}(\text{AlN})_{0,64}$.

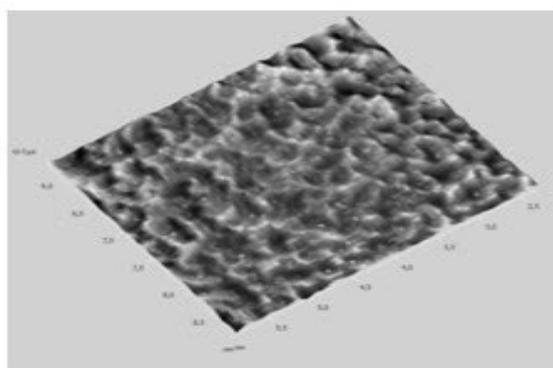


Рис. 5. СТМ-изображение поверхности пленки $(\text{SiC})_{0,36}(\text{AlN})_{0,64}$ при 450 К.

Сложный профиль поверхности пленки объясняется многокомпонентностью состава пленки, ее поликристалличностью, а также возможным наличием на поверхности оксидных пленок, адсорбированных атомов и др.

Полупроводниковые твердые растворы $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ имеют сложную структуру энергетического спектра электронов. Измерение туннельных спектров позволяют определить положения краев зоны проводимости и валентной зоны относительно уровня Ферми [3], а также идентифицировать спектральные пики, связанные с примесными состояниями внутри запрещенной зоны полупроводников.

Однако, наличие запрещенной зоны и примесных уровней в спектре полупроводниковых материалов делает ВАХ туннельного контакта металл-полупроводник сильно нелинейной. Кроме этого, существенный вклад в туннельный ток дают также поверхностные состояния и уровни энергии, связанные с адсорбированными на поверхности чужеродными атомами. Поэтому исследования локальных туннельных спектров полупроводниковых материалов необходимо проводить в условиях высокого вакуума.

Неконтролируемое присутствие на поверхности адсорбированных атомов сильно усложняет интерпретацию получаемых в эксперименте туннельных спектров. Кроме того, тепловые возбуждения приводят к значительному уширению дискретных уровней энергии, соответствующих локализованным состояниям, а также сильно размывают положение краев зоны проводимости и валентной зоны.

На рис. 6 представлены результаты $I(V)$ спектроскопии $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

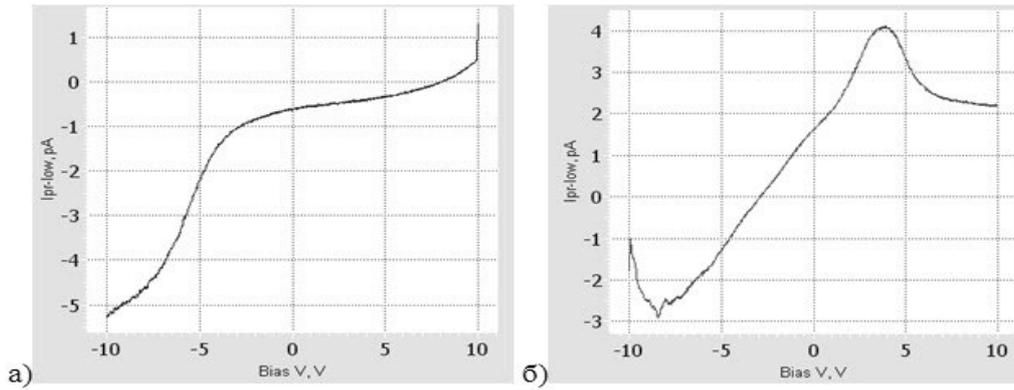


Рис. 6. ВАХ пленки $(\text{SiC})_{0,36}(\text{AlN})_{0,64}$ при температуре 400 К (а - при возрастании напряжения, б - при убывании напряжения).

Нагревание образца приводит к росту термоэмиссии электронов с поверхности образца, при этом задача измерения тока упрощается. Как видно на ВАХ наблюдаются изломы при 4, 7, 10В. Природа такого поведения ВАХ еще не изучена.

Для оценки степени кристалличности и состава был проведен рентгеноструктурный анализ пленок с применением дифрактометра марки Shimadzu XRD – 7000 на излучении $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=1.5418\text{\AA}$). Состав пленок определяли по полученным из рентгенограмм данным межплоскостных расстояний d путем сопоставления их с известными табличными данными параметра кристаллической решетки c для твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с различным значением x . На рис. 7 приведены рентгенограмма от подложки 6H-SiC (вверху) и от пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ (внизу) при $x=0,2$.

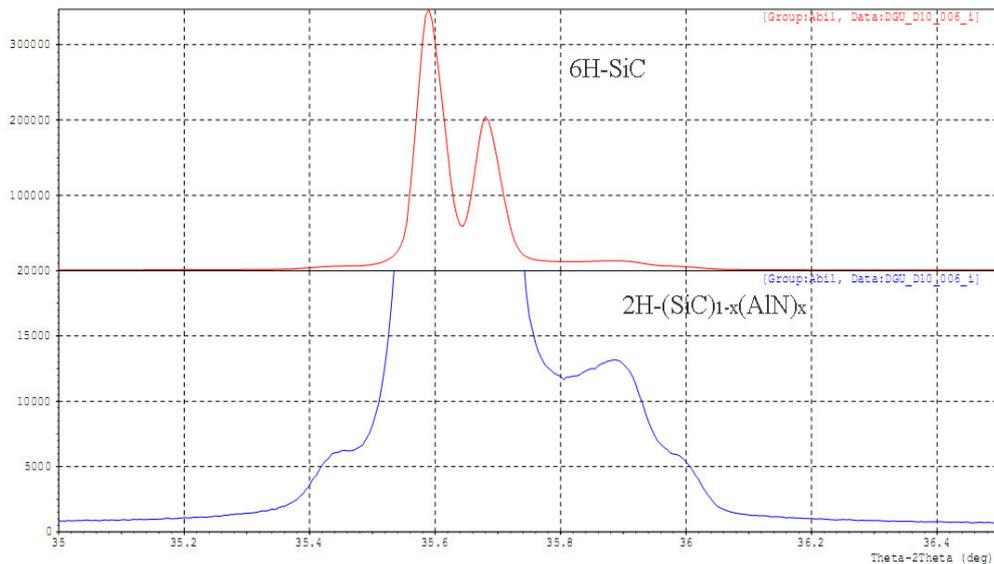


Рис.7. Рентгенограмма от подложки 6H-SiC (вверху), от пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ (внизу).

Твердые растворы $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ имеют прямозонную структуру при значениях $x \geq 0,4$. Рассчитанные значения рассогласования параметров решеток подложки и слоя $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ ($\Delta c/c$) изменяются от $-7,8 \cdot 10^{-3}$ до $-1,1 \cdot 10^{-3}$ для эпитаксиальных слоев различного состава.

Полученные результаты подтверждают возможность получения структурно совершенных слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, перспективных для создания оптоэлектронных приборов нового поколения, эффективных в фиолетовой и ультрафиолетовой области спектра излучения.

Выводы.

Методами XRD и СТМ исследованы пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученные магнетронным осаждением на подложках SiC. Начальная стадия пленок характеризуется аморфной структурой, с ростом толщины формируются монокристаллические островки с гексагональной структурой.

I (V) спектры туннельного тока зонд-пленка имеют сложный характер с несколькими изломами. Требуется дальнейшее их изучение.

Литература

1. Билалов Б.А., Кардашова Г.Д., Ахмедов А.С., Мутаев Н.Х. Получение пленок SiC и твердых растворов на его основе $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. // В сборнике: Неделя науки-2018. Сборник материалов XXXIX итоговой научно-технической конференции преподавателей, сотрудников, аспирантов и студентов ДГТУ. – 2018. С.236-238.
2. Сафаралиев Г.К., Билалов Б.А., Нурмагомедов Ш.А., Кардашова Г.Д., Махмудов Р.Г., Билалов А.Б. Процессы сублимации и конденсации твердых растворов на основе карбида кремния. // Мониторинг. Наука и технологии. –2014. № 1 (18). С. 45-47.
3. В. Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. // Российская академия наук, Институт физики микроструктур. Нижний Новгород, 2004 г. – 110 с.

Материалы на основе твердых растворов карбида кремния с нитридом алюминия для экстремальной электроники: монокристаллы, эпитаксиальные пленки

Г.Д.Кардашова, Г.К.Сафаралиев

Махачкала, Дагестанский государственный университет, ул. Гаджиева, д. 43-а

E-mail: gulya-kal1@yandex.ru

Соединения, образующиеся в системе SiC-AlN, отличаются от традиционных полупроводников большей стойкостью к механическому и радиационному воздействиям. В них путем изменения состава возможно в широких пределах управлять оптическими, электрическими и структурными свойствами. Поэтому исследования, направленные на изучение механизма формирования новых широкозонных полупроводниковых твердых растворов на основе SiC и AlN, зависимостей электрических, оптических, механических свойств, структуры и морфологии от методов их получения имеет важное практическое значение. В работе приведены результаты получения и исследования тонких пленок на основе твердых растворов (SiC)_{1-x}(AlN)_x. Получение эпитаксиальных слоев этих материалов проводили методом магнетронного и ВЧ-магнетронного распыления. Полученные пленки (SiC)_{1-x}(AlN)_x, исследовались рентгенодифракционным методом (XRD). Замечено, что в исследованных образцах структура твердого раствора (SiC)_{1-x}(AlN)_x при составе $x=0.21$ имеет меньшую кристалличность, чем при составе $x=0.64$.

Materials based on solid solutions of silicon carbide with aluminum nitride for extreme electronics: single crystals, epitaxial films. G.D.Kardashova, G.K.Safaraliev. The compounds formed in the SiC-AlN system differ from traditional semiconductors in their greater resistance to mechanical and radiation effects. By changing the composition, it is possible to control optical, electrical and structural properties over a wide range. Therefore, research aimed at studying the mechanism of formation of new wide-gap semiconductor solid solutions based on SiC and AlN, dependencies of electrical, optical, mechanical properties, structure and morphology on the methods of their production is of practical importance. The paper presents the results of the preparation and study of thin films based on solid solutions (SiC)_{1-x}(AlN)_x. The epitaxial layers of these materials were obtained by the method of magnetron and HF magnetron sputtering. The obtained films (SiC)_{1-x}(AlN)_x, were studied by the X-ray diffraction method (XRD). It is noted that in the samples under study, the structure of the solid solution (SiC)_{1-x}(AlN)_x with the composition $x = 0.21$ has a lower crystallinity than with the composition $x = 0.64$.

Внимание исследователей продолжают привлекать твердые растворы на основе широкозонных полупроводников. Большой интерес при этом представляют твердые растворы на основе карбида кремния с нитридом алюминия, так как эти твердые растворы могут наследовать многие уникальные свойства, присущие этим соединениям. Перспективность подобных соединений связана с возможностью управления типом проводимости в процессе роста, что является серьезной проблемой, ограничивающей применение AlN. Кроме того, твердые растворы (SiC)_{1-x}(AlN)_x являются достаточно эффективными люминофорами. На их основе возможно создание инжекционных лазеров и светодиодов, излучающих в голубой, синей и фиолетовой областях спектра. Правда, в последнее время оптоэлектронные коротковолновые изделия делают на основе материалов с GaN, но в условиях экстремальных нагрузок (жесткая радиация, высокие температуры) приборы на основе SiC и твердых растворов на основе SiC будут вне конкуренции. Псевдобинарные твердые растворы (SiC)_{1-x}(AlN)_x, аккумулируя свойства как SiC, так и AlN позволяют существенно расширить диапазон их применения для создания оптоэлектронных и высокотемпературных приборов нового поколения. Эпитаксиальные слои (SiC)_{1-x}(AlN)_x (ЭС) можно применить и как буферные для выращивания кристаллов нитридов III-группы на подложках карбида кремния [1, 2].

Получение твердых растворов на основе карбида кремния с нитридом алюминия также интересно тем, что удельное сопротивление подобных широкозонных систем достаточно велико. Это позволяет использовать эти твердые растворы в качестве подложечного материала для наращивания слоев чистого карбида кремния с целью изготовления на его основе многоэлементных структур или микросхем, имеющих повышенные эксплуатационные характеристики.

Уникальные динамические характеристики, высокая рабочая температура и малые потери проводимости полупроводников из карбида кремния выводят развитие элементной базы для силовой электроники на новый этап.

Твердые растворы $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ во всем диапазоне изменения x выращивали сублимационным методом из газовой фазы. Для выращивания использовали высокотемпературные установки с различной нагрузочной емкостью, которые могут обеспечить нагрев до 2800 К в вакууме или в атмосфере инертных газов.

Образцы твердых растворов получали в специальных контейнерах из плотного графита или карбида циркония в атмосфере аргон - азотной смеси при 2300-2550К. В качестве источников использовали смеси порошков и поликристаллические спеки SiC-AlN , что позволило выращивать монокристаллические слои $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ в широком диапазоне изменения составов ($0 < x < 0.95$). Для получения образцов требуемой площади применяли ростовые ячейки специальных форм для разращивания кристаллов – затравок. На рис. 1 представлена фотография одного из таких разращенных образцов SiC для последующего использования в качестве подложек, а на рис.2 – разрезанные пластины карбида кремния из подобных монокристаллов.



Рис.1. Разращенный монокристалл SiC.

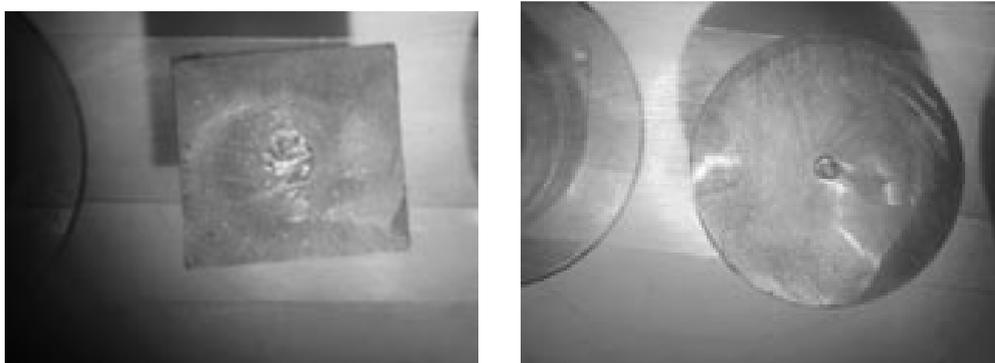


Рис.2. Монокристаллические пластины SiC после разрезания.

Получение тонких пленок на основе твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ представляет гораздо больший интерес. Это связано с возможностью их применения в качестве эффективных источников света в синей и УФ – областях спектра и в качестве защитных покрытий. Получение эпитаксиальных слоев этих материалов проводили методом магнетронного и ВЧ-магнетронного распыления [3], причем ВЧ магнетронное распыление использовали для

получения слоев с высоким содержанием AlN, так как мишени с большим содержанием нитрида алюминия очень высокоомны.

Для получения плёнок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ использовалась вакуумная установка, модернизированная с учётом особенностей предполагаемой методики получения. Установка содержит 2-х ступенчатую систему откачки вакуума (до 10^{-6} мм.рт.ст.), систему напуска газов (аргона, азота), магнетронную распылительную систему и систему нагрева подложки. Распыление проводилось магнетроном планарного типа, изготовленного на основе магнитов NdFeB, охлаждаемого проточной водой. Для получения разряда использовался источник питания со стабилизацией тока "Statron 4205". Для регулирования и поддержания стабильной температуры подложки применялась автоматическая система высокоточного регулирования температуры ВРТ-3.

Полученные пленки $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, исследовались рентгенодифракционным методом (XRD) на дифрактометре Shimadzu-7000 с $\text{CuK}\alpha$ -излучением длиной волны $\lambda_\alpha=1.54051 \text{ \AA}$. Рентгеновские дифрактограммы получали как от подложки, так и от эпитаксиальной пленки. Об образовании твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ судили по изменению местоположения дифракционных максимумов относительно максимумов SiC подложки (рис.3). Кристаллическое совершенство подложки и ЭС твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ оценивали по полуширине пиков дифрактограммы.

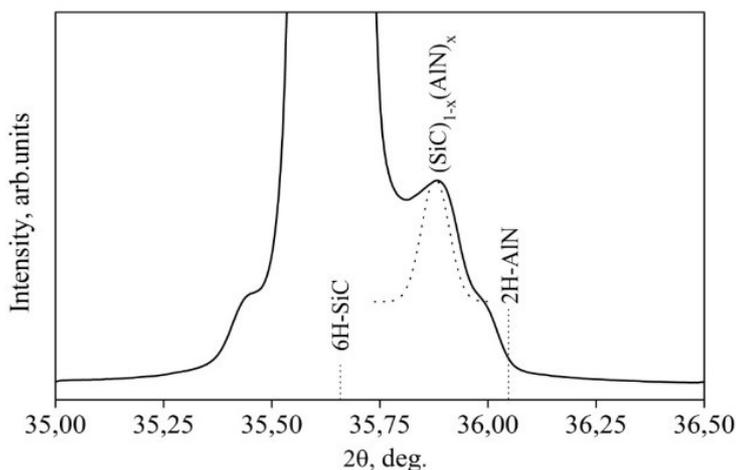


Рис. 3. Дифрактограмма от структуры 2H-(SiC)_{0,36}(AlN)_{0,64}/6H-SiC.

Как видно из рис. 3 на фоне пика от подложки 6H-SiC располагается малый пик $2\theta=35.89^\circ$. Возникновение промежуточного пика между стандартными угловыми значениями от 6H-SiC и 2H-AlN (PDF card) свидетельствует об образовании пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. По вычисленному значению межплоскостного расстояния $d=2.50013 \text{ \AA}$ был определен (по экстраполирующей линии стандартных значений для $d_{\text{SiC}}=2.5159$ и $d_{\text{AlN}}=2.49$) параметр кристаллической решетки $c=5.0026$ твердого раствора $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$.

Оценки структурного совершенства ЭС $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ составов $x=0.21$ и $x=0.64$, выращенные на подложке 6H-SiC при $T\sim 1350\text{K}$ показали, что при малых составах структурное совершенство получаемых пленок возрастает. Для ЭС $(\text{SiC})_{0.79}(\text{AlN})_{0.21}$ отличие параметра ω_0 подложки и пленки составило $\sim 0.006^\circ$, что свидетельствует о практическом повторении структуры подложки. Подобным же образом были измерены параметры решеток и для других образцов с другими составами. Параметр c решетки меняется по линейному закону с изменением состава x . Еще было замечено, что в исследованных образцах структура твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ при составе $x=0.21$ имеет меньшую кристалличность, чем при составе $x=0.64$.

Полученные образцы были также исследованы методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) на NtegraSpectra (NT-MDT). (КРС) это эффективный метод химического анализа, изучения состава и строения веществ. Возбуждение при КРС осуществлялось диодным лазером LM532 при комнатной температуре $\sim 300\text{K}$. На рис.4

показаны спектры КРС от твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ при концентрациях $x=0.64$ (a) и $x=0.21$ (b).

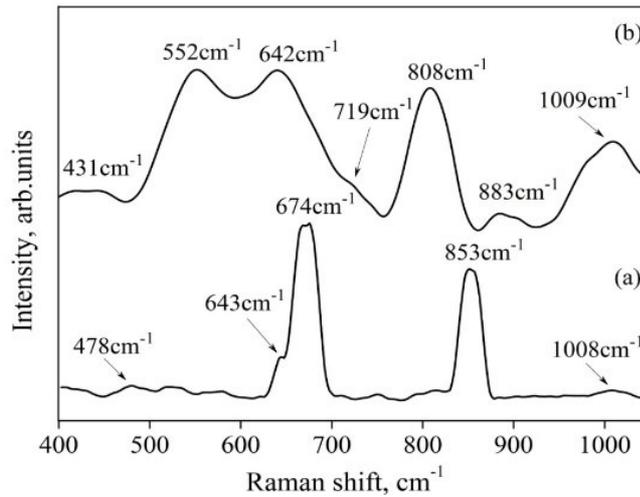


Рис. 4. Спектр комбинационного рассеяния от твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ при концентрациях $x=0.64$ (a), $x=0.21$ (b).

Как видно из рис. 4, пики спектра КРС от пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$ смещены относительно 6H-SiC и 2H-AlN. Смещение пиков КРС пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ мы связываем с изменением межатомных расстояний в кристаллической решетке с изменением концентрации x , то есть в некоторых узлах атомы Si замещаются атомами Al, а атомы C замещаются атомами N, в зависимости от их электроотрицательности и ионных радиусов.

Литература

1. Билалов Б.А., Сафаралиев Г.К., Кардашова Г.Д., Азизова Г.А., Архипов А.В., Ахмедов Р.Р., Магомедова З.С., Магомедова Д.К. Механизмы роста и морфология эпитаксиальных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ полученных методом магнетронного распыления. // Международная молодежная научная конференция «Математическая физика и ее приложения» (МФП-2012). – Пятигорск. – 2012 – Т.4. С. 53-55.
2. Нурмагомедов Ш.А., Сафаралиев Г.К., Пихтин А.Н., Разбегаев В.Н., Таиров Ю.М., Цветков В.Ф. Получение и исследования эпитаксиальных слоев широкозонных твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. // Письма в ЖТФ. – 1986. – Т. 12, в. 17. С. 1043-1045.
3. Б.А. Билалов, Г.К. Сафаралиев, Г.Д. Кардашова, М.А. Гитикчиев, А.С. Ахмедов, Т.Э. Абдуллаев. Ионно-лучевое азотирование поверхности сапфира для формирования наноразмерных слоев нитрида алюминия. // «Электроввакуумная техника и технология», Труды международного постоянно-действующего семинара. Под редакцией руководителя Семинара А.В. Горина. – М.: НОВЕЛЛА. – 2018. С.56-58.

Дуальная магнетронная распылительная система с пакетно-импульсным модулированным биполярным напряжением питания

В.О. Оскирко, В.А. Семенов, А.П. Павлов, А.Н.Захаров
Томск, ИСЭ СО РАН, пр. Академический 2/3;
E-mail: oskirkovo@gmail.com

Приведены результаты использования пакетно-импульсного биполярного напряжения питания применительно к дуальной магнетронной распылительной системе. Использование пакетных импульсных режимов дуального магнетронного распыления позволяет в пять раз увеличить плотность разрядного тока и в 20 раз плотность мощности на поверхности распыляемой мишени, в сравнении с традиционными режимами магнетронного распыления на постоянном и среднечастотном токе и обеспечивает более высокую концентрацию плазмы и плотность ионного тока насыщения. Концентрация плазмы в процессе экспериментов достигала величины $7 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$ на расстоянии 12 см от поверхности мишени.

Dual magnetron sputtering system with packet pulse modulated bipolar supply voltage. V.O.Oskirko, V.A.Semenov, A.P.Pavlov, A.N.Zakharov. The results of the use of packet-pulse bipolar supply voltage applied to the dual magnetron sputtering system are presented. The use of packet pulse modes of dual magnetron sputtering allows to increase the discharge current density five times and the power density 20 times on the surface of the sputtered target in comparison with the traditional modes DC and MF magnetron sputtering. This provides a higher plasma concentration and ionic saturation current density. The plasma concentration in the experiments reached $7 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ at a distance of 12 cm from the target surface.

К настоящему времени технологии магнетронного распыления заняли лидирующие позиции в производстве микроэлектроники, средств записи и дисплеев. С помощью магнетронных распылительных систем (МРС) формируются защитные, износостойкие, декоративные и другие функциональные покрытия на различных подложках. Особенно ярко преимущества магнетронного распыления проявляются при нанесении металлических плёнок или проводящих оксидов. Однако при реактивном напылении диэлектрических плёнок возникают проблемы связанные с процессами дугообразования на мишени и «исчезновением» анода в результате образования на его поверхности непроводящего покрытия. Часто возникающие дуги усложняют управление технологическим процессом и ухудшают качество напыляемых тонких плёнок. Горение дуги вызывает выброс из горящего катодного пятна материала мишени в виде микрочастиц или микрокапель оседающих на подложке и образование дефектов в растущей плёнке. Стабильный во времени бездуговой режим реактивного магнетронного разряда позволит получать диэлектрические покрытия высокого качества в промышленном масштабе.

В последние годы были разработаны новые методы магнетронного распыления, позволяющие получить высокие значения концентрации плазмы и степени ионизации распылённого материала. Это метод сильноточного импульсного магнетронного распыления (High Power Impulse Magnetron Sputtering – HIPIMS) [1,2], а также метод модулированного магнетронного распыления импульсами высокой мощности (Modulated Pulse Power Magnetron Sputtering – MPPMS) [3,4]. В последние несколько лет появилась новая разновидность метода MPPMS, а именно пакетно-импульсное сильноточное магнетронное распыление, DOMS (Deep Oscillation Magnetron Sputtering) [5-7], которое обеспечивает высокую степень ионного воздействия на растущее покрытие. Новая технология все чаще применяется для решения задач, где важную роль играет степень ионизации распылённого материала и уровень ионного воздействия на растущее покрытие и имеет большие перспективы для получения диэлектрических покрытий, поскольку позволяет проводить процесс реактивного магнетронного распыления практически без дуг [8]. В работе [9] приводятся результаты реактивного напыления TiO_2 методом DOMS практически без дуг. Процесс напыления

оставался стабильным в широком диапазоне разрядных токов и мощностей магнетронного разряда. Оксидные плёнки обладали хорошей кристаллическостью, даже без использования отрицательного смещения подложки и её нагрева. При увеличении разрядного тока до 200 А, оксидные плёнки формировались в фазе рутила, обладали большей твёрдостью и были более прозрачны в видимом диапазоне. Анализ научной литературы показывает перспективность метода DOMS для напыления диэлектрических покрытий, свойствами которых можно управлять изменением параметров импульсного питания MPC. В докладе приводятся результаты использования пакетно-импульсного биполярного напряжения питания применительно к дуальной магнетронной распылительной системе (ДМРС).

Для работы в пакетных импульсных режимах магнетронного распыления был изготовлен источник электропитания, структурная схема которого представлена на рис. 1. Источник позволяет формировать биполярные импульсы высокой мощности в виде пакетов (макроимпульсов). Каждый макроимпульс состоит из множества импульсов меньшей длительности (микроимпульсы). Источник позволяет регулировать амплитуды макро и микроимпульсов, а также их частоту и длительность. Диапазон регулирования амплитуды выходных импульсов напряжения – 100 ÷ 1500 В; максимальная величина импульсного выходного тока – 250 А; максимальная импульсная мощность – 375 кВт; частота повторения макроимпульсов – 1 ÷ 500 Гц; длительность макроимпульсов 100 ÷ 3000 мкс; частота повторения микроимпульсов – 5 ÷ 100 мкс; пауза между микроимпульсами – 5 мкс; максимальная средняя выходная мощность – 10 кВт; максимальный средний выходной ток – 7 А.

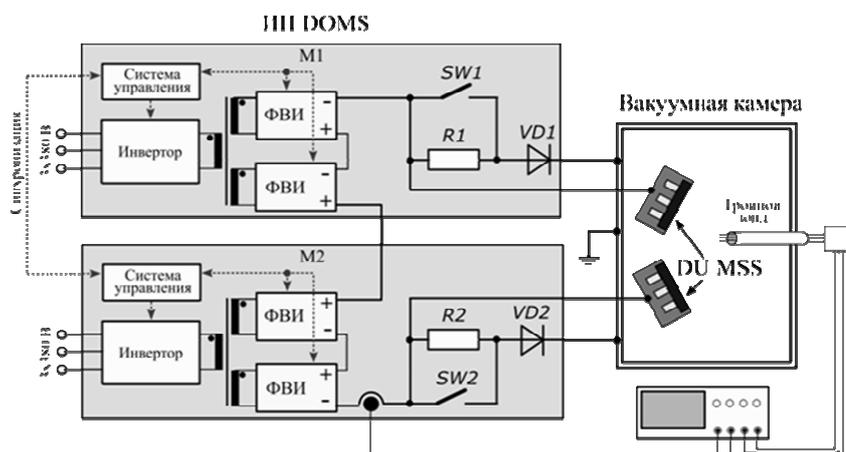


Рис. 1. Схема источника пакетно-импульсного модулированного биполярного напряжения питания дуальной МРС.

Источник оснащён модернизированной системой подавления электрических дуг, которая позволяет быстро детектировать дугу и рекуперировать остаточную энергию, запасаемую в выходном контуре. В результате, энергия дуги снижается до уровня 40-50 мДж, что позволяет избежать образования микрокапель в процессе напыления покрытия. Важной особенностью разработанного источника питания является возможность функционирования в нескольких режимах, отличающихся способом подключения к разрядной системе. ИП DOMS совместно с ДМРС способны работать в одиночном (далее SG DOMS) и дуальном (DU DOMS) режимах пакетного импульсного распыления. В режиме DU DOMS роль анода и катода попеременно выполняют мишени магнетронов ДМРС, в режиме SG DOMS анодом служат стенки вакуумной камеры. На выходе источника располагаются коммутационные цепи, соединяющие мишени-катоды ДМРС с вакуумной камерой. Каждая цепь включает в себя ключ (SW1, SW2), резистор (R1, R2) и диод (VD1, VD2). Ток протекает по цепи, когда на соответствующем выходе источника формируется положительная полярность напряжения. В одиночном режиме SW1 находится в замкнутом состоянии. В дуальном режиме ключи SW1 и SW2 разомкнуты. Резисторы R1 и R2 обладают большим сопротивлением (1 кОм), поэтому

практически весь разрядный ток протекает через мишень. В одиночном режиме замкнутые ключи шунтируют резисторы, поэтому разрядный ток может замыкаться на стенки камеры.

Диаметр мишеней ДМРС, изготовленных из алюминия, составлял 76 мм. Максимальная рабочая мощность распылительной системы в непрерывном режиме составляет 3 кВт.

На рис.2. приведены вольтамперные характеристики разряда при работе ДМРС с пакетно-импульсным модулированным биполярным напряжением питания (DU DOMS), в режиме постоянного тока (DCMS) и в режиме дуального среднечастотного распыления (DU MFMS). Давление аргона в вакуумной камере - 0,25 Па.

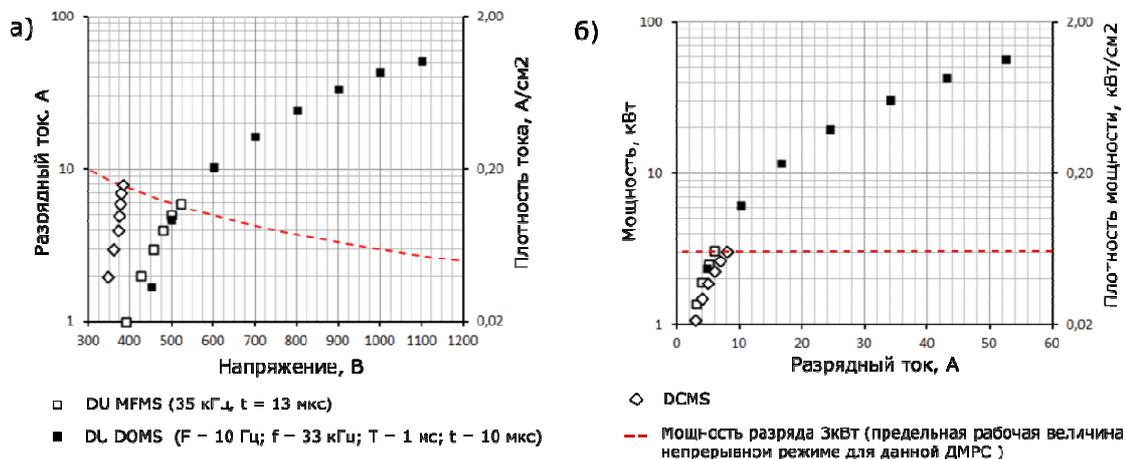


Рис. 2. ВАХ разряда и зависимость мощности разряда от разрядного тока для трёх режимов работы ДМРС.

На правой шкале отображены расчетные значения плотности тока и плотности мощности в кольцевой зоне распыления катодов. Пунктирными линиями обозначено предельное значение средней рабочей мощности (3 кВт) при работе в непрерывном режиме ДМРС. График на рис. 2.а показывает, что максимальные величины среднего разрядного тока в DC и DU режимах магнетронного распыления составляют 8 А и 6 А, соответственно. Благодаря уменьшению относительной длительности макроимпульса, в DU DOMS режиме средний разрядный ток в течение цуга увеличивался до 50 А. Максимальная плотность тока в рабочей области составила приблизительно 1 А/см². График на рис.2.б показывает изменение мощности разряда при изменении разрядного тока. Мощность разряда во время макроимпульса достигает 60 кВт, а плотность мощности на мишени - 1.2 кВт/см², что в 20 раз выше предельного значения для непрерывного режима (60 Вт/см²).

На рис.3. представлены зависимости концентрации плазмы и плотности ионного тока на зонд, измеренные на расстоянии 12 см от поверхности мишеней ДМРС в SG DOMS и DU DOMS режимах. Там же приведены параметры плазмы для DC и DU MFMS режимов магнетронного распыления при максимально допустимой величине средней мощности разряда – 3 кВт. Зависимости позволяют сравнить концентрацию плазмы и плотность ионного тока в различных режимах магнетронного распыления. При максимальной мощности разряда 56 кВт и плотности мощности на мишень 1,3 кВт/см² в режиме DU DOMS, концентрация плазмы составляет 7·10¹¹ см³, при этом плотность ионного тока насыщения на зонд -18 мА/см². При одинаковой мощности разряда, плотность ионного тока насыщения в режиме DU DOMS приблизительно на 20 % выше, чем в SG DOMS режиме, в 4-5 раз выше значений, характерных для DU MFMS, и в 9 раз выше значений плотности ионного тока в режиме DCMS.

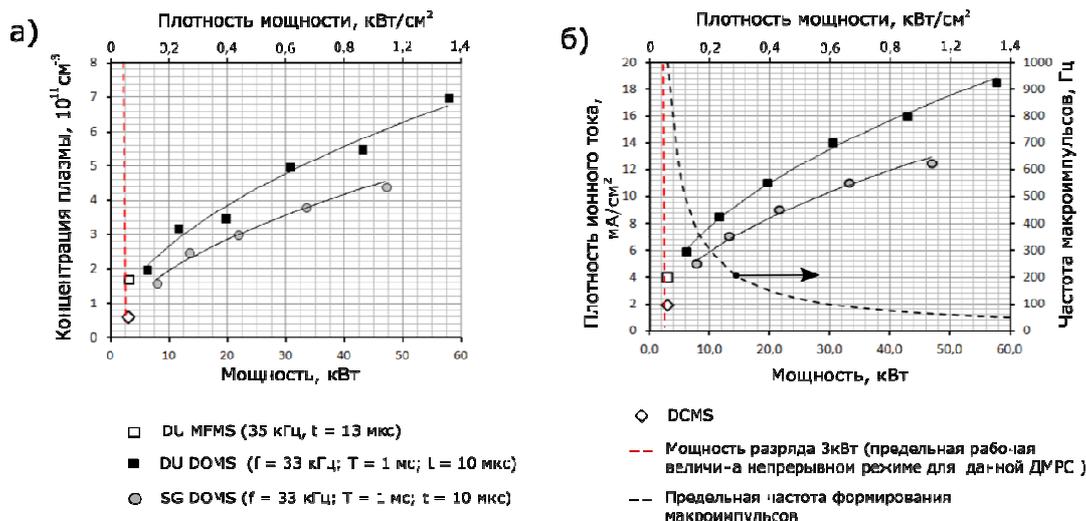


Рис. 3. Зависимости концентрации плазмы и плотности ионного тока для различных режимов работы ДМРС.

Экспериментально установлено, что дуальный режим пакетного импульсного сильноточного магнетронного распыления (DU DOMS) обеспечивает самую высокую концентрацию плазмы и плотность ионного тока насыщения в исследуемых режимах работы ДРМС и позволяет в 20 раз увеличить плотность мощности на мишени в сравнении с распылением на постоянном токе.

Работа выполнена в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований №18-42-703005.

Литература

1. A. Ehasarian, R. New, W.-D. Münz, L. Hultman, U. Helmersson, V. Kouznetsov, Influence of high power densities on the composition of pulsed magnetron plasmas, *Vacuum* 65 (2002) 147–154.
2. U. Helmersson, M. Lattemann, J. Bohlmark, A.P. Ehasarian, J.T. Gudmundsson, Ionized physical vapor deposition (IPVD): a review of technology and applications, *Thin Solid Films* 513 (2006) 1–24
3. J. Lin, J.J. Moore, W.D. Sproul, B. Mishra, Z. Wu, Modulated pulse power sputtered chromium coatings, *Thin Solid Films* 518 (2009) 1566–1570
4. J. Lin, J. Moore, W. Sproul, B. Mishra, J. Rees, Z. Wu, et al., Ion energy and mass distributions of the plasma during modulated pulse power magnetron sputtering, *Surf. Coat. Technol.* 203 (2009) 3676–3685
5. F. Ferreira, R. Serra, J. Oliveira, A. Cavaleiro, Effect of peak target power on the properties of Cr thin films sputtered by HiPIMS in deep oscillation magnetron sputtering (DOMS) mode, *Surf. Coat. Technol.* 258 (2014) 249–256
6. F. Ferreira, J. Oliveira, A. Cavaleiro, CrN thin films deposited by HiPIMS in DOMS mode, *Surf. Coat. Technol.* 291 (2016) 365–375
7. J. Lin, W.D. Sproul, Structure and properties of Cr₂O₃ coatings deposited using DCMS, PDCMS, and DOMS, *Surf. Coat. Technol.* 276 (2015) 70–76
8. F. Ferreira, R. Serra, A. Cavaleiro, J.C. Oliveira, Additional control of bombardment by deep oscillation magnetron sputtering: Effect on the microstructure and topography of Cr thin films, *Thin Solid Films* 619 (2016) 250–260
9. Jianliang Lin, Bo Wang, William D Sproul, Yixiang Ou and Isaac Dahan, Anatase and rutile TiO₂ films deposited by arc-free deep oscillation magnetron sputtering, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 46 (2013) 084008 (9pp).

Импульсный источник электропитания для плазменного азотирования в тлеющем разряде

В.О. Оскирко, И.М. Гончаренко, А.П. Павлов, А.С. Гренадеров
Томск, ИСЭ СО РАН, пр. Академический 2/3;
ООО «Прикладная Электроника», пр. Академический 15-80
E-mail: oskirkovo@gmail.com

В статье представлено краткое описание разработанных импульсных источников питания (ИПП), предназначенных для проведения процессов ионного азотирования в тлеющем разряде. Проведенные эксперименты показали, что данные устройства позволяют осуществлять быстрый нагрев и тренировку поверхности детали. Применяя импульсный режим можно существенно сократить время разогрева детали, относительно режима постоянного тока, а также предотвратить образование дефектов на обрабатываемой поверхности.

Pulsed power supply for plasma nitriding in a glow discharge. V.O.Oskirko, I.M.Goncharenko, A.P.Pavlov, A.C.Grenaderov. The article presents a brief description of the developed pulsed power sources designed for ion nitriding processes in the glow discharge. Experiments have shown that these devices allow rapid heating and training of the workpiece surface. The use of pulse mode can significantly reduce the heating time of the workpiece, relative to the DC mode, as well as prevent the formation of defects on the treated surface.

Процесс ионного азотирования в плазме тлеющего разряда является хорошо известной и распространенной химико-термической технологией обработки стальных деталей с целью повышения твердости, износо- и коррозионной стойкости их поверхности. Как правило, диффузионное насыщение азотом на промышленных установках проводится при температурах $500 \div 600^\circ\text{C}$ в азото-водородных смесях различного состава. Небольшая добавка водорода (5-10%) в рабочую смесь необходима для удаления оксидных плёнок, формирующихся на стадии разогрева и впоследствии препятствующих проникновению атомарного азота в металл. Применение тлеющего разряда позволяет ускорить диффузию, благодаря активации газа и воздействию на поверхность энергетическими частицами из плазмы [1,2]. Современные установки для ионно-плазменной обработки в тлеющем разряде, являясь разновидностью газового азотирования, обеспечивают по сравнению с ним более высокую скорость обработки (в 3-4 раза) при меньших затратах электроэнергии.

Для повышения стабильности и управляемости процессов ионного азотирования в настоящее время применяются импульсные источники электропитания. Широкий набор регулируемых параметров импульсного электропитания дает возможность подбирать режимы, минимизируются краевые эффекты и эффекты полого катода [3], что приводит к повышению равномерности обработки поверхности. Процесс оптимизируется с точки зрения мощности, температуры и геометрии детали [4].

Одной из серьёзных проблем процессов ионного азотирования, является возникновение электрических дуг. В результате пробоев непроводящих слоев и локального увеличения температуры на поверхности обрабатываемого изделия формируются катодные пятна, в которых сосредотачивается высокая мощность. Происходит быстрый разогрев материала до экстремальных температур, выброс микрокапель и формирование кратеров на поверхности детали. Для сокращения количества дуг необходимо осуществлять предварительную очистку поверхности, что влечет за собой увеличение времени и затрат [5]. Альтернативным способом борьбы с дугами является применение импульсного электропитания разряда. Путем изменения длительности импульса и паузы удается создать условия, при которых образование дуг прекращается [6].

Положительные результаты использования импульсного электропитания в данной области подтолкнули наш коллектив к разработке серии специализированных источников мощностью от 10 до 100 кВт. Ниже будут рассмотрены две модели данной серии, а именно -

APEL-N-20DC-1000 (далее ИИП 1) и APEL-N-25PDC-800A (ИИП 2). Основные параметры источников приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры импульсных источников электропитания.

Параметр	ИИП 1	ИИП 2
	APEL-N-20DC-1000	APEL-N-25PDC-800A
Выходное напряжение	100÷1000 В	80÷800 В
Средний выходной ток	до 30 А	до 50 А
Максимальная выходная мощность	20 кВт	25 кВт
Максимальный импульсный ток	40 А	70 А
Частота формирования импульсов	1÷50 кГц	1÷100 кГц
Коэф. зап. имп.	10÷90 %	
Стабилизируемый параметр	напряжение/ток/мощность	
Габариты	4U, 19”	8U, 19”
Масса	40 кг	70 кг

ИИП 1 представляет собой источник постоянного тока с системой активной защиты от дуг. В случае возникновения дуги ИИП 1 прерывает выходной ток и формирует паузу, длительность которой регулируется в диапазоне 20 ÷ 1000 мкс. От длительности паузы, т.е. времени возобновления подачи напряжения к разрядному промежутку, зависит максимальная частота образования дуг. Она составляет 1÷50 кГц. При высокой частоте образования дуг значительную часть времени занимают паузы, поэтому источник питания не способен поддерживать высокий уровень выходной мощности. ИИП 1 может работать в импульсном режиме, при частоте 1 ÷ 50 кГц и коэффициенте заполнения 10 ÷ 90 %. Но как и для режима непрерывного тока, увеличение длительности паузы между импульсами ведёт к сокращению рабочей мощности. Принципиальное отличие ИИП 2 от ИИП 1 заключается в величине выходного импульсного тока. Амплитуда импульсов тока в ИИП 2 на 30 А выше, чем в ИИП 1, что позволяет обеспечивать высокую среднюю мощность разряда в импульсном режиме в условиях частого дугообразования.

Разработанные источники питания снабжены системами защиты от дуг для быстрого детектирования и подавления дугового разряда в случае его возникновения. Время реакции системы защиты не более 2 мкс, а энергии горения дуги не превышает 10 мДж. Ограничение энергии дуги позволяет минимизировать количество и размеры дефектов, образующихся в процессе очистки детали.

Помимо создания источников питания работа включала в себя проведение экспериментов с целью сокращения времени нагрева детали и повышение качества обработанной поверхности. Задачу планировалось решить путем сокращения количества дуг и уменьшения их энергии. Эксперименты проводились на вакуумной установке НШВ-9.18/6-И2. На рис. 1.а представлены фотографии установки с источниками электропитания. На установке осуществлялась обработка шестерни (рис. 1.б), масса которой вместе с креплением составила 130 кг.

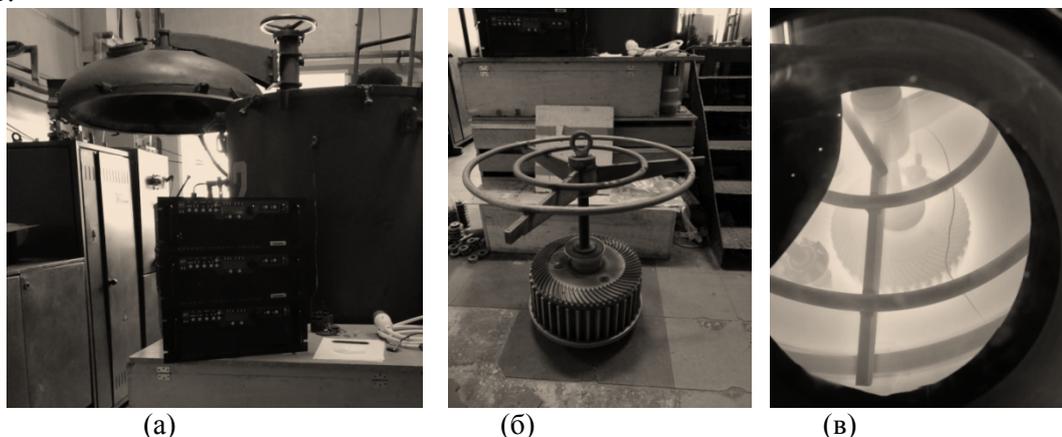


Рис. 1.а – Электронпечь НШВ-9.18/6-И2, ИИП 1, ИИП 2; б – обрабатываемая деталь с креплением; в – процесс плазменного азотирования в тлеющем разряде.

Вместе с шестерней в камеру устанавливали темплеты (образцы-свидетели) из стали 40X (5140 по международной классификации ANSI/SAE, США). Темплеты предварительно были нормализованы и прошли механическую обработку (шлифование и полирование) для снижения шероховатости исследуемых поверхностей до значений $Ra=0.027$ мкм. В качестве рабочей среды использовали стандартную азото-водородную смесь на основе азота (N_2), аргона (Ar) и метана (CH_4). Давление рабочего газа в экспериментах также находилось в стандартном диапазоне для данного вида промышленной химико-термической обработки – $100 \div 400$ Па. Процесс азотирования состоял из основных 2-х этапов. Первый – нагрев от комнатной температуры до температуры $500^\circ C$; второй – изотермическая выдержка при $500^\circ C$, в течение которой происходит диффузионное насыщение. Основное внимание в данном эксперименте было уделено первому этапу, поскольку именно для него характерно частое дугообразование.

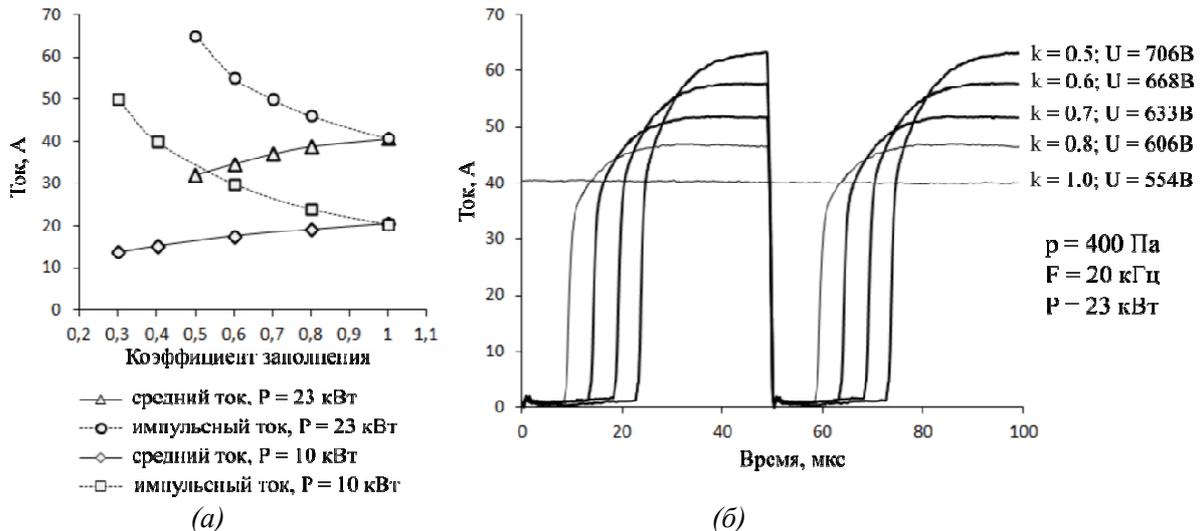


Рис 2.а - Зависимость величины разрядного тока от коэффициента заполнения импульсов; б – осциллограммы импульсов разрядного тока при разных значениях коэффициента заполнения и постоянной мощности разряда 23 кВт.

На рис. 2.а представлены зависимости максимальной и средней величины тока тлеющего разряда от коэффициента заполнения импульсов k , полученные с помощью ИИП 2. Мощность разряда стабилизировалась источником на уровне 10 и 23 кВт, давление рабочего газа составляло 400 Па, частота повторения импульсов - 20 кГц. На графике видно, что уменьшение коэффициента заполнения импульсов приводит к увеличению амплитудных значений и снижению средних значений разрядного тока. На рис. 2.б представлена осциллограмма, демонстрирующая изменение формы импульсов тока при регулировании коэффициента заполнения.

Графики, представленные на рис. 4, позволяют проследить динамику изменения температуры и мощности разряда в течение первых 120 минут процесса. Источник работал в режиме непрерывного тока. Мощность разряда увеличивалась постепенно по мере снижения частоты образования дуг. Для достижения рабочей температуры $500^\circ C$ потребовалось 80 минут. Частое дугообразование (более 1 кГц) наблюдалось в течение первых 15 минут процесса.

При работе ИИП 2 использовался импульсный режим со следующими параметрами: $F = 20$ кГц; $k = 0.5$. В этом случае удалось достичь мощности разряда 20 кВт спустя всего 5 минут после начала процесса. После чего образование дуг прекратилось, и мощность стабилизировалась на уровне 22 кВт. Температура поднялась до $500^\circ C$ за 50 минут. Таким образом, в импульсном режиме удалось на 30 минут быстрее нагреть деталь и выйти в режим насыщения.

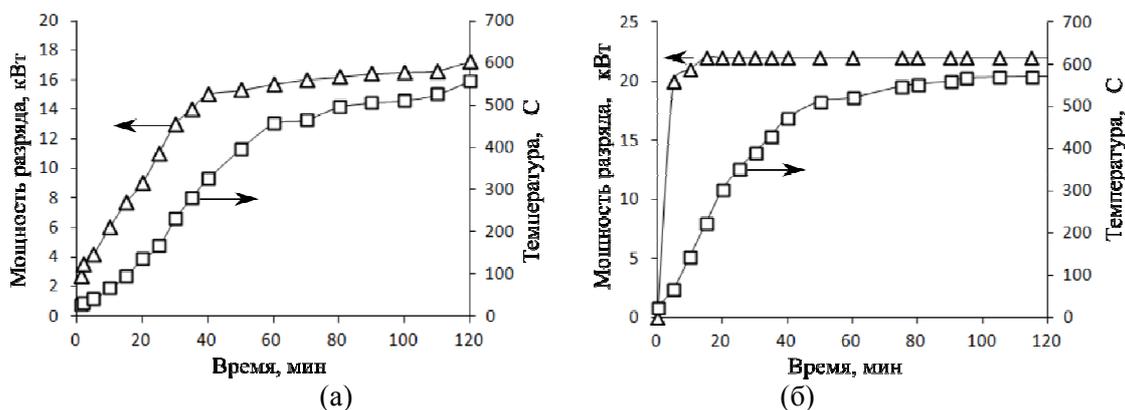


Рис. 3. Изменение температуры и мощности в течение первого этапа процесса азотирования при использовании ИПП 1 (а) и ИПП 2 (б)

После обработки деталей в тлеющем разряде было проведено сравнения качества обработанной поверхности. Фотографии поверхности полученных образцов представлены на рис. 4. При использовании тиристорного источника питания, входящего в состав установки НШВ-9.18/6-И2, шероховатость предварительно полированной поверхности заметно увеличилась в результате воздействия микродуг. Размер кратеров варьируется в диапазоне от единиц до нескольких десятков микрометров. Наряду с кратерами поверхность усыпана застывшими микрокаплями металла. И капли, и кратеры имеют различную морфологию и образуют как одиночные дефекты, так и объединенные в ассоциации (рис.4,а). Наблюдаемое явление свидетельствует о том, что, не смотря на наличие системы дугогашения в источнике питания, начальная стадия образования дуги на катоде ни коем образом не подавляется.

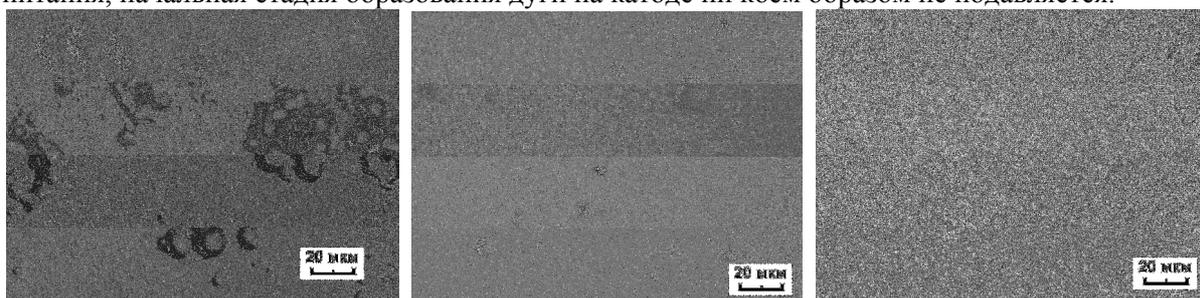


Рис. 4. Увеличенные изображения (X333) морфологии поверхности темплетов, изготовленных из стали 40Х после обработки в плазме тлеющего разряда с помощью: а) тиристорного блока питания (50 Гц), б) ИПП 1, в) ИПП 2.

Для снижения количества дефектов и их размеров на обрабатываемых деталях при использовании данного типа источника требуется достаточно много времени, чтобы постепенно реализовать первую стадию процесса азотирования, а именно – ионную очистку и разогрев до температуры диффузионного насыщения (500°C). Иная картина морфологии поверхности наблюдается у образцов, обработанных в тлеющем разряде с использованием импульсных источников питания (ИПП 1 и ИПП 2). В обоих случаях шероховатость заметно снижена, чем для поверхности, описанной выше, хотя здесь более выражены следы ионного травления.

Если при использовании источника типа ИПП 1 все-таки наблюдаются отдельные дефекты, вызванные микродугами (рис. 4,б), то ИПП 2 позволяет получить однородную бездефектную поверхность (рис. 4,в) с микрорельефом на уровне размеров элементов микроструктуры. Данное обстоятельство несомненно позволяет заметно ускорить первую стадию процесса по очистке и нагреву деталей до старта непосредственного диффузионного насыщения азотом.

Таким образом, результаты экспериментов показывают, что импульсное электропитание позволяет предотвращать количество дуг на начальном этапе обработки и

увеличивать скорость нагрева детали. Благодаря минимизации энергии дуги уменьшаются размеры микрократеров на обрабатываемой поверхности, а в импульсном режиме предотвращает их образование.

Литература

1. Лахтин Ю.М., Крымский Ю.Н. Физические процессы при ионном азотировании // Защитные покрытия на металлах. Вып. 2. – Киев, 1968. – С. 225–229.
2. Бутенко О.И., Головчинер Я.М., Скотников С.А. Формирование диффузионного слоя при ионном азотировании // Прогрессивные методы термической и химико-термической обработки. – М.: Машиностроение, 1972. – С. 122–128.
3. Szilagyine Biro A. (2013), Trends of Nitriding Processes, Production Processes and Systems, Vol. 6, 57-66.
4. Pye D. (2003), Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM International, Materials Park.
5. Gallo S.C., Dong H. (2009), Study of active screen plasma processing conditions for carburising and nitriding austenitic stainless steel, Surface and Coatings Technology, Vol. 203, 3669-3675.
6. Sharma M.K., Saikia B.K., Phukan A., Ganguli B. (2006), Plasma nitriding of austenitic stainless steel in N₂ and N₂-H₂ dc pulsed discharge, Surface and Coatings Technology, Vol. 201, 2407-2413.

Реактивное магнетронное распыление цинковой мишени в парах воды

А.Х. Абдуев, *А.К. Ахмедов, *А.Ш. Асваров, ***Р. М. Эмиров*

**Институт физики Дагестанского научного центра РАН, Махачкала, ул. Ярагского, 94;
e-mail: cht-if-ran@mail.ru*

*** Дагестанский научный центр РАН, Аналитический центр коллективного
пользования, Махачкала, ул. Гаджиева, 45*

**** Дагестанский государственный университет, Махачкала, ул. Гаджиева, 43а*

Исследованы процессы осаждения и состав слоев при dc магнетронном распылении металлической цинковой мишени в среде Ar-H₂O. Показано, что максимальный размер зерен и максимальная скорость роста фазы ZnO достигается при наличии на поверхности роста атомов воды в состоянии, близком к равновесному. Рассмотрены вероятные механизмы взаимодействия паров цинка и воды на поверхности роста.

Reactive magnetron sputtering deposition of thin films in water vapor. A.Kh. Abduev, A.Sh.Asvarov, A.K.Akhmedov, R.M.Emirov. The deposition processes and the phase composition of layers deposited at dc magnetron sputtering of a metal zinc target in an Ar-H₂O atmosphere are investigated. It is shown that the maximum grain size and maximum growth rate of the ZnO phase is achieved when there are water atoms on the surface in a state close to the equilibrium. The probable mechanisms of interaction of zinc vapors and water on the growth surface are considered.

Введение

Развитие индустрии прозрачной (оксидной) электроники формирует новые требования к технологиям формирования функциональных покрытий. Одной из наиболее актуальных и сложных задач является создание технологий низкотемпературного синтеза функциональных слоев на полимерных носителях, обладающих характеристиками, не уступающими традиционным слоям на неорганических подложках.

Наибольшее распространение в формировании функциональных оксидных слоев на неорганических подложках в системах отображения информации, устройствах фотовольтаики,

низкоэмиссионных покрытиях получили магнетронные (dc, rf, mf) и газофазные (CVD, MOCVD) методы синтеза. Эти методы основаны на различных механизмах роста слоев.

При магнетронном осаждении слоев ZnO в среде Ar, Ar-O₂ в зоне эрозии мишени и на подложке протекают реакции окисления-восстановления цинка. Процессы газотранспортного осаждения (CVD), основаны на протекании в зонах испарения и осаждения обратимых реакций, напр., $ZnO + H_2 \rightleftharpoons Zn + H_2O$. Металлоорганический метод (MOCVD) формирования слоев ZnO предполагает использованием органических прекурсоров: $Zn(CH_2CH_3)_2 + H_2O \rightarrow ZnO + \text{By-products}$ [1]. Метод MOCVD получил дополнительный импульс в результате повышенного внимания исследователей к ALD (методам атомно-слоевого осаждения) [2-4].

Целенаправленное внесение паров воды в камеру в качестве прекурсора при магнетронном синтезе слоев ZnO сдерживалось нарушением условий эксплуатации вакуумных средств откачки, а также конденсацией паров воды на элементах вакуумной системы. Магнетронное осаждение слоев ZnO осуществляется, как правило, путем распыления оксидных мишеней в среде Ar или реактивным распылением металлической мишени в среде Ar-O₂. Влияние же наличия остаточных паров воды в камере при магнетронном распылении исследовалось ранее в [5]. Было показано, что ухудшение электрических характеристик слоев ZnO;Ga (GZO) при наличии в камере паров воды может быть предотвращено выполнением синтеза в среде Ar-H₂.

Однако современные средства откачки позволяют осуществлять синтез слоев в атмосфере, содержащей пары воды, в условиях среднего вакуума. В настоящей работе изучены процессы синтеза слоев ZnO при реактивном магнетронном распылении мишени цинка в среде Ar-H₂O. Целью этих работ является поиск низкотемпературных технологий формирования тонкопленочных компонентов прозрачной (оксидной) электроники.

Условия эксперимента

Слои, исследованные в настоящей работе, были получены в установке ALCATEL методом магнетронного распыления на постоянном токе в атмосфере Ar:H₂O=9:1. Перед началом распыления рабочая камера откачивалась до остаточного давления 2×10^{-3} Па. В качестве мишени был использован диск из металлического цинка чистотой 4N диаметром 40 мм и толщиной 4,5 мм. На держатель подложек устанавливалась одна пластина из стекла размерами 20×25×1,1 мм для оптических и рентгеноструктурных исследований и 1 пластина кремния размерами 10×25×0,4 мм для сканирующей электронной микроскопии.

Перед осаждением каждого слоя проводилась «тренировка» мишени, т.е. предварительное распыление в рабочем режиме на закрытую заслонку в течение 10 минут. Осаждение проводилось в режиме стабилизации тока (100 мА) при двух значениях давления аргона 0,5 Па и 5 Па на неподвижные подложки, расположенные face-to-face на расстоянии 60 мм от поверхности мишени. Температура подложек варьировалась в диапазоне 50÷300°C.

Для рентгеноструктурного анализа был задействован дифрактометр Empyrean, PANalytical B.V.

Результаты исследований

На рис. 1 приведены дифрактограммы слоев, синтезированных при магнетронном распылении металлических мишеней в среде Ar при давлении 0,5 и 5 Па. Слои, синтезированные при давлениях 0,5 и 5 Па, обнаруживают наличие фаз цинка и ZnO. При увеличении температуры подложки до 250°C наблюдается монотонный рост интенсивности рефлексов, относящихся к металлической фазе для давлений в камере 0,5 и 5 Па. Следует принять во внимание лишь одно исключение: при температуре синтеза 300°C в спектрах не наблюдаются рефлексы цинка, что объясняется десорбцией цинка с поверхности роста [6]. Интенсивности рефлексов 002 и 100 оксидной фазы при давлениях 0,5 и 5 Па обнаруживают максимумы при 150°C.

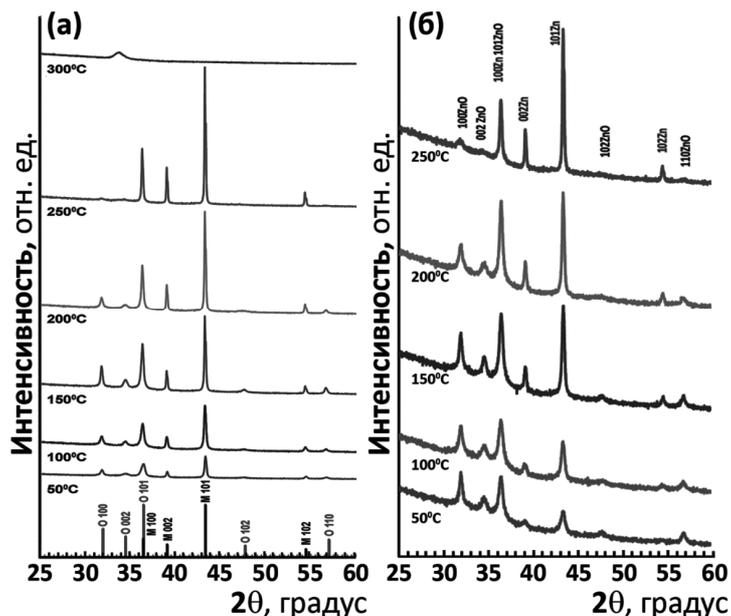


Рис. 1. Диффрактограммы слоев, синтезированных в атмосфере Ar-H₂O при различных температурах при общем давлении в камере 0,5 Па (а) и 5 Па (б).

Для слоев ZnO, синтезированных методом магнетронного распыления характерно формирование структур с преимущественной базисной ориентацией (002)ZnO. Ранее в работах [7, 8] было отмечено, что увеличение парциального давления кислорода, температуры, общего давления в камере приводит к формированию поликристаллических слоев со смешанными ориентациями. Кроме того, формирование поликристаллических слоев ZnO с различной ориентацией блоков наблюдается при формировании слоев методом CVD на неориентированных подложках в обратимой реакции $ZnO + H_2 \rightleftharpoons Zn + H_2O$ [9].

На рис. 2 приведены зависимости областей когерентного рассеяния в слоях для зерен оксида цинка и цинка в слоях, синтезированных при общем давлении 0,5 Па и 5 Па. Можно видеть, что кристаллиты оксида цинка вне зависимости от давления в камере имеют максимальные размеры в окрестностях температуры 150°C. Рост размеров кристаллитов металлического цинка наблюдается во всем температурном диапазоне, вплоть до 250°C.

В [Ошибка! Залка не определена.] сообщают, что окно атомно-слоевого осаждения слоев ZnO в интервале 125÷150°C обусловлено особенностями реакции диметилцинка с водой. В условиях наших исследований на поверхности роста могли находиться лишь пары воды, атомы цинка и молекулы ZnO.

Рентгеноструктурные исследования показали наличие максимума размеров зерен ZnO при 150°C (рис. 2), который может быть обусловлен оптимальным содержанием и подвижностью молекул воды на поверхности роста. Моделирование кинетики температурно-программированной десорбции воды с поверхности полупроводников [10] также показывает возможность нахождения молекул воды на поверхности GaAs в окрестностях 150°C. Мы полагаем, что формирование слоев ZnO при 150°C протекает в основном в результате взаимодействия на поверхности роста паров воды и атомов цинка.

Дальнейшее увеличение температуры синтеза приводит к уменьшению размеров зерен ZnO в результате десорбции с поверхности роста молекул воды.

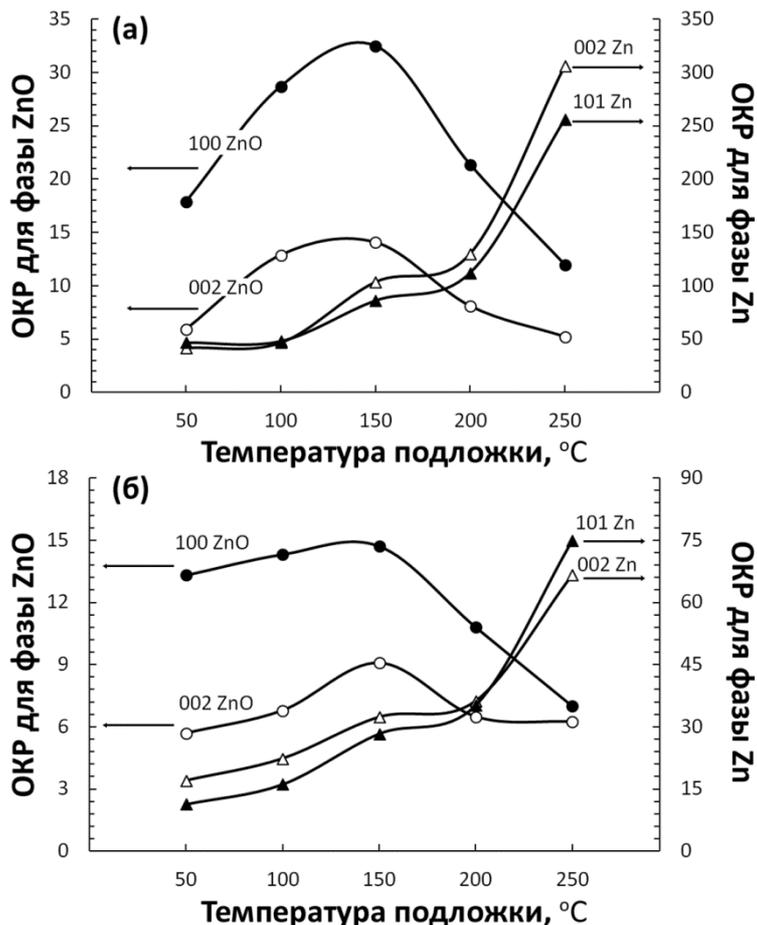


Рис. 2. Зависимости величин областей когерентного рассеяния для оксидной и металлической фазы от температуры синтеза в слоях, синтезированных при давлении в камере 0,5 Па (а) и 5 Па (б).

Заключение

Результаты магнетронного распыления цинковой мишени в среде, содержащей пары воды показывают возможность осаждения слоев ZnO в квазиравновесных условиях при относительно низких температурах. При этом установление механизмов формирования слоев во взаимосвязи с их структурой представляет и научный и прикладной интерес. Среди наиболее распространенных механизмов формирования слоев (Ленгмюра-Хиншельвуда, Ридила-Или, Харриса-Каземо) наиболее вероятной представляется модель Ленгмюра-Хиншельвуда, предполагающая, что взаимодействие обоих прекурсоров, металла и окислителя, происходит на поверхности роста [11].

Высокая скорость роста зерен ZnO при относительно низких температурах при реактивном распылении цинка в атмосфере Ag:H₂O, может быть основой при разработке новых эффективных методов низкотемпературного магнетронного синтеза функциональных слоев на основе оксида цинка.

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 (грант РФФИ № 19-07-00537 А).

Литература

1. K. Tapily, D. Stegall, D. Gu, H. Baumgart, G. Namkoong, A.A Elmustafa. Physical Characterization of ZnO Thin Films Grown by ALD // ECS Transactions. 2009. V. 25(4). P. 85.

2. S.-Y. Pung, K.-L. Choy, X. Hou. Structural and optical properties of ZnO thin films deposited using atomic layer deposition technique // Proceedings of IWNA-2011. Nov. 10-12. 2011. Vung Tau, Vietnam.
3. E. Guziewicz, M. Godlewski, T. Krajewski, L. Wachnicki, G. Luka, J. Dogamala, W. Paszkowicz, B. Kowalski, B. Witkowski, A. Duzynska, A. Suchock. Zinc oxide grown by atomic layer deposition - a material for novel 3D electronics // Physica Status Solidi b. 2010. V. 247. P. 7.
4. S. Sarkijarvi, S. Sintonen, F. Tuomisto, M. Bosund, S. Suihkonen, H. Lipsanen. Effect of growth temperature on the epitaxial growth of ZnO on GaN by ALD // Journal of Crystal Growth. 2014. V. 398. P. 18.
5. P.K. Song, M. Watanabe, M. Kon, A. Mitsui, Y. Shigesato. Electrical and optical properties of gallium-doped zinc oxide films deposited by dc magnetron sputtering // Thin Solid Films. 2002. V. 411. N 1. P. 82.
6. А.Х. Абдуев, А.Ш. Асваров, А.К. Ахмедов. Влияние паров металла на процесс формирования слоев ТСО на основе ZnO // Труды 10 международной специализированной конференции «Вакуумная техника, материалы и технологии», Москва, КВЦ «Сокольники» 14 - 16 апреля 2015 г.
7. И.М. Гранкин, Г.И. Кальная, В.К. Лопушенко. Рентгеноструктурные исследования текстурированных пленок окиси цинка для устройств на поверхностных акустических волнах // ЖТФ. 1983. Т. 53. № 9. С. 1754.
8. Y.E. Lee, J.B. Lee. Microstructural evolution and preferred orientation change of radio-frequency-magnetron sputtered ZnO thin films // J. Vac. Sci. Technol. A. 1996. V. 14(3). P. 1943.
9. A. Abduev, A. Akhmedov, A. Asvarov, A. Omaev. Preferred oriented ZnO films growth on nonoriented substrates by CVD // Journal of Physics: Conference Series. 2011. V. 345(1). P. 012046.
10. Е.Д. Скутин. Моделирование кинетики температурно-программированной десорбции воды с поверхности полупроводников n-GaAs(100) и n-GaP(100) // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 506. С. 101.
11. М.В. Гранкин, А.И. Бажин, Д.В. Гранкин. Диффузионный механизм роста полупроводниковых нитевидных нанокристаллов с участием горячих атомов // ФТП. 2014. Т. 48. Вып. 6. С. 845.

Исследование возможностей акустического мониторинга процессов модифицирования поверхности в вакуумных камерах

*С.В. Федоров, М.П. Козочкин, Тхеин Хту Маунг, М.А. Зыкова
Москва, ФГБОУ ВО «МГТУ «СТАНКИН», Вадковский переулок, д. 3а,
sv.fedorov@icloud.com*

Представлены результаты виброакустического мониторинга процессов, происходящих в пластине из предварительно азотированной стали 08X17T при проведении в вакуумной камере импульсного электронно-пучкового поверхностного легирования ниобиевым сплавом Nb₇₀Hf₂₂Ti₈.

Research of possibilities of acoustic monitoring of the surface modification in vacuum chambers. S.V. Fedorov, M.P. Kozochkin, Thein Htoo Maung, M.A. Zykova. The results of vibroacoustic monitoring of the processes occurring in the plate of pre-nitrided 08X17T steel during pulsed electron-beam surface alloying in vacuum chamber with niobium alloy Nb₇₀Hf₂₂Ti₈ are presented.

Актуальность совершенствования технологий создания износостойких поверхностных слоев на инструменте и деталях машин при помощи импульсной электронно-пучковой технологии с использованием установки РИТМ-СП [1] подтверждена экспериментально.

Износостойкие слои получались за счет инициирования экзотермических химических реакций между материалом основы и нанесенной на нее пленкой с образованием новых фазовых составляющих [2,3]. Однако, оптимизация технологического процесса поверхностного легирования сопряжена с нестабильностью характеристик электронного пучка и процесса его взаимодействия с обрабатываемым материалом, вариативностью толщины наносимой пленки, ее характеристиками и т. п. Все это ведет к случайным изменениям, независящим от задаваемых входных параметров.

В этом свете становятся особенно актуальными варианты мониторинга технологического процесса, происходящего в вакууме, позволяющие оперативно проводить коррекцию режимов обработки [4]. Было предложено использовать метод акустической эмиссии (АЭ), показавший себя эффективным инструментом при изучении фазовых превращений и пластической деформации.

Сигналы АЭ возникают всегда, когда в материале упругой среды возникают короткие импульсы изменения напряжения, порождающие волновые процессы, распространяющиеся со скоростью, зависящей от типа волн и материала среды. Частотный диапазон сигналов АЭ тем выше, чем меньше длительность импульсов, которые могут возникать в результате, как внутренней перестройки структуры материала, так и при внешнем взаимодействии поверхностей, например, при трении и резании [5,6]. Частотный состав сигналов АЭ, регистрируемых с помощью пьезопреобразователей, зависит не только от формы и длительности возмущающих импульсов, но и от частотных характеристик упругой среды, связывающей область протекания технологического процесса с местом установки преобразователя. Для защиты регистрирующей аппаратуры от электромагнитных помех, возникающих при подаче электронных импульсов, был применен длинный волновод в виде тонкой проволоки. Это позволило расположить измерительную аппаратуру на отдалении от источника электромагнитного излучения. Состав канала наблюдения сигналов АЭ показан на рис. 1.

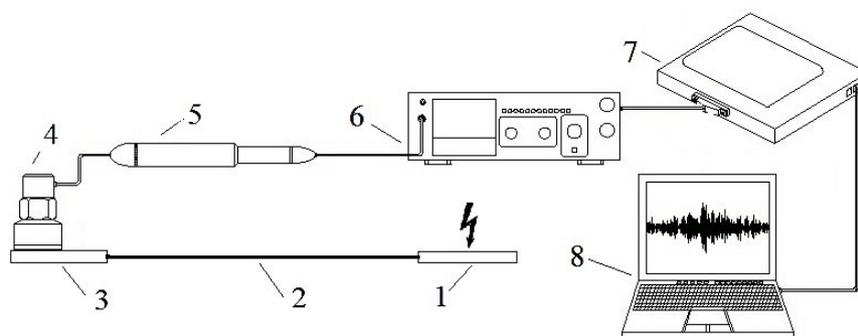


Рис.1. Схема канала для регистрации сигналов АЭ: 1 – испытываемый образец; 2 – проволочный волновод; 3 – приемная пластина; 4 – акселерометр КД-35 с магнитом; 5 – предусилитель ПМ-3; 6 – усилитель ВШВ-003; 7 – АЦП Е440; 8 – регистрирующий компьютер.

Экспериментальные исследования показали, что при данной схеме контроля основная энергия сигналов АЭ сосредоточена в частотном диапазоне до 35 кГц. При этом надо учитывать, что скорость затухания сигналов АЭ при прохождении по тонкому волноводу быстро растет с увеличением их частоты. Внешние помехи, связанные с работой установки, располагаются в диапазоне до 1 кГц и их достаточно просто отфильтровать.

Для получения информации о процессах, происходящих на облучаемом объекте, записанный сигнал подвергался статистическому, временному и частотному анализу. Сравнивались спектры сигналов вибраций, полученные для разных временных интервалов от момента возникновения импульса, а также записи эффективных значений сигналов после фильтрации в разных частотных полосах.

Обнаруженное резкое возрастание амплитуды виброакустического сигнала при больших значениях величины зарядного напряжения на генераторе импульсного (5 мкс)

электронного пучка можно связать ростом энергии теплового удара и с интенсификацией процесса испарения металла с поверхности образца и, как следствие, усилением импульса отдачи, связанного с разлетом паров. Были определены значения в 20-22 Кв, при превышении которых происходило испарение большей части предварительно нанесенной на поверхность стальной пластины пленки из ниобиевого сплава.

В структуре поверхности исходного стального образца после воздействия электронным пучком наблюдается ферритная (мартенситная) составляющая и незначительное количество карбидов хрома ($\text{FeCr})_{23}\text{C}_6$.

Сравнение сигналов АЭ при облучении стальных пластин в исходном состоянии и после азотирования показало, что характер отклика на импульсное воздействие меняется незначительно, несмотря на существенное изменение структуры металла в поверхностном слое, где стала преобладать аустенитная составляющая, хотя замечен сдвиг по времени его возникновения. Сигнал возникает приблизительно на 5 мс ранее, что можно связать с выделением мелких (до 10 нм) частиц нитридной фазы, идентифицированной, как Fe_3N .

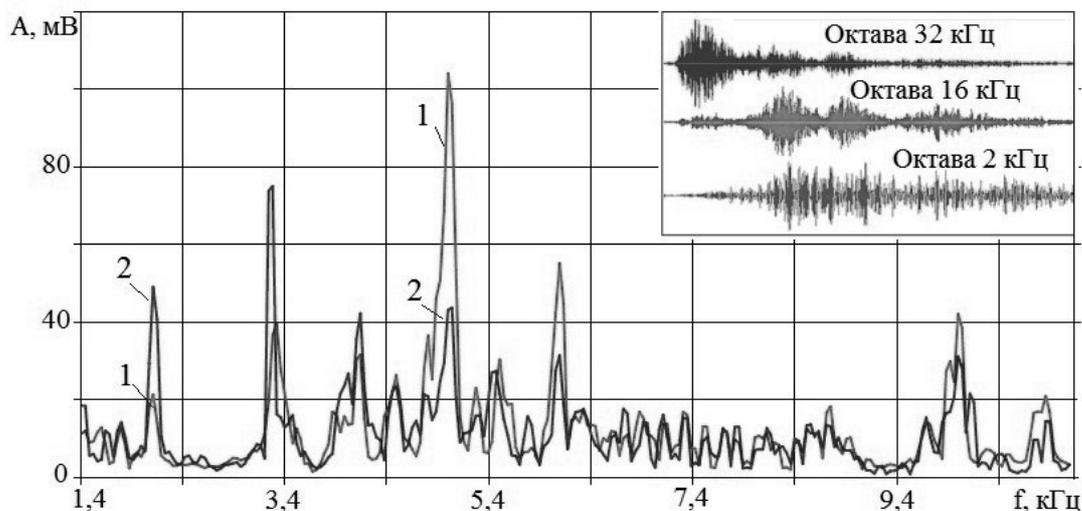


Рис. 2. Спектры сигнала АЭ при облучении стальной пластины с пленкой из сплава $\text{Nb}_{70}\text{Hf}_{22}\text{Ti}_8$ для первых (спектр 1) и вторых (спектр 2) 25 мс; на вставке показаны записи сигнала АЭ в разных октавах.

После облучения образца с нанесенным на него слоем пленки из сплава $\text{Nb}_{70}\text{Hf}_{22}\text{Ti}_8$ происходит перемешивание материалов покрытия и основы и запускается экзотермическая химическая реакция с образованием нитридных фаз на основе ниобия и гафния. Следствием ее прохождения является образование новых нитридных фаз, приводящее к обеднению аустенитной составляющей азотом, что вызывает мартенситное превращение (МП). Как образование нитридных фаз, так и мартенсита в приповерхностном слое образца сопровождается изменением объема и способствует пластической деформации, что может являться достаточно сильным источником виброакустического сигнала. Формирование мартенситной фазы (МФ) хорошо отображается в параметрах сигнала АЭ, сопровождающей МП. На рис. 2 показаны спектры для первых и вторых 25 мс от момента облучения.

Особенностью записей сигнала АЭ в разных октавах является то, что с ростом частоты максимум амплитуды записи смещается ближе к началу процесса. В записях просматривается относительно низкочастотная модуляция, показывающая многоэтапность проходящего процесса. Она также прослеживается на записях в виде огибающих сигнала, отфильтрованного в разных октавах (рис.3).

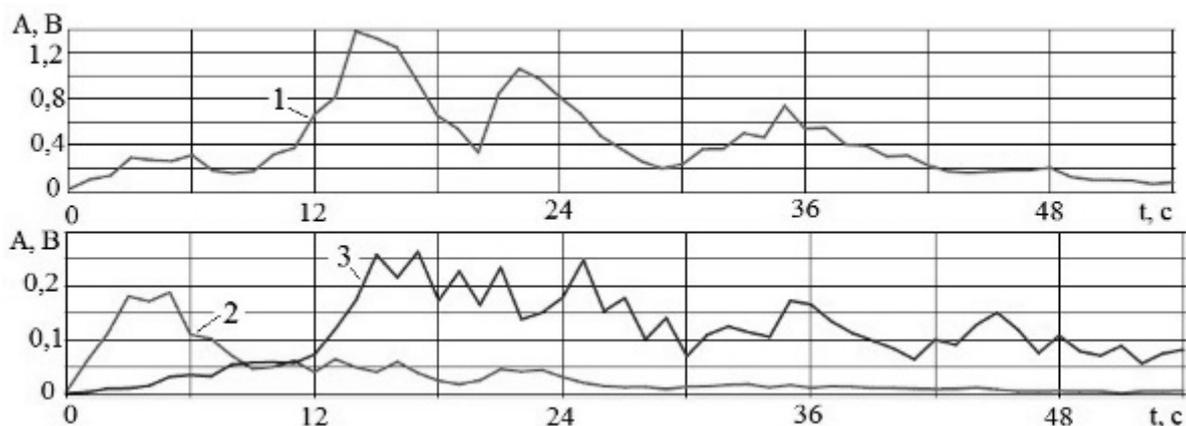


Рис. 3. Огибающие записей сигналов АЭ в разных октавах: 1 – октава 16 кГц; 2 – октава 32 кГц; 3 – октава 2 кГц.

Хорошо заметно, что максимум амплитуды в октаве 32 кГц достигается уже на 4 мс, а в октаве 16 кГц только на 14 мс. В октаве 2 кГц максимум амплитуды расположен на отрезке 15-25 мс. Обращает на себя и тот факт, что в октавах 32 и 16 кГц к 54 мс сигналы практически затухают, а в октаве 2 кГц к этому моменту амплитуда составляет 30% от максимального значения. Низкочастотная модуляция особенно хорошо просматривается в октаве 16 кГц, в которой сосредоточена основная энергия сигнала АЭ.

После проведения операции поверхностного легирования резко до 10% падает содержание аустенитной фазы в приповерхностном слое. Размер зерна аустенита составляет 3-5 мкм. Внутри зерна наблюдается регулярная ячеистая структура размером до 0.1 мкм. Ячейки разделены дислокационными малоугловыми границами. Границы зерна ступенчатые и проходят по границам ячеек. Тонкая структура ячеек на границе с зернами α фазы характеризуется высокой плотностью плоских дефектов, которые могут являться двойникованными прослойками, либо дефектами упаковки, свидетельствующих о возникновении высокого уровня остаточных напряжений.

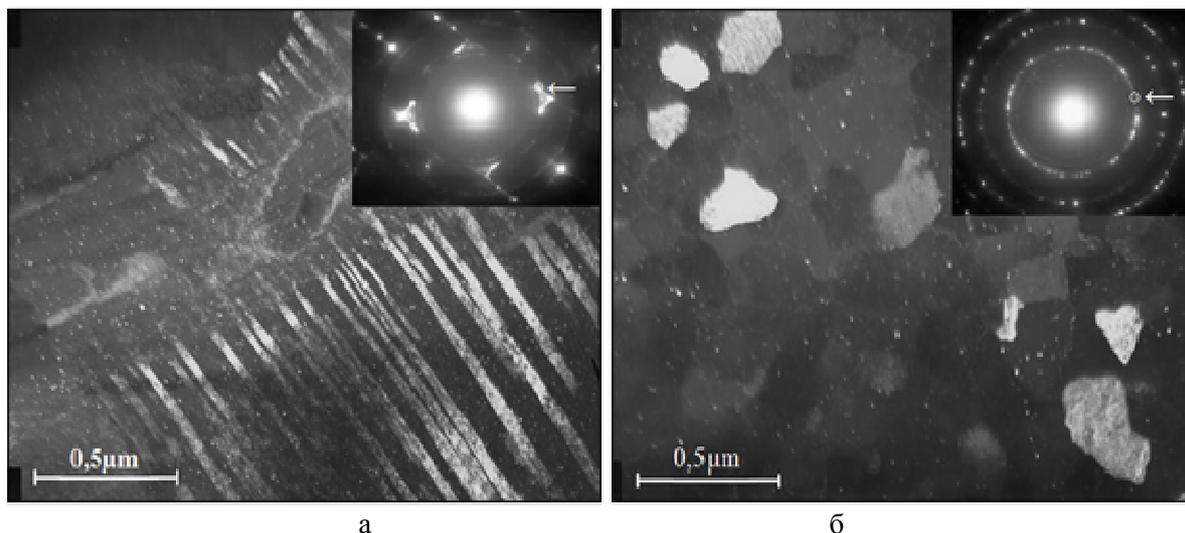


Рис.4 Изменение морфологии мартенситной фазы после проведения процесса импульсного электронно-пучкового облучения: а) реечный мартенсит в образце азотированной стали 08X17T, б) мартенсит деформации, образовавшийся после обработки по нанесенной пленке из сплава $Nb_{70}Hf_{22}Ti_8$.

Поля, занятые α фазой, представляют собой мелкозернистую структуру мартенсита деформации (рис.4б), образовавшегося в соответствии с записями виброакустического сигнала в то время, когда облучаемый образец уже успевает остыть в неравновесных условиях во

внешнем упругом поле, когда переход в новое структурное состояние связан с преодолением некоего энергетического барьера и становится возможным, если уровень деформации превышает некоторое пороговое значение [7], которое в нашем случае достигается приблизительно через 10 мс после подачи рабочего импульса.

Подобный механизм является механизмом положительной обратной связи, преобразующим часть энергии, освобождающейся в процессе превращения, в энергию смещения атомов, которая в свою очередь способна вызвать новую волну мартенситного превращения, что можно было наблюдать при проведении вышеописанных экспериментов. Постепенно скорость превращения уменьшается, что ведет к росту низкочастотной составляющей в сигнале. На каком-то этапе упругой энергии не хватает, и процесс преобразования прекращается. Это и показано на рисунках 2 и 3, где представлены параллельные записи ВА сигналов в октавных полосах 32, 16, 2 кГц. Здесь хорошо видно, что максимальные значения амплитуды на записях тем дальше от начала процесса МП, чем ниже границы частот записи.

Размер мартенситного зерна согласуется с размерами ячеек в аустенитном зерне и составляет 0.1 - 0.3 мкм. В теле зерен аустенита преимущественно по дислокационным границам ячеек и по границам мартенситных зерен наблюдаются выделения нитридных фаз: нитрида гафния HfN и нитридов ниобия NbN и Nb_4N_5 .

Выводы

Эффективность управления поверхностным электронно-пучковым легированием может быть значительно повышена при наличии системы мониторинга технологического процесса. Такая система может быть построена на основе контроля сигналов АЭ, которые показали высокую чувствительность к фазовым превращениям, происходящим в слоях легирующих сплавов. Мониторинг технологического процесса с помощью сигналов АЭ сохраняет эффективность, несмотря на большую длину волновода.

Литература

1. Markov A.B., Yakovlev E.V., Petrov V.I., Formation of Surface Alloys with a Low-Energy High-Current Electron Beam for Improving High-Voltage Hold-Off of Copper Electrodes, *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2013, v 41, 2177-2182.
2. Fedorov S.V., Aleshin S.V., Min Htet Swe, Abdirova R.D., Kapitanov A.V., Egorov S.B., Comprehensive surface treatment of high speed steel tool // *Mechanics and Industry*, vol 18, No 7, 711, 2017.
3. Fedorov S.V., Min Htet Swe, Kapitanov A.V., Egorov S.B., Wear of carbide inserts with complex surface treatment when milling nickel alloy // *Mechanics and Industry*, vol 18, No 7, 710, 2017.
4. Федоров С.В., Козочкин М.П., Маунг Т.Х., Зыкова М.А. Виброакустическое диагностирование процесса поверхностного электронно-пучкового легирования ферритной нержавеющей стали//*Вестник МГТУ «СТАНКИН»*. 2018. № 4(47). С. 37-41.
5. Козочкин М.П., Порватов А.Н. Влияние адгезионных связей во фрикционном контакте на виброакустический сигнал и автоколебания // *Трение и износ*. 2014 (35). №5. С. 575-583.
6. Козочкин М.П. Виброакустический мониторинг фрикционного контакта при шлифовании // *Трение и износ*. 2017 (38). №4. С. 386-391.
7. Kashchenko M.P., Semenovih A.G., Chashchina V.G., Cryston model of α strain induced martensite. *J. Phys. IV France* №112, p. 147-150, 2003.

СЕКЦИЯ 3 НАНОТЕХНОЛОГИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ

Диффузия в двухслойных металлофуллереновых пленках

*Э.М. Шпилевский, С.А. Филатов, *Г. Шилагарди, *Д. Улам-Оргих
Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси.
Минск, Беларусь, eshpilevsky@rambler.ru*

**Национальный университет Монголии, г. Улан-Батор, Монголия*

Проведено моделирование и экспериментально изучены процессы диффузии в двухкомпонентных плёнках систем Ti-C₆₀ и Cu-C₆₀ разной толщины (с разными размерами элементов структуры). Установлено, что в изученных системах имеет место униполярная диффузия, поскольку коэффициенты диффузии металлов на порядки превышает коэффициенты диффузии молекул фуллерена C₆₀. Определены параметры диффузии титана и меди в пленках фуллерита, значения которых зависят от размеров элементов структуры. Показано, что в двухслойных пленках, имеющих разные размеры элементов структуры, наблюдается структурный эффект Киркендалла.

Diffusion in double-wall metal fullerene films. E.M. Shpilevsky, S.A. Filatov, G. Shilagardi, D. Ulam-Orgikh. Modeling was carried out and diffusion processes were experimentally studied in two-component films of Ti-C₆₀ and Cu-C₆₀ systems of different thickness (with different sizes of structural elements). It has been established that unipolar diffusion takes place in the systems studied, since the diffusion coefficients of metals are orders of magnitude higher than the diffusion coefficients of fullerene C₆₀ molecules. The diffusion parameters of titanium and copper in fullerite films, the values of which depend on the size of the structure elements, are determined. It is shown that in two-layer films with different sizes of structural elements, the structural effect of Kirkendall is observed.

Введение

Наноструктурированные материалы представляют собой особое конденсированное состояние веществ - макроскопические ансамбли ультрадисперстных частиц с размерами в несколько нанометров. При уменьшении размеров элементов роль диффузии увеличивается не только при производстве, но и при эксплуатации изделий (например, интегральных схем). В связи с нынешней актуализацией исследований ультрадисперсных структур с размером элементов порядка единиц или десятков нанометров, интерес к процессам массопереноса в них возрос.

При нанометровых размерах зерен возникает размерный эффект – размер зерен становится кинетическим и термодинамическим параметрами. При размерах кристаллитов 30-50 нм в них отсутствуют дислокации, при размере менее 20 нм частицы имеют сферическую форму [1]. Кроме того, при исследовании диффузии в системах металл- фуллерит появляются дополнительно три особенности. Первая, объём молекулы C₆₀ превышает атомный объём металлов в 30-40 раз, что должно сказаться на подвижности диффундирующих частиц. Вторая, размеры октаэдрических и тетраэдрических пор в решётке фуллерита соизмеримы с диаметром атомов металлов, поэтому они могут располагаться в этих порах, не деформируя исходную матрицу C₆₀. Третья, вакансии в кристаллитах фуллерита могут служить стоком для диффундирующих атомов металла.

В представленной работе проведено моделирование и экспериментально изучены процессы диффузии в двухкомпонентных плёнках систем Ti-C₆₀ и Cu-C₆₀ разной толщины (разными размерами элементов структуры).

1. Моделирование диффузии в направлении перпендикулярном поверхности пленки

Тонкую плёнку можно описать как систему с малыми структурными элементами двух типов — зёрен и межзёренных областей («границ зёрен»), с значительно отличающимися коэффициентами диффузии. Соответственно диффузию в тонких поликристаллических плёнках можно описать как систему двух процессов — диффузию по границам зёрен и диффузию по кристаллической решётке зёрен.

Для расчёта зависимости концентрации диффузанта от размеров структурных элементов плёнок использовалась модель Гилмера и Фаррелла [2], в которой плёнки состоят из зёрен с плоскими параллельными эквидистантными границами между ними (рис.1).

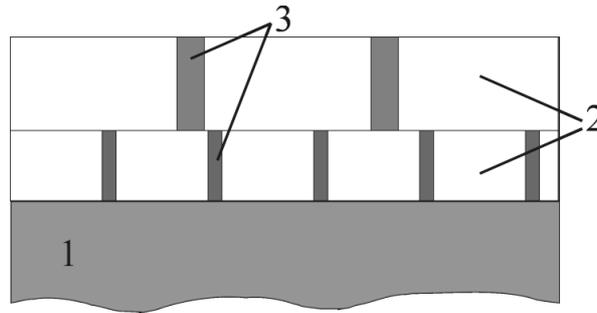


Рис.1. Схематическое изображение двухслойной пленки, состоящей из слоев А и В:
1 — подложка; 2 — зёрна поликристаллических плёнок; 3 - межзёренные прослойки из различных фаз.

В модели Гилмера и Фаррелла границы зёрен в тонких плёнках можно описать как поверхности некоторой толщины, перпендикулярные поверхности подложки. Диффузию в направлении перпендикулярном поверхности плёнки можно описать как систему двух процессов — диффузию по границам зёрен и диффузию по кристаллической решётке зёрен. Средний поток \bar{J} диффузанта, находившегося на поверхности плёнки, в направлении перпендикулярном поверхности:

$$\bar{J} = J_b \eta + J_v (1 - \eta), \quad (1)$$

где J_b — поток по границам зёрен, J_v — поток по зёрнам, η — объёмная доля границ зёрен.

Если пренебречь вторым слагаемым (модель Фишера), то

$$\bar{J} \approx J_b \eta \quad (2)$$

Из выражений первого закона Фика для среднего потока и для потока по границам зёрен при

$$\frac{\partial \bar{C}}{\partial y} \neq 0$$

получается выражение для эффективного коэффициента диффузии [3]:

$$D_y \approx D_b \eta \left(\frac{\partial C_b}{\partial y} \left(\frac{\partial \bar{C}}{\partial y} \right)^{-1} \right) \quad (3)$$

Производные от зернограницной концентрации и средней концентрации находились с привлечением выражений, полученных для модели плёнок Гилмера—Фаррелла, где

$$C_b(y,t) \equiv C(0,y,t) = C_0 \left[1 - \sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nm} Y_n(y) T_{nm}(t) \right], \quad \eta = \frac{\delta}{2L} \quad \text{и потому}$$

$$D_y \approx D_b \frac{\delta}{2L} \frac{\sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nm} \beta_n \cos(\beta_n y) T_{nm}(t)}{\sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nm} \beta_n \cos(\beta_n y) T_{nm}(t) \frac{\sin \gamma_{nm}}{\gamma_{nm}}} \quad (4)$$

При диффузии в двухслойной плёнке из-за неравенства эффективных коэффициентов диффузии компонентов А и В будет иметь место эффект Киркендалла [4] — граница раздела (плоскость Больцмана—Матано) будет перемещаться, причём скорость перемещения пропорциональна разности эффективных коэффициентов диффузии:

$$\begin{aligned} u(t) &= (D_{yA} - D_{yB}) \frac{\partial C_A}{\partial y} \Big|_{y=0} = \\ &= -C_0 \left\{ D_{bA} \frac{\delta_B}{2L_B} \sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nmB} \beta_{nB} T_{nmB}(t) - \right. \\ &\quad \left. - D_{bB} \frac{\delta_A}{2L_A} \left[\sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nmA} \beta_{nA} T_{nmA}(t) \times \right. \right. \\ &\quad \left. \left. \times \frac{\sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nmB} \beta_{nB} T_{nmB}(t) \frac{\sin \gamma_{nmB}}{\gamma_{nmB}}}{\sum_{n,m=1}^{\infty} A_{nmA} \beta_{nA} T_{nmA}(t) \frac{\sin \gamma_{nmA}}{\gamma_{nmA}}} \right] \right\} \quad (5) \end{aligned}$$

На рис. 2 приведены рассчитанные зависимости разности эффективных коэффициентов диффузии от размера зёрен, а на рис. 3 — от ширины межзёренных границ.

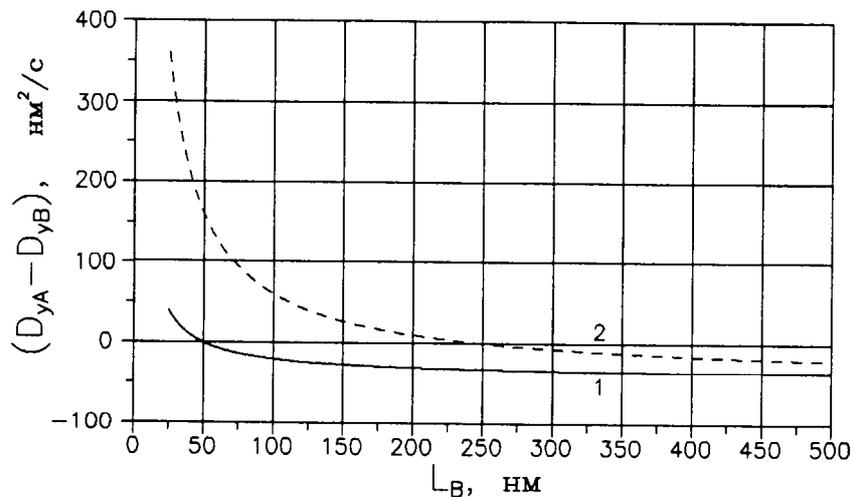


Рис. 2. Зависимость разности эффективных коэффициентов диффузии в слоях А и В от размера зёрен в слое В: $L_A = 50$ нм; $\delta_A = 1$ нм; $D_{bA} = D_{bB} = 10^3$ нм²·с⁻¹; 1 — $\delta_B = 1$ нм; 2 — $\delta_B = 5$ нм.

Решение диффузионной задачи для наноструктурных плёнок выявило возможность проявления размерного эффекта Киркендалла, т.е. смещение первоначальной границы раздела материалов разной дисперсности (даже имеющих равные по значениям коэффициенты диффузии). В контактирующих системах, имеющих разную дисперсность структурных элементов наблюдается структурный эффект Киркендалла.

На основании зависимостей рис.2 и рис.3 следует, в тонких плёнках структурные параметры (размер зёрен, ширина межзёренных границ) могут усилить или ослабить эффект Киркендалла. Более того, эффект Киркендалла возможен даже при равенстве коэффициентов зернограничной ($D_{bA} = D_{bB}$), и объёмной ($D_{lA} = D_{lB}$) диффузии.

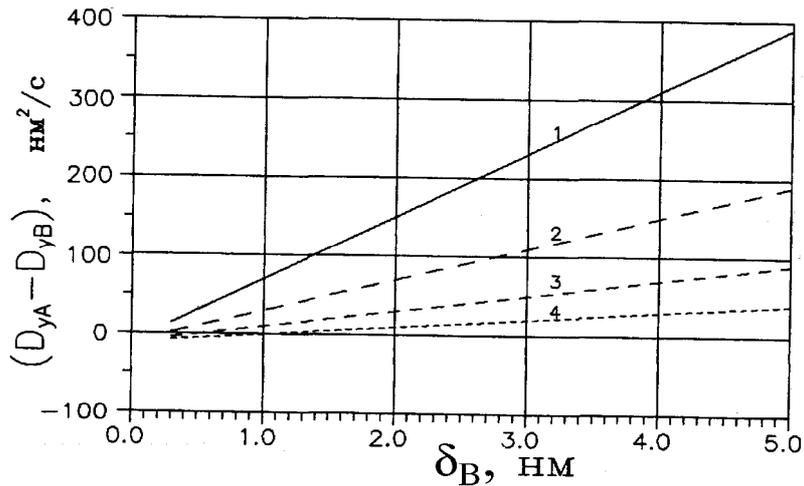


Рис. 3. Зависимость разности эффективных коэффициентов диффузии в слоях A и B от размера межзёренных границ слоя B: $L_A = 200$ нм; $\delta_A = 1$ нм; $D_{bA} = D_{bB} = 10^3$ нм²·с⁻¹.
1 — $L_B = 25$ нм; 2 — $L_B = 50$ нм; 3 — $L_B = 100$ нм; 4 — $L_B = 200$ нм.

2. Эксперимент и результаты эксперимента

Пленки получали в вакууме на установке «ВУП-4» последовательной конденсацией атомных и молекулярных потоков при давлении остаточных паров воздуха $1,0 \cdot 10^{-4}$ Па. В качестве испарителей для металлов использовались молибденовые «лодочки», для C_{60} — танталовые. Температура испарения составляла для титана - 2000 К и для меди 1450 К, температура сублимации молекул фуллерена составляла 670 К. Разогрев испарителей обеспечивался пропусканием электрического тока.

В качестве исходных материалов использовались особо чистые металлы: медь и титан (не хуже 99,99) и фуллеритовый порошок C_{60} чистоты 99,9 %, изготовленный по описанной ранее [5] технологии. Подложками служили оксидированный кремний. Диффузионный отжиг проводился в вакууме при давлении остаточных паров воздуха $1,0 \cdot 10^{-4}$ Па. Для изучения диффузии были использованы образцы с размерами структурных элементов 40, 100, 180 нм. Температура диффузионного отжига составила 470, 520 и 570 К, времена отжига 30, 60 и 90 минут.

Концентрация диффузанта на поверхности пленки определялась по интенсивности характеристического рентгеновского излучения на сканирующем микроанализаторе ARL EMX-SM при ускоряющем напряжении 20 кВ. Размер структурных элементов определялся на том же анализаторе. В таблице 1 приведены некоторые данные экспериментов по диффузионному отжигу двухслойных пленок Ti- C_{60} и Cu- C_{60} .

Таблица 1. Значения концентрации металлов, диффундирующих через пленку фуллерита, выраженные в числе импульсов характеристического рентгеновского излучения.

Me-C ₆₀	L, нм	T, К	t ₁ , мин	I ₁ , имп.	t ₂ , мин	I ₂ , имп.	t ₃ , мин	I ₃ , имп.
Ti-C ₆₀	100	470	30	523	60	821	90	993
		520		610		934		1120
		570		752		1170		1491
	40	470		625		962		1264
		520		736		1087		1318
		570		642		961		1205
Cu-C ₆₀	100	470	30	788	60	1098	90	1312
		520		876		1222		1446
		570		965		1364		1624
	40	470		642		961		1205
		520		788		1098		1312
		570		876		1222		1446

Из кинетических кривых изменения концентрации металлов на поверхности и уравнению (4) рассчитывались коэффициенты диффузии для каждого типа образца и температуры диффузионного отжига. Энергия активации диффузии и предэкспоненциальный множитель определялись графическим методом из зависимостей коэффициентов диффузии от обратной температуры диффузионного отжига. Для расчета сдвига плоскости Матана использовалось уравнение (5). В таблице 2 приведены характерные параметры диффузии для массивных и пленочных образцов со структурными элементами разных размеров.

Экспериментально установленные значения коэффициентов диффузии в направлении перпендикулярном поверхности пленки превышали значения для массивных материалов на 5-6 порядков. Причины: а) диффузия по границам структурных элементов; б) более высокая вероятность образования адатомов (адсорбированных атомов) на поверхности частиц, которая зависит от размеров последних.

Таблица 2. Значения предэкспоненциальных множителей (D_0) и энергии активации диффузии (E) для массивных и пленочных образцов систем Ti-C₆₀ и Cu-C₆₀.

Размер Зерна, [нм]	Ti-C ₆₀			Cu-C ₆₀		
	Диффузانت	LgD ₀ [см ² /с]	E, эВ	Диффузانت	LgD ₀ [см ² /с]	E, эВ
3000	Ti	- 10	2,1	Cu	-11	1,8
180	Ti	-6	1,0	Cu	-6	0,8
100	Ti	-4	0,6	Cu	- 5	0,6
40	Ti	-4	0,4	Cu	-3	0,4

Высокие значения параметров диффузии (энергии активации и частотного множителя) в пленочных образцах показывают, что определяющую роль в формировании диффузионных потоков играют адатомы. При этом с уменьшением размеров структурных элементов возрастает не только доля межзеренных границ, по которым диффузия адатомов осуществляется более интенсивно, но, по-видимому, возрастает так же способность зерен к образованию адатомов.

Наличие октаэдрических и тетраэдрических пор в решётке фуллерита создает условия для образования металлофуллереновых фаз, хотя для меди и титана взаимодействие с атомарным углеродом затруднено. Метастабильные фазы в ультрадисперсных структурах наблюдали в ряде систем ранее [6]. Нами установлено образование фаз Cu₆C₆₀, Ti_xO_yC₆₀ в тонкопленочных структурах, хотя эти металлы не взаимодействуют с атомарным углеродом.

Аномально высокие коэффициенты диффузии металлических атомов в слоях фуллерита C₆₀ обусловлены большими межмолекулярными пространствами в этих кристаллах, что позволяет атомам металлов легко мигрировать в фуллеритовом слое.

В металл-фуллеритовых системах возможно формирование упорядоченных кластерных вкраплений, которые заполняют места дефектов структуры кристалла фуллерита.

Литература

1. Шпак А.П., Коржик В.Н., Куницкий Ю.А., Шматко О.А. Материалы с нано- и квазикристаллической структурой.- Киев: Курдюмов институт металлофизики НАНУ.2004.- 110 с.
2. Gilmer G. H., Farrell H. H. Grain-boundary diffusion in thin films. II. Multiple grain boundaries and surface diffusion // J. Appl. Phys. 1976. V. 47. P. 4373—4380.
3. Шпилевский Э. М., Шпилевский М. Э. Объёмная деформация при одномерной диффузии в силовом поле // Молекулярная биология, химия и физика неравновесных систем.— Иваново: Изд. центр «Юнона», 2002.— С. 134—137.
4. Бокштейн Б. С., Бокштейн С. З., Жуховицкий А. А. Термодинамика и кинетика диффузии в твёрдых телах.— М.: "Металлургия", 1974.
5. Shpilevsky E.M., Zhdanok S.A., Schur D.V. Containing carbon nanoparticles materials in hydrogen energy. Hydrogen Carbon Nanomaterials in clean Energy Hydrogen Systems- II. Dordrecht: SpringerScience, 2011. PP. 23-39.
6. Шпилевский Э.М. Особенности массопереноса в наноматериалах. //Сборник тезисов докладов V Украинской научной конференции по физике полупроводников. (Ужгород 9-15 октября 2011) Ужгород: ИФП НАН Украины. 2011. С. 117-118.

Осаждение на поверхности трековых мембран двухслойных супергидрофобных покрытий методом электронно-лучевого диспергирования полимеров в вакууме

*Л.И. Кравец, *М.А. Ярмоленко, *А.А. Рогачев, **Р.В. Гайнутдинов, Н.Е. Лизунов*
Дубна, Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций
им. Г.Н. Флерова, ул. Жолио-Кюри, 6
**Гомель, Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, ул. Советская, 104*
***Москва, Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и*
фотоника» РАН, Ленинский пр., 59, E-mail: kravets@jinr.ru

В работе рассмотрена возможность формирования двухслойного супергидрофобного покрытия на пористой подложке путем электронно-лучевого диспергирования полимеров в вакууме. В качестве пористой подложки использовалась полиэтилентерефталатная трековая мембрана с диаметром пор 250 нм. Для образования первого слоя на поверхности мембраны, обладающего гидрофобными свойствами, в качестве мишени использовали сверхвысокомолекулярный полиэтилен, а для формирования второго супергидрофобного слоя в качестве материала мишени применяли политетрафторэтилен.

Deposition onto a track-etched membrane surface of double-layer superhydrophobic coatings via electron-beam dispersion of the polymers in vacuum. L.I.Kravets, M.A.Yarmolenko, A.A.Rogachev, R.V.Gainutdinov, N.E.Lizunov. The present paper describes the possibility of double-layer superhydrophobic coatings formation onto a porous substrate via the electron-beam dispersion of the polymers in vacuum. A poly(ethylene terephthalate) track-etched membrane with a pore diameter of 250 nm was used as a porous substrate. The ultra-high molecular weight polyethylene was used for deposition as a target material to form the first hydrophobic layer on the membrane surface and polytetrafluoroethylene was used for deposition as a target to form the second superhydrophobic layer.

В настоящее время наиболее перспективным методом мембранного разделения является мембранная дистилляция (МД) [1, 2]. По сравнению с баромембранными методами (обратный осмос, ультра- и микрофльтрация) МД имеет важные преимущества, заключающиеся, в первую очередь, в возможности концентрирования многих нелетучих органических и неорганических веществ до концентраций, практически близких к пределу их растворимости. Кроме того,

рабочие температуры в процессе МД значительно ниже, чем в других процессах, так как в этом случае нет необходимости нагревать смесь до температуры кипения. Обычно температура разделяемой смеси находится в диапазоне от 60 до 90° С. Этот факт позволяет использовать альтернативные источники энергии, что делает процесс МД более экономически выгодным. Потенциальные области применения МД: обессоливание морской воды, концентрирование водных растворов солей, щелочей и кислот до высокой концентрации, концентрирование органических соединений из их водных растворов, получение особо чистой воды и пр.

Основным параметром мембран, применяемых для МД является гидрофобность материала, из которого они изготовлены. В публикациях последних лет показано, что наряду с традиционно применяемыми для МД гидрофобными мембранами из полипропилена (ПП), поливинилиденфторида (ПВДФ) и политетрафторэтилена (ПТФЭ), перспективно применение двухслойных полимерных мембран, в которых один из слоев (как правило, более толстый) имеет гидрофильную пористую основу, а второй микропористый слой (тонкий) обладает гидрофобными или супергидрофобными свойствами [3-5]. Использование более тонкого гидрофобного слоя в сочетании с толстым гидрофильным подслоем позволяет увеличить поток через мембрану за счет снижения сопротивления массообмену.

Существуют различные методы нанесения тонких пленок полимера на поверхность изделий [6], однако, наибольший интерес представляет формирование покрытий из активной газовой фазы путем диспергирования полимеров 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 данной работе рассмотрен способ формирования двухслойного супергидрофобного покрытия на поверхности пористой подложки с помощью метода электронно-лучевого диспергирования полимеров в вакууме. В качестве пористой подложки использовали полиэтилентерефталатную трековую мембрану (ПЭТФ ТМ) с эффективным диаметром пор 250 нм. Для получения мембраны полимерную пленку (Лавсан, Россия) толщиной 10.0 мкм облучали ускоренными на циклотроне ионами криптона (энергия ~3 МэВ/нуклон). Флюенс ионов составлял $2 \times 10^8 \text{ см}^{-2}$. Химическое травление облученной пленки для получения сквозных пор проводили при температуре 75°С в водном растворе гидроксида натрия с концентрацией 3 моль/л.

Формирование покрытия на поверхности мембраны проводили с помощью осаждения из активной газовой фазы методом электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) полимеров в вакууме. В качестве источника электронов использовали электронно-лучевую пушку с катодом прямого накала, позволяющую формировать пучки с энергией частиц 0.8–1.6 кэВ. Начальное давление остаточных газов в вакуумной камере составляло 4×10^{-3} Па, температура поверхности подложки ~300 К. Сверхвыс окомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) со средней молекулярной массой 5×10^6 г/моль и плотностью 0.93 г/см³ (Foresight Global FZE) был использован в качестве мишени для формирования первого слоя покрытия на поверхности мембраны. Для осаждения второго слоя покрытия в качестве мишени применяли политетрафторэтилен (ПТФЭ), плотность которого составляла 2.15 г/см³ (Aldrich). Двухслойные покрытия формировались в одном технологическом цикле без разгерметизации вакуумной камеры. Мишени автоматически перемещались в зону влияния электронного пучка. Контроль толщины осаждаемых покрытий осуществляли с помощью кварцевого измерителя толщины. Схема установки и методика обработки подробно описаны в [7].

Топографию поверхности мембран изучали с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRA Prima (NT-MDT, Russia). Сканирование проводили в бесконтактном режиме с использованием кремниевого зонда HA_NC (Tipsnano, Estonia). Основным определяемым параметром являлась шероховатость поверхности – среднеквадратичное отклонение профиля поверхности от базовой линии (R_{ms}), рассчитанное по всем точкам скана площадью $5 \times 5 \text{ мкм}^2$. Исследование микроструктуры образцов, а также определение диаметра пор на поверхности мембран проводили с помощью растрового электронного микроскопа высокого разрешения “НИТАСН” SU-8020 (Japan). Перед просмотром на образцы напыляли в вакууме тонкий слой золота. Смачиваемость поверхности мембран характеризовали значениями углов смачивания по воде, измеренными с помощью установки “Easy Drop DSA100” (KRUSS, Германия).

Структурные характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда методик, подробно описанных в [8].

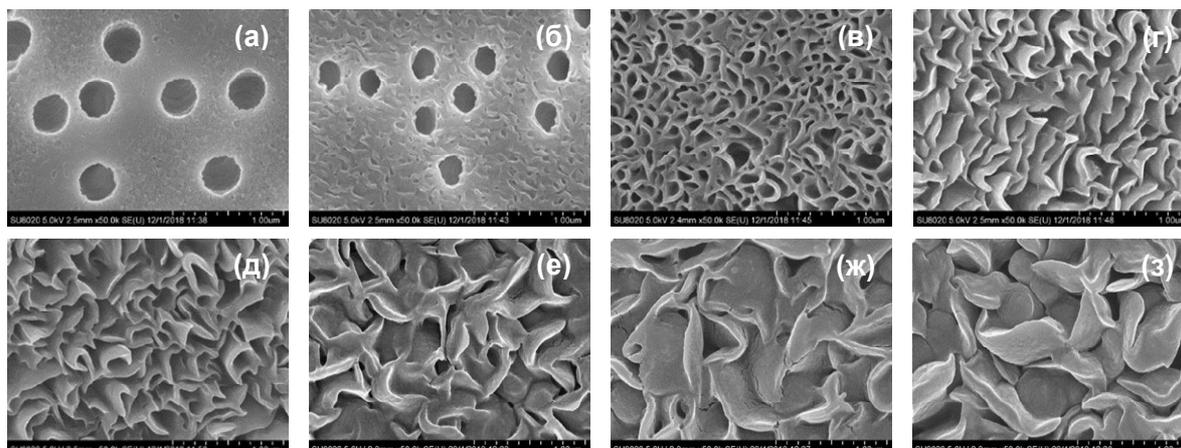


Рис. 1. Электронные микрофотографии поверхности исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран со слоем СВМПЭ толщиной 100 (б), 200 (в), 300 (г), 500 (д), 700 (е), 900 (ж) и 1200 нм (з)

Исследование процесса осаждения СВМПЭ покрытия на поверхности ПЭТФ ТМ показывает, что по мере увеличения толщины нанесенного слоя полимера диаметр пор на поверхности мембран уменьшается (рис. 1). Электронно-микроскопическое исследование поверхности образующихся композиционных мембран (КМ) 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 КМ, свидетельствующее о том, что диаметр пор в осажденном слое полимера меньше диаметра пор исходной ПЭТФ ТМ. 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 образуются упорядоченные морфологические наноструктуры, размеры которых возрастают с ростом толщины покрытия (рис. 1г-з). Из данных электронной микроскопии также следует, что диаметр пор на обратной стороне КМ 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 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 [8].

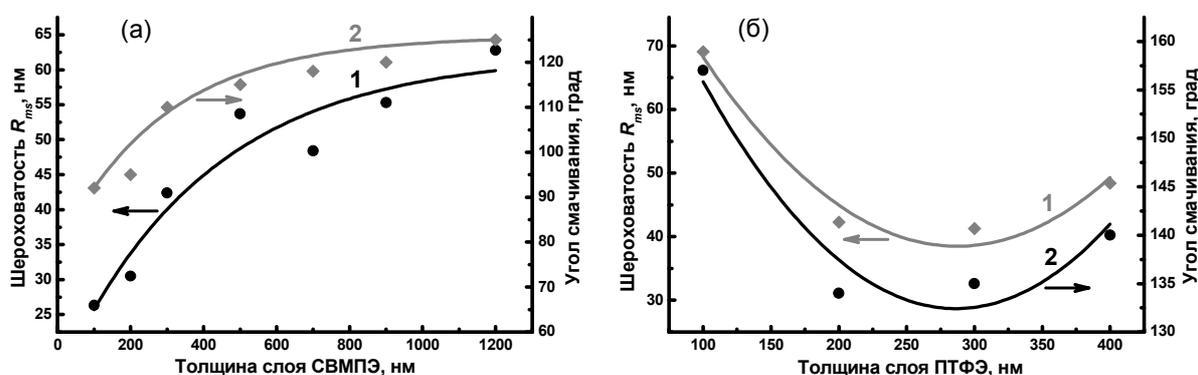


Рис. 2. Изменение шероховатости поверхности (1) и угла смачивания (2) осажденного слоя полимера в зависимости от его толщины: а – слой СВМПЭ, б – слой ПТФЭ

Исследование топографии поверхности модифицированных мембран с помощью АСМ 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 $5 \times 5 \text{ мкм}^2$, 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 средняя высота пика шероховатости R_{pm} и средняя глубина впадины шероховатости R_{vm} профиля поверхности. Оценка данных параметров для исходной мембраны приводит к следующим результатам. Величина R_{vm} составляет 52.1 нм, в то время как значение $R_{pm} = 30.8 \text{ нм}$, что значительно ниже. Чтобы избежать влияния пор при определении поверхностной шероховатости, для исследований были обработаны сканы меньшей площадью ($1 \times 1 \text{ мкм}^2$), 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.

Осаждение на поверхности ПЭТФ ТМ пленки СВМПЭ толщиной 100 нм для типичной площади сканирования $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ наблюдается сглаживание поверхности – шероховатость поверхности образующейся КМ уменьшается. 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 (рис. 2а, кривая 1). Аналогичная зависимость наблюдается на поверхности мембран, не содержащей пор, при выборе площади сканирования меньшего размера. 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 шероховатости существенно зависит от продолжительности процесса осаждения.

Исследование смачиваемости КМ показывает, что при осаждении пленки СВМПЭ на поверхности ПЭТФ ТМ происходит существенная гидрофобизация. Если исходная мембрана характеризуется величиной 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 угла смачивания до 110° , а при осаждении полимерной пленки толщиной 500 нм величина Θ возрастает до 115° . Такое изменение смачиваемости поверхности осажденного слоя СВМПЭ, обладающим гидрофобными свойствами, обусловлено развитием его шероховатости [9]. Дальнейшее увеличение толщины осажденного слоя СВМПЭ приводит к росту поверхностной шероховатости. Это вызывает повышение угла смачивания (рис. 2а, кривая 2). Так, например, при толщине покрытия 1200 нм величина поверхностной шероховатости равна 62.8 нм. Угол смачивания такой поверхности равен 125° . Морфологическая структура поверхности подобных покрытий становится более развитой. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя СВМПЭ методом ЭЛД, таким образом, приводит к образованию КМ, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная трековая мембрана, характеризующаяся средним уровнем гидрофильности. Второй слой имеет гидрофобную природу. Угол смачивания этого слоя в зависимости от его толщины изменяется от 92° до 125° .

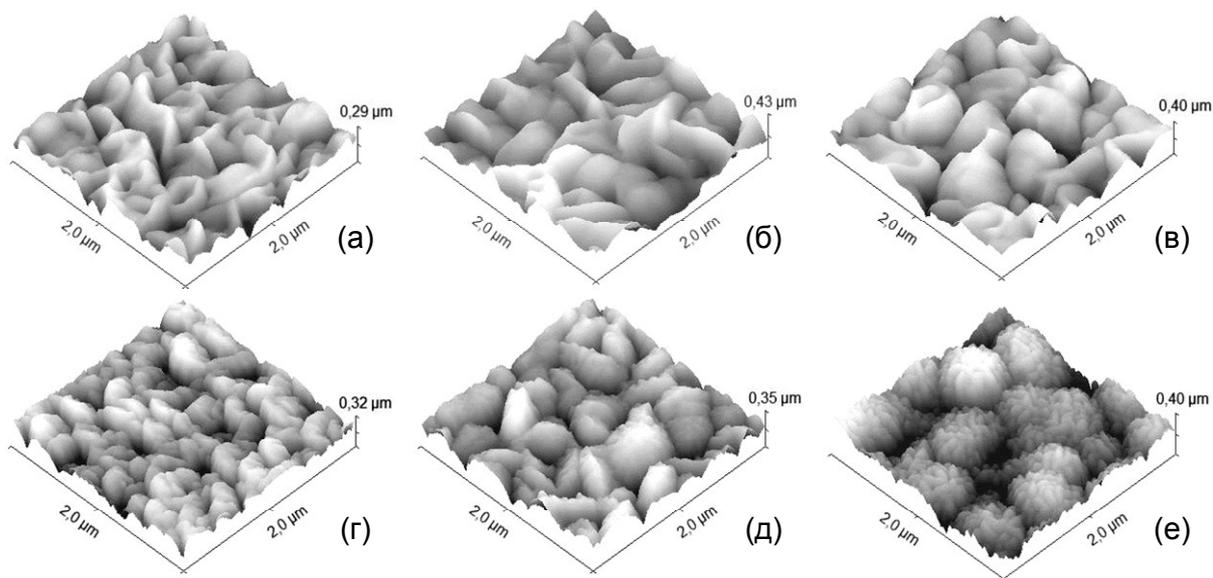


Рис. 3. АСМ трехмерного изображения поверхности ПЭТФ ТМ после нанесения первого слоя СВМПЭ толщиной 700 (а), 900 (б), 1200 нм (в); те же мембраны после нанесения второго слоя ПТФЭ толщиной 100 нм (г-е)

Осаждения на поверхности ПЭТФ ТМ слоя СВМПЭ методом ЭЛД толщиной более 1200 нм, как показывают наши экспериментальные данные, не приводит к росту величины поверхностной шероховатости, а, следовательно, и к повышению угла смачивания. В тоже время известно, что ПТФЭ обладает более низкой поверхностной энергией, в сравнении со СВМПЭ. Так, для ПТФЭ поверхностная энергия составляет 18.3 мДж/м^2 , а для СВМПЭ эта величина равна 33.0 мДж/м^2 . В этой связи для получения супергидрофобного слоя полимера на поверхности трековых мембран нами применена методика формирования двухслойного покрытия. На первом этапе для образования покрытия с морфологически развитой структурой на поверхности мембраны с помощью метода ЭЛД осаждали слой СВМПЭ. Этот слой, в зависимости от его толщины, обладал гидрофобными или высокогидрофобными свойствами. На втором этапе для формирования супергидрофобного покрытия на поверхности слоя СВМПЭ осаждали тонкую пленку ПТФЭ. Осаждение на поверхности КМ второго слоя толщиной 100 нм, полученным методом электронно-лучевого диспергирования ПТФЭ, приводит к образованию супергидрофобного покрытия (рис. 2б, кривая 2). Значения углов смачивания для этого типа КМ, как показывают наши экспериментальные данные, в зависимости от общей толщины двухслойного покрытия изменяются от 150° до 160° . Формирование на поверхности мембран супергидрофобного покрытия объясняется более низкой поверхностной энергией пленки из фторопласта, а также более значительным развитием шероховатости ее поверхности (рис. 3г-е) в сравнении с покрытием из СВМПЭ (рис. 3а-в). Кроме того, в этом случае мы наблюдаем образование полимера с иерархической структурой, наиболее выраженной для покрытия, полученного электронно-лучевым диспергированием полимеров с общей толщиной 1300 нм: слой СВМПЭ толщиной 1200 нм и слой ПТФЭ толщиной 100 нм (рис. 3е). Для покрытия с общей толщиной 1000 нм: СВМПЭ толщиной 900 нм и слой ПТФЭ толщиной 100 нм (рис. 3д), иерархическая структура слабо выражена. Мы не наблюдаем формирования полимера с иерархической структурой для покрытия с общей толщиной 800 нм: СВМПЭ толщиной 700 нм и слой ПТФЭ толщиной 100 нм (рис. 3г).

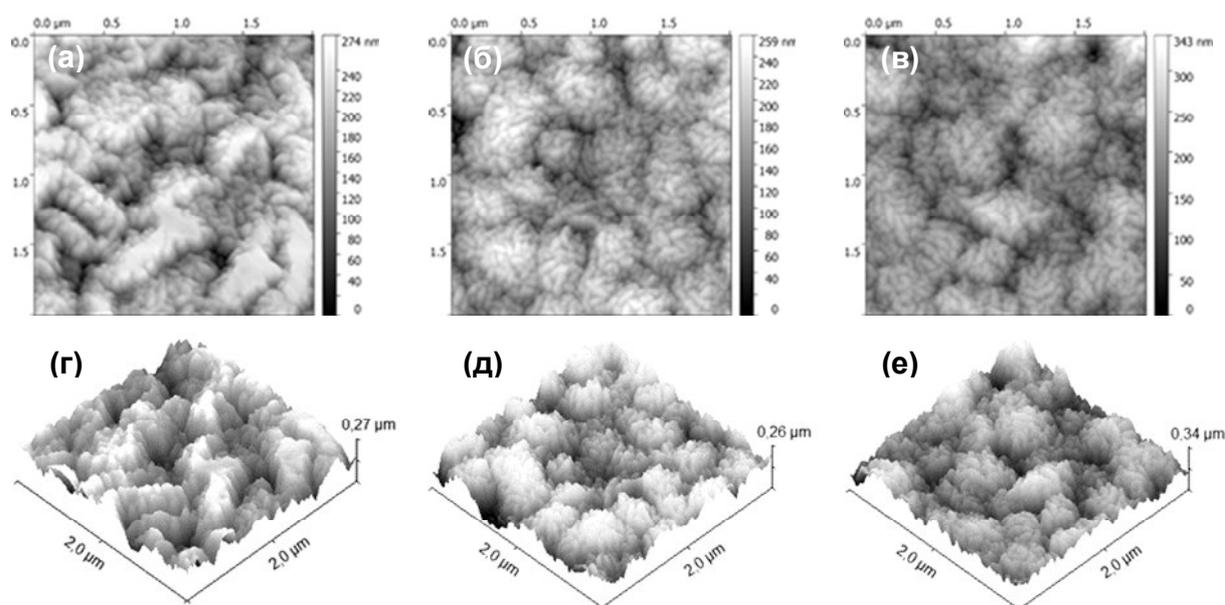


Рис. 4. АСМ двухмерного (а-в) и трехмерного (г-е) изображения поверхности ПЭТФ ТМ после нанесения двухслойного покрытия: первого слоя СВМПЭ толщиной 1200 нм и второго слоя ПТФЭ толщиной 200 (а, г), 300 (б, д), 400 нм (в, е)

Увеличение толщины слоя ПТФЭ до 400 нм, осаждаемого на поверхности покрытия СВМПЭ толщиной 1200 нм (рис. 4) также приводит к образованию полимеров с иерархической структурой. Однако, в этом случае сформированные на поверхности ПЭТФ ТМ полимеры не обладают супергидрофобными свойствами. Значения углов смачивания для композиционных мембран этого типа, в зависимости от общей толщины двухслойного покрытия, изменяются от 134° до 140° (рис. 2б, кривая 2). Понижение величины угла смачивания объясняется уменьшением шероховатости поверхностного слоя за счет сглаживания микрорельефа поверхности (рис. 2б, кривая 1).

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. Брык М.Т., Нигматулин Р.Р. Мембранная дистилляция. // Успехи химии. 1994. Т. 63. № 12. С. 1114-1129.
2. Alklaibi A.M., Lior N. Membrane-distillation desalination: status and potential. // Desalination. 2004. Vol. 171. P. 111-131.
3. Qtaishat M., Khayet M., Matsuura, T. Guidelines for preparation of higher flux hydrophobic/hydrophilic composite membranes for membrane distillation. // J. Membr. Sci. 2009. Vol. 329. P. 193-200.
4. Essalhi M., Khayet M. Surface segregation of fluorinated modifying macromolecule for hydrophobic/hydrophilic membrane preparation and application in air gap and direct contact membrane distillation. // J. Membr. Sci. 2012. Vol. 417-418. P. 163-173.
5. Yan H., Lu X., Wu Ch., Sun X., Tang W. Fabrication of a super-hydrophobic polyvinylidene fluoride hollow fiber membrane using a particle coating process. // J. Membr. Sci. 2017. Vol. 533. P. 130-140.
6. Панфилов Ю.В. Нанесение тонких пленок в вакууме. // Технологии в электронной промышленности. 2007. № 3. С. 76-80.
7. Xiao J., Rogachev A.V., Yarmolenko V.A., Rogachev A.A., Liu Y., Jiang X., Sun D., Yarmolenko M.A.. Formation features, structure and properties of bioactive coatings based on

- phosphate-calcium layers, deposited by a low energy electron beam. // Surf. Coat. Technol. 2019. Vol. 359. P. 6-15.
8. 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.
9. Quere D. Wetting and roughness. // Ann. Rev. Mater. Res. 2008. Vol. 38. P. 71-99.

Исследование химического состава и структуры наноразмерных пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековых мембран в вакууме

*Л.И. Кравец, В.А. Алтынов, *А.Б. Гильман, *М.Ю. Яблоков,
**V. Satulu, **B. Mitu, **G. Dinescu*

*Дубна, Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций
им. Г.Н. Флерова, ул. Жолио-Кюри, 6*

**Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова
Российской академии наук, ул. Профсоюзная, 70*

***Bucharest, National Institute for Laser, Plasma and Radiation Physics,
Atomistilor Str., 111
E-mail: kravets@jinr.ru*

Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследована химическая структура наноразмерных пленок политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековых мембран из полиэтилентерефталата путем высокочастотного магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования полимера в вакууме.

Investigation of the chemical composition of the nanoscale polytetrafluoroethylene-like films deposited onto the surface of the track-etched membranes in vacuum. L.I.Kravets, V.A.Altynov, A.B.Gilman, M.Yu.Yablokov, V.Satulu, B.Mitu, G.Dinescu. The chemical structure of nanoscale polytetrafluoroethylene-like films deposited onto the surface of poly(ethylene terephthalate) track-etched membranes via RF-magnetron and electron-beam sputtering of the polymer in vacuum has been studied by X-ray photoelectron spectroscopy.

В настоящее время для модифицирования свойств полимерных пленок, мембран, волокон и т. п. используют нанесение на поверхность тонких, в том числе наноразмерных, слоев полимеров иной химической природы. Такое модифицирование позволяет изменять поверхностные свойства материалов (гидрофильность или гидрофобность), а также адгезионные характеристики. Для осаждения применяют современные технологические и экологически чистые методы, такие как полимеризация органических прекурсоров в низкотемпературной плазме, магнетронное распыление и электронно-лучевое диспергирование полимеров в вакууме. Для изучения химического состава и структуры наноразмерных слоев полимеров, осажденных этими методами, наиболее информативным является метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) [1]. В отличие от других методов анализа, метод РФЭС дает информацию именно о поверхности и приповерхностных слоях, не искаженную сигналом от нижележащих слоев. Высокое разрешение современных спектрометров, использующих монохроматоры рентгеновского излучения, позволяет уверенно разделять электронные пики в пределах 1 эВ. Это позволяет определять химическое состояние атомов и, тем самым, идентифицировать функциональные группы, в состав которых эти атомы входят.

В настоящей работе с помощью метода РФЭС исследованы химический состав и структура композиционных мембран (КМ), образующихся при осаждении на поверхности трековых мембран из полиэтилентерефталата (ПЭТФ ТМ) наноразмерных пленок полимера,

полученных высокочастотным магнетронным распылением и электронно-лучевым диспергированием в вакууме политетрафторэтилена (ПТФЭ).

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 95 нм, полученную на основе полимерной пленки Лавсан (Россия) с номинальной толщиной 10.0 мкм. Для получения мембраны исходную пленку облучали ускоренными на циклотроне положительно заряженными ионами криптона с энергией ~ 3 МэВ/нуклон и флюенсом 1.3×10^9 см⁻². Химическое травление облученной пленки ПЭТФ проводили при температуре 75°C в водном растворе гидроксида натрия с концентрацией 1 моль/л по методике [2]. До начала травления для увеличения избирательности процесса травления треков облученную пленку подвергали воздействию УФ-излучения с максимальной длиной волны спектра испускания 310–320 нм.

Наноразмерные слои ПТФЭ на поверхность ПЭТФ ТМ наносили путем осаждения из активной газовой фазы с помощью методов ВЧ магнетронного распыления (ВЧ МР) и электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) полимера в вакууме. В качестве мишени использовали высокодисперсный порошок ПТФЭ «Флуралит» (ООО «Флуралит Синтез», Россия). Схема установки и методика нанесения покрытия методом ВЧ МР подробно описаны в работе [3]. При осаждении пленки 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, а скорость нанесения покрытия – 6 нм/мин. Время проведения процесса варьировали.

Схема установки и методика осаждения покрытия методом ЭЛД подробно описаны нами в [4]. В качестве источника электронов использовали электронно-лучевую пушку с катодом прямого накала, позволяющую формировать пучки с плотностью тока 5–100 А/м², энергией частиц 0.5–2 кэВ и площадью сечения $(5-10) \times 10^{-4}$ м². Начальное давление остаточных газов в вакуумной камере составляло $\sim 10^{-3}$ Па, температура поверхности подложки ~ 300 К, ток эмиссии 5 мА, энергия электронов – 1.2 кэВ. Скорость осаждения покрытия составляла 10 нм/мин. Время проведения процесса диспергирования варьировали.

Спектры РФЭС получали с помощью прибора K-Alpha «Thermo Scientific» (USA), оснащенного полусферическим анализатором. Для возбуждения фотоэлектронов использовали рентгеновское излучение алюминиевого анода ($AlK\alpha = 1486.6$ эВ) при напряжении на трубке 12 кВ и токе эмиссии 3 мА. Положение пиков калибровали по стандартному пику C1s (284.6 эВ) [5]. Обзорные спектры регистрировали при окне пропускания 100 эВ с шагом по спектру 0.5 эВ, региональные спектры – при окне пропускания 20 эВ с шагом 0.05 эВ. Регистрация и обработка спектров проводилась с помощью программы Advantage, форма пиков аппроксимировалась сверткой гауссовой и лоренцевой функций. Смачиваемость поверхности мембран характеризовали значениями краевых углов смачивания по деионизованной воде (Θ), измеренными с помощью установки «Easy Drop DSA100» (KRUSS, Германия) и программного обеспечения Drop Shape Analysis V.1.90.0.14 (погрешность $\pm 1^\circ$).

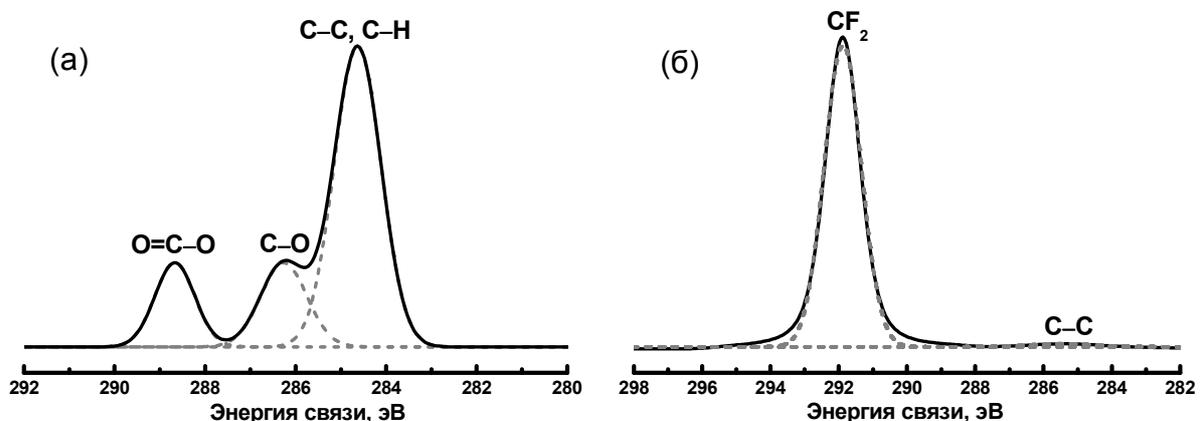


Рис. 1. Спектры РФЭС атомов C1s исходных ПЭТФ ТМ (а) и ПТФЭ (б)

Исследование поверхностных свойств исходной ТМ показало, что она характеризуется средним уровнем гидрофильности – величина Θ по воде составляет 65° . После нанесения покрытия из ПТФЭ методом ВЧ МР происходит существенная гидрофобизация ее поверхности и значение Θ возрастает до 110° . Для получения детальной информации о химической структуре поверхностного слоя КМ были проведены исследования методом РФЭС. Анализ спектра поверхностного слоя исходной ПЭТФ ТМ показывает присутствие линий, связанных с атомами углерода и кислорода, концентрация которых составляет 74.5 и 25.5%, соответственно. Для установления природы функциональных групп на поверхности мембраны был подробно исследован спектр атома углерода. Разложение линии спектра C1s ПЭТФ ТМ на компоненты показывает, что он имеет сложный характер. Наиболее интенсивный компонент с максимумом энергии связи при 284.6 эВ, относительный вклад которого составляет 66.0% (рис. 1а), соответствует углероду в составе связей С–С и С–Н. Компоненты с максимумами энергий связи при 286.3 и 288.7 эВ отвечают углероду в составе кислородсодержащих функциональных групп: С–О с концентрацией 18.3% и О=С–О, концентрация которых составляет 15.7%. Значительная концентрация кислородсодержащих функциональных групп в поверхностном слое исходной ПЭТФ ТМ определяет гидрофильность ее поверхности.

Таблица 1. Данные РФЭС по элементному составу исходного ПТФЭ и пленок полимера толщиной 60 нм, осажденных методами ВЧ МР и ЭЛД на поверхности ПЭТФ ТМ

Образец	Содержание атомов, ат. %				Соотношение атомов	
	F	C	O	N	O/C	F/C
Исходный ПТФЭ	68.4	31.6	—	—	—	2.16
Пленка ПТФЭ, полученная ВЧ МР	47.8	47.5	3.6	1.1	7.6×10^{-2}	1.0
Пленка ПТФЭ, полученная ЭЛД	64.5	35.5	—	—	—	1.8

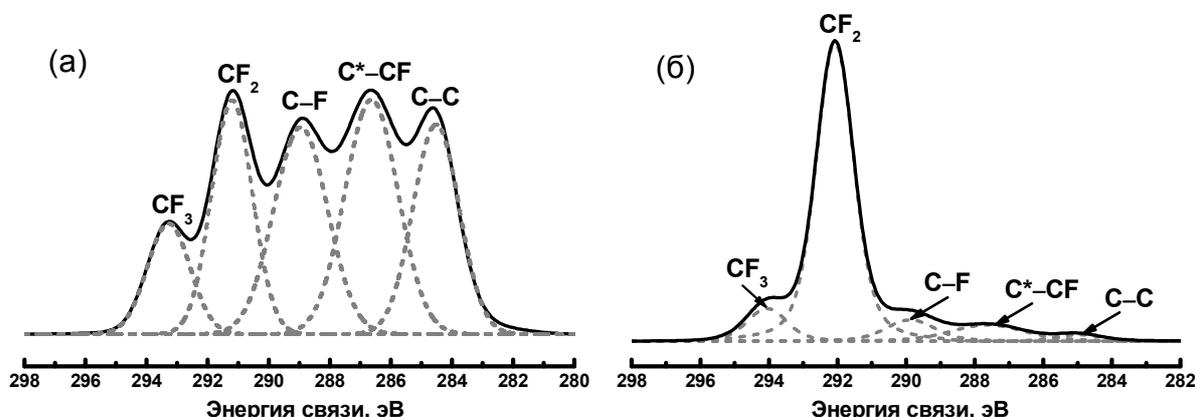


Рис. 2. РФЭС-спектры C1s пленок ПТФЭ толщиной 60 нм, осажденных методами ВЧ МР (а) и ЭЛД (б) на поверхности ПЭТФ ТМ

Исследование методом РФЭС химической структуры осажденного методом ВЧ МР ПТФЭ показало присутствие пиков, связанных с атомами углерода и фтора, а также с незначительным содержанием кислорода и азота (табл. 1). Детальный анализ спектров C1s свидетельствует о значительном различии электронной структуры и химического состояния углерода в исходном ПТФЭ (рис. 1б) и осажденной методом ВЧ МР пленке (рис. 2а). В спектре исходного ПТФЭ присутствуют два компонента: интенсивный с максимумом энергии связи 292.1 эВ, отвечающий химическому состоянию углерода в составе групп CF₂, и компонент малой интенсивности с максимумом энергии связи 284.5 эВ, который соответствует углероду в составе связей С–С. Парциальные концентрации этих состояний равны 98.5 и 1.5%, соответственно. Согласно литературным данным, спектр C1s ПТФЭ содержит один компонент, отвечающий группе CF₂ с максимумом энергии связи при 292.1 эВ. По-видимому, присутствие

в спектре слабоинтенсивного пика (284.5 эВ) может быть связано с наличием в составе полимера некоторого количества углеводородных примесей. Для полимера, полученного методом ВЧ магнетронного распыления ПТФЭ, наблюдается уширение спектра, что свидетельствует о суперпозиции нескольких линий, соответствующих различным химическим состояниям атома углерода. Аппроксимация спектра выявила три дополнительных пика с энергиями связи 286.6, 293.3 и 288.9 эВ, которые соответственно можно отнести к группам C*-CF, CF₃ и связи C-F. Это свидетельствует о протекании процессов деструкции ПТФЭ, происходящих в разряде. Наличие в полимере групп CF₃ указывает на присутствие макромолекул с короткими цепями [6]. Концентрация фторсодержащих групп, соответствующих различным химическим состояниям углерода в пленках ПТФЭ различной толщины, как показывают экспериментальные данные (табл. 2), колеблется незначительно. Следует отметить, что пик, соответствующий углероду в составе химических групп CF₂ (291.2 эВ), в слое осажденного полимера, в отличие от исходного ПТФЭ, смещен в область меньших значений энергии связи. Подобную зависимость, обусловленную различным химическим и электронным окружением атома углерода в осажденных пленках полимера, наблюдали также в работах [7, 8]. Это позволяет утверждать, что данный эффект является характерным для полимеров, полученных с помощью метода магнетронного распыления ПТФЭ. Кроме того, наличие пика, соответствующего энергии связи 286.6 эВ, может свидетельствовать о присутствии в полимере кислородсодержащих химических групп C-OH и C-OR. Это означает, что часть атомов углерода связана с кислородом, и меньшая величина $\Theta = 110^\circ$ по сравнению с исходным ПТФЭ, для которого $\Theta = 120^\circ$, объясняется образованием некоторого количества полярных кислородсодержащих групп. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя ПТФЭ приводит, таким образом, к образованию КМ, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная мембрана, характеризующаяся наличием на поверхности концевых карбоксильных групп и имеющая средний уровень гидрофильности. Соотношение числа атомов кислорода к углероду на ее поверхности составляет 3.4×10^{-1} . Второй слой, нанесенный методом ВЧ магнетронного распыления ПТФЭ, имеет гидрофобную природу. Содержание ионогенных функциональных групп, в частности, гидроксильных на его поверхности незначительно – соотношение числа атомов кислорода к углероду в осажденных пленках ПТФЭ равно 7.6×10^{-2} , что на порядок ниже по сравнению с поверхностью исходной ПЭТФ ТМ.

Таблица 2. Распределение атомов углерода по химическому состоянию в спектрах C1s для пленок ПТФЭ различной толщины, осажденных методами ВЧ МР и ЭЛД.

Метод нанесения и толщина пленки ПТФЭ	Относительное содержание, %				
	CF ₂	C-C	C-F	C*-CF	CF ₃
ВЧ МР, 60 нм	20.0	20.4	23.4	26.2	10.0
ВЧ МР, 120 нм	25.0	17.5	22.1	25.6	9.8
ВЧ МР, 180 нм	22.2	14.6	24.5	27.9	10.8
ЭЛД, 60 нм	74.7	2.0	6.9	7.8	8.6
ЭЛД, 150 нм	71.1	4.0	8.1	7.3	9.5
ЭЛД, 300 нм	64.8	9.6	7.9	7.8	9.9

Исследование поверхностных свойств КМ, полученных осаждением на поверхности ПЭТФ ТМ пленки ПТФЭ методом ЭЛД, показывает, что в этом процессе также происходит существенная гидрофобизация. Для ПЭТФ ТМ со слоем ПТФЭ толщиной 80 нм $\Theta = 120^\circ$, что несколько выше, чем для полимера, осажденного методом ВЧ МР. Изучение методом РФЭС химической структуры поверхностного слоя ПТФЭ, осажденного методом ЭЛД, показало присутствие пиков, связанных с атомами углерода и фтора (табл. 1). Данный полимер не содержит атомов кислорода и азота, с присутствием которых связана более низкая величина угла смачивания для полимера, осажденного методом ВЧ МР. Заметим, что повышение краевого угла

смачивания для КМ со слоем ПТФЭ, полученным методом ЭЛД, до 120° может быть также связано с большей шероховатостью поверхности [9]. Теоретически отношение числа атомов фтора к углероду для ПТФЭ составляет 2, для слоя полимера, полученного методом ЭЛД ПТФЭ, это отношение равно 1.8, что свидетельствует об отрыве некоторого количества атомов фтора в процессе осаждения. Для слоя полимера, полученного методом ВЧ МР ПТФЭ, соотношение атомов фтора к углероду равно 1.0 (табл. 2). Это указывает на протекание более глубоких процессов деструкции макромолекул ПТФЭ при осаждении этим методом. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя ПТФЭ методом ЭЛД, таким образом, также приводит к образованию КМ, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная мембрана, имеющая средний уровень гидрофильности. Второй слой имеет гидрофобную природу и в отличие от полимера, осажденного методом ВЧ МР, не содержит ионогенных функциональных групп.

Детальный анализ спектра $C1s$ пленок ПТФЭ, полученных методом ЭЛД (рис. 2б), показывает, что он имеет сложный характер. При разложении линии спектра на компоненты выявлены следующие пики: интенсивный пик с максимумом энергии связи при 292.1 эВ, соответствующий углероду в составе химических групп CF_2 , и менее интенсивные пики с максимумами энергии связи при 287.5, 293.9, 284.8 и 289.8 эВ, относящиеся к углероду в составе групп C^*-CF , CF_3 и связей $C-C$, $C-F$ соответственно. Концентрация фторсодержащих групп, отвечающих различным химическим состояниям углерода в пленках ПТФЭ различной толщины, как показывают экспериментальные данные, также как в случае осаждения пленок методом ВЧ МР, колеблется (табл. 2). В спектрах РФЭС осажденных полимеров наблюдается некоторое различие в положении линий, соответствующих углероду в составе группы C^*-CF и связи $C-F$, по сравнению с полимерами, полученными методом ВЧ МР политетрафторэтилена. Так, в полимере, осажденном методом ЭЛД, в спектре $C1s$ состоянию углерода в составе групп C^*-CF отвечает энергия 287.5 эВ, а в осажденном ВЧ МР полимере – 286.6 эВ. В полимере, осажденном методом ВЧ МР, в спектре $C1s$ состоянию углерода в составе связи $C-F$ отвечает энергия 288.9 эВ, а в осажденном ВЧ МР полимере – 289.8 эВ. Наблюдаемое отличие спектров этих полимеров, обусловленное значительным увеличением полуширины линий компонентов спектра $C1s$ пленки, осажденной методом ЭЛД, указывает на различие их химического состава.

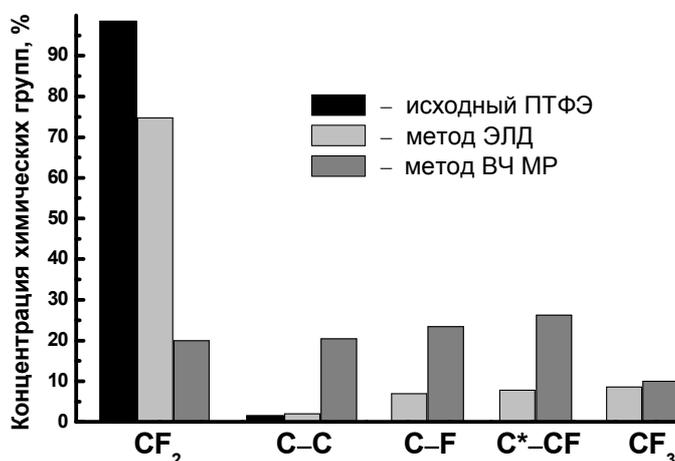


Рис. 3. Концентрация химических групп в исходном ПТФЭ и в пленках полимеров толщиной 60 нм, полученных методами ЭЛД и ВЧ МР

Сравнение экспериментальных данных исследования полимерных слоев, осажденных методами магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования ПТФЭ (рис. 3), показывает, что полимер, полученный методом ЭЛД, по химическому составу более близок к исходному ПТФЭ. Для него наблюдается более высокая концентрация химических групп CF_2 и значительно меньшие концентрации групп C^*-CF , CF_3 по сравнению с полимером, осажденным методом магнетронного распыления.

Работа выполнена при финансовой поддержке двустороннего проекта (№ 04-5-1131-2017/2021) между ОИЯИ (Дубна) и NILPRP (Bucharest) при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-08-00812).

Литература

10. Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy. / D. Briggs, J.T. Grant (eds.), Chichester: IM Publ., 2003. 505 p.
11. Apel P.Yu., Dmitriev S.N. Micro- and nanoporous materials produced using accelerated heavy ion beams. // Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology. 2011. Vol. 2. No. 013002.
12. 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.
13. 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.
14. Beamson G., Briggs D. High Resolution XPS of Organic Polymers: The Scienta ESCA300 Database. Chichester: John Wiley & Sons, 1992. 295 p.
15. Bismark A., Schulz A., Zell H., Springer J., Tahhan R., Klapotke T.M., Michaeli W. Influence of fluorine on the properties of carbon fibers. // J. Fluor. Chem. 1997. Vol. 84. P. 123-134.
16. Quade A., Polak M., Schroder K., Ohl A., Weltmann K.-D. Formation of PTFE-like films in CF₄ microwave plasmas. // Thin Solid Films. 2010. Vol. 518. P. 4835-4839.
17. Kim H.-M., Jang J., Sohn S. Super-hydrophobicity of PTFE films coated on an etched Al surface by using a RF-magnetron sputtering method. // J. Korean Phys. Soc. 2010. Vol. 57. P. 1281-1284.
18. Quere D. Wetting and roughness. // Ann. Rev. Mater. Res. 2008. Vol. 38. P. 71-99.

Иммобилизация хитозана на пленки полиэтилентерефталата, активированные в разряде постоянного тока при пониженном давлении

**Т.С. Демина, М.С. Пискарев, **О.А. Романова, А.Б. Гильман, Т.А. Аكوпова
Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН,
ул. Профсоюзная, д. 70*

**Москва, Институт регенеративной медицины, Первый МГМУ имени И.М. Сеченова
Минздрава России (Сеченовский Университет), ул. Трубецкая, д. 8*

***Москва, НИЦ «Курчатовский институт», пл. Академика Курчатова, д. 1
E-mail: detans@gmail.com*

Использование плазмы пониженного давления для обработки полимерных материалов позволяет модифицировать химическую структуру поверхности, что перспективно для последующей иммобилизации на них биоактивных полимеров. В работе исследовали влияние обработки в разряде постоянного тока пониженного давления пленок полиэтилентерефталата на эффективность последующей иммобилизации на них хитозана, продукта деацетилирования природного полисахаридахитина, флуоресцентной микроскопии и измерения контактных углов смачивания.

Immobilization of chitosan onto poly(ethylene terephthalate) films activated by low-pressure DC discharge. T.S. Demina, M.S. Piskarev, O.A. Romanova, A.B. Gilman, T.A. Akopova. Application of low-pressure plasma techniques for polymeric materials treatment allows one to modify chemical structure of the surfaces, which is perspective for future immobilization of bioactive components. An effect of low-pressure DC-discharge treatment of poly(ethylene terephthalate) films on subsequent immobilization of chitosan, i.e. product of deacetylation of natural polysaccharide chitin was evaluated using measurements of contact angles of wettability and fluorescence microscopy.

Одной из ключевых проблем регенеративной медицины является создание биосовместимых материалов для функционирования в тканях и органах. Учитывая широкий набор требований, которые к ним предъявляются, в том числе нежелательность использования дополнительных реагентов при их формовании и модифицировании, применение физических подходов является особенно перспективным. Одним из наиболее востребованных физических инструментов для модифицирования поверхности биоматериалов является обработка в низкотемпературной плазме пониженного давления [1,2]. Благодаря возможности варьировать параметры модифицирования (тип разряда, природа и давление газа, время обработки и т.д.) модифицирование в плазме позволяет регулировать химическую структуры, морфологию и свойства поверхностного слоя в широком диапазоне [2]. Главной областью применения плазмохимической модификации полимеров является гидрофилизация поверхности синтетических гидрофобных материалов на основе полилактида, полигидроксибутирата, полиэтилентерефталата и т.п. [2,3] Для достижения высокого результата возможно целенаправленное регулирование свойств поверхностного слоя полимеров для придания ему специфических функциональных групп, что можно осуществить или оптимизацией условий плазмохимического модифицирования, или используя воздействие плазмы для активации поверхности перед последующим нанесением целевого биоактивного компонента. Иммобилизация на функционализированную в плазме поверхность фрагментов природных полисахаридов позволяет не только придать длительную гидрофильность поверхности, но и обеспечить биологическую активность [4,5]. Например, хитозан – содержит в своей структуре первичные аминогруппы, которые являются удобными сайтами для адгезии различных типов клеток [6].

Целью работы является исследование влияния воздействия плазмы разряда постоянного тока при пониженном давлении на пленки полиэтилентерефталата для увеличения эффективности последующей иммобилизации хитозана на их поверхности.

В работе использовали пленки полиэтилентерефталата (ПЭТФ) (промышленная пленка марки PETLAIN BT 1010 E, «Superfilm», Турция, толщина 40 мкм). Активацию поверхности пленки проводили в разряде постоянного тока пониженного давления в течение 60 сек при токе разряда 50 мА и давлении остаточного воздуха ~20 Па [7]. Обработку пленок ПЭТФ осуществляли на катоде или на аноде. На пленку ПЭТФ иммобилизовали хитозан (молекулярная масса 60 кДа, степень ацилирования 0.1) по следующей методике: активированную подложку инкубировали в 1 мас.% растворе хитозана в 2% CH_3COOH в течение 2-х часов при 37°C, потом промывали деионизованной водой в течение 2-х часов при постоянной смене воды и сушили пленки в беспылевом шкафу.

Ранее методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии было показано, что поверхность пленок ПЭТФ, обработанных в разряде постоянного тока на аноде и катоде, была обогащена полярными кислородсодержащими группами ($-\text{OH}$, $-\text{OCO}$ и $-\text{OOC}$), которые могут взаимодействовать с аминогруппами хитозана, заряженными положительно в протонированном состоянии. Для подтверждения присутствия хитозана на поверхности обработанных в плазме пленок использовали метод флуоресцентной микроскопии с предварительным мечением пленок флуоресцеин изотиоцианатом (ФИТЦ). Для этого пленки ПЭТФ с иммобилизованным хитозаном инкубировали в 1 мл боратного буфера, содержащего 10 мкл 0.2 мас.% раствора ФИТЦ в диметилсульфоксиде в течение 2-х часов. Затем пленки тщательно отмывали дистиллированной водой и исследовали на флуоресцентном микроскопе. ФИТЦ способен к селективному связыванию с первичными аминогруппами и поэтому может служить в качестве индикатора присутствия хитозана на поверхности. Все пленки, предварительно обработанные в плазме перед иммобилизацией хитозана, показали эмиссию от ФИТЦ.

Основным параметром эффективности иммобилизации служила смачиваемость поверхности и – измерения краевого угла смачивания по деионизованной воде и глицерину. Неактивированная пленка ПЭТФ даже после инкубирования в растворе хитозана обладает гидрофобной поверхностью. Угол смачивания в этом случае был равен смачиваемости нативной пленки ПЭТФ, что указывает на отсутствие сколь-либо существенной адсорбции хитозана. Предварительная активация пленки ПЭТФ в плазме на аноде или катоде с последующим инкубированием в растворе хитозана приводит к значительному (~ 30%) уменьшению угла смачивания по воде, которое сопровождается увеличением полной поверхностной энергии. При этом полярный компонент поверхностной энергии увеличивается в 3.1-3.6 раз, а дисперсионный снижается в 1.7-2.2 раза.

Предварительные *invitro* исследования роста фибробластов на исходных пленках ПЭТФ, а также после нанесения хитозана без предварительной обработки в плазме и с плазмохимическим модифицированием показали, что адгезия и рост клеток после иммобилизации хитозана на активированные в плазме пленки выше, чем на исходных пленках даже после нанесения на них хитозана.

Таким образом, предварительная активация пленок полиэтилентерефталата в разряде постоянного тока позволяет эффективно иммобилизовать хитозан на их поверхности, что обеспечивает повышение не только их гидрофильности, но и биосовместимости.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00901.

Литература

1. N. De Geyter, R. Morent Non-thermal plasma surface modification of biodegradable polymers. *Biomedical Science // Engineering and Technology*. 2012. P. 225–246;
2. А.Б. Гильман, Т.С. Демина, П.С. Тимашев Плазмохимическое модифицирование поверхности для регулирования биосовместимости полимерных материалов. *Методики и установки // Перспективные материалы*. 2019. №1. С. 5-19;
3. Т.С. Демина, А.Б. Гильман, А.Н. Зеленецкий Применение методов химии высоких энергий для модифицирования структуры и свойств полилактида // *Химия высоких энергий*. 2017. Т. 51. №4. С. 317-328;
4. V. Kudryavtseva, K. Stankevich, A. Gudima, E. Kibler, Y. Zhukov, E. Bolbasov, A. Malashicheva, M. Zhuravlev, V. Riabov, T. Liu, V. Filimonov, G. Remnev, H. Klüter, J.

- Kzhyshkowska, S. Tverdokhlebov Atmospheric pressure plasma assisted immobilization of hyaluronic acid on tissue engineering PLA-based scaffolds and its effect on primary human macrophages // *Materials and Design*. 2017. V. 127. P. 261-271;
5. N. Behary, A. Perwuelz, C. Campagne, D. Lecouturier, P. Dhulster, A.S. Mamede Adsorption of surfactin produced from *Bacillus subtilis* using nonwoven PET (polyethylene terephthalate) fibrous membranes functionalized with chitosan // *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2012. V. 90. P. 137–143;
6. Croisier F., Jerome Ch. Chitosan-based biomaterials for tissue engineering // *European Polymer Journal*. 2013. V. 49. P. 780-792;
7. М.С. Пискарев, А.Б. Гильман, А.К. Гатин, А.И. Гайдар, Т.С. Куркин, А.А. Кузнецов Влияние модифицирования в разряде постоянного тока на свойства поверхности, химическую структуру и морфологию пленок полиэтилентерефталата // *Химия высоких энергий*. 2019. Т. 53. № 1. С. 64–70.

Влияние модифицирования в плазме на адгезионные свойства полимерных материалов

*М.С. Пискарев, *А.В. Зиновьев, А.Б. Гильман, А.С. Кечекьян, А.А. Кузнецов*
Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова
Российской академии наук, ул. Профсоюзная, 70, mikhailpiskarev@gmail.com,
plasma@ispm.ru

** Москва, РТУ МИРЭА, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова,*
Проспект Вернадского, 86, zinovev.97@inbox.ru

Изучено изменение адгезионных свойств пленок политетрафторэтилена, полипиромеллитимида и полиэтилентерефталата, модифицированных в разряде постоянного тока. Проведено измерение силы отслаивания методом Т-теста по ASTM 1876-01 с использованием адгезивов различной химической природы. Показано, что воздействие низкотемпературной плазмы является эффективным методом улучшения адгезионных характеристик полимерных материалов.

The effect of plasma modification on the adhesive properties of polymer materials. M.S.Piskarev, A.V.Zinoviev, A.B.Gilman, A.S.Kechek'yan, A.A.Kuznetsov. The change in the adhesion properties of polytetrafluoroethylene, polypyromellitimide and poly(ethylene terephthalate) films modified by DC discharge was studied. The peel strength was measured by T-test method according to ASTM 1876-01 using adhesives of various chemical nature. It was shown that the treatment by the low-temperature plasma is an effective method for improving the adhesive characteristics of polymer materials.

Нет ни одной отрасли промышленности и народного хозяйства, где бы не использовали полимерные материалы различной химической природы. Во многих случаях необходимым для применения свойством является хорошая адгезия полимеров к поверхности с помощью клеев и в составе ламинированных материалов. Однако, часто поверхность полимеров является гидрофобной, а ее адгезионные характеристики низкими. В настоящее время одним из наиболее технологичных и экологически чистых методов, позволяющих существенно улучшить контактные и адгезионные свойства полимеров за счет изменения химической структуры и морфологии поверхности, не затрагивая объемных характеристик, является воздействие низкотемпературной плазмы [1–3].

Данная работа посвящена изучению адгезионных свойств пленок полимеров, которые находят широкое применение в различных областях промышленности, в том числе в

электротехнике в качестве электрической изоляции и ламинированных материалов, но характеризуются низкими контактными и адгезионными свойствами поверхности – политетрафторэтилена (ПТФЭ), полиэтилентерефталата (ПЭТФ), полипиромеллитимида (ПИ) и сверхвысокосмолекулярного полиэтилена (СВМПЭ)..

Объектами исследования служили пленка ПТФЭ производства ОАО «Пластполимер», г. Санкт-Петербург толщиной 60 мкм, двухосноориентированная промышленная пленка ПЭТФ марки PETLAIN BT 1010 E («Superfilm», Турция) толщиной 40 мкм, пленка полипиромеллитимида марки ПМ-1 (ПИ) толщиной 50 мкм (ГОСТ 6–10–121–85) и пленка СВМПЭ толщиной 100 мкм.

Процесс модифицирования проводили в разряде постоянного тока по методике и на установке, которые подробно описаны нами ранее [4]. Было показано, что наибольшие изменения контактных свойств поверхности (гидрофилизация) наблюдается при обработке пленок на аноде, а оптимальными параметрами разряда являются – давление рабочего газа воздуха в системе ~20 Па, ток разряда 50 мА, время обработки 60 с [5].

Адгезионные испытания проводили по международному стандарту ASTM 1876-01[6], который широко используется в научных исследованиях. Схема панели для проведения Т-теста и исследуемого образца приведены на рисунке. Пленки склеивали по схеме (а), затем нарезали на полоски шириной 10 мм. Испытания по определению силы отслаивания (A) методом Т-теста (б) проводили на разрывной машине Hounsfield Н1К со скоростью 100 мм/мин. Результат измерений – усреднение по 10 тестам.

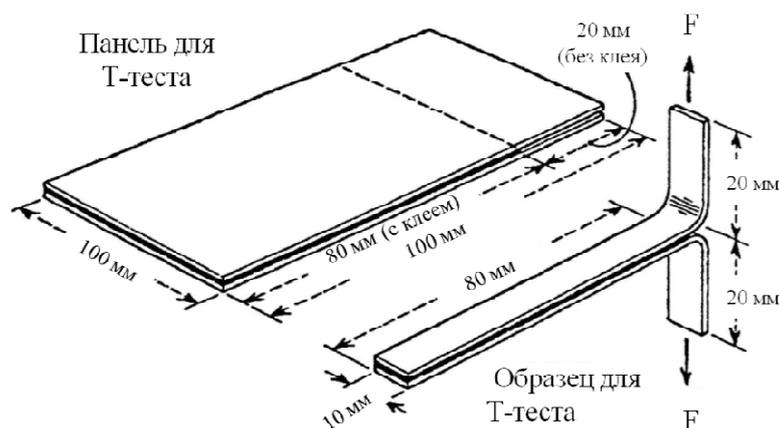


Рис.1. Схема проведения испытаний по определению сопротивления отслаивания (A) клеевых соединений пленок согласно ASTM 1876-01 методом Т-теста: (а) панель для испытаний и (б) схема Т-теста.

В экспериментах использовали несколько типов клеев:

1. Клей марки «Уран» (раствор полиуретанового каучука в ацетоне и этилацетате – ПУ),
 2. Модифицированную смолу ЭД-20 горячего отверждения,
 3. Циановый эфир (ЦЭ) –4,4-метилен-бис(2,6-диметилфенил-цианат),
 4. Клей ЭВА – Evathene UE654-04 (фирма USI, Китай) – сополимер этилена с винилацетатом.
- В работе [3] нами было показано, что воздействие разряда постоянного тока на пленки ПТФЭ в указанных выше условиях приводит к значительной и устойчивой во времени гидрофилизации поверхности, а величина краевого угла смачивания по воде (θ_v) уменьшается от 123° до 33°. Для пленок ПЭТФ исходная величина $\theta_v = 80^\circ$ уменьшается до 12° [5], а для пленок ПИ от 80° до ~13° [7]. Результаты адгезионных испытаний для таких пленок приведены в таблице. Видно, что воздействие плазмы во всех случаях приводит к многократному увеличению силы отслаивания. Наибольшее увеличение A в результате модифицирования поверхности характерно для ПТФЭ, а также для всех полимеров при использовании в качестве клея эпоксидной смолы ЭД-20.

Таблица. Значения силы отслаивания (*A*) по Т-тесту ASTM 1876-01 для различных пар исходных и модифицированных на аноде в разряде постоянного тока полимеров.

Образец		<i>A</i> , Н/м		
		ЭД-20	ЭВА	ПУ
ПЭТФ/ПЭТФ	Без обработки	10±1	197±15	139±14
	Обработка в плазме	231±20	533±47	566±45
ПИ/ПИ	Без обработки	15 ± 1.2	87 ± 6	101 ± 13
	Обработка в плазме	170 ± 23	210 ± 16	589 ± 41
ПТФЭ/ ПТФЭ	Без обработки	10±1	5±0.5 (ЦЭ)	10±1
	Обработка в плазме	160±19	190±14 (ЦЭ)	290±26
ПЭТФ/ПИ	Без обработки	10±1	205±16	142±13
	Обработка в плазме	261±21	610±51	550±47
ПЭТФ/ПТФЭ	Без обработки	10±1	10±1	10±1
	Обработка в плазме	160±19	233±16	280±24
ПЭТФ/СВМПЭ	Без обработки	28±3	20±2	22±2
	Обработка в плазме	283±25	461±32	470±30

Проведенные ранее нами исследования показали, что воздействие разряда постоянного тока приводит к существенным изменениям химической структуры и морфологии поверхности полимеров [3, 5, 7]. Методом рентгенофотоэлектронной спектроскопии было установлено, что на поверхности полимеров появляется значительное количество кислородсодержащих групп, с помощью методов атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии найдены существенные изменения ее морфологии, в том числе увеличение шероховатости. По-видимому, именно с этими факторами связано многократное увеличение адгезии модифицированных в плазме пленок полимеров.

Литература

1. Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion / Ed. Mittal K.L. 2009. Utrecht (The Netherlands): VSP. 394 p.
2. Поциус А. Клеи, Адгезия, Технология склеивания. 2007. С-Пб.: Профессия. 376 с.
3. Gilman A. B., Piskarev M. S., Yablokov M. Yu., Kuznetsov A. A. Surface Modification of Polyfluoroolefin Films by Glow Discharge // Rus. J. General Chem. 2015. V. 85. №. 5. P. 1302-1310.
4. 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 Process. Polym. 2015. V. 12. № 8. P. 710–718.
5. Пискарев М.С., Гильман А.Б., Гатин А.К., Гайдар А.И., Куркин Т.С., Кузнецов А.А. Влияние модифицирования в разряде постоянного тока на свойства поверхности, химическую структуру и морфологию пленок полиэтилентерефталата // Химия высоких энергий. 2019. Т. 57. № 1. С. 64–70.
6. ASTM 1876-2001 // Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test).
7. Гильман А.Б., Шифрина Р.Р., Потапов В.К., Тузов Л.С., Венгерская Л.Э., Григорьева Г.А. Изменение поверхностных свойств и структуры полиимида в тлеющем разряде // Химия высоких энергий. 1993. Т. 27. № 2. С. 79–84.

Структурные и эмиссионные свойства графена и углеродных наностенок при вакуумном отжиге и повторном росте

^{*,**} А.Ф. Белянин, ^{***} А.Б. Ринкевич, ^{****} В.В. Борисов, ^{*} С.А. Налимов

^{*} Москва, АО Центральный научно-исследовательский технологический институт
«Техномаш», ул. Ивана Франко, 4, E-mail: belyanin@snititn.ru

^{**} Москва, МИРЭА – Российский технологический университет, пр. Вернадского, 78

^{***} Екатеринбург, Институт физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18

^{****} Москва, Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына
МГУ им. М.В. Ломоносова, Ленинские Горы 1, стр.2

Слои графена и углеродных наностенок (C_N) выращивали из активированной газовой фазы. C_N , выращенные на подложках из Si (слоистая структура Si/ C_N), использовали при создании автоэмиссионных катодов. Второй слой C_N выращивали на первом слое (структура Si/ C_N / C_N) или на пленках Ni или NiO, осажденных на первом слое C_N (структуры Si/ C_N /Ni/ C_N) и Si/ C_N /NiO/ C_N). Методами электронной микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния света и рентгеновской дифрактометрии исследованы состав и строение графена и слоистых структур на основе C_N . Отжиг в вакууме структуры Si/ C_N , наращивание второго слоя, а также нанесение пленок Ni или NiO перед наращиванием второго слоя C_N приводят к улучшению функциональных свойств автоэмиссионных катодов.

Structural and emission properties of graphene and carbon nanowalls after vacuum annealing and re-growth. A.F. Belyanin, A.B. Rinkevich, V.V. Borisov, S.A. Nalimov. Layers of graphene and carbon nanowalls (C_N) were grown from the activated gas phase. C_N grown on substrates of Si (of the layered structure of Si/ C_N) were used to create field emission cathodes. The second layer of C_N was grown on the first layer (Si/ C_N / C_N structure) or on Ni or NiO films deposited on the first layer of C_N (Si/ C_N /Ni/ C_N structures) and Si/ C_N /NiO/ C_N). The composition and structure of graphene and layered structures based on C_N were studied by electron microscopy, Raman spectroscopy and x-ray diffractometry. Annealing in vacuum the structure of Si/ C_N , capacity of the second layer, and film deposition of Ni or NiO before the application of the second layer of C_N lead to the improvement of the functional properties of field emission cathodes on the basis of the C_N layers, the emitting electrons.

Введение

Углеродные материалы (алмаз, графит, фуллерен, нанотрубки, графен и другие), представляют практический интерес. При изготовлении устройств электронной техники более эффективно можно использовать не объемные углеродные материалы, а слоистые структуры. Углеродные материалы благодаря свойству автоэмиссии перспективны для создания автоэмиссионных катодов (автокатодов), используемых в рентгеновских трубках, катодолюминесцентных осветительных приборах, плоских дисплеях и других устройствах [1–5]. Рентгеноаморфные алмазоподобные углеродные пленки, полученные методами диодного ВЧ-разряда, распыления графита ВЧ-магнетронным разрядом, пучком ионизированной газовой смеси или другими тонкопленочными методами не эффективны при создании устройств эмиссионной электроники [2, 6]. Наиболее перспективными для создания автокатодов с низким барьером эмиссии электронов считаются углеродные наностенки (C_N) – слои пластинчатого углеродного материала [1, 2].

Слои углеродных материалов, в том числе C_N , формируемые плазменными методами, содержат смесь различных фаз углерода [7–9]. Проблемы применения C_N в автокатадах связаны с нестабильностью их эмиссионных параметров (величина и плотность катодного тока, а также степень однородности тока по площади катодов) из-за изменения состава и строения в процессе испытаний и эксплуатации [8]. Для восстановления эмиссионных свойств автокатодов, прошедших предварительные испытания, используют различные процедуры, например, отжиг [8]. Настоящая работа посвящена изучению влияния отжига в вакууме и наращивания второго слоя C_N на эмиссионные свойства слоистых автокатодов.

Методика эксперимента

Получение слоистых структур. Образцы C_H выращивали на подложках из Si из газовой смеси водорода (H_2) и метана (CH_4), активированной тлеющим разрядом постоянного тока [2, 8]. Эмиссионные характеристики полученных слоистых структур Si/ C_H контролировали 0,5-часовыми испытаниями. Подвергнутые испытаниям слоистые структуры Si/ C_H отжигали в вакууме (10^{-3} – 10^{-5} Па, 1,5 часа, 720 К (структура Si/ C_H (от)) или на их поверхности наращивали второй слой C_H (структура Si/ C_H / C_H). Кроме того, второй слой C_H наращивали на поверхности первого слоя C_H , покрытой Ni (толщина слоя Ni $h = 10, 40, 80$ и 160 нм) или NiO (структуры Si/ C_H /Ni^h/ C_H и Si/ C_H /NiO/ C_H). Пленку Ni получали магнетронным распылением [10], а NiO – термообработкой при температуре 420 К 0,25% водно-спиртового (C_2H_5OH) раствора $Ni(NO_3)_2$, нанесенного на C_H . Графен синтезировали на подложках из стекла и латунной фольги с использованием серийной установки выращивания графена.

Методы исследования материалов. Состав и строение слоистых структур исследовали с использованием растрового электронного микроскопа Carl Zeiss Supra 40-30-87, рентгеновского дифрактометра Rigaku D/MAX-2500/PC (CuK_{α} -излучение) и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния света (КРС) LabRAM HR800 (HORIBA Jobin-Yvon) (линия 632,8 нм He-Ne-лазера).

Вольт-амперные характеристики (ВАХ) и кривые старения получали с использованием источников стабилизированного импульсного тока Pw2500_v2_3kV_1a и стабилизированного постоянного тока Spellmann SI30. Измерения проводились в диодных ячейках при давлении $5 \cdot 10^{-5}$ Па. ВАХ и параметры автоэмиссии образцов регистрировали в импульсном режиме измерения тока. Автоэмиссионные испытания проводили по методике, представленной в работах [10, 11]. ВАХ строились в координатах (E, J), где $E = U/\Delta$ – напряженность электрического поля в зазоре между анодом и автокатодом, $J = I/S$ – плотность тока, U – разность потенциалов между электродами; I – ток автокатаода, S – рабочая площадь автокатаода. По ВАХ строились диаграммы Фаулера–Нордгейма (ФН) в координатах ($E^{-1}, \ln(J/E^2)$).

Результаты и их обсуждение

Состав и строение углеродных материалов. C_H состоит из рентгеноаморфных и кристаллических фаз углерода в виде изогнутых пластин (рис. 1,а). Дифракционные максимумы на рентгеновских дифрактограммах принадлежат различным модификациям графита (пространственные группы $P6_3/mmc$; $R3$ и $P3$), карбину (гексагональная сингония), алмазу (пр. гр. $Fd3m$) и чаоиту (пр. гр. $P6/mmm$) [8].

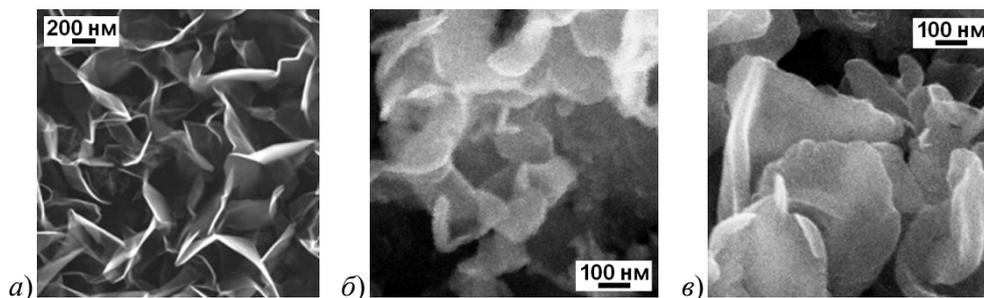


Рис. 1. Растровая электронная микроскопия поверхностей слоистых структур:

а) Si/ C_H ; б) – Si/ C_H /Ni¹⁶⁰/ C_H ; в) – Si/ C_H /NiO/ C_H .

В спектрах КРС, однозначно отражающих состав и строение C_H [12, 13], наблюдались интенсивные полосы D , G и $2D$, расположенные при сдвиге КРС $\Delta\nu$ 1330–1343 cm^{-1} (полуширина полосы (ширина на половине высоты) $\Delta\nu_{1/2} = 36$ –55 cm^{-1}), 1577–1591 cm^{-1} ($\Delta\nu_{1/2} = 19$ –45 cm^{-1}) и 2660–2673 cm^{-1} ($\Delta\nu_{1/2} = 60$ –70 cm^{-1}) соответственно. Одновременно фиксируются слабые полосы при $\Delta\nu$ 233–243, 863–879; 1081–1167 cm^{-1} (полоса x); 1612–1627 (полоса D'); 2449–2482 (полоса $x+D$); 2909–2934 (полоса $D+G$) и 3221–3248 cm^{-1} (полоса $2D'$).

На рис. 2 показан спектр КРС одного из образцов C_H . Отношения интенсивностей полос D , G и $2D$ спектров C_H в зависимости от условий роста варьируются в широких пределах: $I_D/I_G = 0,32-2,03$; $I_D/I_{2D} = 0,98-1,23$; $I_D/I_{D+G} = 14,1-17,6$; $I_D/I_{2D} = 13,0-16,1$ [8]. Слои графена в пластине образуют гексагональную решетку (двухслойная укладка атомов углерода) [2, 7, 8]. При растворении смесью кислот подложки из Si, спектр КРС поверхности контакта C_H с подложкой показал характерное для C_H расположение полос (рис. 3). Дополнительные полосы можно отнести к соединениям карбидов. Интенсивность дополнительных полос меняется в зависимости от условий зарождения C_H , при этом соотношение интенсивностей полос I_{973}/I_{989} варьируется в пределах 0,9–5,3.

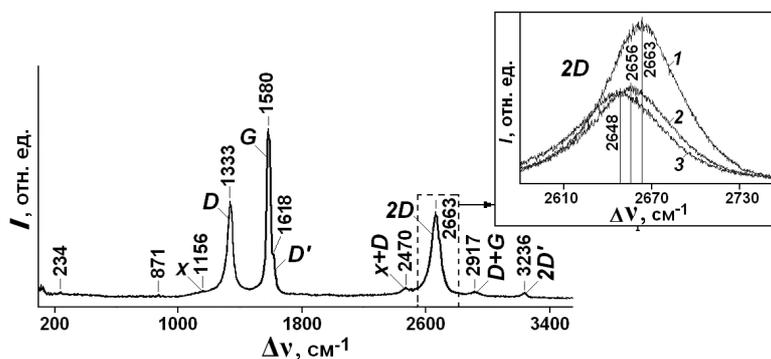


Рис. 2. Спектры КРС слоистой структуры Si/C_H (на вставке – фрагмент спектра в диапазоне $\Delta\nu = 2590-2750 \text{ cm}^{-1}$; исходного образца (1) и нагретого до температур 300 (2) и 500°C (3)).

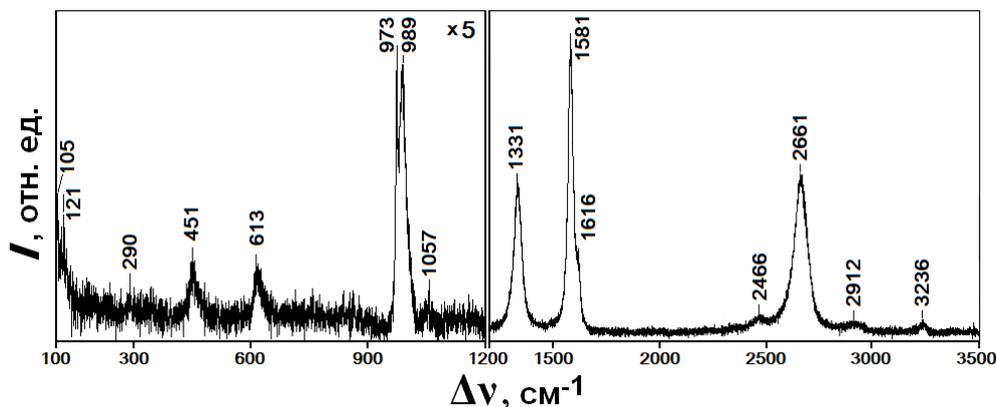


Рис. 3. Спектр КРС (диапазоны $100-1200$ и $1200-3500 \text{ cm}^{-1}$) контактирующей с подложкой поверхности слоя C_H .

Толщина пластин C_H соответствует размеру кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения) графитовой фазы, равному 8,5–9,5 нм. С учетом межплоскостного $\{0001\}$ расстояния графита, равного 0,335 нм в пластинах C_H содержится до 30 слоев графена. В образцах $Si/C_H/Ni^{160}/C_H$ и $Si/C_H/NiO/C_H$ обнаружены утолщенные углеродные пластины со скругленными краями (рис. 1, б, в). Полоса $2D$ C_H , в отличие от полосы $2D$ графита, симметрична, что характерно для графена (рис. 4). Измерение спектров КРС C_H в процессе их нагрева показало, что с ростом температуры до 500°C полосы D , G и $2D$ смещаются в сторону меньших значений $\Delta\nu$ (рис. 2). Различия полосы $2D$ в спектрах КРС C_H и графита вызваны значительным искривлением отдельных областей атомных слоев $\{0001\}$ графита, что нарушает атомные связи в слоях и между слоями. В зависимости от степени искривления пластин C_H (радиус искривления $\sim 600-800$ нм) полоса $2D$ меняет форму, что отражает изменения в электронных зонах, соответствующих положениям атомов в решетке. Слои в таком кристаллите (пластины C_H) образуют гексагональную решетку (двухслойная укладка атомов углерода) [1, 8].

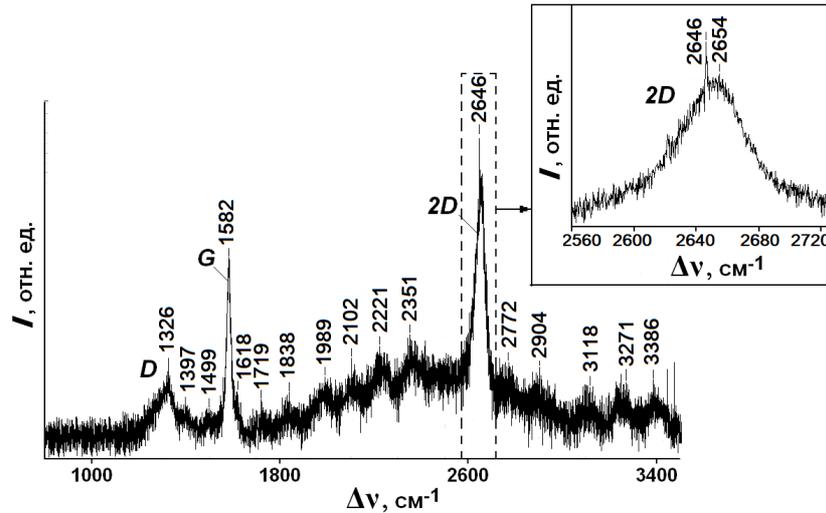


Рис. 4. Спектр КРС графена на подложке из стекла (на вставке – фрагмент спектра в диапазоне $\Delta\nu = 2560\text{--}2720\text{ см}^{-1}$).

В спектрах КРС графена наблюдались интенсивные полосы *D*, *G* и *2D*, расположенные при $\Delta\nu$, равном $\sim 1330\text{ см}^{-1}$, 1580 см^{-1} и 2650 см^{-1} , соответственно (рис. 4). Узкая полоса в спектре КРС при $\Delta\nu 2646\text{ см}^{-1}$ (вставка на рис. 4) указывает на присутствие углеводородных молекул на поверхности графена. Отношения интенсивностей полос *D* и *G* и *2D* (I_D/I_G) (I_D/I_{2D}) на спектрах КРС графена в зависимости от материала подложки и их многослойности имеют значительный разброс. Отношение интенсивностей I_D/I_{2D} на спектрах КРС составляет 0,6–0,8, в то время как у C_H оно равно ~ 2 .

Во втором слое C_H в $\sim 2,5$ раза большая плотность пластин, по сравнению с первым; а количество многостенных нанотрубок на порядок меньше. На спектрах КРС второго слоя C_H проявляется широкая полоса при $\Delta\nu = 2285\text{ см}^{-1}$, интенсивность которой увеличилась в ~ 4 раза у структуры $Si/C_H/NiO/C_H$ (рис. 5, кривые 1–3). Воздействие температуры приводит к изменению морфологии поверхности и фазового состава C_H (включая рентгеноаморфные фазы). Наличие и соотношение интенсивностей полос в спектрах КРС зависит от условий термической обработки. Широкая полоса при $\Delta\nu = 2262\text{--}2286\text{ см}^{-1}$ (уширение полосы $\Delta\nu_{1/2} = 120\text{--}160\text{ см}^{-1}$) проявлялась на спектрах КРС C_H после отжига при температуре термообработки $> 600^\circ\text{C}$ (рис. 5, кривые 4, 5).

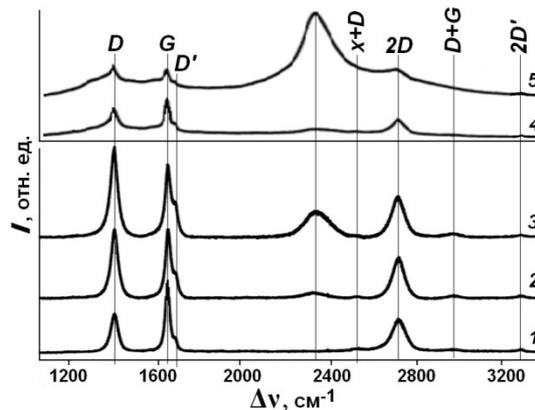


Рис. 5. Спектры КРС слоистых структур: Si/C_H (1); $Si/C_H/C_H$ (2); $Si/C_H/NiO/C_H$ (3); Si/C_H (отжиг при 615°C , 4,5 ч (4); 625°C , 4,5 ч (5)).

Эмиссионные свойства автокатодов. Электрическое поле вокруг заостренного проводника усиливается и может быть представлено, как βE_0 , где β – коэффициент усиления

поля вблизи одиночного эмиттера, приблизительно равный аспектному числу (высота/поперечный размер) проводника; E_0 – напряженность идеального электрического поля, равная U/Δ . В предположении о том, что все центры эмиссии имеют регулярную геометрию (одинаковые размеры и взаимное расположение), зависимости на диаграммах ФН описываются уравнением прямой $y=Bx+C$, где $x=1/E$, $y=\ln(J/E^2)$. Тангенс угла наклона прямой B – величина, пропорциональная β , а величина $\exp(C)$ пропорциональна плотности эмиссионных центров D_E (C – отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат). У рассматриваемых автокатодов на кривых диаграмм ФН можно выделить линейную область. Для относительного сравнения величин, характеризующих эмиссионные свойства автокатодов, достаточно считать, что в этой линейной области ток генерируют только эмиссионные центры с регулярной геометрией, а вклад остальных в результирующий ток незначителен. В качестве эмиссионных характеристик автокатодов рассматривались: порог автоэмиссии E_{Π} – минимальное значение E , при котором регистрируется эмиссионный ток; β – оценка в регулярной геометрии аспектного числа одиночного эмиттера; D_E – оценка в регулярной геометрии плотности эмиссионных центров.

На рис. 6,а представлены ВАХ (E_{Π}) и описанные выше прямые ФН, полученные для частей одного образца слоистых структур. Как видно из представленных данных, структуры Si/C_H характеризуются высоким порогом автоэмиссии ($E_{\Pi} \geq 5,6$ В/мкм), большим аспектным числом β (что подтверждает наличие на первом слое C_H значительного количества многостенных нанотрубок), малой плотностью эмиссионных центров D_E , а также низкой однородностью автоэмиссионных изображений. Слоистые структуры Si/C_H/NiO*/C_H и Si/C_H/C_H характеризуются более низким порогом автоэмиссии ($E_{\Pi} \leq 3,6$ В/мкм), меньшим значением β , большей плотностью D_E , а также лучшей однородностью изображений. Структура Si/C_H/C_H характеризуется лучшими значениями параметров E_{Π} , β , V_3 , V_1 , чем структура Si/C_H/NiO/C_H, а значения параметра D_E для них практически одинаковы.

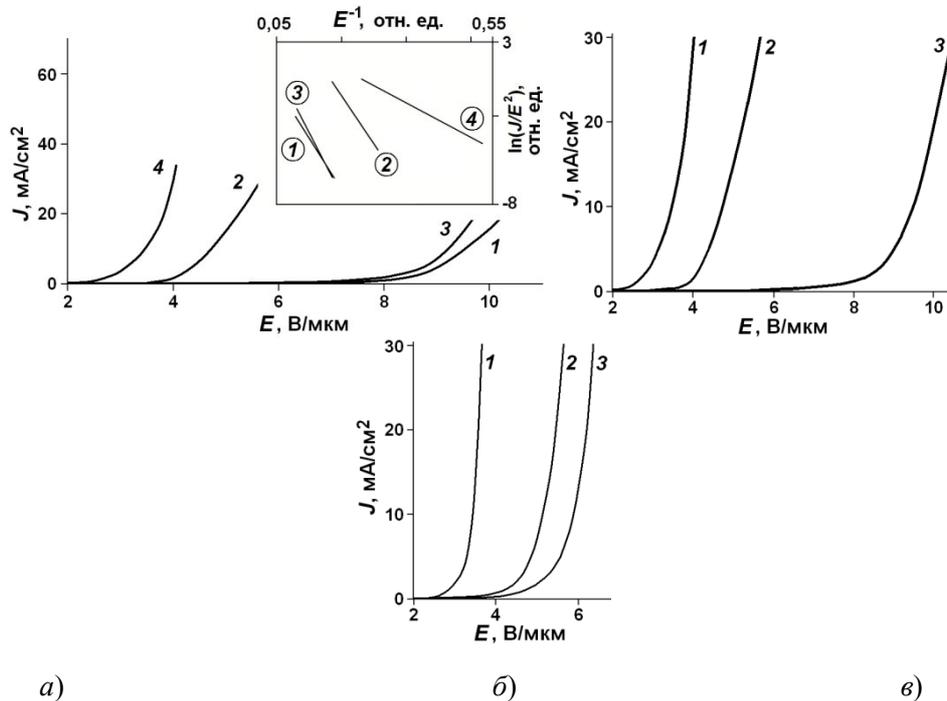


Рис. 6. а) ВАХ и их линейные представления в координатах ФН (на вставке), полученные для слоистых структур: 1 – A:Si/C_H; 2 – B:Si/C_H/NiO/C_H; 3 – B:Si/C_H; 4 – A:Si/C_H/C_H;

б, в) ВАХ слоистых структур (исходные образцы Si/C_H получены при разных условиях):

б) 1 – Si/C_H/NiO/C_H; 2 – Si/C_H/C_H; 3 – Si/C_H; 4 – Si/C_H; в) 1 – Si/C_H/C_H; 2 – Si/C_H(от); 3 – Si/C_H.

Примеры расположения ВАХ образцов со структурами Si/C_H/NiO/C_H и Si/C_H(от) представлены на рис. 6,б,в. Измеренные ВАХ указывают на улучшение эмиссионных свойств автокатода со вторым слоем C_H, нанесенным на слой NiO, по сравнению с автокатодом со

вторым слоем C_H , без NiO , и автокатодом, прошедшим только отжиг первого слоя C_H . Независимо от использования Ni или NiO , наличие второго слоя C_H уменьшает значение порога автоэмиссии E_{II} до примерно 2,3 В/мкм против 4,5 В/мкм для первого слоя C_H . Средние значения E_{II} для второго слоя C_H структур с пленками Ni , NiO или без них отличаются примерно на 0,1%.

Заключение

Исследованы состав и строение графена и слоистых структур на основе C_H , пластины которого содержат до 30 слоев графена. Различия в спектрах КРС C_H и графена вызваны значительным искривлением отдельных областей атомных слоев графена в C_H , что нарушает атомные связи в слоях и между слоями. Эмиссионные свойства автокатодов со вторым слоем C_H и наличием пленки Ni или NiO между слоями C_H улучшились по сравнению с автокатадами, прошедшими восстановительный отжиг в вакууме первого слоя при 720 К. Из всех исследованных автокатодов со вторым слоем C_H лучшие эмиссионные характеристики показали автокатодеды на основе слоистой структуры $Si/C_H/Ni/C_H$ с островковыми пленками Ni толщиной 10 нм. Разработанная методика испытаний позволила производить корректное сравнение эмиссионных характеристик автоэмиссионных катодов до и после выращивания второго слоя C_H , а также после отжига в вакууме. Проведенные исследования указывают на возможность применения подобных катодов в устройствах вакуумной электроники.

Литература

1. Tzeng Y., Chen C-L., Chen Y-Y., Liu C-Y. Carbon nanowalls on graphite for cold cathode applications // *Diamond and Related Materials*. 2010. V. 19 (2–3). P. 201–204.
2. Белянин А.Ф., Борисов В.В., Багдасарян А.С. Наноструктурированные углеродные материалы в эмиссионной электронике // *Российский технологический журнал*. 2017. Т. 5, № 3. С. 22–40.
3. Collins J.L. Diamond-like carbon (DLC) – a review // *Industrial diamond review*. 1998. V. 58. № 578. P. 90–92.
4. Wang H-X., Jiang N., Zhang H., Hiraki A. Growth of a three dimensional complex carbon nanoneedle electron emitter for fabrication of field emission devices // *Carbon*. 2010. V. 48. P. 4483–4488.
5. Busta H.H., Chen J.M., Shen Z., Jansen K., Rizkowski S., Matey J., Lanzillotto A. Characterization of electron emitters for miniature x-ray sources // *Journal of Vacuum Science & Technology B*. 2003. V. 21. P. 344–349.
6. Семенов А.П., Белянин А.Ф., Семенова И.А., Пащенко П.В., Барнаков Ю.А. Тонкие пленки углерода. II. Строение и свойства // *Журнал технической физики*. 2004. Т. 74. Вып. 5. С. 101–104.
7. Tzeng Y, Chen W. L, Wu C., Lo J-Y., Li C-Y. The synthesis of graphene nanowalls on a diamond film on a silicon substrate by direct-current plasma chemical vapor deposition // *Carbon*. 2013. V. 53. P. 120–129.
8. Белянин А.Ф., Борисов В.В., Самойлович М.И., Багдасарян А.С. Влияние лазерного облучения и термической обработки на строение и автоэмиссионные свойства углеродных наностенок // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2017. № 3. С. 16–26.
9. Белянин А.Ф., Борисов В.В., Тимофеев М.А., Ламский А.Н. Ненакаливаемые катоды на основе углеродных наноструктурированных слоистых структур // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2013. № 4. С. 31–36.
10. Belyanin A.F., Borisov V.V., Daghetsyan S.A., Evlashin S.A., Pilevsky A.A., Samorodov V.A. Carbon nanowalls in field emission cathodes // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2017. № 6. С. 34–43.
11. Белянин А.Ф., Борисов В.В., Налимов С.А., Багдасарян А.С. Особенности автоэмиссионных процессов в алмазоподобных углеродных наноструктурах // *Наноматериалы и наноструктуры – XXI век*. 2017. Т. 8. № 3. С. 34–42.

12. Ferrari A.C. Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron-phonon coupling, doping and nanodiabatic effects // Solid state communications. 2007. V. 143. P. 47–57.
13. Pimenta M.A., Dresselhaus G., Dresselhaus M.S., Cancado L.G., Jorio A., Saito R. Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy // Physical chemistry chemical physics. 2007. V. 9. P. 1276–1291.

Оптические свойства углеродных и фторуглеродных покрытий, сформированных в матричном режиме низкочастотным плазмотроном атмосферного давления

А.В. Шведов, В.М. Елинсон, Ю.Г. Богданова, С.М. Гамаюнов

*Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),
125993, Российская федерация, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4*

E-mail: seriousash@yandex.ru

В данной работе показаны результаты исследования свойств углеродных и фторуглеродных покрытий, которые были получены при помощи низкочастотного плазмотрона атмосферного давления в матричном режиме нанесения. Исследован контактный угол смачивания полученных покрытий. Рассмотрены спектры поглощения и определена ширина запрещённой зоны углеродных и фторуглеродных покрытий по методу Тауца.

Optical properties of carbon and fluorocarbon coatings produced by low frequency plasmotron at atmospheric pressure in matrix mode of deposition. A.V.Shvedov, V.M. Elinson, Yu.G.Bogdanova, S.M. Gamayunov. This paper is devoted to investigation of optical properties of carbon and fluorocarbon coatings produced by low frequency plasmotron in matrix mode of deposition at atmospheric pressure. The contact wetting angle of the obtained coatings was investigated. The optical absorption spectra are considered and the band gap of carbon and fluorocarbon coatings is determined by the Tauc method.

Применение современной фотоэлектроники охватывает всё новые области народного хозяйства, в том числе в условиях, где наблюдается повышенная влажность и микробиологическая активность [1]. Для увеличения срока эксплуатации электронных и оптических компонентов и их корпусных деталей применяется ряд технологических решений среди которых широкое распространение получили ионно-плазменные методы формирования тонких защитных покрытий в вакууме. Углеродсодержащие покрытия позволяют формировать слои с широким диапазоном свойств в зависимости от технологических параметров нанесения, за счёт химических качеств углерода, к которым относится возможность существовать в виде множества гетерофазных систем [2]. Использование осаждения из газовой фазы при атмосферном давлении позволяет получить защитный слой на поверхности подложек при отсутствии необходимости создания и поддержания вакуума [3], а также при отсутствии дорогостоящего и громоздкого оборудования. Использование низкочастотного (НЧ) дугового газового разряда атмосферного давления позволяет проводить точечное формирование воспроизводимых тонких пленок с заданными свойствами при незначительном влиянии атмосферы на протекающие процессы [4].

Для создания покрытий с заданными характеристиками по всей площади обрабатываемого изделия или подложки при помощи НЧ-плазмотрона в работе использовался матричный режим обработки. Он представляет собой процесс, при котором для создания развитой поверхности необходимо производить локальное формирование покрытия с

последующим нанесением нового покрытий при фиксированном расстоянии между точками нанесения (рис. 1).

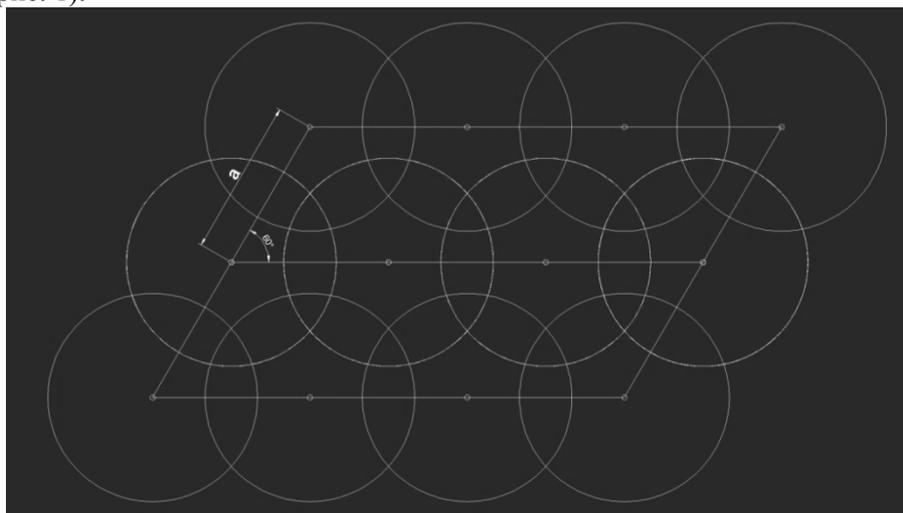


Рис. 1 – Схематическое изображение матричного режима обработки.

Для проведения осаждения из газовой фазы углеродных плёнок использовался НЧ плазмотрон атмосферного давления (рис. 2).

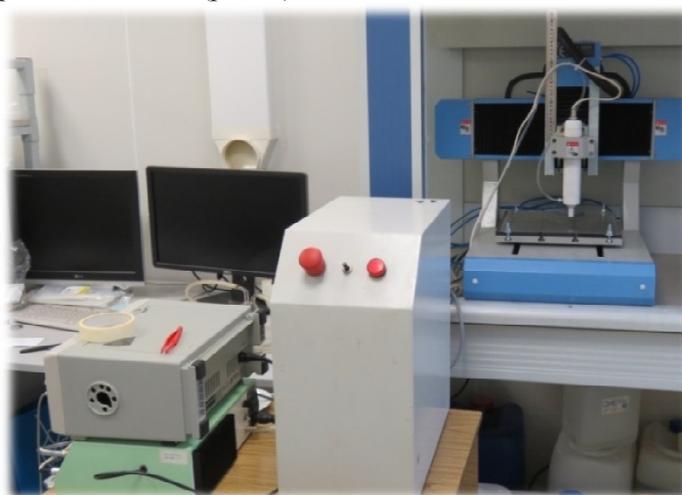


Рис. 2. Плазмотрон атмосферного давления.

Он был использован для исследования инактивации различных микроорганизмов при использовании инертных газов [4]. Осаждение из газовой фазы обеспечивается подачей смеси из нескольких потоков газов (рис. 3).



Рис. 3. Блок-схема газового блока.

Формирование покрытий производилось на подложки из монокристаллического кремния для последующего измерения толщины на микроинтерферометре МИИ-11, и на подложки из полиэтилентерефталата (ПЭТФ). Исследование контактного угла смачивания производилось при помощи микроскопа с гониометрической приставкой.

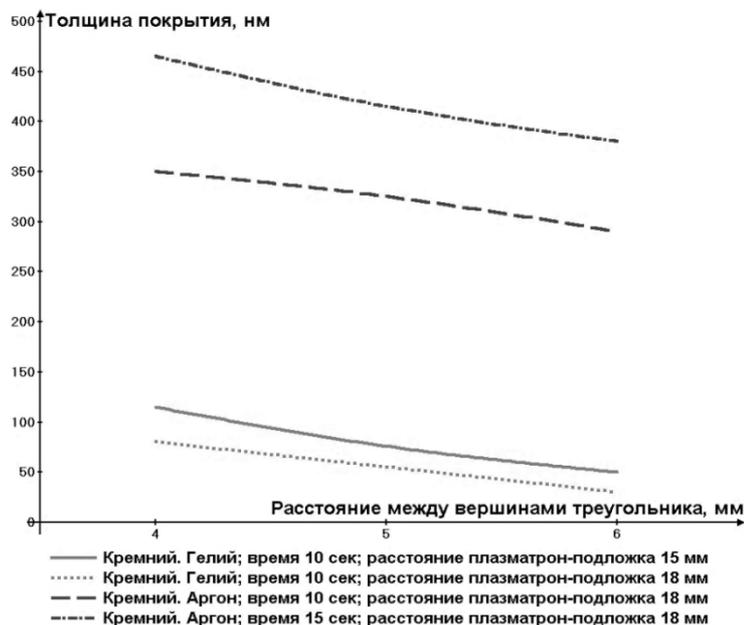


Рис. 4. Зависимость средней толщины полученных углеродных покрытий от расстояния между вершинами треугольника, от расстояния плазматрон-подложка и от используемых плазмообразующих газов.

Исследование толщины полученных покрытий проводилось на образцах на кремневой подложке в нескольких точках: в центре покрытия, в точках вершин треугольника и посередине одного из бёдер треугольника. Исследование показало, что скорость роста углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка и времени нанесения. Это связано с увеличенным энергетическим вкладом в газовый разряд между соплом плазматрона и подложкой, на которую производилось нанесение. Кроме того это связано с увеличением диффузии частиц газа из плазменной струи в окружающую среду. Было установлено, что использование аргона в качестве плазмообразующего газа позволяет добиться 5-тикратного увеличения скорости роста, что, скорее всего, связано с более интенсивной ионизацией газовой смеси (рис. 5).

Исследования контактного угла смачивания производилось на образцах, как из монокристаллического кремния, так и ПЭТФ (рис. 5 и 6).

Полученные результаты свидетельствуют о повышении гидрофильности ПЭТФ, что связано с эффектом травления во время процесса осаждения. Показано, что кремниевые подложки демонстрируют незначительное повышение гидрофобности (рис. 4). Это связано с тем, что процесс травления кремния во время осаждения из газовой фазы, практически исключается, поскольку кремний имеет иной характер проводимости, чем ПЭТФ, который влияет на протекание НЧ дугового газового разряда.

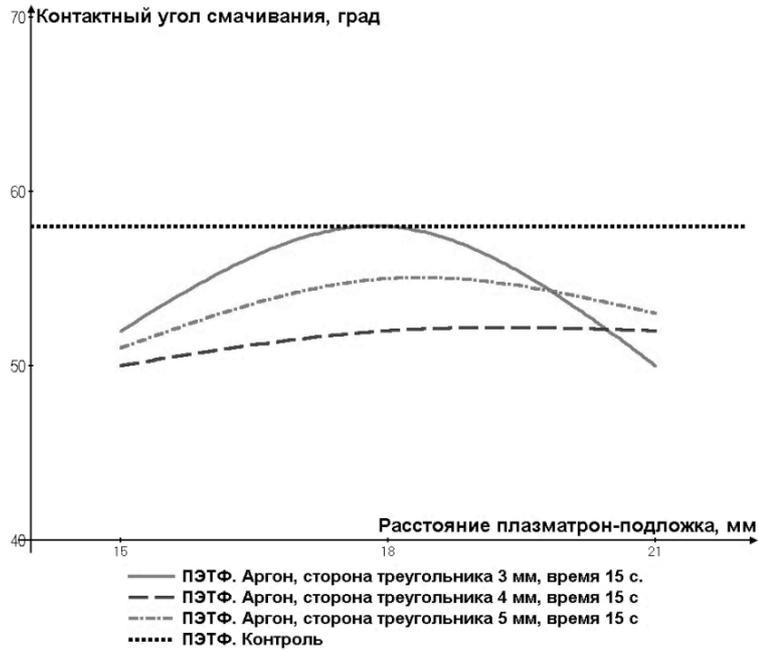


Рис. 5 Контактный угол смачивания полученных покрытий в зависимости от расстояния плазматрон-подложка, расстояния между точками треугольника и от используемого плазмообразующего газа.

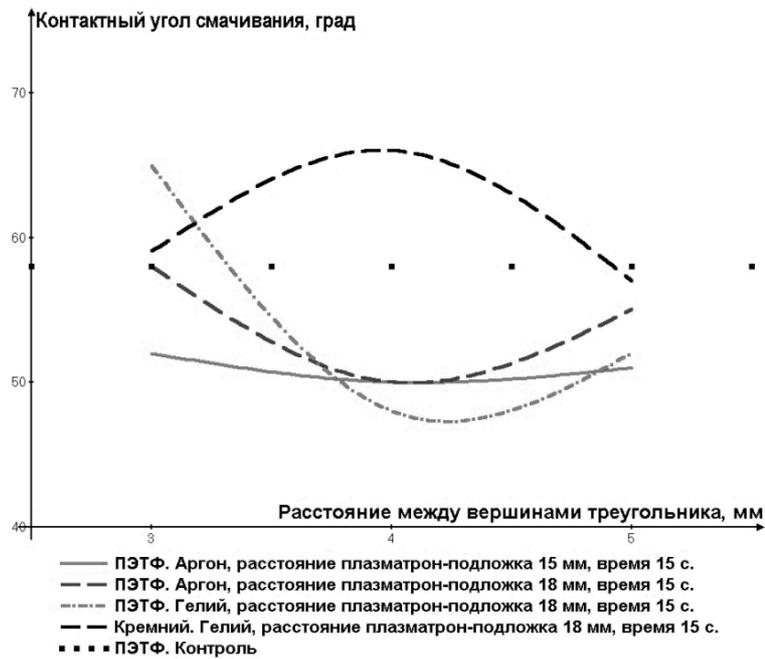


Рис. 6 Контактный угол смачивания полученных покрытий в зависимости от расстояния плазматрон-подложка, расстояния между вершинами треугольника и от используемого плазмообразующего газа.

Спектры поглощения были исследованы при помощи спектрофотометра PhotoLab 6600 (WTW, Германия). На рис. 7 показаны спектры углеродных и фторуглеродных покрытий полученных при разных технологических параметрах формирования: расстояние плазматрон-подложка, концентрация C_6H_{12} и время нанесения.

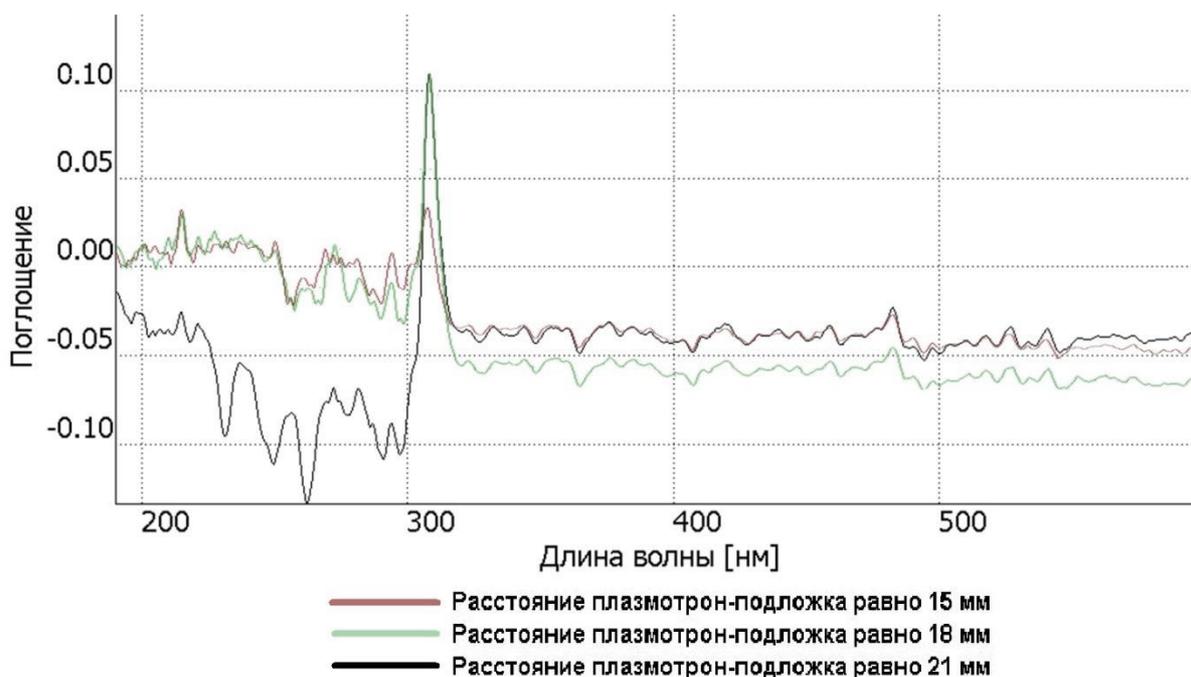


Рис.7. Спектры поглощения полученных покрытий.

Как видно из приведённых спектров, до 310 нм углеродные и фторуглеродные покрытия имеют разный набор пиков поглощения, что связано с различным химическим составом покрытий. В то же время, после 310 нм спектры полученных покрытий имеют практически схожий характер, что говорит об одинаковой интенсивности пропускания видимого диапазона света для обоих типов покрытий. Так же был произведён расчёт запрещённой зоны по методу Тауца, которая составила в среднем $4,09 \pm 0,02$ эВ – для углеродных покрытий и $4,12 \pm 0,04$ эВ – для фторуглеродных покрытий. Данная ширина запрещённой зоны соответствует диэлектрическому материалу. Влияние технологических параметров на ширину запрещённой зоны незначительно.

Таким образом, в результате данной работы были исследованы основные зависимости формирования углеродных и фторуглеродных покрытий при помощи НЧ-плазматрона атмосферного давления. Было установлено влияние технологических параметров нанесения на физические свойства покрытий, а также был подобран оптимальный режим нанесения.

Определены спектры поглощения и установлена ширина запрещённой зоны по методу Тауца, которая составила в среднем $4,12 \pm 0,02$ эВ – для углеродных покрытий и $4,18 \pm 0,04$ эВ – для фторуглеродных покрытий, что соответствует диэлектрическому материалу.

Литература

1. А. М. Филачёв, И. И. Таубкин, М. А. Трищенко, «Области применения изделий твёрдотельной фотоэлектроники» // Успехи прикладной физики, 2015, том 3, № 1, 77 – 84.
2. ..И.П. Суздалев // Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2007, 592 с.
3. . P. Vinogradov, A. Dinkelmann, A. Fateev and A. Lunk, «Deposition of fluorocarbon polymer films in a dielectric barrier discharge (DBD)» // Surface and Coatings Technology, Volumes 174–175, September–October 2003, P. 509–514. DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00615-7.
4. В.М. Елинсон, В.А. Петров, В.И. Смирнов, Т.С. Кузнецова, В.П. Холоденков // «Использование холодной плазмы атмосферного давления для инактивации вегетативных и спорных 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.

Параметры рельефа антиадгезионных антимикробных покрытий на основе фторуглеродных плёнок на полимерных материалах

В.М. Елинсон, П.А. Шур, В.И. Кузькин, Е.Д. Кравчук, А.Е. Филина
Москва, «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, 4
E-mail: shur-pavel@mail.ru

В работе приводится анализ параметров рельефа (R_q, R_p, R_{Sm}) наноструктурированных антиадгезионных антимикробных фторуглеродных поверхностей, сформированных на поверхности ПЭТФ из плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$. Измерение параметров рельефа проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа SolverNext (NT MDT) с АСМ головкой. Обработка поверхности полимера ионами CF_4 увеличивает высоту пиков неоднородности и уменьшает расстояние между ними, что положительно сказывается на антифунгальных свойствах поверхности. С нанесением фторуглеродной пленки из газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ увеличивается расстояние между пиками неоднородности, их высота снижается, антифунгальные свойства поверхности улучшаются, что может быть связано также с химическим воздействием фтора.

Relief parameters of anti-adhesive antimicrobial coatings based on fluorocarbon films on polymeric materials. V.M. Elinson, P.A. Shchur, V.I. Kuzkin, E.D. Kravchuk, A.E. Filina. The paper presents an analysis of the relief parameters (R_q, R_p, R_{Sm}) of nanostructured anti-adhesive antimicrobial fluorocarbon surfaces formed on the PET surface from the plasma-forming mixture $CF_4 + C_6H_{12}$. The relief parameters were measured using a Solver Next (NT MDT) scanning probe microscope with an AFM head. The treatment of the polymer surface with CF_4 ions increases the height of the peaks of heterogeneity and reduces the distance between them. This has a positive effect on the antifungal properties of the surface. After deposition of the fluorocarbon film from the gas mixture $CF_4 + C_6H_{12}$, the distance between the peaks of heterogeneity increases, their height decreases, the antifungal properties of the surface improve, which may also be due to the chemical action of fluorine.

Полимерные материалы широко применяются в аэрокосмическом комплексе, электронике, пищевой промышленности, медицине и др. Однако в результате воздействия окружающей среды на полимерах образуется биопленка, следствием чего является биодеструкция, что существенно ограничивает сферу применения полимеров и сокращает их сроки службы.

Использование двухкомпонентной газовой смеси, содержащей компонент для травления (CF_4) и компонент для нанесения пленки (C_6H_{12}), позволяет создавать на поверхности полимеров наноструктурированные барьерные слои на основе фторуглеродных пленок, обладающие специфическим рельефом, препятствующим совместно с химическим воздействием образованию биопленок. 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 Quanta 2003D (FEI Company, USA)), которая показала, что особенностью данного рельефа является расстояние между пиками, которое не превышало 1 мкм [6-8].

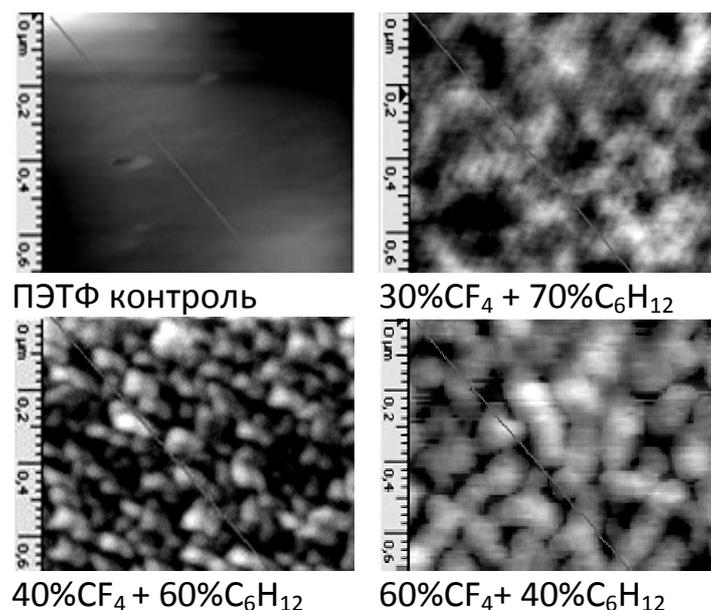


Рис. 1. Снимки рельефа со СЭМ наноструктурированного фторуглеродного покрытия, сформированного на полиэтилентерефталате (обработка 10 мин.) при различном содержании CF₄ в плазмообразующей смеси CF₄+C₆H₁₂.

Для точной оценки рельефа, а также получения дополнительной информации для прогноза антифунгальных свойств представляется необходимым оценка параметров рельефа с помощью АСМ. Для оценки произошедшей модификации поверхности целесообразно применять помимо анализа изменения среднеквадратического отклонения шероховатости, которое в значительной степени отражает изменения рельефа поверхности, также среднюю высоту пиков неоднородности и расстояния между пиками [9,10]. С целью унификации данных целесообразно использовать отношение расстояния между пиками к их высоте RSm/Rp. Исследование рельефа поверхности методами АСМ позволяет расширить представление о расположении пиков, об их количестве, а также влиянии этих параметров рельефа на стойкость к образованию грибов.

Известно, что наличие фтора в приповерхностном слое материала ведет к уменьшению поверхностной энергии, что в свою очередь уменьшает адгезию микроорганизмов к поверхности [6,11].

Таким образом, целью данной работы является исследование методами АСМ рельефа наноструктурированных фторуглеродных поверхностей, сформированных на полиэтилентерефталате с использованием плазмообразующей смеси CF₄+C₆H₁₂ и выявление зависимости грибостойкости от параметров рельефа.

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 (CF₄) в течение 30 минут с целью очистки поверхности, а также улучшения адгезии фторуглеродной пленки [8]. На втором этапе с помощью второго ИИ наносилась фторуглеродная плёнка с различным соотношением тетрафторметана (CF₄) и циклогексана (C₆H₁₂) в газовой смеси в течение 20 минут.

В качестве модельного полимера был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ), как наиболее широко используемый полимер в авиации, космонавтике и электронике [12].

Измерение параметров поверхности проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NTMDTSolverNextc АСМ головкой (Россия) в полуконтактном режиме для получения наиболее четкой картины поверхности. Сканы размером 10*10 мкм и 5*5 мкм были обработаны в программе NovaPX. Для каждого образца было проведено не менее 5 измерений в различных областях поверхности.

Исследование грибостойкости были проведены по ГОСТ 9.049-91 совместно с ГНЦ РФ ИМБП РАН. В качестве микроорганизмов - биодеструкторов были использованы плесневые

грибы (*Aspergillusnigervan Tieghem* -ВКМ F – 1119, *Paecilomycesvariotti Bainier* ВКМ F-378 и др.). По окончании испытаний образцы материала извлекали из эксикатора и осматривали в рассеянном свете при увеличении с помощью стереомикроскопа Stemi 2000.

На рис. 2 представлены зависимости средней высоты пиков неоднородностей (R_p) и среднего расстояния между пиками (R_{Sm}) от содержания CF_4 в пленке, сформированной на ПЭТФ с помощью плазмообразующей смеси $CF_4+C_6H_{12}$ и 30 минутной предварительной обработкой ионами CF_4 . При предварительной 30 минутной обработке с последующим нанесением пленки с помощью плазмообразующей смеси $CF_4+C_6H_{12}$ также прослеживается область переходных процессов (от 25% до 60% CF_4), что выражается в изменении высот пиков и расстоянии между ними. После обработки ионами CF_4 высоты пиков увеличиваются, а расстояние между ними сокращается, что свидетельствует о значительном развитии поверхности исходного полиэтилентерефталата. Дальнейшее нанесение фторуглеродного покрытия увеличивает высоту пиков при малом содержании CF_4 в газовой смеси и значительно увеличивает расстояние между ними (до 360 нм). Затем происходит дальнейшее увеличение высот пиков (от 10% до 25% CF_4) и резко уменьшение расстояния между ними. От 25% до 60% CF_4 прослеживается монотонное уменьшение высоты с ростом расстояния, что свидетельствует о сглаживании рельефа. При содержании CF_4 больше 60% кривая зависимости высоты пика достигает насыщения, что связано с максимальным развитием рельефа для данной поверхности, а расстояние между пиками стремится к значениям при первоначальной обработке.

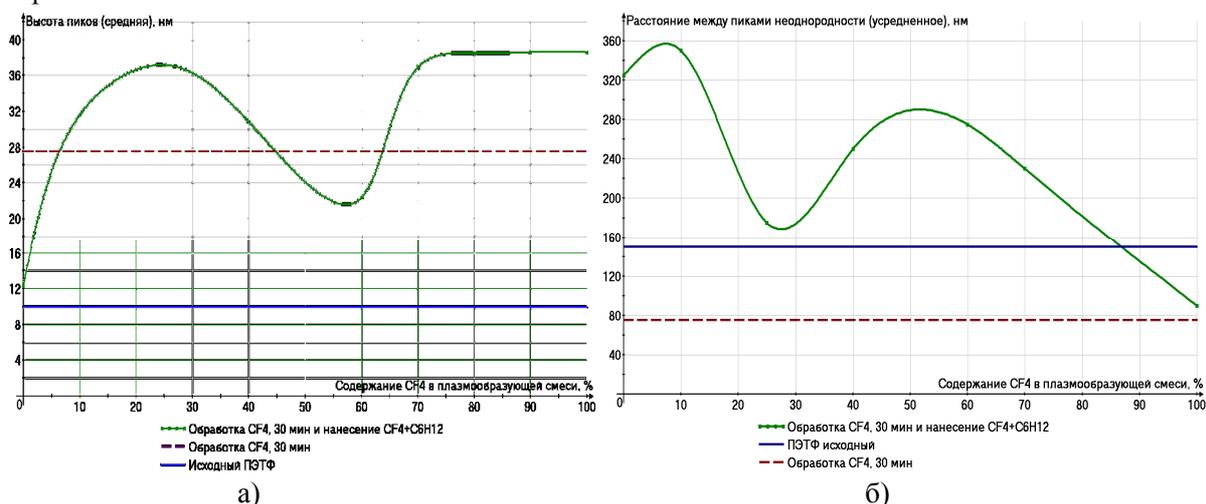


Рис. 2. Зависимость а) средней высоты пиков (R_p); б) среднего расстояния между пиками неоднородности (R_{Sm}) от содержания CF_4 в пленке, сформированной на ПЭТФ с помощью плазмообразующей смеси $CF_4+C_6H_{12}$ и 30 минутной предварительной обработкой ионами CF_4 .

Таблица 1. Параметры модифицированной поверхности ПЭТФ.

Образец	R_p , нм (средняя высота пиков)	R_{Sm} , нм (среднее расстояние между пиками)	R_{Sm}/R_p	Грибостойкость, балл
Исходный ПЭТФ	9,9	150	15,15	3
Обработка CF_4 , 30 мин	27,5	75	2,72	1
0% CF_4 + 100% C_6H_{12}	12,3	325	26,42	1
10% CF_4 + 90% C_6H_{12}	31,6	350	11,07	0
25% CF_4 + 75% C_6H_{12}	37,9	175	4,61	1
40% CF_4 + 60% C_6H_{12}	30,8	250	8,11	0
60% CF_4 + 40% C_6H_{12}	22,3	275	12,33	1
70% CF_4 + 30% C_6H_{12}	36,9	230	6,23	1
100% CF_4 + 0% C_6H_{12}	38,5	90	2,33	1

Из таблицы 1 видно, что обработка поверхности полимера ионами CF_4 увеличивает высоту пиков неоднородности и уменьшает расстояние между ними, что положительно сказывается на антифунгальных свойствах поверхности и уменьшает значение грибостойкости с 3 баллов до одного.

Исходные образцы материалов ПЭТФ, не подвергшиеся обработке, содержат достаточное количество питательных веществ, благоприятствующих развитию грибов. Однако ПЭТФ при 30-минутной обработке ионами CF_4 и нанесении фторуглеродного покрытия 10% CF_4 + 90% C_6H_{12} и 40% CF_4 + 60% C_6H_{12} не является питательной средой, следовательно, не был выявлен рост грибов. Значения RSm/ Rp для данных образцов было 11,07 и 12,33 соответственно.

Заключение.

1. Обработка поверхности полимера ионами CF_4 увеличивает высоту пиков неоднородности и уменьшает расстояние между ними, что положительно сказывается на антифунгальных свойствах поверхности.

2. С нанесением фторуглеродной пленки из газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ увеличивается расстояние между пиками неоднородности, их высота снижается, антифунгальные свойства поверхности улучшаются, вероятно, это связано также с химическим воздействием фтора.

3. Исходные образцы материалов ПЭТФ, не подвергшиеся обработке, содержат достаточное количество питательных веществ, благоприятствующих развитию грибов. Однако ПЭТФ при 30-минутной обработке ионами CF_4 и нанесении фторуглеродного покрытия 10% CF_4 + 90% C_6H_{12} и 40% CF_4 + 60% C_6H_{12} не является питательной средой, следовательно, не был выявлен рост грибов.

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. 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 DOI: 10.1134/S1027451018020246
5. Zaichenko O.Yu., Ilin V.K., Vologin A.I., Novikova N.D., Lebedenko I.Yu., Deshevaya E.A. Testing of acrylic plastics for resistance to artificial biodestruction in imitation model with the use of microbial association. *Russian Stomatologicheskii Journal*, 2002, 3, 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. V M Elinson, P A Shchur and O A Silnitskaya. «Multifunctional polymer materials with antifungal activity, modified by fluorocarbon films by methods of ion-plasma technology», Published under licence by IOP Publishing Ltd
9. *Journal of Physics: Conference Series*, Volume 1121, conference 1, pp 1-3. doi :10.1088/1742-6596/1121/1/012012

10. «Полимеры. УФ покрытие (I часть): адгезия» // Аналитический портал химической промышленности. http://www.newchemistry.ru/letter.php?n_id=1628. Дата обращения: 22.02.2019
11. Елинсон В.М., Щур П.А., Лямин А.Н. // «Параметры рельефа наноструктурированных поверхностей на основе полиэтилентерефталата», Сборник научных трудов «XXII научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», 2015, с. 187-191
12. Презентация PROTECTGUARD FT / <http://germostroy.ru/looktext/protectguard-ft-test>. Дата обращения: 22.02.2019
13. Энциклопедия полимеров Том 2 Издательство: Советская энциклопедия, Москва, 1974.

Исследование диэлектрических свойств слоистых углеродных структур

В.И.Кузькин, В.М. Елинсон, Ю.А. Якушкин

*Московский Авиационный Институт (Национальный Исследовательский Университет),
Волоколамское ш.,4, г. Москва, 125993, yakushkin927@gmail.com*

В данной работе содержатся исследования диэлектрических свойств пленок на основе полиэтилентерефталата с наноструктурированной поверхностью. Также описаны результаты исследований и произведена корреляция с физико-химическими характеристиками.

***Studies on dielectrical properties of laminated PET fibers. V.I.Kuzkin, V.M.Elinson, A.N.Lyamin, U.A.Yakushkin.** The study includes research of the dielectric properties of films based on PET with a nanostructured surface. The results of these studies are described and the correlation with the physical and chemical characteristics are made.*

В последнее время, благодаря своим ценным качествам, углеродные материалы, а в частности, полимеры и композиты на их основе, нашли широкое применение в электронике, машиностроении, медицине, авиастроении и других отраслях промышленности. Хорошие диэлектрические свойства позволяют использовать их в качестве изоляционных материалов в электротехнических и электронных приборах, а также при изготовлении конденсаторов, несущих элементов, корпусов и т. д.

Широкий диапазон их применения возможен благодаря наличию определенных свойств:

- наличию оптимальных диэлектрических качеств;
- повышенной стойкости к механическим и химическим воздействиям;
- повышенной влагостойкости;
- антибактериальных свойств;
- барьерных свойств.

Для обеспечения необходимых свойств используются методы модификации поверхности материала, сопровождающейся изменением его характеристик.

Одним из таких способов является нанесение тонких наноразмерных покрытий. Покрытия различного состава, нанесенные разными методами, позволяют совершенствовать параметры исходного материала.

Цель работы – исследование влияния модифицирующих фторуглеродных покрытий на диэлектрические свойства углеродных структур.

Для формирования НСП полимерных материалов был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ, лавсан, PET). Выбор данного материала в качестве объекта

исследований обусловлен его обширным применением в производстве изделий электронной техники, медицине, микроэлектронике.

Наноструктурирование поверхности ПЭТФ осуществлялось направленными ионно-плазменными потоками частиц, обладающих энергией 2-3 кЭв при $r_{\text{раб}} \sim 10\text{-}3$ мм рт. ст.

Для нанесения фторуглеродных пленок использовался один ионный источник, в который подавались одновременно два газа (CF_4 и C_6H_{12}). В зависимости от соотношения их концентрации, создаются покрытия с различным содержанием фтора.

В ранее проведенных исследованиях была изучена и доказана экспериментально способность образцов на основе лавсана приобретать антибактериальные свойства после наноструктурирования поверхности. Можно сказать, что благодаря использованию модифицирующих пленок открываются широкие возможности создания новых перспективных материалов для медицины и биомедицинской технологии и техники.

В данной работе приводится описание работы и анализ эмпирических данных, полученных в рамках исследования диэлектрических свойств НСП ПЭТФ, в целях выявления модели поведения образцов в переменном электрическом поле.

В ходе экспериментов исследовались такие параметры материалов, как тангенс угла диэлектрических потерь $\text{tg}\delta$ и электрическая емкость имеющихся образцов.

Измерения проводились на установке, состоящей из измерителя иммитанса E7-20 с применением зажима, на прижимающих поверхностях которого установлены два круглых плоских металлических электрода. В ходе эксперимента между ними помещался образец и замерялись значения емкости полученной конденсаторной структуры и тангенса угла диэлектрических потерь материала. Всего в исследованиях участвовало 7 образцов: один, представленный немодифицированной пленкой ПЭТФ и 6 модифицированных наноразмерными фторуглеродными покрытиями с различным содержанием CF_4 .

Центральным звеном установки является измеритель иммитанса E7-20. В основу работы прибора положен метод вольтметра-амперметра. В основу работы прибора положен метод вольтметра-амперметра. Он заключается в измерении тока, проходящего через измеряемый объект, и падения напряжения на нем. С помощью полученных значений программная часть аппарата вычисляет сопротивление и проводимость образца.

Напряжение рабочей частоты от генератора подается на измеряемый объект. Преобразователь формирует два напряжения, одно из которых пропорционально току, протекающему через измеряемый объект, другое – напряжению на нем. Отношение этих напряжений равно комплексной проводимости или комплексному сопротивлению объекта.

Измерение отношения напряжений проводится аппаратно-программным логометром. И из соотношений вычисляются емкость и тангенс угла диэлектрических потерь материалов:

$$X = \frac{1}{2\pi fC} \rightarrow C = \frac{1}{2\pi fX}, \quad (1)$$

$$\text{tg}\delta = \frac{1}{Q} = \frac{R}{X} \quad (2)$$

В соотношениях (1) и (2) использованы следующие обозначения:

C – емкость образца;

f – частота сигнала;

Q – добротность измеряемого объекта.

Следующим этапом исследования является обработка полученных результатов и вычисление относительной диэлектрической проницаемости пленок.

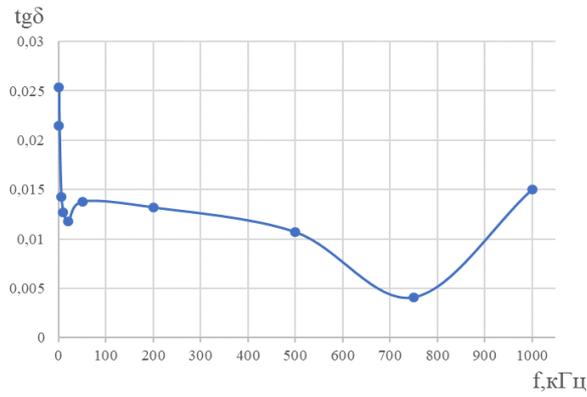


Рис. 1. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь $tg\delta$ от частоты для образцов ПЭТФ, модифицированных в смеси CF_4/C_6H_{12} с содержанием CF_4 – 25%.

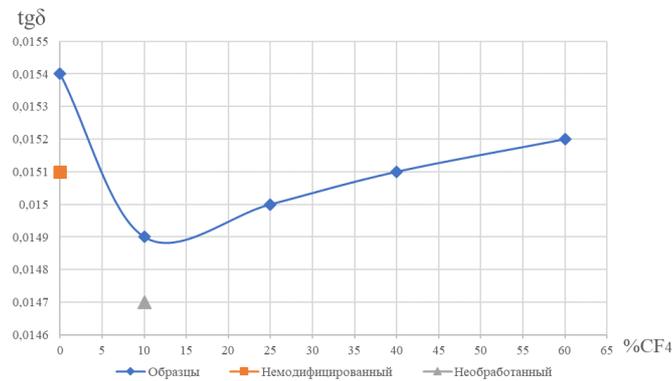


Рис. 2. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь $tg\delta$ образцов ПЭТФ, модифицированных в смеси CF_4/C_6H_{12} от содержания CF_4 при частоте 1 МГц.

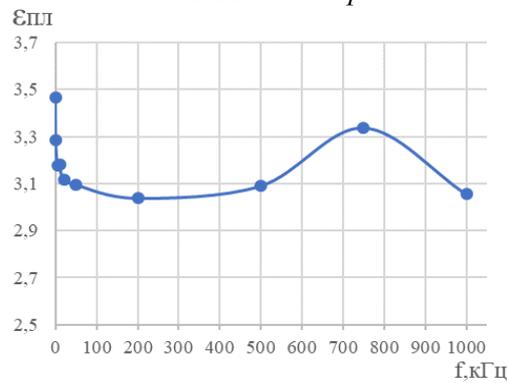


Рис. 3. Зависимость диэлектрической проницаемости ϵ от частоты для образцов ПЭТФ, модифицированных в смеси CF_4/C_6H_{12} с содержанием CF_4 – 25%.

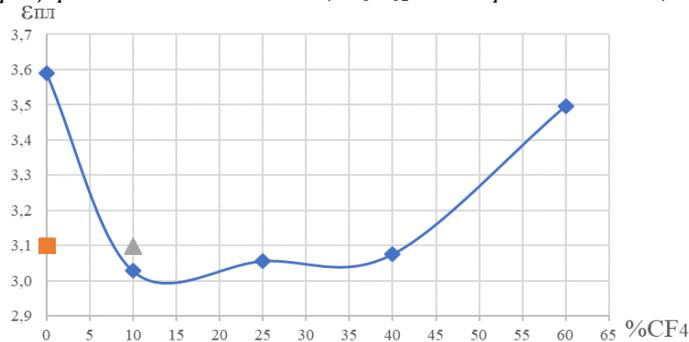


Рис. 4. Зависимость диэлектрической проницаемости $\epsilon_{пл}$ образцов ПЭТФ, модифицированных в смеси CF_4/C_6H_{12} от содержания CF_4 при частоте 1 МГц.

По результатам экспериментов были рассчитаны величины относительной диэлектрической проницаемости и построены графики зависимостей тангенса угла диэлектрических потерь и диэлектрической проницаемости образцов от процентного содержания CF_4 в модифицирующей газовой смеси и частоты.

Возрастание диэлектрических потерь ПЭТФ после обработки высокоэнергетическими ионами и осаждения фторуглеродных пленок на поверхность материала можно объяснить образованием в приповерхностном слое образца крупных зарядовых комплексов. Эти комплексы образуются за счет обрыва наиболее слабых ковалентных связей в молекулах ПЭТФ (С-О и С-С с sp^3 -гибридизацией), а также в C_6H_{12} (С-Н с sp^3 -гибридизацией).

Известно, что наиболее прочными являются sp^2 -гибридизованные связи, образующие циклические элементы, а также группы С=О на линейных участках молекул ПЭТФ и циклогексана. Можно предположить, что именно эти связи сохраняются при обработке образца, а разрыв происходит на линейных участках молекул ПЭТФ. Вероятно, в результате циклические группы образуют массивные дипольные группы, поглощающие часть энергии на частотах до 50 кГц.

С повышением частоты внешнего поля влияние вышеописанных зарядовых комплексов ослабевает по причине того, что они не успевают ориентироваться по полю вследствие значительной массы. Но в области от 500 до 1000 кГц тангенс диэлектрических потерь в ПЭТФ уменьшается, что может свидетельствовать о том, что при обработке пленки крупные молекулы полимера в приповерхностном слое раздробились на крупные циклические группы и более мелкие обрывки линейных участков молекул ПЭТФ, обладающих подвижностью большей, чем сами молекулы.

Полученные результаты закрепляют и вычисления относительной диэлектрической проницаемости полученных образцов. Можно сказать, что в области частот 50 кГц и 750 кГц имеются своеобразные максимумы ϵ , свидетельствующие о прекращении влияния отдельных видов поляризации на диэлектрические свойства пленки. В частности, это могут быть дипольно-сегментная поляризация, проявляющаяся на частотах до 10^5 Гц и обусловленная вышеописанными крупными дипольными группами в приповерхностном слое материала, а также дипольно-групповая поляризация, наблюдаемая на частотах до 10^6 Гц, и, вероятно, вызванная сегментами самой подложки ПЭТФ, залегающими в объеме пленки.

Таким образом, можно сказать, что регулируя состав модифицирующей газовой смеси $\text{CF}_4 + \text{C}_6\text{H}_{12}$ возможно добиться необходимых диэлектрических свойств пленки ПЭТФ, включая уровень диэлектрических потерь и величину относительной диэлектрической проницаемости материала.

Выводы:

1. Тангенс угла диэлектрических потерь в модифицированной пленке ПЭТФ в области частот до 50 кГц несколько выше, чем в исходной пленке. С ростом частоты его величина падает и уже в области частот от 500 до 1000 кГц (особенно в районе 750 кГц) значения $\text{tg}\delta$ ниже, чем в исходном образце.
2. На частотах до 50 кГц минимальные уровни $\text{tg}\delta$ наблюдаются у образцов с 100% C_6H_{12} в модифицирующей газовой смеси. С ростом частоты минимумы проявляются у образцов, обработанных в 10% $\text{CF}_4 + 90\%$ C_6H_{12} .
3. Относительная диэлектрическая проницаемость модифицированной пленки ПЭТФ в области частот до 50 кГц несколько выше, чем в немодифицированной. Далее с ростом частоты ее величина падает и уже в области частот 500 или 750 кГц проявляется новое падение.
4. Относительная диэлектрическая проницаемость модифицированной пленки ПЭТФ значительно возрастает при содержании 100% C_6H_{12} в газовой смеси.
5. В образцах, обработанных смесями 10% $\text{CF}_4 + 90\%$ C_6H_{12} , 25% $\text{CF}_4 + 75\%$ C_6H_{12} , 40% $\text{CF}_4 + 60\%$ C_6H_{12} наблюдается снижение ее величины относительно чистого ПЭТФ. Особенно явно этот эффект прослеживается в областях, 200 и 1000 кГц, в районе же 750 кГц проявляется увеличение проницаемости при любом соотношении компонентов модифицирующей смеси.

Литература

1. Федорова С. С. Модификация электрофизических свойств пленки полиэтилентерефталата ионно-плазменным осаждением наноразмерных покрытий на основе углерода//Москва, ГОУ ВПО «МАТИ», 2005, 140 стр. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук.
2. Митькин В. Н. Обзор типов неорганических полимерных фторуглеродных материалов и проблем взаимосвязи их строения и свойств // Журнал структурной химии, Т.44 - №1, 2003.
3. K. Williams, K. Gupta, M. Wasilik. Etch Rates for Micromachining Processing – Part II //J. Microelectromech. Syst., vol. 12, 2003.
4. Sascha Peters. Material Revolution 2: New Sustainable and Multi-Purpose Materials for Design and Architecture//Walter de Gruyter, 224p. 2014.

Формирование многофункциональных тонкопленочных покрытий на гибкой полимерной рулонной основе

В.К.Перешивайлов, *Н.Н.Щербакова, Д.К.Мальчиков, Н.М. Сучилина
Саратов ООО НЭСК E-mail: vitperes@mail.ru
***Саратов, СГУ имени Н.Г. Чернышевского, ул. Астраханская, 83**
E-mail: (nn-sar@mail.ru)

Нанесение покрытий наноразмерной толщины вакуумным способом на гибкую рулонную полимерную основу позволяет создать электроуправляемые оптические устройства с меньшим энергопотреблением, чем жидкокристаллические панели. Способ позволяет получать многослойные покрытия на металлической фольге, стекле, полимерных пленках, нетканых нановолокнистых материалах на основе фторопласта, полианилина, полиамида и др. При использовании двух распылительных устройств, слои разного состава могут перемежаться. Полученные пленки многофункционального назначения применимы в стеклопакетах, возможна наклейка на уже существующие стеклянные изделия, использование в интерьерах, остекление транспорта. Приведены технические характеристики вакуумной установки для нанесения тонопленочных покрытий.

Formation of multifunctional thin-film coatings on a flexible polymer roll base. V.K.Pereshivailov, N.N.Shcherbakova, D.K.Malchikov, N.M.Suchilina. Vacuum coating of nanoscale thickness on a flexible roll polymer base allows to create electrically controlled optical devices with lower power consumption than liquid crystal panels. The method allows to obtain multilayer coatings on metal foil, glass, polymer films, nonwoven materials, nanofiber materials on the basis of Teflon, polyaniline, polyamide, etc. When using two spray devices, layers of different composition can be interspersed. The films are multi-purpose- applicable in the glazing, it is possible to label existing glass product, to use them in interiors, glass transport. The technical characteristics of the vacuum installation for the application of thin-film coatings are given.

Поставленная в работе научно-техническая задача, направлена на создание электрохромных управляемых оптических устройств (ЭУОУ) широкого промышленного назначения на основе проводящих полимерных материалов, для применения в стеклах с регулируемым затемнением (СРЗ).

ЭУОУ возможно использовать для регулирования количества света и тепла, проходящего через окна, в автомобильной индустрии для автоматического затемнения зеркала заднего вида автомобиля при различном освещении и др. т.к. обеспечивают видимость даже в затемненном состоянии, сохраняя визуальный контакт с внешней средой. Известны

преимущества ЭУОУ - нет необходимости в жалюзи и шторах, регулировка освещенности для куполов, стеклянных крыш, экономия на кондиционировании помещения летом.

Электрохромная технология находит применение во внутренних устройствах, например, для защиты объекта под стеклом и картин от повреждающего воздействия ультрафиолета и световых волн видимого диапазона.

Существует несколько технологий получения изделий с электрохромным эффектом:

1. На полимерном жидкокристаллическом слое (LCD, Liquid crystal devices);
2. На взвешенных частицах (SPD, Suspended particle devices);
3. На электрохромном (электрохимическом) слое.

Полимерные жидко-кристаллические устройства (LCD) стекла мгновенно переключаются между прозрачным и матовым состоянием: при выключенном питании стекло становится матовым, препятствуя видимости внутрь и наружу. Изготавливается из двух слоев стекла и жидкокристаллической пленки между ними. Стекло можно мыть, моллировать, использовать в составе более сложного стеклопакета.

На рынках России присутствует смарт-стекло PDLC-пленка, или SPD, производители которого работают по лицензии американской компании, держателя патента, и чаще всего применяются для тюнинга автомобилей.

Сегодня отказываются от использования ЖК-пленки PDLC. Новая пленка третьего поколения 3G имеет отличную прозрачность (светопотери составляют всего 3%), низкое напряжение питания (20 Вольт), низкую влагостойкость (нет необходимости ламинации краев), долгий срок службы (100 миллионов включений). Параметры электрохромной пленки Magic Film: низкое энергопотребление — всего 4 Вт/м²; моментальное время переключения; блокирует до 99% ультрафиолетового излучения.

В настоящей работе предлагается использовать рулонную технологию для формирования электрохромных покрытий методом вакуумной электрополимеризации электролита на полимерных оптически прозрачных проводящих электродах [1,2].

Предлагаемый способ получения изменения состояния электрохромных управляемых оптических устройств (ЭУОУ) основан на окислительно-восстановительных реакциях, происходящих между электрохроматическим слоем, электролитом и слоем аккумуляции ионов. Присутствие ионов в электрохромном слое изменяет его оптические характеристики, связанные с поглощением видимого света и способствует затемнению ЭУОУ.

Обязательным условием для ЭУОУ является наличие электролита между электродами: полимерного жидкого или твердого: оптически прозрачного, тонкопленочного с протонной проводимостью и параметрами температурной устойчивости. Во время подачи питания (порядка 1В с силой тока чуть более сотни микроампер) электролит снабжает светомодулирующий слой протонами, а подложка — электронами, или, наоборот, выводит их из слоя при смене полярности питания. В процессе насыщения частицами светомодулирующий слой принимает тем более темную окраску, чем дольше процесс или его выше интенсивность (приложенное напряжение). При смене полярности управляющего питания электроны и протоны выводятся из светомодулирующего слоя, и он снова становится прозрачным.

Электрохромное покрытие должно быть тонкопленочным, иметь высокую степень однородности толщины. Получать высококачественные электрохромные покрытия на подложках большой площади наиболее оптимально вакуумными методами, особенно магнетронным распылением.

В основу разрабатываемого технологического процесса положено соединение двух способов изготовления: вакуумного и химического нанесения покрытий. В результате научных разработок и опытных работ предполагается налаживание производства оптически прозрачной, с расширенными параметрами температурной устойчивости рулонной гибкой пленки шириной до 1500 мм. В процессе используются вакуумные технологии нанесения металлизированных покрытий на полимерную рулонную основу [3-5].

Для нанесения токопроводящих металлизированных покрытий разработана ленточная установка вакуумного напыления УВМН – 600-4000 (рис.1). Комплект технологического оборудования предназначен для металлизации различных материалов: металлической фольги и стекла, полимерных пленок, нетканых нановолокнитых материалов (НВМ) на основе фторопласта, полианилина, полиамида и др.



Рис. 1. Общий вид опытно-промышленной установки УВМН – 600-4000.

В основе работы оборудования лежит способ вакуумного распыления немагнитных металлических материалов Mg, Cr., Ti, Ag, Ni, нержавеющей немагнитной стали, графита и др. с помощью магнетронных распылительных устройств на рулонный материал, перематываемый в вакуумной камере. Количество магнетронных распылительных устройств (МРУ) - 2.

Для обеспечения работоспособности оборудования служит вакуумно-призматическая система, представляющая собой трехступенчатую систему создания вакуума: рабочее давление аргона в камере напыления регулируется в пределах $(0,4 \dots 0,7) \cdot 100$ Па.

Разрабатывается технология получения промышленных образцов покрытий на гибкой рулонной подложке:

- Максимальные размеры (ширина рулона), мм 500
- Толщина рулонной основы (пленки, НВМ), мкм 27- 180
- Диапазон рабочих температур, °С от - 30 до + 80

Предлагаемый способ вакуумного напыления позволяет получать многослойные покрытия - 100, 200 и более слоев, при этом, слои могут перемежаться, при использовании двух МРУ.

На рис. 2 и 3 представлены образцы НВМ с многослойным металлическим напылением, используемые для отработки режимов напыления.

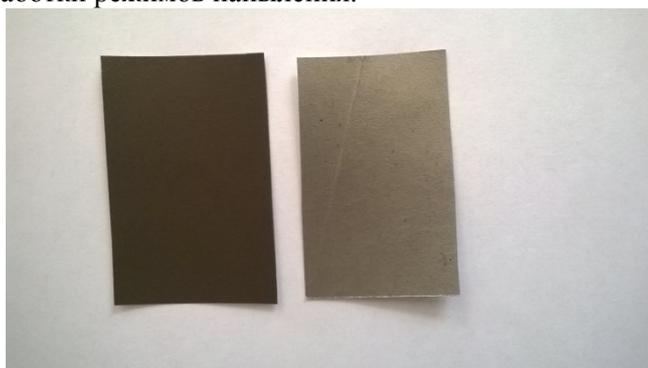


Рис. 2. Внешний вид образцов нетканых материалов с металлизированным покрытием: темный образец - многослойное покрытие титаном и графитом, светлый образец - покрытие оксидом магния.

С увеличением количества наносимых слоев металла меняется и морфология образца НВМ: на рис. 3 приведены изображения поверхности НВМ с титановым покрытием в порядке увеличения количества наносимых слоев.

Проведение химического элементного анализа образцов покрытия позволяет проследить изменение количества наносимого металла.

Наблюдается увеличение количества весовых процентов Ti в образце с увеличением количества прогонов под распыляемой мишенью. Данные по образцам получены и представлены на соответствующих изображениях рис. 3 и в таблице 2.

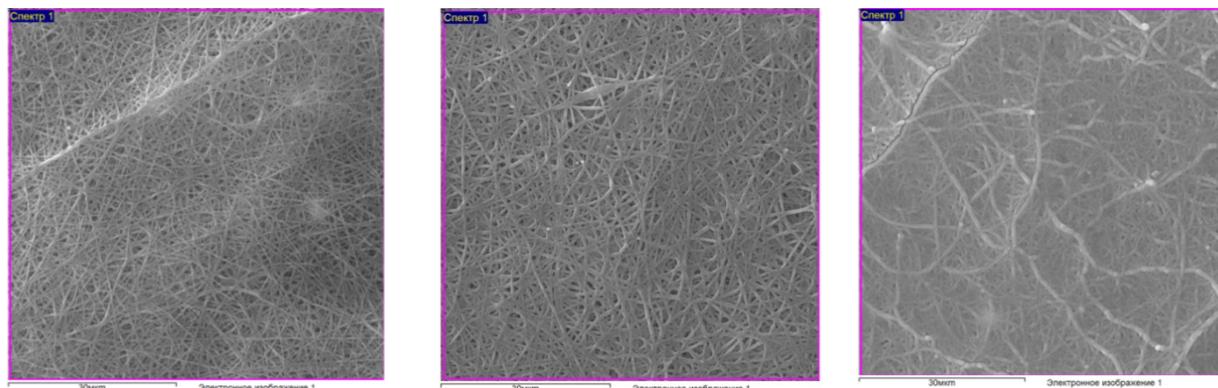


Рис. 3. Изображение морфологии и области энергодисперсионного анализа для определения состава образца №1 (а), образца №2 (б) и образца №3 (в) при увеличении 5000 крат.

Таблица 2 -Результаты химического элементного анализа образцов НВМ на основе фторопласта с титановым покрытием (весовые проценты / атомные проценты).

Образец/ Элемент	C	O	F	Al	Cl	Ti	Cu
№1	29.84	7.37	54.47	0.20	0.33	7.54	0.25
№2	18.58	17.45	33.74	0.40	0.65	28.89	0.29
№3	6.64	25.84	4.77	0.79	0.52	61.13	0.30

Представленная вакуумная рулонная технология и оборудование для нанесения металлизированных покрытий позволяет получать широкий спектр материалов многофункционального назначения для ЭУОУ и электротехнических устройств, энергонакопителей и др.



Рис.4 Стекланные образцы с нанесенным металлическим покрытием различного состава.

На рис. 5 представлены результаты замеров толщины покрытия на стеклянных образцах - свидетелях в зависимости от количества нанесенных слоев.

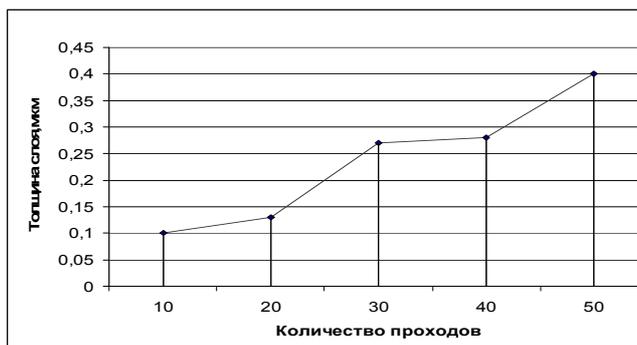


Рис. 5. Зависимость толщины покрытия от количества проходов при напылении.

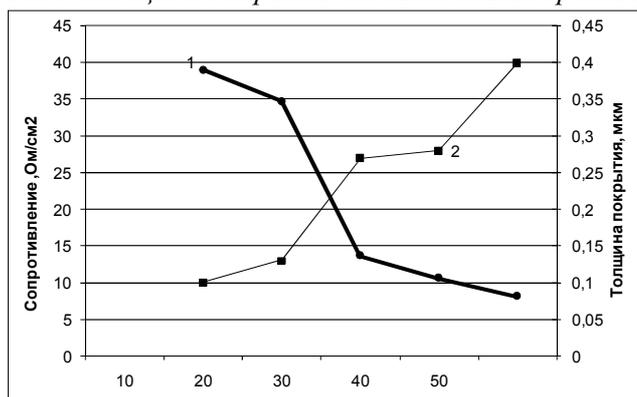


Рис. 6. Соотношение толщины (2) и поверхностного сопротивления (1) покрытия на образце при увеличении количества проходов при напылении.

Литература

1. Вакуумное напыление прозрачных проводящих пленок на подложки с полимерной основой/ Перевозникова Я.В., Перешивайлов В.К., Скупова А.В. /Вопросы электротехнологии. 2015. № 1 (6). С. 28-31.
2. Перевозникова Я.В., Щербакова Н.Н., Колоколова Е.В., Перешивайлов В.К. Определение технологических эксплуатационных характеристик протонпроводящего полимерного электролита. // Современные проблемы науки и образования. – 2015. – № 1; URL: <http://www.science-education.ru/121-19276>
3. Промежуточный технологический контроль процесса получения проводящего слоя на поверхности нановолокнистых материалов/ Щербакова Н.Н., Перешивайлов В.К., Перевозникова Я.В., Слепцов В.В. /Стекло и керамика. 2017. № 9. С. 28-31.
4. Патент РФ 2677551 Способ напыления электропроводящего металл-углеродного многослойного покрытия на ленточную подложку из нетканого волокнистого материала
5. ПМ РФ 182457 Установка вакуумного напыления тонких пленок

В чем причины появления изотопов водорода при трении?

Е.Р. Тютюкин, Е.А. Деулин
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
ert197@ya.ru, deulin@bmstu.ru

Авторами рассмотрены процессы газообмена и возникновения трибоплазмы при сухом трении поверхностей, а также представлены результаты опытов по изучению причин генерации всех трех изотопов водорода в паре трения рубин-сталь.

What are the causes of hydrogen isotopes emergence by friction? E.R.Tyutyukin, E.A.Deulin. The authors considered the processes of gas exchange and the emergence of tribo plasma by dry friction of surfaces, and also presented the results of experiments to study the causes of the generation of all three hydrogen isotopes in a ruby-steel friction pair.

Физические основы газообмена при трении в вакууме

Как известно, реальный контакт двух твердых тел осуществляется на поверхностях отдельных микровыступов. Для металлов с шероховатостью поверхности $Ra > 0.16 \mu\text{m}$, т.е. для большинства поверхностей вакуумных механизмов, осуществляется пластический или упругопластический контакт. Это означает, что контактные напряжения в зоне истинного контакта достигают величины микротвердости и значительно превосходят временное напряжения при разрушении макроскопического образца. Кристаллические решетки контактирующих тел на площадках истинного контакта сближаются на расстояния, соизмеримые с параметром решетки, когда начинают проявляться силы межатомного взаимодействия между атомами обоих тел. При этом адсорбированные атомы оказываются зажатыми между двумя кристаллическими решетками, образуя как бы одно целое. Взаимодействие между атомами обоих тел приводит к изменению энергетического состояния адсорбированных атомов газа: понижаются энергетические барьеры между состояниями адсорбированного атома и атома, растворенного в кристаллической решетке, а также уменьшается глубина энергетического колодца адсорбированного атома. Это способствует растворению адсорбированных атомов в кристаллической решетке, что стимулируется повышенной температурой поверхности.

Газообмен в парах трения

Газовый поток, формирующийся при фрикционном взаимодействии механизмов в вакууме можно представить состоящим из 5 последовательно чередующихся стадий, повторяющихся при каждом цикле взаимодействия контактирующих пар. Эпюры распределения температур и объемных концентраций газа в системе «газ-твёрдое тело» при контактном взаимодействии твердых тел приведены в монографии [1], где на рис. 1.20 (стр.45), где показано, что состояние системы газ-поверхность зависит от величины остаточного давления, распределения температур и концентраций газов, растворённых в приповерхностных слоях. Исходная концентрация газов, растворённых в конструкционных материалах, зависит от степени их обезгаженности и составляет, например, для СО и системы «Н₂ - сталь 1Х18Н10Т» $C_0 = 4 \cdot 10^4 \text{Па} \cdot \text{м}^3 / \text{м}^3$. Исходная концентрация газа, сорбированного на поверхностях (до контактирования) согласно уравнению Ленгмюра, уравнения Генри или уравнения БЭТ и при малых давлениях зависит от температуры поверхности Т, остаточного давления Р, и обычно выражается в виде коэффициента заполнения поверхности сорбатом Θ , Расчёт объёмной концентрации C_s сорбированного на поверхности газа, выраженной в Р·V единицах, для Н₂, сорбированного на стали 1Х18Н10Т.

Процесс газообмена в парах трения наглядно представленный в книге [1] на стр. 45 заканчивается накоплением в приповерхностных слоях контактирующих поверхностей и полученного путем диссоциации молекул атмосферной воды, монослоя атомов водородсорбированных на этих поверхностях.

Появление трибо-плазмы при трении

Помимо газообмена процесс трения сопровождается рядом физических явлений, характеризующих не только газообмен в парах трения, но и **плазменные** процессы, обнаруженные Невшупой Р.А., результаты которых представлены на рис. 1, где наглядно виден характер и форма трибоплазмы, появляющейся при работе фрикционной пары «алмаз-кварцевое стекло», описанные в работе Р.А.Невшупы [2].



Рис. 1. Результаты изменения размера и яркости плазменного облака в процессе трения пары «алмаз-кварцевое стекло».

Развивая положения о газообмене и трибоплазме формируемых в парах трения, приведенные в работах [1,2], необходимо указать, что процесс газообмена, происходящий на базе атомов водорода существует не только в вакууме и при «нормальной» температуре, но даже при температурах 1000-1500 °С, что представлено в работе [3], где показано, что водород в процессе интенсивного трения (прокатки) почти полностью растворяется в материале листа. Этот процесс хорошо виден на рис. 2, где водород, видимый на левом фото (рис.2 а) в виде местных темных скоплений, в процесс прокатки растворяется в материале пары трения (прокатанного листа), что видно на рис.2 б.

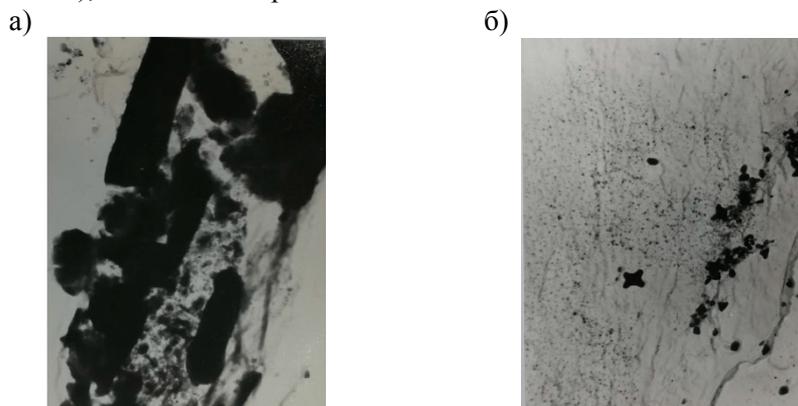


Рис. 2. Лист стали 10Г2ФБ (x20000): а) до прокатки, внутренние поры которого насыщены водородом сорбированных на стенках пор; б) после прокатки, в результате которой водород растворен в толще металла.

Возвращаясь к физике газообмена рассмотрим видимую часть этого процесса, происходящего при трении фрикционных пар в вакууме [1]. Этот процесс обычно принимают состоящим из трех наблюдаемых оператором этапов, представленных на рис.3. Невидимая часть этого процесса хорошо иллюстрируется результатами спектрального анализа изменения потока представленными на рис.3

Генерация изотопов водорода

Говоря о генерации водорода при работе пар трения следует отметить, что появление водорода при работе пар трения в СВВ вакууме уже давно было зафиксировано в ряде работ [4] и хорошо иллюстрируется изменением спектра газовой выделенной вакуумных планетарно-резьбовых и волновых передач на разных этапах, что представлено на рис.3., где наглядно видно 3х кратное увеличение массы водорода (2 а.е.м.) на третьем, заключительном этапе

работы. При этом изменение парциального давления изотопов водорода (дейтерия и трития) не фиксировалось.

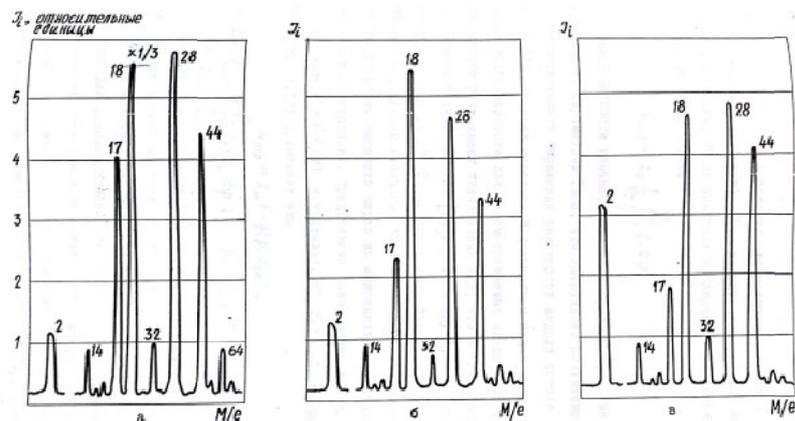


Рис. 3. Масс-спектры газовыделения из герметичной волновой зубчатой передачи (ГВЗП) на различных этапах работы: а - приработка, б – стационарный режим, в – аварийный режим перед отказом.

Исследования, позволяющие увидеть появление двух других (дейтерия, трития) изотопов водорода в парах трения были реализованы авторами с использованием метода ВИМС-анализа.

Так на рис.4 представлены результаты изменения концентрации первого изотопа водорода (H_2 - протия) и второго (D_2 - дейтерия) в куске каменного угля после его истирания. Видно, что объемная концентрация обоих изотопов увеличивается почти в 2 раза. Получаемые значения концентраций изотопов различаются на 4 порядка, что соответствует их разнице в справочной литературе.

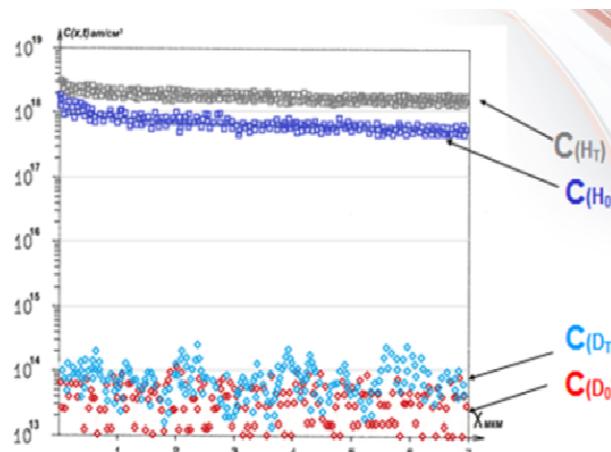


Рис. 4.Изменение объемной концентрации (at/cm^3) изотопов водорода (H_2 , D_2) в куске каменного угля в процессе трения. C_{H_0} C_{HT} для протия до и после трения, C_{D_0} C_{DT} для дейтерия до и после трения.

Появление третьего изотопа водорода (трития) с одной стороны **усложняется** тем, что справочная литература дает значение его концентрации еще на 4 порядка меньше чем для дейтерия. С другой стороны обнаружение его появления в зоне трения **облегчается** тем, что он является единственным радиоактивным изотопом водорода, генерирующим бета излучение. Количественные результаты появления атомов трития в парах трения, полученные методом ВИМС-анализа представлены на рис. 5, который показывает увеличение концентрации трития в резце стали Т15К6 при трении (резании) этого резца о болванку из стали 20

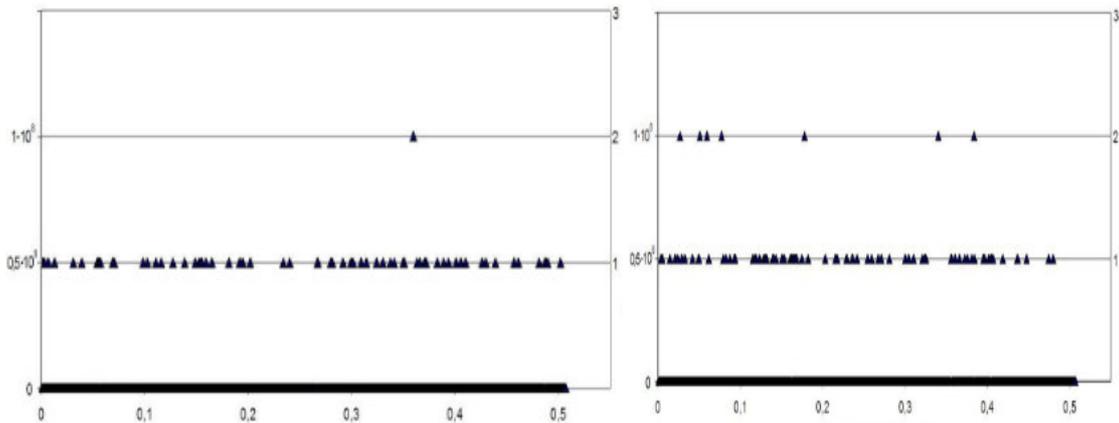


Рис. 5. Распределение концентрации атомов трития в резце из сплава T15K6: до начала резания (слева), и после резания в течении 20 секунд (справа).

Отличительное свойство трития (его радиоактивность) использовалось авторами в ряде экспериментов при трении различных материалов, включая органические. Эксперименты выполнялись с использованием датчика «Радиаскан 701», фиксирующего интенсивность бета излучения, характерного для трития. На рис. 6 представлены результаты накопления трития в замкнутом стеклянном объеме, после циклической работы фрикционной пары «сталь-рубин» в течении 300 суток.

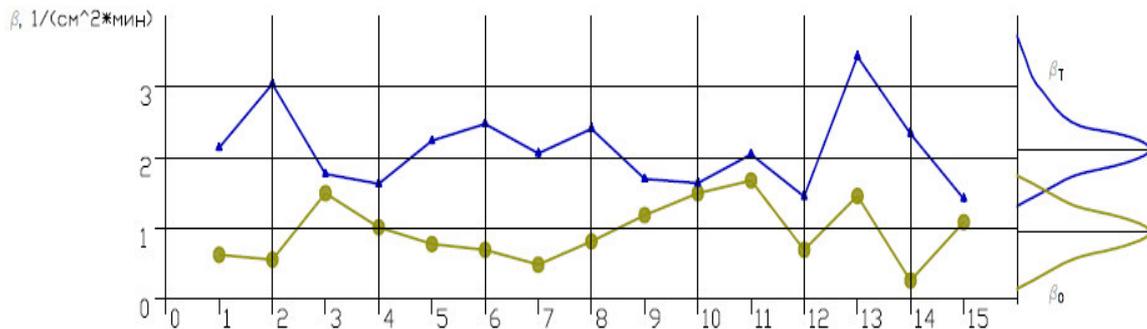


Рис. 6. Функции распределения значений бета-излучения трития накопленного за период 300 дней в камере стенда с парой трения сталь-рубин (верх) и фонового значения бета излучения (низ).

Результаты представленные на рис.6 также показывают, что интенсивность излучения в месте накопления трития в верхней части замкнутого стеклянного объема (верхняя диаграмма) почти в 2 раза превышает фоновое бета-излучение, наблюдаемое в том же помещении также у нижней части упомянутого объема. Учитывая, что все изотопы водорода легче других атмосферных газов и всегда присутствуют в окружающей нас воде (включая молекулы воды в воздухе) и при этом объемная концентрация атомов трития в 10^7 раз меньше, чем концентрация атомов протия, а также в 10^3 меньше чем концентрация атомов дейтерия, поэтому утверждение предполагаемых оппонентов, что тритий мог появиться в объеме из воздуха, выглядят неубедительно.

Анализ перечисленных факторов приводит к убеждению, что увеличение бета излучения в присутствии работающей фрикционной пары является следствием работы этой пары, то есть тритий является результатом «сухого» трения.

Литература

1. Деулин Е. А. Физика вакуумной механики. – М: Горячая линия – Телеком, 2018. – 282 с.
2. Невшупа Р.А. Роль атермических механизмов в активации трибодесорбции и триболоминисценции... // Трение и износ. 2009. Т. 30, №2. С. 118-126
3. Бурова Е.И. (Иконникова) и др. Статистический анализ состава и свойств листовой стали.../Листопрокатное производство/ сб. №4 М. –Металлургия, 1975 с.с 20-32

4. Вагин Н.С. Разработка герметичных волновых зубчатых передач для СВВ оборудования, дисс. к.т.н. М. – 1984г. 216 с.

Исследование электро-импульсного метода синтеза нанокластеров металлов и осаждения их на поверхность пористых материалов методом электрофореза

В.В. Слепцов, В.И. Бердник, А.В. Савкин, А.В. Иванов, Д.Ю. Кукушкин, А.О. Дителева
Москва, ФГБОУВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, д. 4
E-mail: anna.diteleva@mail.ru или skyline34@nxt.ru

21.

В данной работе представлены результаты экспериментов, направленных на исследование условий формирования наночастиц серебра в водных растворах. С этой целью разработана электродная система с вращающимися электродами и межэлектродным расстоянием ~ 100 мкм. На электроды подаются импульсы высокого напряжения наносекундной длительности и генерируются наночастицы металлов при пробое между электродами в дистиллированной воде.

Investigation of electro-impulse method of metal nanoclusters synthesis and their deposition on the surface of porous materials by electrophoresis. V.V.Sleptsov, V.I.Berdnik, A.V.Savkin, A.V.Ivanov, D.Yu.Kukushkin, A.O.Ditleva. This paper presents the results of experiments aimed at studying the conditions for the formation of silver nanoparticles in aqueous solutions. For this purpose, an electrode system featuring rotating electrodes and an interelectrode distance of ~100 μm has been developed. High-voltage nanosecond pulses are applied to the electrodes and metal nanoparticles are generated during the breakdown between electrodes in distilled water.

Наноматериалы и нанотехнологии являются передовым направлением современной науки и техники. Их развитие затрагивает практически все направления человеческой деятельности. Постоянно возрастает интерес к новым направлениям в области получения объектов нанометрового размера (наночастиц, нанопорошков) и к применению их в практике. Размеры наночастиц, как правило, не превышают 100 нм. Они обладают существенно новыми функциональными свойствами. Перспективно применение в медицине, в частности в виде водных растворов наночастиц серебра. Их можно получать как химическим, механическим, так и физическим способом [1-5]. Методы получения таких материалов достаточно хорошо развиты. Одним из направлений развития являются синтез наночастиц. Однако при синтезе наночастиц возникают ограничения, не позволяющие использовать их по тем или иным причинам в ряде областей. В частности для медицины, к таким ограничениям можно отнести недостаточную чистоту получаемого продукта и достаточно большой разброс частиц по размерам. Среди задач современной нанотехнологии на первый план выходит разработка методов повышения однородности синтезируемых наноструктур [1]. Поэтому разработка нового метода диспергирования металлов является актуальной.

В работах [6] рассмотрены явления пробоя между электродами при напряжении на них существенно выше напряжения пробоя по постоянному току. Показано, что при подаче на электроды импульсов напряжения с временем нарастания ~ 10-9с искажение поля на микроостриях достигает 10-1000 раз, происходит резкий нагрев микроострий токами автоэмиссии и последующее их испарение взрывного характера [8]. В данной работе разработана установка, в которой применена электродная система с вращающимися серебряными электродами с

межэлектродным расстоянием ~ 100 мкм. Наночастицы серебра формируются при пробое электродной системы наносекундными импульсами напряжения в дистиллированной воде.

Экспериментальная часть

В экспериментах для формирования напряжения с наносекундным временем нарастания и генерирования наночастиц серебра в водных растворах применена схема (рис. 1) на базе специально сконструированного неуправляемого воздушного разрядника Р с плоскими электродами и межэлектродным расстоянием $d \approx 1$ мм и разрядной камеры КР с вращающимися серебряными электродами и межэлектродным расстоянием ~ 100 мкм.

В разрядную камеру КР в виде резервуара из изолирующего материала, в котором циркулирует дистиллированная вода, помещены вращающиеся серебряные электроды. В качестве балластного резистора $R_1 \approx 40$ кОм применен резистор типа КЭВ 50. Номинал высоковольтного конденсатора типа КВИ 3 составляет $C = 1000$ пФ. Величина измерительного резистора типа ТВО составляет $R_2 = 0.08$ Ом $\pm 5\%$. Он составлен из 12 безиндуктивных резисторов $R \approx 1$ Ом типа ТВО 2, спаянных параллельно.

Экспериментально исследовались конструкции с электродами трех типов, представленные на рис. 2.

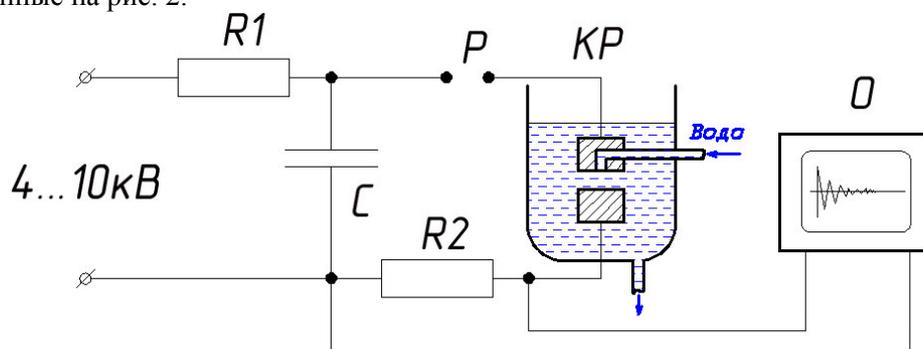
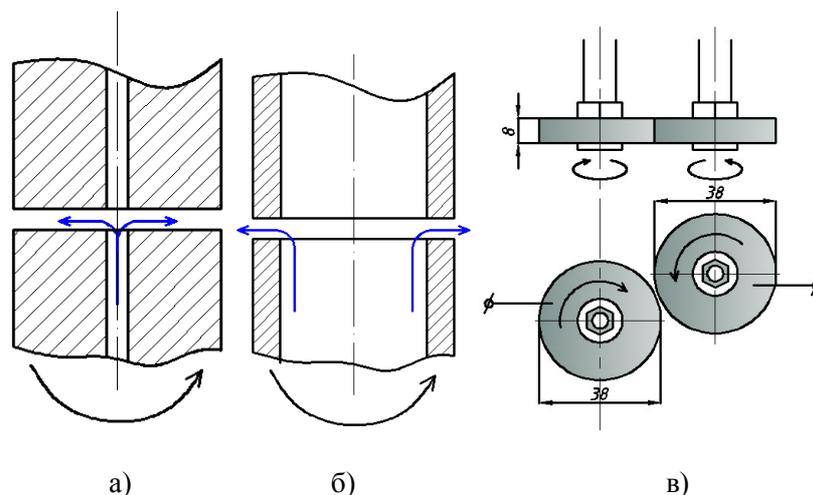


Рис. 1. Структурная схема генерирования наночастиц металла при пробое в дистиллированной воде.

R_1 – балластный резистор, C – высоковольтный конденсатор, P – воздушный разрядник, KP – разрядная камера, R_2 – измерительный резистор, O – осциллограф.



а) – цилиндрические, б) – трубчатые, в) – дисковые.
Рис. 2. Конструкции с электродами трех типов.

При подаче переменного напряжения $U = 4-6$ кВ с частотой 50 Гц от трансформатора типа F.A.R.T. 10000 V 45 mA срабатывает воздушный разрядник Р и на электродную систему разрядной камеры КР подается напряжение с наносекундным временем нарастания.

Наночастицы серебра формируются при пробое электродной системы с перенапряжением. Ток разряда и напряжение при пробое воздушного разрядника регистрируются осциллографом O. При измерениях использовался осциллограф типа TDS2014C и стандартный делитель напряжения типа P6015A. Полоса пропускания осциллографа составляет 100 МГц.

Частота срабатываний определяется величиной балластного резистора $R1 \approx 40$ кОм и составляет $f \approx 1/3RC$. Характерная осциллограмма напряжения на конденсаторе С при пробое воздушного разрядника представлена на рис. 3.

Из осциллограммы (рис. 3) видно, что на каждой полувольте переменного напряжения от трансформатора (положительной и отрицательной полярности) воздушный разрядник пробивается примерно 25 раз и конденсатор С циклически перезаряжается до $U_{пр} = 4-6$ кВ. Воздушный разрядник имеет разброс напряжения пробоя $U_{пр}$ в указанных пределах [7]. Частота срабатывания разрядника составляет $f \approx 2 \times 100 = 2$ кГц. Вследствие срабатывания воздушного разрядника формируется импульс напряжения [8] с временем нарастания $t \approx 10$ нс, который подается на вращающиеся серебряные электроды разрядной камеры КР [7]. Осциллограмма импульса представлена рис. 4.

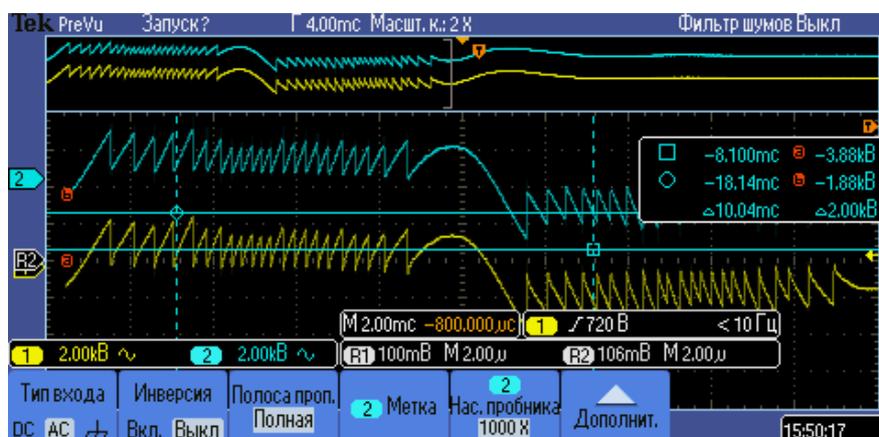


Рис. 3. Характерная осциллограмма напряжения на конденсаторе С при пробое воздушного разрядника.

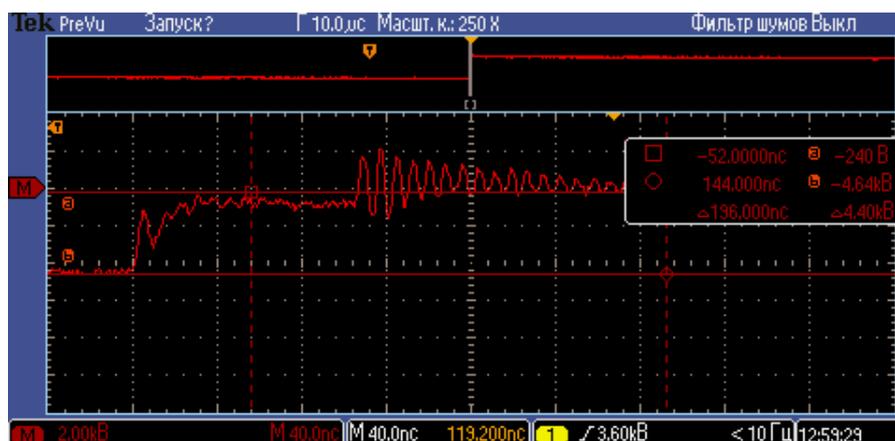


Рис. 4. Осциллограмма импульса напряжения, формируемого при срабатывании воздушного разрядника.

Из осциллограммы (рис. 4) видно, что амплитуда импульса $U_i \approx 4,6$ кВ. Спустя время запаздывания $t_z \approx 100$ нс возникают затухающие колебания из-за пробоя между электродами разрядной камеры КР.

Осциллограмма импульса напряжения UR2, зарегистрированного на измерительном резисторе R2 при пробое между вращающимися серебряными электродами разрядной камеры КР, представлена на рис. 5.

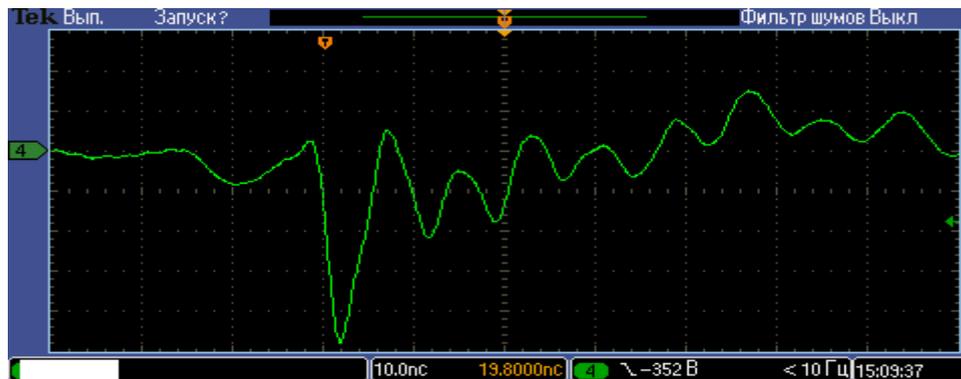


Рис. 5. Осциллограмма импульса напряжения U_{R2} , зарегистрированного на измерительном резисторе R_2 при пробое между электродами разрядной камеры КР.

Форма осциллограммы (рисунок 5) повторяет форму тока $I_{пр} = U_{R2} / R_2$ при пробое между электродами разрядной камеры, так как измерительный резистор R_2 , включенный последовательно, представляет собой чисто активное сопротивление. Из осциллограммы следует, что частота затухающих колебаний тока $f_3 \approx 125$ МГц. Оценка [9] индуктивности разрядного контура L проводилась согласно выражению (1):

$$L = \frac{1}{4\pi^2 f^2 C} \quad (1)$$

Величина индуктивности $L \approx 1,6$ нГн. Расчет сопротивления разрядного контура R_k проводился согласно выражению (2):

$$R_k = \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (2)$$

Величина сопротивления разрядного контура составляет $R_k \approx 1,3$ Ом

Анализируя осциллограммы (рисунки 4, 5) можно сделать следующие выводы:

1. Ток при пробое между электродами разрядной камеры представляет собой затухающие колебания с частотой $f_3 \approx 125$ МГц;
2. Амплитуда тока $I_{пр} \leq 1,6$ кА;
3. Время запаздывания пробоя между электродами разрядной камеры относительно пробоя воздушного разрядника $T_{зап} \leq 100$ нс;
4. Погрешность оценки $I_{пр}$ не превышает 20 %, с учетом того что измерительный резистор R_2 составляет не более 10 % от сопротивления разрядного контура $R_k \approx 1,3$ Ом

В результате пробоя между вращающимися серебряными электродами разрядной камеры КР формируются коллоидные растворы наночастиц серебра. Полученные растворы исследовались с помощью методов электронной микроскопии [10, 11]. Исследование размеров частиц проводилось на сканирующем туннельном микроскопе СТМ НТК «УМКА».

Характеристики туннельного микроскопа НТК «Умка»:

Поле сканирования (мкм).....	5x5
Разрешение в плоскости образца (нм) не хуже.....	0.02
Разрешение по вертикали (нм) не хуже.....	0.01
Ток сканирования (пА).....	20 — 5000
Напряжение на зазоре (В).....	+/-0.01—2,5
Размер образца (мм).....	8x8x0.52
с атомарным разрешением (3*3 нм) не более.....	2 сек

Результаты анализа распределения частиц по размерам в коллоидном растворе представлены на рис. 6.

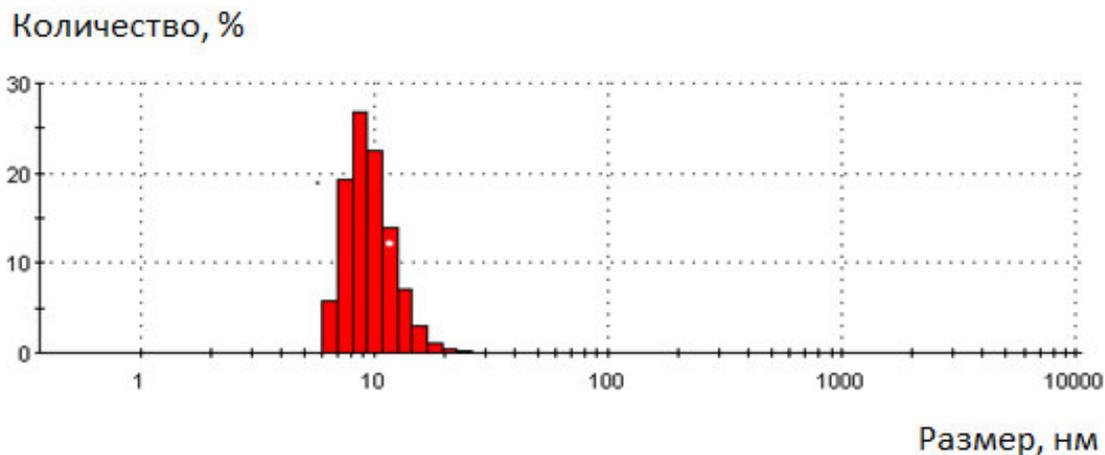


Рис. 6. Результаты анализа распределения частиц по размерам в коллоидном растворе.

Были исследованы спектры растворов серебра при различных концентрациях от 5 мг/л до 150 мг/л. При исследованиях использовался спектрофотометр WTWpHotoLab 6600, UV-VIS. На графике (рис. 7) видно, что практически пропорционально росту концентрации растет интенсивность поглощения в области 380÷390 нм.

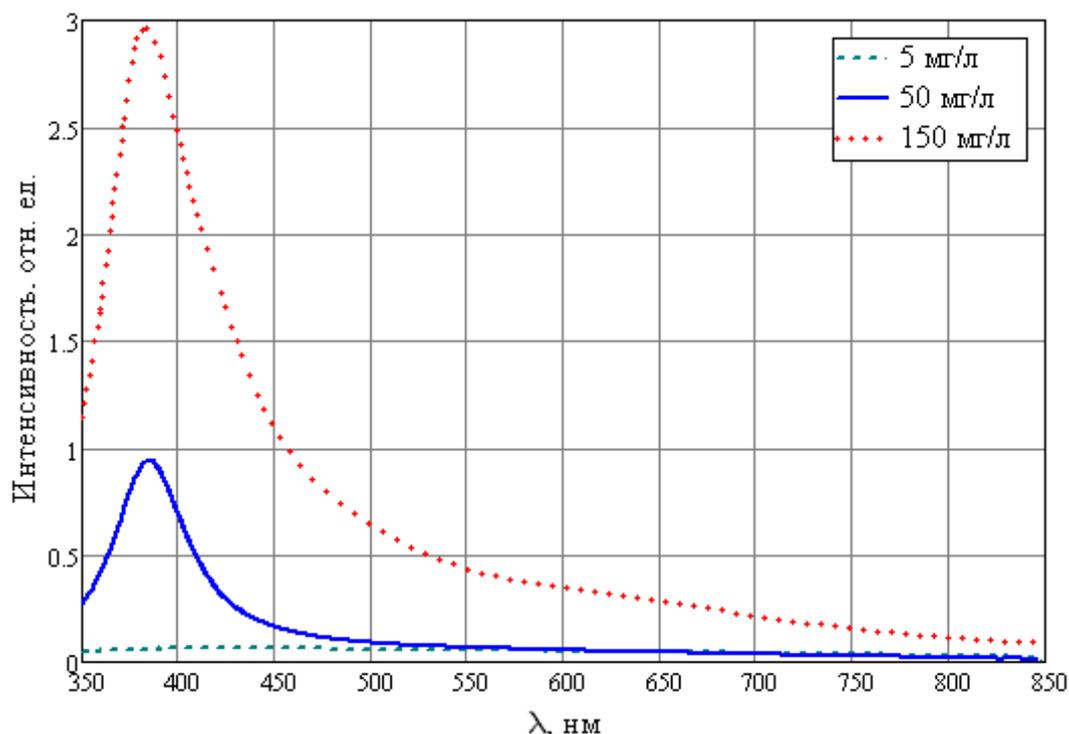


Рис. 7. Спектры растворов серебра при различных значениях концентрации растворов.

Анализ графиков (рисунки 6,7) показывает, что характерные размеры частиц серебра в исследованных коллоидных растворах не превышают 20-25 нм. Максимум излучения 390 нм, полуширина спектров на уровне 0,5 ÷ 50 нм.

В исследованиях, использовалась серийная углеродная ткань бусофит Т-40 и схожие углеродные материалы Бусофит Т-1, Бусофит - Т, Бусофит - ТМ-4. На нити бусофита осуществлялось нанесение нанокластеров никеля и серебра из гидрозоля. При таком режиме

синтеза были получены коллоидные растворы серебра и никеля, в которых исходные размеры нанокластеров составляли 25-40 нм и 2-10 нм соответственно.

Металлизации бусофитананокластерами металлов методом электрофореза проводилась в реакторе, в котором углеродная высокопористая ткань типа «Бусофит» помещалась между электродами, после чего реактор заполнялся коллоидным раствором с нанокластерами серебра или никеля и подключался к источнику питания переменного тока напряжением 40 В. Коллоидные частицы имеют заряд, поэтому они могут двигаться в электрическом поле. Достигая электрода, частицы теряют заряд и слипаются — коллоидный раствор коагулирует на поверхности материала. На рис. 8 представлены снимки металлизированных волокон бусофита, полученные с помощью электронно-лучевого микроскопа. Как видно, никель осаждается на бусофит тонким слоем, а серебро на поверхности бусофита формируется в виде крупных наночастиц и кристаллитов, развивая поверхность волокна. Эксперимент по осаждению серебра на предварительно металлизированные никелем волокна бусофита также не позволил получить единый слой серебра, которое осаждалось на подслое никеля так же как и на исходный бусофит. По-видимому, такой результат металлизации связан с исходным размером нанокластеров металлов, тонкопленочные покрытия получают из нанокластеров с размерами 2-10 нм, а наночастицы и кристаллиты формируются из нанокластеров более крупной фракции.

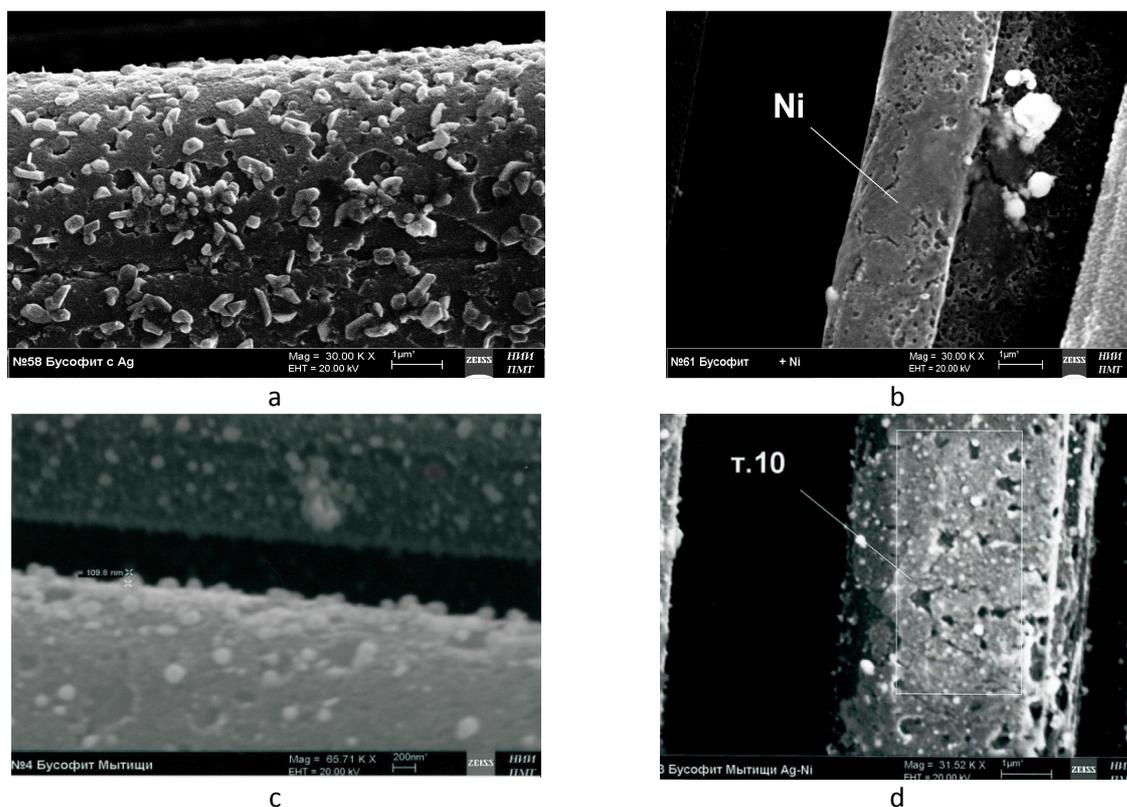


Рис. 8. Нить бусофита металлизированная серебром (а), никелем (b), серебром по никелю (с, d).

3. Выводы

Показана возможность металлизации пористых материалов нанокластерами металлов методом электрофореза без снижения их исходной пористости. Такая обработка даёт возможность формирования покрытия на всей поверхности высокопористого материала, что снижает электрическое сопротивление и стабилизирует параметры электродного материала.

Благодарности

Работа выполняется при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России. Соглашение о предоставлении субсидий № 14.577.21.0275 от 26.09.2017. Уникальный идентификатор RFMEFI57717X0275.

Литература

1. Ремпель А. А., Валеева А. А. Материалы и методы нанотехнологий: учеб. пособие — Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2015. — 136с.
2. Борисенко В.Е., Воробьева А.И., Уткина Е.А. Нанозлектроника: учебное пособие — М.: БИНОМ, 2011.
3. Фостер Л. Нанотехнологии, наука, инновации и возможности— М.:Техносфера, 2008. — 352 с.
4. Кобаяси Н. Введение в нанотехнологию — М.: Бином. Лаборатория знаний, 2007. с.134.
5. Сергеев Г.Б. Нанохимия— 2-е изд. — М.: МГУ, 2007. — 148с.
6. Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника —М.: Наука, 2004. —704 с.
7. Киселев Ю. В., Черепанов В. П. Искровые разрядники. М., 1976.
8. Месяц Г.А. Генерирование мощных наносекундных импульсов М.: Советское радио, 1974. — 256 с.
9. Атабеков Г.И. Теоретические основы электротехники. Линейные электрические цепи. – М.: Лань, 2009.
10. Крушенко Г.Г., Решетникова С.Н. Проблемы определения размеров наночастиц // Технологические процессы и материалы. Вестник СибГАУ 2011. №2. С. 167-170 .
11. Власова А. И., Елсуков К. А., Косолапов И. А. Электронная микроскопия : учеб. пособие – М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. – 168 с. : ил. (Библиотека «Наноинженерия» : в 17 кн. Кн. 11).

СЕКЦИЯ 4

ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС. ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ

Точность воспроизведения параметров солнечного излучения как действующего фактора космического пространства при проведении тепловвакуумных испытаний с использованием имитатора солнечного излучения

С.Б. Нестеров, А.А. Филатов

*Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А.Векинского
anthonyfilatov@gmail.com*

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. 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.

Accuracy of the reproduction of solar radiation parameters as an active factor in outer space by thermal vacuum tests with a solar radiation simulator. S.B.Nesterov, A.A.Filatov. Consideration is based on the ray tracing method to simulate the effects of radiation heat transfer. The simulation is based on the ability to import a 3D vacuum model. installation and simplified 3D-model of the test spacecraft in the radial model. Consideration of optical properties of the vacuum installation surfaces and spacecraft (absorption, scattering, specular reflection) allows one to simulate radiant surfaces fluxes with good accuracy. This approach allows one to optimize the performance of heat vacuum tests in terms of the location of the spacecraft inside the vacuum installation, test modes and requirements for accuracy factors of outer space. Issues of increasing accuracy reproduction of acting factors of outer space in large-sized heat vacuum installation stands with sun simulators are viewed. The method of optimal mutual arrangements in vacuum chamber and sun simulator is discussed.

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 сформулировать 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.

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%.

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 вычисляется угловое 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.

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.

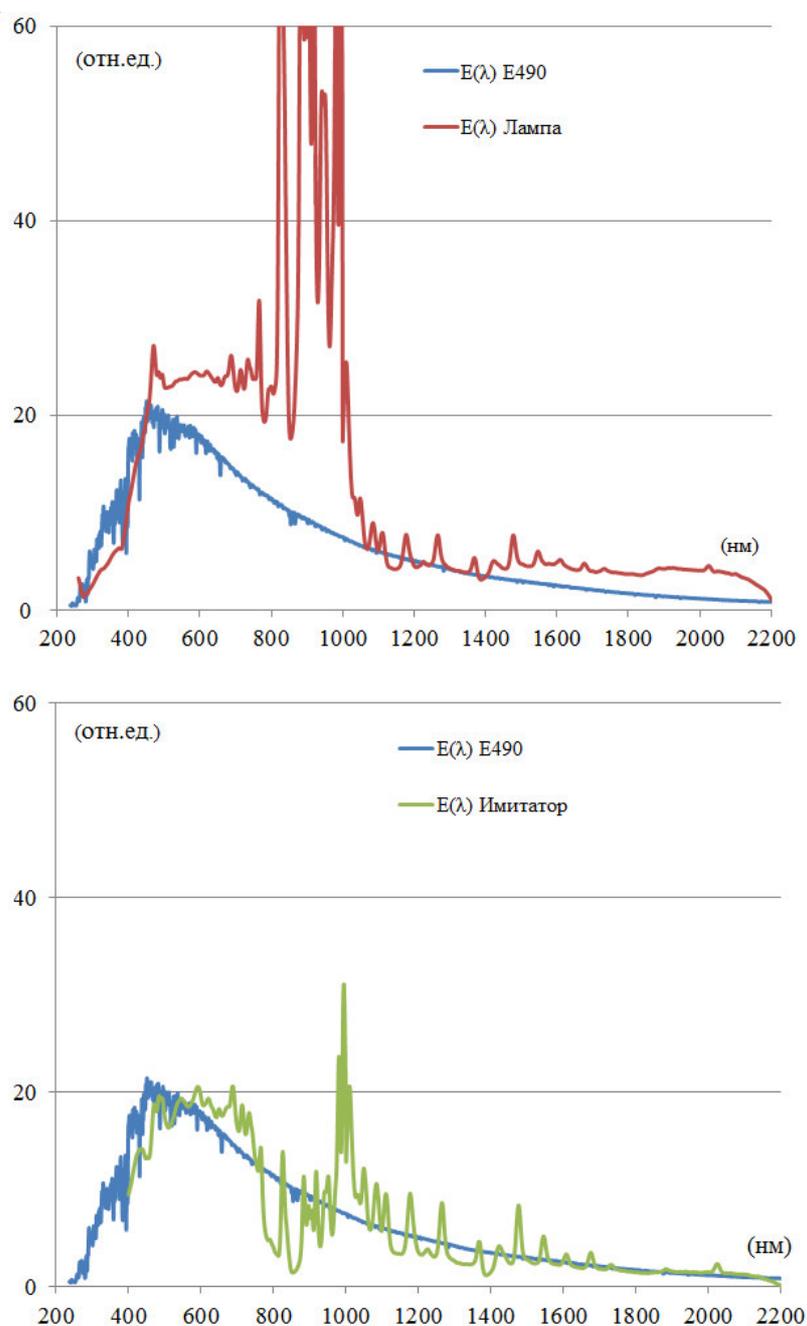


Рис. 1. Спектр ксеноновой лампы в сравнении со спектром внеатмосферного солнца (сверху) и спектр имитатора в сравнении со спектром внеатмосферного солнца (снизу).

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

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, имитирующее 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 рассеянного 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 теплопритоков, обусловленных излучением имитатора солнца и излучением нагретых тел в вакуумной установке, дающих вклад в радиационный теплообмен, в

тепловую модель (например, ANSYS ®) для расчета и моделирования эффектов тепло- и массопереноса.

Выводы

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 теплопритоков 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

Распределение концентрации в собственной атмосфере космического аппарата при наличии течи

Л.Н. Розанов, А.Ю. Скрябнев

*Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая д.29*

Рассматривается теоретическое и экспериментальное определение распределение концентрации остаточных газов в собственной атмосфере космического аппарата при наличии точечной течи. Внешняя поверхность корпуса считается свободной от дополнительной аппаратуры. Экспериментальное исследование проводится при помощи вычислительного эксперимента методом статистических испытаний. Показано, что распределение концентраций зависит от четвёртой степени расстояния до места течи. Теоретические результаты хорошо совпадают с вычислительным экспериментом.

Concentration distribution in the own atmosphere of the space apparatus with a leak. L.N.Rozanov, A.Y.Scrybnev. Theoretical and experimental investigation of the concentration distribution in the own atmosphere of the space apparatus with a point leak is presented. The experimental investigation was made with the Monte-Carlo method. It is stated that concentration distribution depends on the fourth degree of the distance to the place of the leak. Theoretical results coincide with calculation experiment.

Введение

Теоретическое определение распределения концентрации газа в собственной атмосфере космического аппарата (КА) при различных режимах течения газа рассматривалось в работах [3,4]. Мониторингу герметичности Международной космической станции (МКС) посвящены работы [1,2,5,6]. При возникновении течи в КА происходит истечение газа из внутреннего объема КА в космос. Давление в собственной атмосфере КА составляет для МКС $10^{-5} \dots 10^{-6}$ Па. При таких давлениях течение газа, выходящего из КА в космос, будет осуществляться в молекулярном режиме.

В данной работе теоретические результаты определения распределения концентрации газа в собственной атмосфере КА при истечении газа из точечной течи в молекулярном режиме

проверяются экспериментальным исследованием такой же задачи методом статистических испытаний (метод Монте-Карло). Движение отдельных молекул разреженного газа описывается законами статистической физики. Проследив траектории достаточно большого количества молекул, можно получить наглядную картину течения газа и вычислить требуемые параметры распределения.

1. Теоретическое исследование

При молекулярном режиме течения, вероятность вылета молекул с поверхности равна удвоенному произведению относительного телесного угла на косинус угла между нормалью к поверхности и направлению вылета (рис. 1) [7]

$$dP = \cos \gamma d\omega / \pi \quad (1)$$

$$d\omega = dS \cos \gamma / R^2 \quad (2)$$

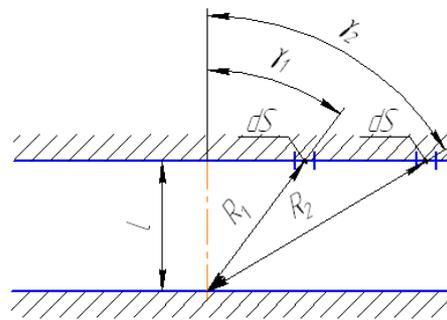


Рис. 1. Схема вылета молекулы из плоского источника.

Тогда для плоскости расположенной на расстоянии l от поверхности вылета вероятность попадания молекулы на площадки dS , расположенные на расстоянии R_1 и R_2 :

$$dP_{R_1} = \frac{\cos^2 \gamma_1}{\pi R_1^2} dS \quad (3)$$

$$dP_{R_2} = \frac{\cos^2 \gamma_2}{\pi R_2^2} dS \quad (4)$$

С учетом того, что $\cos \gamma = l/R$, отношение (3) и (4) можно записать как:

$$\frac{dP_{R_1}}{dP_{R_2}} = \frac{\frac{l^2}{R_1^2 \pi R_1^2} dS}{\frac{l^2}{R_2^2 \pi R_2^2} dS} = \frac{R_2^4}{R_1^4} \quad (5)$$

При молекулярном режиме течения концентрация газа в точке, прямо пропорциональна вероятности попадания молекул. Таким образом, согласно (5) концентрация газа при молекулярном режиме обратно пропорциональна четвертой степени расстояния до места течи.

2. Моделирование методом Монте-Карло

Моделирование осуществляется в прямоугольной трехмерной системе координат. Частица вылетает из точки с координатами (0;0;0). Параметрами, характеризующими полет частицы, являются углы φ и θ . (рис 2).

При вылете молекул из точечного плоского источника, вероятность вылета пропорциональна косинусу угла между нормалью к поверхности и направлением вылета [7]. Для соблюдения этого правила угол θ необходимо вычислять по следующей формуле:

$$\theta = \arcsin \sqrt{\xi} \quad (6)$$

Угол φ может быть произвольным, следовательно:

$$Fi = 2 \cdot \pi \cdot \nu \quad (7)$$

Случайные числа ξ и ν равномерно распределены на отрезке $[0;1]$ и должны определяться с помощью датчика случайных чисел.

Результаты моделирования рассматриваются как распределение концентрации следов траекторий молекул по плоскости. (рис.2). Исследуется плоскость радиуса R , параллельная плоскости xu и установленная на высоте H от плоскости вылета частиц. Данная плоскость разбивается на Nsh_p колец, центр которых лежит в точке $(0;0;H)$, с шагом Sh_p . Таким образом, для i -го кольца внутренний диаметр равен $(i-1) \cdot Sh_p$, а внешний $i \cdot Sh_p$. Для каждой запущенной частицы вычисляется, в какое из колец она попадет.

В результате обработки всех частиц формируется массив $mass_p$, каждый элемент которого соответствует количеству частиц попавших в определенное кольцо плоскости.

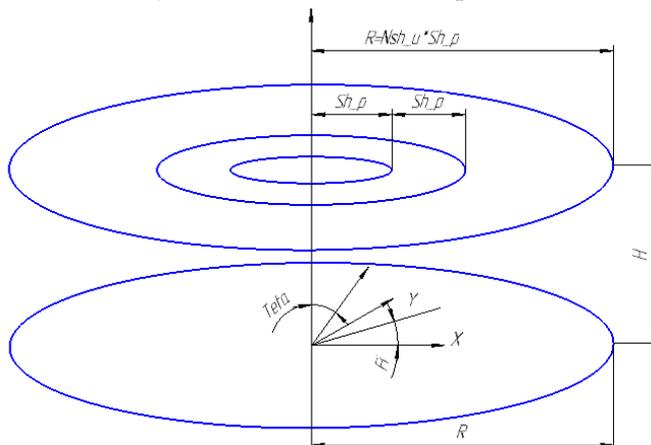


Рис. 2. Схема моделирования полета частицы.

После обработки всех частиц для каждого кольца вычисляется параметр NQ по формуле:

$$NQ_i = N_i / (S_i \cdot Nch_nom), \quad (8)$$

где N_i – число частиц попавших в i -е кольцо,

S_i – площадь i -го кольца,

Nch_nom – общее число запущенных частиц.

Параметр NQ отражает долю частиц попавших в определенное кольцо на единицу поверхности. Давление газа и концентрация прямопропорциональны значению параметра NQ .

2.1 Алгоритм моделирования

1. Ввод исходных данных.
2. Обнуление счетчика частиц, для которых произведен расчет.
3. Запуск частицы, с помощью ДСЧ задаются начальные параметры полета молекулы (углы Fi и $Teta$ по (7), (6)).
4. Сортировка. Определяется, в какое из колец расчетной плоскости попала частица. После этого запускается следующая частица и к счетчику частиц прибавляется единица.
5. Обработка результатов. На основании полученных массивов $mass_p$ и $mass_ud$ производится расчет параметра NQ по (8) и расчет давлений. Полученные результаты записываются в отдельные файлы, которые можно использовать для построения графических зависимостей.

Для определения параметра NQ было произведен расчет со следующими исходными данными:

Радиус исследуемой поверхности, $R = 10000$ мм;

Высота установки плоскости над поверхностью ЭВТИ, $H = 2000$ мм;

Количество шагов при исследовании плоскости, $Nsh_p = 500$;

Количество испытаний, $Nsh_p = 10000000$.

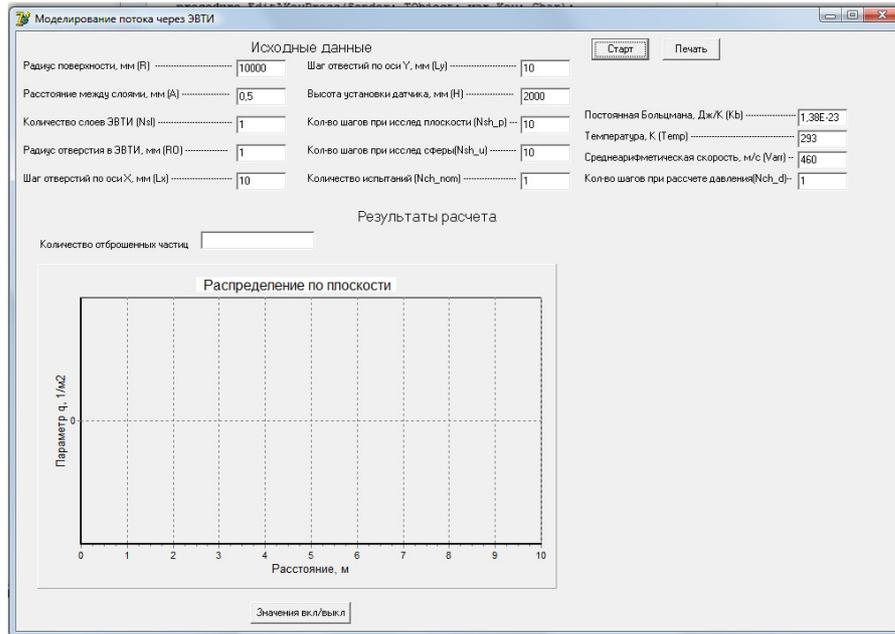


Рис. 3. Пользовательский интерфейс программы моделирования.

Пользовательский интерфейс показан на рис.3, а результаты моделирования представлены на рис. 4.

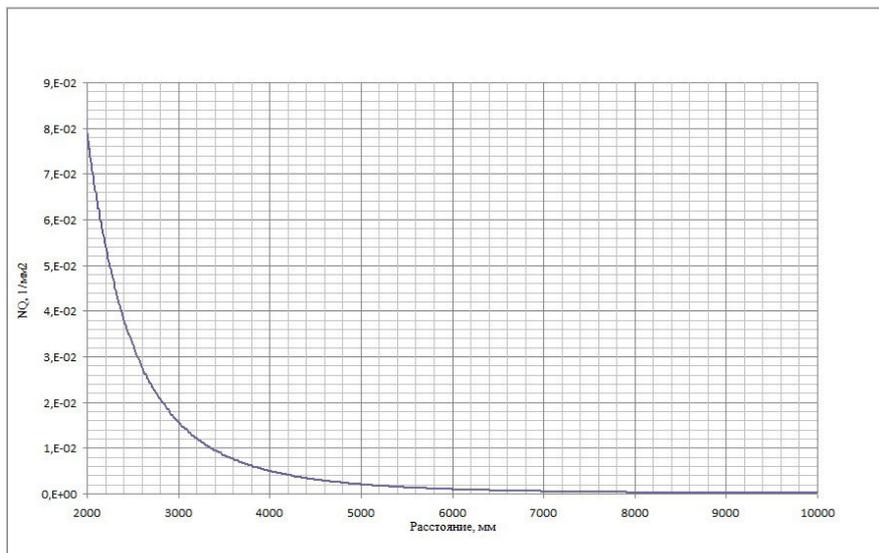


Рис. 1. Распределение молекул для H = 2000 мм.

Аппроксимация зависимости, показанной на рис. 4 методом наименьших квадратов к виду $NQ(x)=ax^n$ дает выражение $NQ(x)=10^{12}x^{-3,999}$, где x – расстояние от течи до точки измерения параметра NQ . При этом величина достоверности аппроксимации $R^2=1$. Величина достоверности аппроксимации рассчитана с помощью выражения:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (Y_i^2) - \frac{(\sum_{i=1}^n Y_i)^2}{n}} \quad (9)$$

где Y_i – значения, полученные в результате моделирования, \bar{Y}_i – аппроксимированные значения. Таким образом, при моделировании молекулярных потоков результаты полученные аналитически (выражение (5) и методом Монте-Карло ($NQ(x)=10^{12}x^{-3,999}$) хорошо согласуются между собой.

3. Заключение

При определении распределения концентрации газа в собственной атмосфере КА, возникающей при наличии течи в его корпусе, показано, что концентрация и давление газа зависят в четвёртой степени от расстояния до места течи. Результаты полученные с помощью аналитических расчетов и с помощью моделирования хорошо согласуются. Мониторинг герметичности КА может осуществляться непрерывным анализом показаний вакуумметрических датчиков, расположенных на внешней поверхности КА.

Литература

1. Андропова Т.П. Опыт разработки и эксплуатации систем контроля давления и герметизации для обитаемых космических аппаратов. НТВ СПбГТУ, 2000, № 4, С. 25-28.
2. Рабинович Б.А., Юревич Е.И. Системы измерения и контроля параметров газовых и жидких сред на космических аппаратах. – СПб., Изд-во Политехн. ун-та, 2014, 132 с.
3. Розанов Л.Н. Манометрический метод определения герметичности крупных объектов // Вакуумная техника и технология. Т. 19, № 3, 2009, С. 179-184.
4. Розанов Л.Н., Скрябнев А.Ю. Течение газа через круглый трубопровод при большом перепаде давления // Вакуумная техника и технология. – Т.20. №1.2010, С. 3-8.
5. Андропова Т., Ксенофонтов В., Малейко Л. и Юревич Е. Опыт разработки и эксплуатации систем контроля давления и герметичности для обитаемых космических аппаратов НТВ СПбГТУ, (2000), 4, с.25-28.
6. Гапонов В.А., Розанов Л.Н., Ратушный Д.В., Дружинин В.Г. Мониторинг герметичности космического аппарата. Робототехника и техническая кибернетика (2016) 1(10).
7. Розанов Л.Н. Вакуумная техника. М, ВШ, 2007, 393стр.

Имитация климатических условий поверхности Марса при проведении тепловакуумных испытаний посадочного аппарата в термовакуумной камере

А.Ю. Кочетков,

г. Химки АО «НПО им. С.А. Лавочкина», kochetkov@laspace.ru

В статье рассматривается вопрос об имитации климатических условий поверхности Марса при наземной тепловакуумной отработке посадочного аппарата в универсальной термовакуумной камере.

Imitation of the climatic conditions of the Mars surface during the heat vacuum tests of the landing vehicle in the thermal vacuum chamber. A.Yu. Kochetkov. The article discusses the issue of imitating the climatic conditions of Mars during ground-based thermal vacuum testing of a landing vehicle in a universal thermal vacuum chamber.

Основная задача тепловакуумных испытаний космических аппаратов на этапе наземной экспериментальной отработки является проверка проектных решений. При этом проблема состоит в адекватном воспроизведении натуральных условий эксплуатации. Имеющееся

экспериментальное оборудование носит универсальный характер. Существующие термовакуумные камеры или барокамеры способны воспроизводить параметры космического вакуума или атмосферы Земли с различными параметрами. Экспериментальных установок, способных воспроизводить параметры атмосферы Марса в Российской Федерации нет. Постройка специального стенда влечёт за собой большие материальные затраты. В данной ситуации решающее значение играет методика испытаний, отражающая специфику универсального испытательного оборудования и особенности натуральных условий эксплуатации космического аппарата.

Атмосфера Марса имеет сложную структуру и быстроменяющиеся параметры, поэтому при моделировании принимают следующие допущения:

- поток солнечного излучения на орбите изменяется в среднем от 495 до 750 Вт/м²;
- продолжительность суток 24,6 часа;
- состав атмосферы 100% CO₂;
- давление на поверхности от 400 до 1900 Па (от 4 до 19 мбар);
- температура поверхности днём 293 до 303 К;
- температура поверхности ночью от минус 120 до минус 100 °С;
- температура атмосферы днём от 0 до 30 °С;
- температура атмосферы ночью от минус 120 до минус 100 °С .

Атмосфера Марса также характеризуется сильными ветрами до 40 м/с, порывами до 100 м/с и высоким содержанием пыли. Имитация пылевой бури в термовакуумной камере отдельная задача, и она выходит за рамки данной статьи.

На рис. 1 представлена схема внешних условий атмосферы Марса и влияние их на посадочный аппарат.

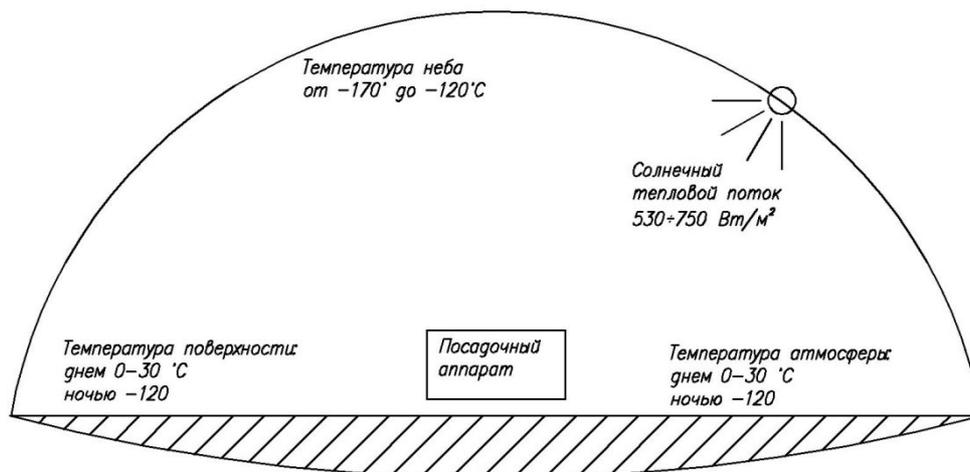


Рис. 1. Схема внешних условий атмосферы Марса и влияние их на посадочный аппарат.

Для имитации климатических условий поверхности Марса необходимо иметь испытательный стенд, способный воспроизводить вышеперечисленные условия. Это должна быть термовакуумная камера, оснащённая системами, обладающими следующими характеристиками:

- криогенными экранами, имеющими температуру минус 120 до 30 °С;
- имитатор Солнца с плотностью теплового потока от 495 до 750 Вт/м²;
- инфракрасный излучатель, имитирующий излучение от поверхности планеты;
- рабочий объём термовакуумной камеры должен быть заполнен CO₂ с контролируемым давлением от 400 до 1900 Па.

Как было сказано выше: термовакуумная камера, обладающая вышеперечисленными характеристиками в РФ, отсутствует.

Все имеющиеся термовакуумные камеры спроектированы и используются для имитации «холодного» космического пространства, соответственно оснащённые азотными криогенными экранами и работают при давлении не выше 1,33x10⁻³ Па (1x10⁻⁵ мм рт.ст). Средне интегральная температура такого экрана обычно составляет минус 170 °С или 100 К.

Также некоторые части азотного экрана имеют температуру близкую к температуре кипения жидкого азота при атмосферном давлении, т.е. минус 196 °С или 87 К. Схема термовакuumной камеры представлена на рис. 2.

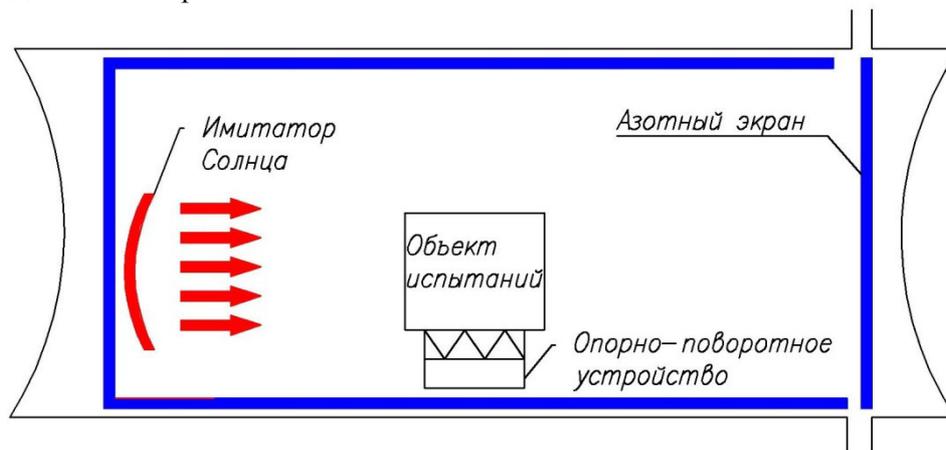


Рис. 2. Схема термовакuumной камеры.

Постройка специальной термовакuumной камеры для испытаний единственного экспериментального аппарата неоправданно затратна. Поэтому целесообразно рассмотреть вопрос о проведении тепловакuumных испытаний в имеющейся термовакuumной камере.

При давлении 400 до 1900 Па, которое необходимо создавать в рабочем объёме вакуумной камеры, конвективная составляющая теплообмена вносит существенный вклад в теплообмен между космическим аппаратом и окружающей средой, поэтому пренебречь им нельзя. При имитации атмосферы Марса необходимо воспроизведение газовой среды. Атмосфера Марса имеет следующий состав:

- 95% углекислый газ;
- 2,7% азот;
- 1,6% аргон;
- остальное – примеси: угарный газ, атомарный кислород, неон, криптон, ксенон, пары воды.

В [1] даны термодинамические свойства углекислого газа. Температура сублимации при давлении 100 Па составляет около минус 130 °С.

При проведении тепловакuumных испытаний в имеющейся сегодня универсальной термовакuumной камере необходимо создавать давление углекислого газа от 400 до 1900 Па. При этом температура криогенных экранов должна поддерживаться на уровне минус 120 °С до минус 80 °С. Азотные экраны имеют температуру от минус 170 до минус 196 °С. Конструкция имеющихся азотных экранов не позволяет устанавливать заданную температуру в диапазоне от минус 120 до минус 80 °С. Углекислый газ, поступающий в вакуумную камеру, будет конденсироваться на стенках азотных экранов, при этом давление в рабочем объёме будет существенно ниже требуемого. Необходима замена углекислого газа на более подходящий. Выбранный газ должен иметь хорошо изученные термодинамические свойства, быть не токсичным, недорогим, а также не должен иметь химического взаимодействия с внутрикамерным оборудованием.

Наиболее подходящие по своим термодинамическим и другим характеристикам следующие газы: кислород, аргон, азот. Из перечисленных газов наиболее химически активным является кислород. Его использование нежелательно, так как он может химически взаимодействовать с внутрикамерным оборудованием. Аргон дороже азота. Таким образом больше всего подходит азот.

Методика тепловакuumных испытаний должна быть следующая. Термовакuumная камера должна откачиваться до давления $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па ($1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.) для удаления из рабочего объёма атмосферных газов. Далее в азотные экраны подаётся жидкий азот и одновременно включаются бортовые тепловые нагрузки и инфракрасные нагреватели, имитирующие внешние тепловые нагрузки. После получения стационарного режима при

высоком вакууме вакуумные насосы отсекаются от рабочего объёма, и в объём термовакуумной камеры напускается чистый азот до необходимого давления. Далее ведутся испытательные режимы при заданном давлении. Давление в рабочем объёме термовакуумной камеры регулируется подачей газа и включением вакуумных насосов. Схема такой установки представлена на рис. 3.

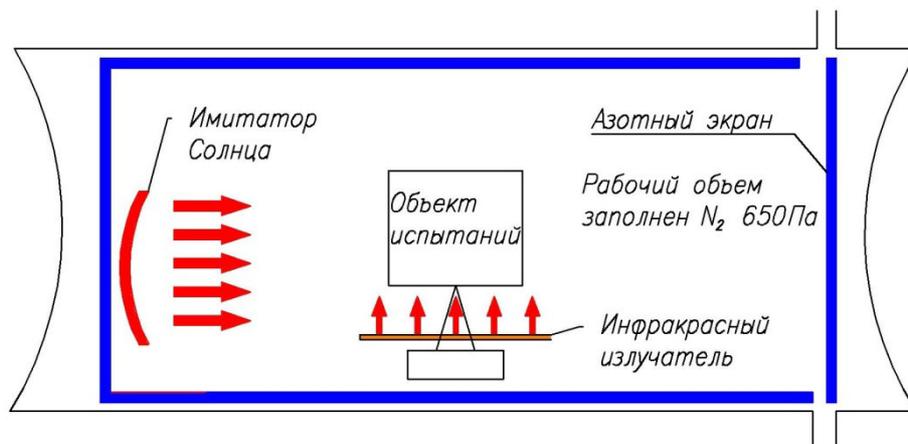


Рис. 3. Схема термовакуумной камеры с инфракрасным излучателем.

Представленная методика позволяет проводить испытания посадочного аппарата или его теплового макета при наземной экспериментальной отработке в условиях атмосферы Марса в "обычной" термовакуумной камере. Моделирование внешних тепловых потоков при помощи азотных экранов и инфракрасных излучателей позволяет наиболее полно воспроизвести натурные условия без существенной доработки экспериментального оборудования. Единственным недостатком представленного метода является замена состава атмосферы Марса на газообразный азот. С другой стороны, термодинамические параметры основной составляющей атмосферы Марса - углекислого газа и азота хорошо изучены и перерасчёт результатов эксперимента проведённого на азоте может быть пересчитан на углекислый газ.

Литература

1. РД 92-0215-88.
2. Н.Б.Варгафтик. Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей, М., 1972г. 720 стр. с илл.

Исследование технологических возможностей локальных низкотемпературных испытаний криогенных трубопроводов

Е.В. Жировов, О.Е. Чубаров, В.А. Кобзев, А.М. Зверев, Ф.А. Феимов
E-mail:oe_chubarov@mail.ru

В статье приведены результаты экспериментального исследования влияния конденсата атмосферной влаги, образующейся при термоциклировании, на кинетику обезгаживания испытываемой зоны и изложены основы технологии локальных низкотемпературных испытаний на герметичность участка криогенного гелиевого коллектора.

Research of technological possibilities of local low-temperature tests of cryogenic pipelines. E.V. Zhironov, O.E. Chubarov, V.A. Kobzev, A.M. Zverev, F.A. Feimov. The article presents the results of an experimental study of the effect of atmospheric moisture condensate formed during thermal cycling on the kinetics of decontamination of the tested zone and presents the basics of technology of local low-temperature tests on the tightness of the cryogenic helium reservoir section.

Повышение эксплуатационной надежности монтажных стыков криогенных трубопроводов в узлах стыковки выдвинуло задачу разработки технологии локальных низкотемпературных испытаний (ЛНТИ) соединений на герметичность при которых воспроизводятся интенсивные, имитационные, рабочие температурно-сливные воздействия на них. Необходимо было также расширить ранее выполненные исследования данными о кинетике обезгаживания испытываемой зоны и о трудоемкости ЛНТИ узлов стыковки в целом.

Цели исследования:

- Оценить влияние конденсата атмосферной влаги, образующейся при термоциклировании, на кинетику обезгаживания испытываемой зоны.
- Отработать конструкцию мягкой криокамеры из резины для ЛНТИ трубок малого размера.
- Оценить технологичность ЛНТИ при монтажных испытаниях штатного участка коллектора Ду 50/200 с слоистой вакуумной термоизоляцией (СВТИ) 40 слоев.

Были испытаны две схемы предохранения узлов стыковки трубопроводов и прежде всего торцевых участков пакетов СВТИ от конденсата атмосферной влаги, образующегося при отогреве испытываемой зоны после локального захлаживания. По первой схеме (рис. 1А) кольцевое пространство между трубками перекрывалось теплоизолирующими заглушками из стекловолокна АТМ-3-10. По второй схеме (рис. 1Б) оно дополнительно герметизировалось защитной оболочкой 8 из пленки ПЭТ-К-ДА.

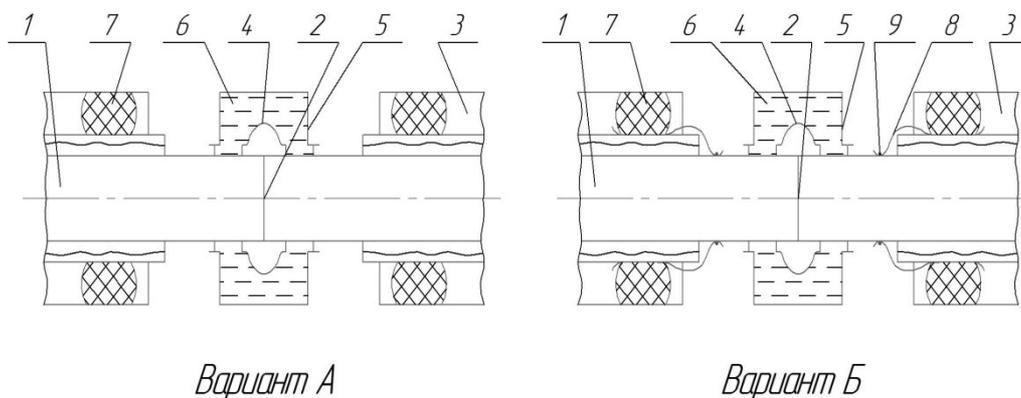


Рис. 1А, 1Б. Схема защиты испытываемой зоны от конденсата атмосферной влаги.
1-внутренняя труба; 2-испытываемое соединение; 3-кожух; 4-камера накопления; 5-криокамера;
6-жидкий азот; 7-заглушка теплоизолирующая; 8-оболочка защитная; 9-бандаж.

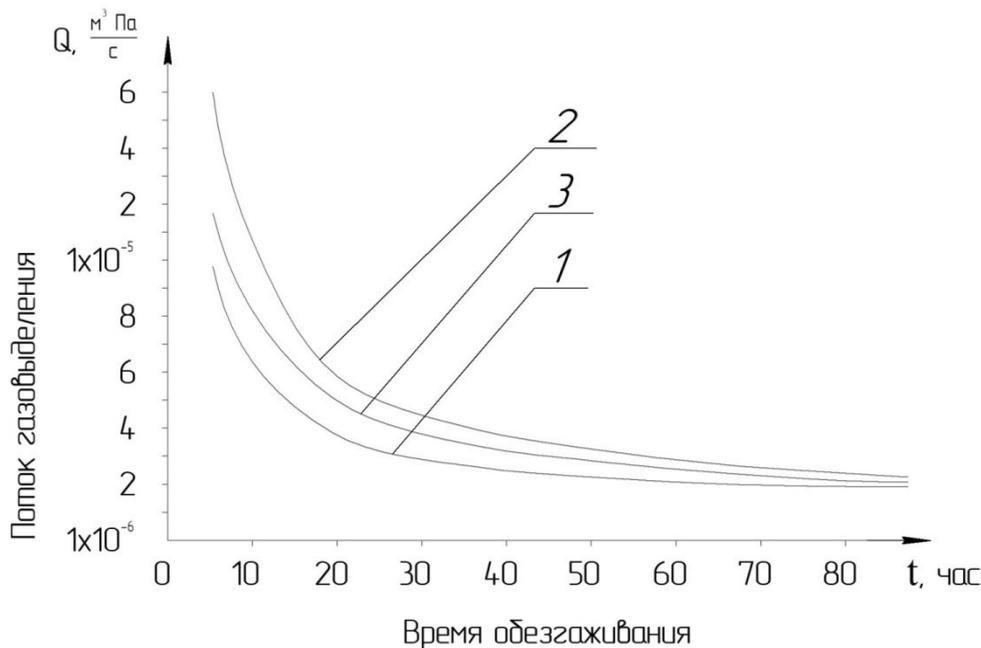


Рис. 2. Данные о влиянии конденсата атмосферной влаги на кинетику обезгаживания испытываемой зоны гелиевого трубопровода Ду 50/200 с 40 слоев при ЛНТИ.

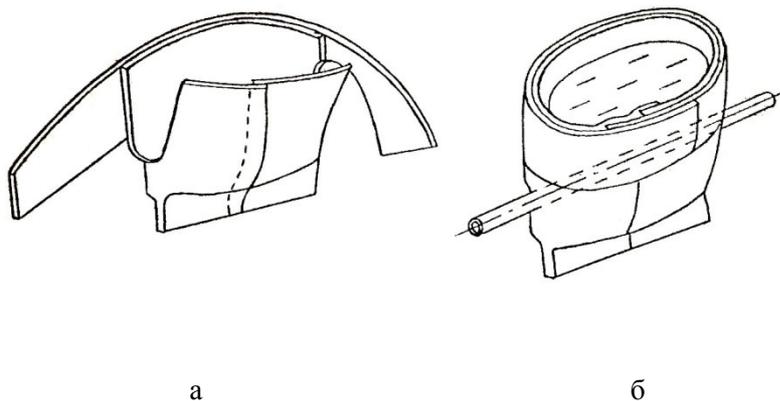
Кинематика суммарного потока газовой выделения узла стыковки трубопровода после ЛНТИ для различных вариантов защиты от атмосферной влаги (при температуре 293К):

- 1-испытываемая зона не подвергалась ЛНТИ (газовая характеристика газовой выделения);
- 2-вариант А защиты испытываемой зоны при ЛНТИ;
- 3-вариант Б защиты испытываемой зоны при ЛНТИ;

Для первого варианта газовой выделение испытываемой зоны по водной составляющей увеличилось в 1,5-2 раза по сравнению с незахолаженным участком, для второго - не более (15-20)%. Этот метод защиты узлов стыковки от атмосферного конденсата следует считать пригодным к практическому применению.

В целях снижения трудоемкости ЛНТИ стыков труб малого диаметра (10-20 мм) была разработана конструкция мягкой криокамеры, вмещающей (100-150 см³) жидкого азота для локального захлаживания (рис. 3). Трудоемкость установки одной такой криокамеры составляет 2-3 минуты. При групповых испытаниях установка 8 криокамер в двух узлах стыковки гелиевого трубопровода не превысила 20 минут. Все разработанные конструкции криокамер можно рассматривать как некий ряд, позволяющий испытывать существующую номенклатуру трубопроводов. Мягкая криокамера эффективна при ЛНТИ труб диаметром (8-20)мм, коробчатая разъемная криокамера - для труб диаметром (20-56мм) и мягкая криокамера из пленки ПЭТ-К-ДА - для труб диаметром более 56 мм. Таким образом, имеющая оснастка обеспечивает возможность проведения ЛНТИ трубопроводов от Ду 8 до Ду 56 и более. Технология ЛНТИ была применена при монтажных испытаниях штатного участка криогенного гелиевого коллектора. Испытано 45 стыков, т.е. около 35% от их общего количества. Трудоемкость групповых испытаний двух узлов стыковки не превысила 110 минут (см. таблицу 1) при пороговой чувствительности не более $5 \cdot 10^{-9}$ м³Па/с. Последовательность операций включала:

1. Соединение сваркой внутренней трубы в узлах стыковки.
2. Опрессовку внутренней трубы гелием.
3. Контроль герметичности трубы способом накопления в атмосферном чехле.
4. Контроль герметичности трубы способом накопления при атмосферном давлении и температурных воздействиях.
5. Соединение пайкой трубок азотного и гелиевого экранов.
6. Опрессовку трубок экранов гелием.
- 7 и 8. Аналогично 3 и 4.



*Рис. 3. Мягкая криокамера из резины.
а. - общий вид; б. - камера в рабочем положении.*

Таблица 1. Трудоемкость операций установки-съема мягкой оснастки при ЛНТИ криогенного гелиевого трубопровода с 2-мя экранами

Наименование технологической операции	Трудоемкость выполнения операции, мин
Установка комплекта из 8-ми камер накопления и криокамер на 2-х узлах стыковки	20
Трехкратное термоциклирование с накоплением 20 минут в последнем цикле	60
Контроль герметичности после отогрева	30
Итого	110

Примечание: В испытаниях участвовали два человека.

В испытанных стыках были обнаружены и устранены четыре низкотемпературные течи, из которых две в клееных и две в сварных соединениях датчиков температуры. Их пропуск при отсутствии ЛНТИ привел бы к значительным трудностям, связанным с локализацией течей в трубопроводе, смонтированном на высотной эстакаде. Опыт применения технологии ЛНТИ на монтаже показывает ее пригодность и в ряде случаев дает возможность отказаться от общих низкотемпературных испытаний изделий.

Выводы

Предложена конструкция мягкой криокамеры вместимостью 100-150 см³ для ЛНТИ трубок гелиевых и азотных экранов диаметром (10-20)мм. Трудоемкость групповой установки 8 криокамер в двух узлах стыковки гелиевых трубопроводов составила 20 минут.

Применение технологии ЛНТИ при монтажных испытаниях штатного участка криогенного гелиевого коллектора показало ее высокую эффективность при испытаниях монтажных стыков трубопроводов. Трудоемкость групповых испытаний двух узлов стыковки не превысила 110 минут при пороговой чувствительности испытаний не более $5 \cdot 10^{-9}$ м³Па/с. Опыт лабораторного и монтажного применения технологии ЛНТИ показывает ее пригодность к применению на монтаже ответственных криогенных гелиевых трубопроводов.

Локальные низкотемпературные испытания являются эффективной формой и имитационных испытаний, обеспечивающих в условиях производства и монтажа наиболее и интенсивных режимов работы криогенных систем при минимальных затратах криогенных сред на испытательное охлаждение.

Подготовка экспериментальной базы и результаты начального этапа экспериментальной отработки критических элементов технологии ИТТС России на базе ВМЛТ-Вакуумного магнито-левитационного транспорта

Ю.А. Терентьев, *В.В. Коледов, **Р.И. Ильясов, ***Н.А. Нижельский, ***М.С. Сысоев,
****В.М. Фомин, **Д.Г. Наливайченко, *****В.Л. Моисеенко, *****В.В. Точило,
*****П.А. Бражник

Независимый эксперт, Москва;

*ИРЭ им. В.А. Котельникова, РАН, Москва;

**МАИ им. Орджоникидзе, Москва;

***МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва;

****ИТПМ им. С. А. Христиановича СО РАН, Новосибирск;

*****ЦИП «Квинтэссенция:Тех», Москва; *****НИЦ «Курчатовский институт», Москва
E-mail: teren_y@mail.ru

Современная структура экономики, имеющая глобальный характер производственных, предпринимательских и рыночных связей, во многом обеспечивается транспортно-логистическими системами. Развитие транспортных систем позволяет значительно оптимизировать качество взаимодействия между различными участниками экономических отношений, а также сократить издержки.

Российская Федерация, как один из лидеров поставок различных типов сырья на мировые рынки, а также страна, обладающая значительным транзитным потенциалом в рамках евразийского пространства, для обеспечения глобальной конкурентоспособности экономики должна поддерживать транспортно-логистическую инфраструктуру на современном уровне [1-5].

Транспортно-логистические системы, разрабатываемые на основе технологий вакуумных магнито-левитационных технологий, обладают сегодня необходимыми свойствами для создания необходимого потенциала, как в части реализации транзитно-транспортного потенциала (ТТП), так и в рамках развития внутренних экономических отношений.

Представленный ниже подход по формированию Интегральной Транзитной Транспортной Системы Российской Федерации (ИТТС), позволяет обеспечить комплексное, системное развитие транспортно-логистической инфраструктуры страны, а также создать эффективные средства развития внутренних и внешних экономических связей и сформировать новые передовые и прорывные технологии и производственные мощности с развитием смежных отраслей науки и техники. Приведены краткие предварительные результаты начального этапа экспериментального моделирования и отработки основных критических составляющих технологии ВМЛТ.

Preparation of the experimental base and the results of the initial stage of experimental testing critical elements of ITTS technologies in Russia, which are based on VMLT -Vacuum Magneto-Levitation Transport. Y.A. Terentiev, V.V. Koledov, R.I. Ilyasov, N.A. Nijelskiy, M.S.Sysoev, V.M. Fomin, D.G. Nalivaichenko, V.L. Moiseenko, V.V. Tochilo, P.A. Brajnik. The modern economic structure, which has global production, business and market linkages, is greatly facilitated by transport and logistics systems. The development of these systems allows to optimize the quality of interaction between the participants of economic relations and reduce costs.

Being among the leaders in supplying the world market with different types of commodities and having significant transit potential within the Eurasian space, the Russian Federation must maintain a modern transport and logistics infrastructure in order to ensure global competitiveness of the economy [1-5].

Transport and logistics systems, being developed on the basis of vacuum magnetic levitation technology, have all capabilities to create the necessary cooperation, both in terms of transit and transportation (TTP) and in the development of domestic economic relations.

The following approach to form the Integrated Transit Transport System (ITTS) in Russia makes comprehensive systematic development of the transport and logistics infrastructure of the country possible, as well as creates effective means of development the internal and external economic relations, forms new advanced and breakthrough production facilities within the development of related industries of science and technology. Here the brief preliminary results of the initial stage of the experimental modeling and the results of testing the main critical components of the technology of VML are given.

ВВЕДЕНИЕ

Процессы грузовых и пассажирских перевозок сегодня выходят на уровень основных составляющих экономической деятельности. Данные процессы напрямую связаны с функционированием и развитием рынков от туризма до тяжелой промышленности не только отдельных стран, но и регионов.

Переход общества на новый технологический уклад обуславливает появление соответствующей системы экономических отношений, при которых категория времени выступает одним из основных критериев эффективности не только при оценке информационных потоков, но и на традиционном рынке товаров и услуг. По существу, в настоящее время активно формируется экономика высоких скоростей, крайне необходимых для современных торгово-транспортных коммуникаций. [6].

При этом следует учесть, что реализация любого транспортного проекта всегда тесно связана и взаимообусловлена развитием другого проекта – энергетического. Проекты транспортный и энергетический составляют неразделимую технико-экономическую пару. С учетом ввода к 2020 году в России дополнительных энергетических мощностей в объеме 165 ГВт, транспорт России будет потреблять при инновационном сценарии развития 54 ГВт мощности (это больше всей ныне установленной мощности всех ГЭС России). [7].

Таким образом проблема экономии энергии и энергосбережение становятся ключевым фактором выбора наиболее эффективных базовых систем в любом транспортном комплексе!

В настоящее время глобальный, а также осуществляемый, например, в рамках евразийского континента грузооборот в большей степени обеспечивается использованием морских путей, фактически контролируемых США и Великобританией, как в части поставок энергоносителей и сырья, так и поставок конечных товаров.

Понятно, что в первую очередь напрямую в сохранении такого перевозочного статуса заинтересованы США и Великобританией [8], в той или иной степени контролирующей мировую океанскую и морскую перевозку грузов.

Современные реалии международной политики в рамках использования и развития транспортно-логистических систем, создают угрозы как для глобальной, так и для экономик развивающихся стран, в значительной степени стран БРИКС, лишая через санкции и технологические ограничения конкурентоспособности в производственной логистике и конечных поставках [9].

Китай, как одна из крупнейших экономик Мира, формирует диверсифицированный подход к импорту сырья и экспорту собственных товаров, – концепт нового «Шелкового пути» [10], – как для повышения экономической эффективности собственных компаний, так и для обеспечения собственной транспортно-логистической безопасности.



Рис. 1. Схема основных транспортных потоков Экономического Пояса Шелкового Пути (ЭПШП) [11].

1. ЭКОНОМИКА ТРАНСПОРТНО-ЛОГИСТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

Современная экономика грузоперевозок строится на расчётах по транспортировке груза, эквивалентного одному стандартному двадцатифутовому контейнеру (1 TEU) [12].

В рамках поставок грузов пока наиболее оптимизированным выглядит железнодорожная поставка, которая, несмотря на непомерно высокие энергетические затраты на перевозку, потенциально, всё-таки имеет меньшие сроки поставки (до 16 дней по ЭПШП), в сравнении с Южным морским коридором (см. рисунок 1).

В части железнодорожных перевозок по маршруту Юго-восточная Азия – Европейский Союз тарифы на перевозку TEU колеблются в пределах \$ 2200 – \$ 3000. По данным на 2018 год, объём перевозок составил порядка 250 тысяч TEU. Аналитики считают, что потенциал существующего рынка контейнерных перевозок может обеспечить рост до 500 тысяч TEU уже в 2020 году и потенциал дальнейшего развития контейнеропотока по оси Китай — ЕАЭС — ЕС может составить порядка 2 млн TEU в год [13].

Отдельной составляющей, влияющей на развитие и транспортной инфраструктуры и логистических систем, является развивающаяся международная интернет торговля. Сегодня до 28% товарооборота в КНР, порядка 13% в США приходится на интернет торговлю, обеспеченную транспортно-логистическими сервисами [14].

Примером эффективного построения новых транспортных и логистических систем является деятельность компании Amazon (США) [15], и он доказывает оправданность и эффективность развития новых технологических решений, в данном случае на основе таких же беспилотных, как и у ВМЛТ, технологий.

2. ИННОВАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ТРАНСПОРТНО-ЛОГИСТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

Технологические пределы энергетически приемлемой скорости развития традиционного железнодорожного транспорта, по мнению экспертов, составляют не более 500 – 600 км/ч [16]. И одними из наиболее перспективных решений в области развития высокоскоростных технологий транспортно-логистических систем представляются проекты в области атмосферного (АМЛТ) и вакуумного магнитно-левитационного транспорта (ВМЛТ). [1-5, 17-22].

В ряде стран, в том числе и в России, сегодня осуществляется лабораторная отработка базовых принципов АМЛТ и ВМЛТ [2, 3, 5, 17-18, 22-27].

Так, нашими коллегами - сотрудниками МАИ [26, 27] были проведены необходимые обосновывающие расчётно-теоретические и экспериментальные работы, созданы методики

расчёта и реальные образцы действующих моделей атмосферного магнито-левитационного транспорта - АМЛТ (Рис.2).



Рис 2. Действующая модель МАИ "атмосферного" МЛТ (слева) и магнитный ВТСП подвес грузоподъемностью 500 кг (справа)[27]

Данные методики также пригодны и для прямого использования этих результатов при расчётно-экспериментальном моделировании элементов и технологий вакуумного магнито-левитационного транспорта - ВМЛТ.

В соответствии с ними, основание трассы ВТСП подвеса включает бесконечно длинный ненасыщенный ($\mu_{Fe} \rightarrow \infty$) ферромагнитный магнитопровод, через который замыкается магнитное поле одного или нескольких постоянных магнитов (ПМ), расположенных на нем и разделенных проставками из немагнитного материала.

Над поверхностью ПМ левитирует криостат с ВТСП элементами. Расчет электромагнитных полей и сил левитации в подобных магнитных ВТСП опорах, в значительной степени определяемых их конфигурацией и сводится к решению обобщенной задачи Неймана – Дирихле .

При этом используются следующие допущения. Считается, что длина основания магнитного подвеса много больше его поперечных размеров, что позволяет перейти к двумерной постановке соответствующих электродинамических задач. Принимается, что свойства ПМ полностью определяются магнитным моментом \vec{M} , вектор которого коллинеарен вертикальной оси y и постоянен по объему магнита ($\vec{M}(M_x, M_y) = \vec{M}(0, M_0)$, $M_0 = const$).

Структура массивного ВТСП элемента считается однодоменной (монокристаллической). В этом случае процессы динамического взаимодействия ПМ и ВТСП элемента будут определяться плотностью транспортных критических токов J_s . Принимается, что толщина биновских токовых слоев δ мала по сравнению с поперечными размерами L элемента. Поэтому с точностью до члена порядка $\delta \ll L$ реальное распределение критических токов в ВТСП элементе можно заменить эквивалентным поверхностным током I_s . Это существенно упрощает постановку соответствующих электродинамических задач и методы их решения. Реальное распределение критических токов в биновских слоях можно восстановить на последующих этапах расчета по известным (например, из эксперимента) значениям касательной составляющей магнитного поля на границе ВТСП элемента.

Можно показать, что идеальное ферромагнитное полупространство с $\mu_{Fe} \rightarrow \infty$, по существу представляет собой "ферромагнитное зеркало", в котором отражаются поля магнитов [26]. Поэтому расчет магнитных полей, создаваемых ПМ в верхней полуплоскости исходного ВТСП подвеса с магнитопроводом, сводится к расчету поля от одного или нескольких ПМ удвоенной толщины в свободном пространстве. Решение последней задачи в силу линейности сводится к решению двумерной задачи Зоммерфельда для одного магнита с последующим

наложением решений для заданной системы магнитов. После преобразований можно получить следующую итоговую систему уравнений для напряжённости магнитного поля H и магнитной индукции B :

$$\left. \begin{aligned} H_x(x, y) &= \frac{-M_0}{4 \cdot \pi} \cdot \left(\ln \left[(x-L)^2 + (y-b)^2 \right] - \ln \left[(x-L)^2 + (y+b)^2 \right] - \right. \\ &\quad \left. - \ln \left[(x+L)^2 + (y-b)^2 \right] + \ln \left[(x+L)^2 + (y+b)^2 \right] \right) \\ H_y(x, y) &= \frac{-M_0}{4 \cdot \pi} 2 \left[\operatorname{arctg} \left(\frac{x-L}{y-b} \right) - \operatorname{arctg} \left(\frac{x-L}{y+b} \right) - \right. \\ &\quad \left. - \operatorname{arctg} \left(\frac{x+L}{y-b} \right) + \operatorname{arctg} \left(\frac{x+L}{y+b} \right) \right] \\ B_x &= \mu_0 \cdot H_x; & B_y &= \mu_0 (H_y + M). \end{aligned} \right\}$$

Расчет магнитных полей для системы из двух и более ПМ проводится методом суперпозиций решений данной системы уравнений, сдвинутых вдоль оси x на соответствующие расстояния c центров ПМ от геометрической оси симметрии системы. Так для системы из двух ПМ и трех ПМ решения для функции магнитного потока A_{Σ} записываются соответственно:

$$\begin{aligned} A_{\Sigma} &= A(x+c, y) - A(x-c, y), \\ A_{\Sigma} &= A(x, y) - A(x+c, y) - A(x-c, y). \end{aligned}$$

Представленные распределения являются исходными для аналитического расчета сил левитации в магнитном ВТСП подвесе.

На рис 3 представлен образец результата характерных расчётов, проведенных по этой методике для реальной инновационной конфигурации трассы из постоянных РЗМ магнитов на основе NdFeB, открывающей конкретные предпосылки для организации и исследования более оптимального одновременного сочетания сил и вертикальной и боковой стабилизации при движении модели капсулы ВМЛТ над трассой из комбинации подложки, немагнитных дистанционирующих прокладок и постоянных РЗМ NdFeB.

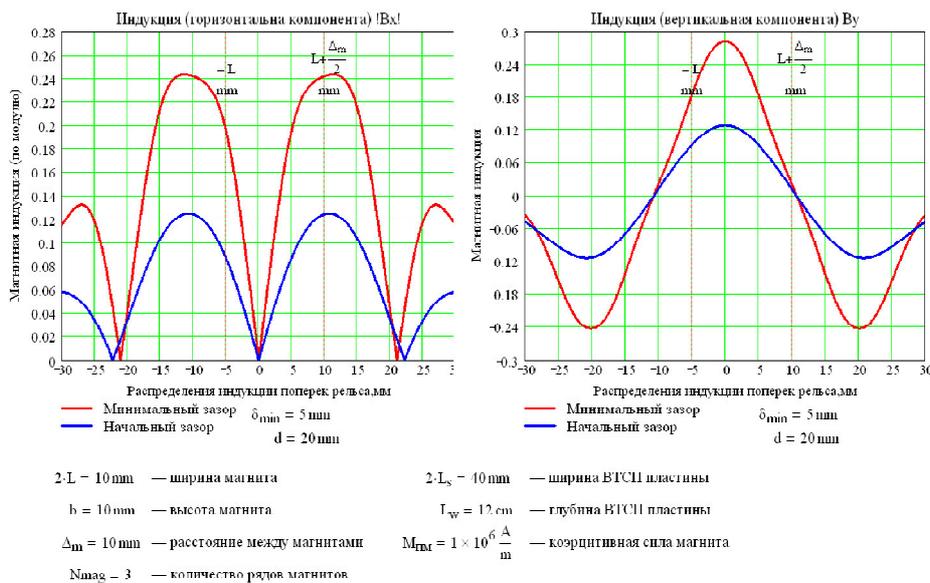


Рис 3. Результаты расчёта конфигурации магнитного поля (в Тл по оси yy в мм. по оси x) над рабочей поверхностью одного из макетов трассы ВМЛТ.

Для последующего сопоставления результатов расчёта и эксперимента, анализа и возможной адаптации и корректировки методики для применения в расчётах вакуумного МЛТ, были проведены работы по исследованию, (после соответствующей адаптации и доработки), применимости ряда имеющихся измерительных стендов и методик для получения необходимых для этого экспериментальных результатов. В частности, на автоматизированной установке трёхмерной Холловской магнитометрии, Рис. 4

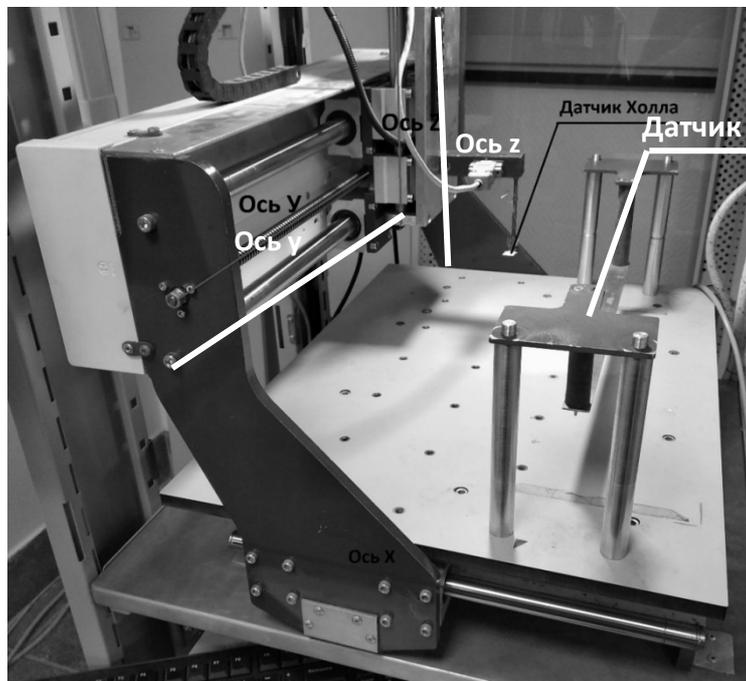


Рис. 4 Автоматизированная установка трёхмерной Холловской магнитометрии.

были проведены тестовые измерения топологии 3D магнитного поля специально выделенного единичного фрагмента магнитолевитационной трассы (а) и тестового единичного магнита NdFeB (b), результаты которых приведены на Рис 5, также в качестве примера получаемых на установке результатов.

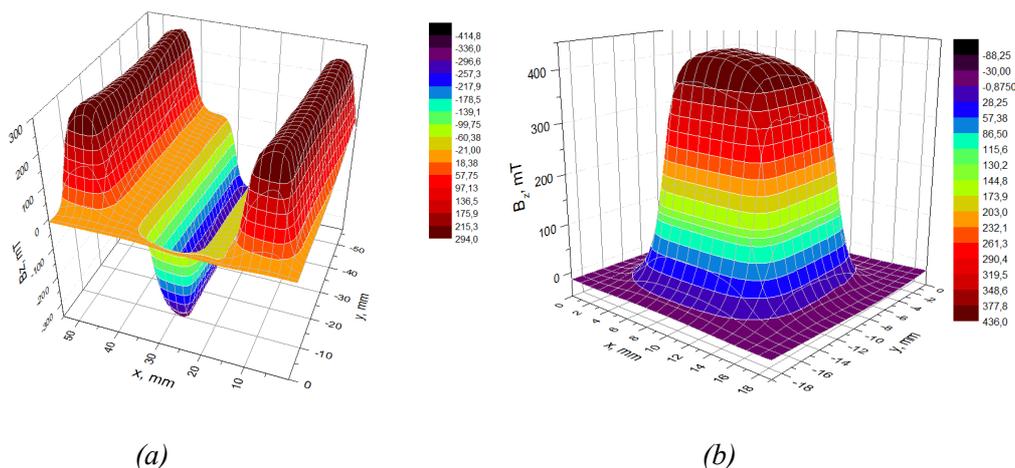


Рис 5. Примеры результатов измерения топологии магнитного поля трассы (а) и единичного магнита (b).

Так как в наших экспериментах пока использовались неаттестованные и специально отобранные на входном контроле единичные элементы блоков ВТСП и постоянных РЗМ магнитов, а просто их коммерчески доступные аналоги, свойства которых не были

подтверждены с достаточной точностью даже сертификатами, говорить о количественном сравнении результатов, на наш взгляд, пока ещё преждевременно, хотя качественное соответствие результатов можно признать вполне удовлетворительным.

Также для исследования зависимости вертикальной левитационной составляющей («грузоподъёмности») силы взаимодействия различных инженерных, геометрических и пространственных комбинаций систем «трасса РЗМ - ВТСП подвижный элемент- «левитер»» от левитационного зазора между ними, был использован доработанный и адаптированный вариант автоматизированного исследовательского стенда измерения левитационных характеристик. Схема стенда и его фотография представлены на рисунке 5.1 и 5.2.

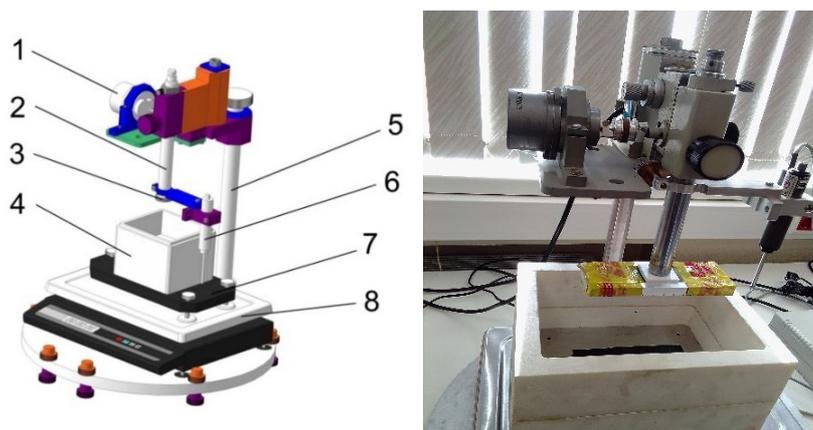


Рис 5.1 и 5.2. – схема и фотография устройства для измерения сил левитации 1-редукторный двигатель, 2- шток, 3- фрагмент трассы из постоянных NdFeB магнитов, 4 - теплоизолированная кювета, 5 –стойка, 6 – датчик перемещения, 7 – тяжелое основание, 8 – электронные весы.

Установка позволяет проводить измерения и экспериментальные исследования в широком диапазоне изменения основных влияющих на характеристики левитационной системы факторов и параметров. В частности, на ней было получено экспериментальное подтверждение приемлемого соответствия результатов закону аддитивности отдельных, описанных ранее,[3,5] составляющих площади рабочей поверхности ВТСП элементов левитера, при их взаимодействии с трассой ВМЛТ. Это подтверждает хорошие перспективы прямого масштабирования и переноса экспериментальных результатов, полученных на малогабаритных, или «потешных» моделях ВМЛТ, на более габаритные и презентабельные макеты следующего поколения. Ниже приведены некоторые примеры характерных результатов измерений, полученных на установке в различных условиях эксперимента (рисунки 6.1, 6.2, 6.3).

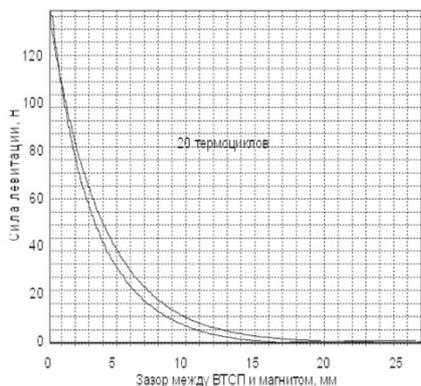


Рис. 6.1.- Зависимость силы левитации от расстояния для образца после 20 термоциклов.

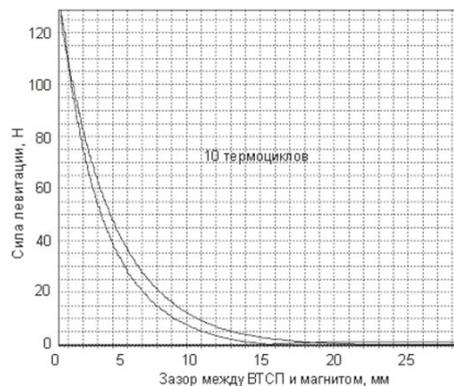


Рис. 6.2. - Зависимость силы левитации от расстояния для образца после 10 термоциклов.

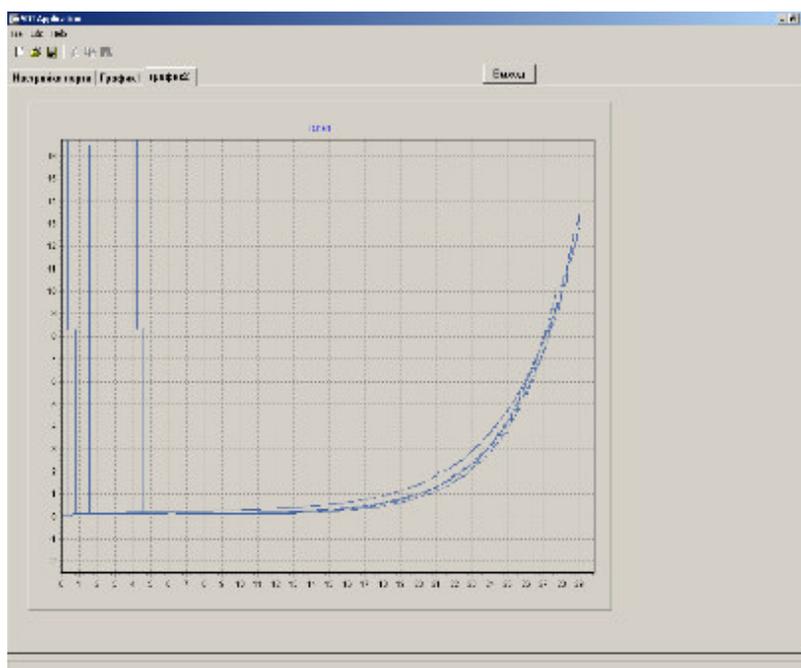


Рис. 6.3. Вид типичной исходной зависимости силы левитации (в кгс по оси y), от расстояния трасса-ВТСП, (в мм по оси x) до проведения обработки результатов эксперимента.

Параллельно, коллегами из ИПТМ СО РАН, как и планировалось нами ранее, [5], проведены расчётно-экспериментальные работы по моделированию процессов термоаэродинамики элементов ВМЛТ [28,29], разработаны и созданы соответствующие экспериментальные стенды и установки, на которых было проведено несколько циклов расчётно-экспериментальных исследований. Так например, предварительное экспериментальное исследование аэродинамики простейшей модели транспортного средства вакуумно-левитационной транспортной системы в путепроводе в условиях разреженного ($P=200\div 1000$ Па) воздушного потока с числами Маха от $M=0.1$ до $M=5$ выполнены на аэродинамической установке «МАУ» ИПТМ СО РАН. Моделирование полета выполнено по

обращенной схеме, когда неподвижная модель обдувается потоком воздуха с заданными параметрами.

Вход канала-трубопровода ($\varnothing 100$ мм) пристыковывается к соплу аэродинамической установки. Выход канала, патрубком ($\varnothing 200$ мм), соединяется с вакуумной ёмкостью объемом 220 м³. Принципиальная схема эксперимента и общий вид экспериментального стенда приведены на рис. 7.

Для проведения испытаний была изготовлена модель транспортного средства ($\varnothing 70$ мм) с встроенными двухкомпонентными тензовесами.

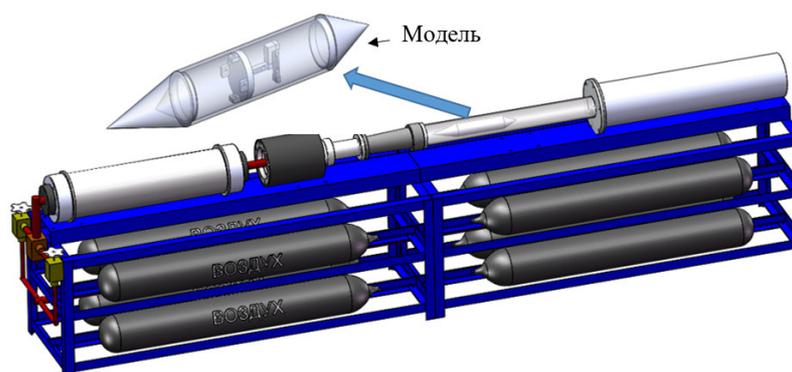


Рис. 7. Принципиальная схема эксперимента.

С целью определения коэффициентов аэродинамического сопротивления транспортного средства простой геометрии, по мере его ускорения из состояния покоя до большой сверхзвуковой скорости, выполнена серия расчетов нестационарного процесса разгона. Расчеты выполнены для нескольких вариантов размеров транспортного средства, при неизменной геометрии трубопровода. Расчет нестационарного процесса разгона выполнен с помощью пакета численного моделирования Fluent. Решались нестационарные уравнения Навье-Стокса для невязкого течения в осесимметричной постановке. В качестве рабочего газа рассматривался воздух. Давление разрежения воздуха в трубопроводе принималось равным $P_{\infty}=1000$ Па.

В результате выполненной серии численного моделирования разгона получены обобщенные результаты аэротермодинамических характеристик модели транспортного средства. На рис.8, для различных геометрических вариантов, представлены зависимости, изображающие изменение коэффициента аэродинамического сопротивления (C_x) модели транспортного средства по мере его разгона.

Полученные аэродинамические характеристики дают возможность для любых выбранных геометрических размеров транспортного средства и степени разрежения вакуумной среды определить количественные значения ожидаемых аэродинамических нагрузок и требуемой мощности привода для их преодоления.

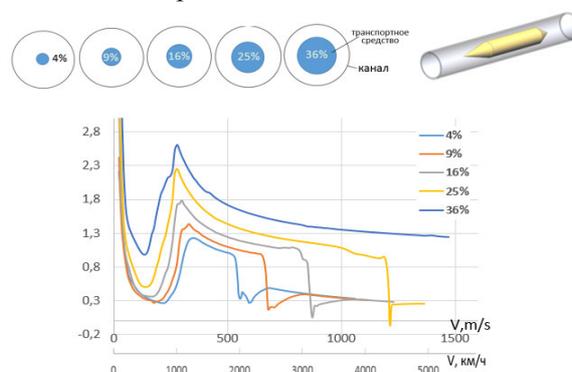


Рис.8. Кривые зависимостей коэффициента аэродинамического сопротивления транспортного средства от скорости движения

Выполнены и подтверждены оценки ожидаемых нами неприемлемо высоких, по сравнению с ВМЛТ, значений аэродинамических нагрузок и требуемой мощности привода, в путепроводе с характерным, например для программы «Hyperloop», давлением 0,01 атмосферы, или 1000 Па. даже для гипотетического грузового транспортного средства диаметром 1.3 метра,

На рисунках 9 и 10 показаны ожидаемое аэродинамическое сопротивление транспортного средства и требуемые мощности на его преодоление. При оценке искомых величин рассматривались несколько вариантов геометрических конфигураций. Анализировались случаи движения транспортных средств одного размера в путепроводах разного диаметра.

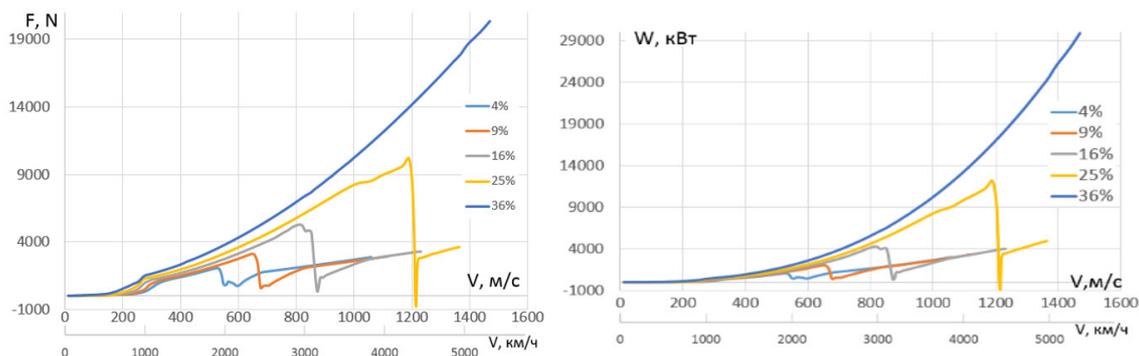


Рис. 9 Аэродинамическое сопротивление транспортного средства.

Рис. 10 Мощность привода необходимая для преодоления аэродинамического сопротивления.

Полученный результат наглядно демонстрирует, что для условий программы, например, «Hyperloop», необходимость снижения энергетических затрат на преодоление аэродинамического сопротивления требует существенного увеличения размеров путепровода в поперечном сечении. Так, для транспортного средства диаметром 1.3 метра, наименьшие затраты энергии из полученных соответствуют путепроводу диаметром 6.5 метров. Наибольшие затраты энергии соответствуют путепроводу диаметром 4.7 метров.

По предварительным оценкам, стоимость путепровода имеет кубическую зависимость от его диаметра. Очевидно, что необходимо работать при значительно, на порядки величины более низких, характерных именно для технологии ВМЛТ, давлениях.

Поиск оптимального соотношения, с экономической точки зрения давлений, размера путепровода и энергетических затрат на преодоления силы аэродинамического сопротивления в вакуумных транспортных технологиях, является очень важным предметом дальнейших исследований.

В комплексе с численными методами исследования, в рамках данной работы, развивается перспективное направление прямого моделирования процесса движения модели транспортного средства. Для этого, как уже отмечалось, в ИТПМ СО РАН в 2017 году была разработана и запущена в изготовление малогабаритная баллистическая установка, рис. 11.

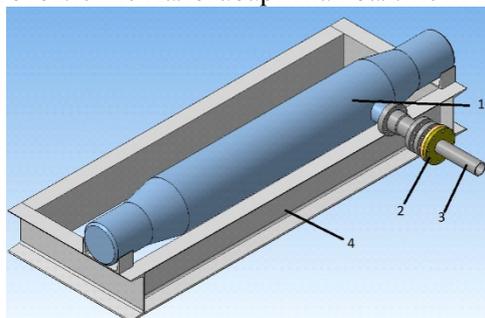


Рис. 11. Схема основных элементов установки.

Установка состоит из четырех основных частей (рис.11), а именно: ресивера (1), пускового механизма (2), ствола (3), поддерживающей рамы (4) и улавливателя. Ресивер представляет собой баллон объемом 0,08 м³, оснащенный клапаном для подачи газа и манометром для контроля давления. Истечение из ресивера происходит через выходное отверстие, которое соединяется с пусковым механизмом через уплотнительную линзу. Внутренний диаметр выходного отверстия ресивера 60 мм. Далее следует пусковое устройство (см. рис 12), задача которого удерживать модель с поддоном и, в нужный момент, освободить от захвата. К пусковому устройству пристыковывается ствол.

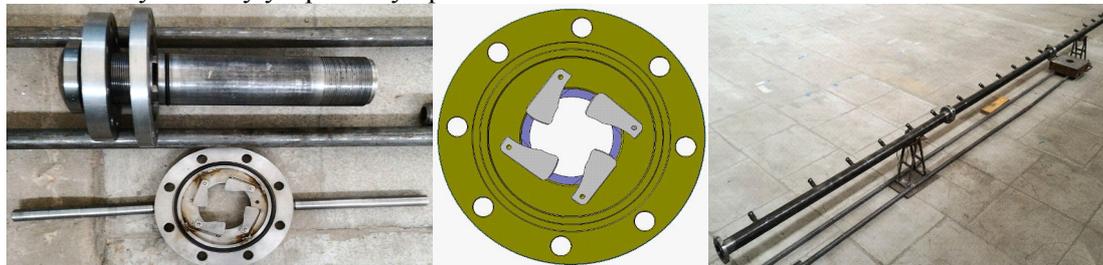


Рис.12. Пусковое устройство, пусковой механизм и ствол на опорах.

Ствол состоит из трех секций длиной 1,5 м и внутренним диаметром 50мм, соединённых между собой фланцевым соединением. Для минимизации сил сопротивления, секции выполнены из хонингованных труб. В качестве толкающего газа используется воздух или гелий. Рассматривается возможность предварительного нагрева толкающего газа в ресивере (кауперным подогревателем) с целью повышения его реактивных свойств. Запуск поддона с моделью осуществляется следующим образом. Компрессор нагнетает толкающий газ в ресивер до нужного значения. Образующиеся давление удерживается при помощи уплотнительной манжеты, установленной на поддоне. Поддон упирается в кулачки, погруженные в специальные пазы. При вращении фланцев пускового механизма кулачки прячутся в паз, освобождая путь поддону. Поддон, под действием давления рабочего газа, ускоряется в стволе. Вылетая из ствола, поддон под действием аэродинамических сил раскрывается, освобождая модель. Модель далее движется самостоятельно до встречи с уловителем.

Регистрация скорости модели производится при помощи оптического рамочного хронографа типа «Стрелец» АСС 0022 (рис. 13).



Рис. 13. Оптический рамочный хронограф.

Данный хронограф может регистрировать скорость в диапазоне от 15 до 3000 м/с, при этом относительная погрешность измерения скорости составляет 0,5 %.

В настоящее время, на баллистической установке проведены предварительные, калибровочные эксперименты при скорости разгоняемой модели до 400 метров в секунду (1440 км/час.).

Серия испытаний включала ускорение тел массой $m \approx 100 \div 115$ гр. Полученные экспериментальным путем скорости сравнивались с результатами расчета ускорения тела по одномерной теоретической модели движения снаряда с поддоном по стволу.

Результаты, сравнения теоретических и экспериментальных значений скорости, приведены в таблице 1.

Таблица 1

№	m, кг	P, Па	Uт., м/с	Uэкс, м/с	Δ
1	0,115	500000	236	180	56
2	0,108	1000000	323	269	54
3	0,103	1500000	380	316	64
4	0,102	2000000	418	340	78
5	0,102	2000000	418	397	21

В таблице: m – суммарная масса модели и поддона, P – начальное значение толкающего газа, Uт – теоретическая скорость тела на выходе из ствола, Uэкс – скорость тела на выходе из ствола полученная в эксперименте, $\Delta = U_t - U_{\text{экс}}$.

Полученные отличия скоростей в испытаниях 1-4 обусловлены, имеющем место, наличием утечек толкающего газа по длине ствола и трением поддона о внутренние стенки ствола. Устранение утечек привело к уменьшению разности теоретической и экспериментальной значений скоростей (Испытание №5). Важным результатом является и то, что в процессе выполнения тестовых испытаний возникло множество нареканий по эксплуатации используемого оптического рамочного хронографа «Стрелец» АСС 0022 и сложностей по интерпретации результатов измерения в виду большого числа ложных срабатываний. Попытки изолирования прибора от вибраций, воздействий истекающей струи и др. не дали удовлетворительного результата. Поэтому, для определения скорости полета модели, в условиях аэробаллистического эксперимента, исполнителями была изготовлена и испытана двухкаскадная оптическая система регистрации скорости. Каждый каскад оптической системы состоит из источника оптического излучения (миниатюрный диодный лазер, 100 мВт) и приемника. На рис. 14 и рис. 15 представлены фотография системы и 3D модель.

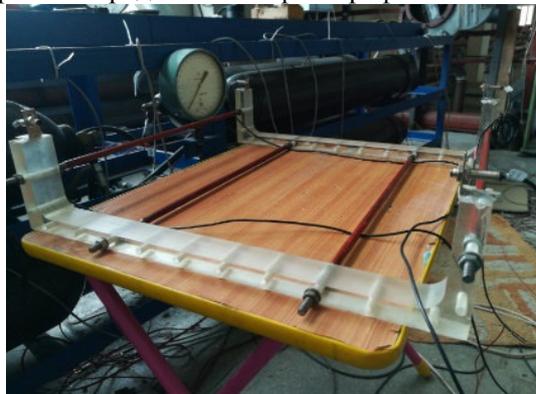


Рис. 14. Фотография оптической системы.

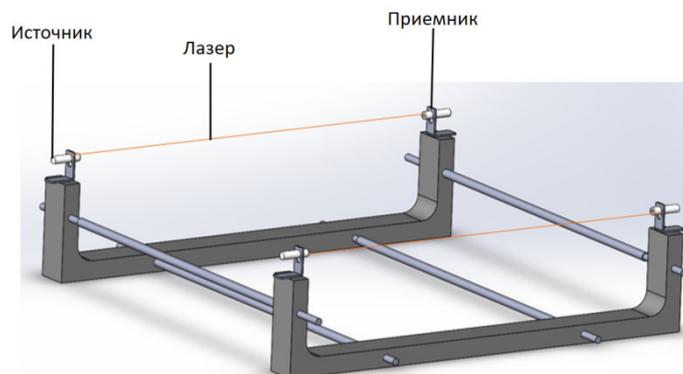


Рис. 15. 3D модель оптической системы.

Принцип действия системы прост: система устанавливается так, чтобы пролетающий объект пересекал оба лазера. При выполнении пуска установки, с помощью аппаратуры, фиксируется сигнал-напряжение с приемников оптического излучения. По известному расстоянию между лучами и времени отклика приемников, можно определить скорость летящего объекта. В настоящее время система находится на стадии экспериментальной отработки, а в дальнейшем планируется возможное проведение серии экспериментов непосредственно с аналогичными элементами макетов левитирующей над РЗМ трассой капсулы бездренажного криостата с ВТСП блоками внутри. Также в процессе экспериментов возможна визуализация картины течения около модели оптическими методами.

Также на территории ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН при участии специалистов из МАИ [26,27] предпринята успешная 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, [2,3,5] (рис.16.).



Рис.16. Фрагмент испытательного стенда ВМЛТ на территории ИРЭ,

Макеты исследуемых на нём различных вариантов трасс ВМЛТ позволяют в заданных 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, пока простейших, моделях криостатов, сборок объёмных элементов из ВТСП, которые сейчас поддерживаются пока при температуре 77 К, кипения жидкого азота.



Рис. 17. Один из макетов ВМЛТ на входе в вакуумную оболочку.

На макетах теоретически и экспериментально исследуются различные варианты пространственных конфигураций расположения постоянных РЗМ магнитов, связь с напряженностью магнитного поля достигаемой вблизи транспортного пути, а также сила взаимодействия подвижного макета транспортного средства с трассами на постоянных магнитах при различных левитационных зазорах и способах активации сверхпроводникового элемента, в том числе, в режиме «замороженного магнитного потока» в ВТСП.

По мере необходимости, на соответствующих дополнительных экспериментальных стендах и установках, после их доработки и адаптации, исследуются возможности (после их метрологической аттестации) получения всех необходимых для дальнейшего масштабирования экспериментального стенда ИРЭ количественных экспериментальных данных по основным критическим технологическим параметрам модельного ВМЛТ следующего поколения.

Стоит отдельно отметить, что в рамках создания модели планируется активно использовать современные аддитивные технологии и материалы (3d-печать) компании «Роботех», обрабатывающие 3d центры на базе станков с ЧПУ, в том числе и элементы лазерной автоматической обработки материалов, сверхпроводниковые обмотки – составляющие элементы трассы ВМЛТ, микрокриогенные системы криостатирования ВТСП на уровне температур (60-100) К с КПД на уровне (15-25)% от цикла Карно, немагнитные и работающие в вакууме до 10^{-7} Па системы 3d позиционирования и т.д., что по сути является производственно-технологической отработкой создаваемой модели с возможностью её последующего полупромышленного масштабирования.

При этом уже сейчас некоторые общие лабораторные результаты показывают, что первоначальные страхи экономической неэффективности разрабатываемой транспортной системы практически являются несостоятельными, а фактические издержки на обеспечение ВТСП эффекта сопоставимы с существующими аналогами в виде затрат на железнодорожный транспорт, но при этом достигаемые скоростные показатели и показатели энергетической эффективности значительно превосходят потенциал развития железнодорожного «колесного» и атмосферного маглев транспорта.

Итак, в соответствии с предварительным планом работ, намеченным нами в работе [5], в течение последнего времени коллективом авторов доклада с коллегами была проведена серия предварительных (по причине того, что полная метрологическая аттестация оборудования пока ещё не проводилась из-за отсутствия необходимого и достаточного объёма финансирования) работ по созданию новых и предварительному испытанию пригодности и работоспособности некоторых уже существующих экспериментальных стендов и методик междисциплинарных научно – технических и расчётно-теоретических исследований для проведения необходимой отработки отдельных основных составляющих критических элементов технологии ВМЛТ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Технологии и варианты дальнейшего развития высоко- и сверхвысокоскоростных транспортных средств, объединенных в единую ИТТС, несомненно, экономически выгодны и политически необходимы для России, но на базе традиционных вариантов транспортных систем эта проблема не решаема. Необходимы новые, прорывные и нетрадиционные, научно-технические решения и разработки.
2. Особенно привлекательна реализация сверхскоростных транспортных путей на основе ВМЛТ, обладающих, в принципе непревзойденной скоростью, экономичностью и энергетической эффективностью.
3. На данном этапе работ выделены несколько ключевых критических направлений проработки принципиальной возможности создания ВМЛТ: величина левитационной силы

в системе «трасса на ПМ - подвижный элемент- левитер на ВТСП», особенности процесса охлаждения ВТСП в подвижной капсуле ВМЛТ, разгон, торможение и рекуперация энергии в линейном синхронном двигателе ВМЛТ, аэродинамическое и иное сопротивление в вакуумном канале ВМЛТ.

4. Экспериментально подтверждена возможность масштабирования пилотных проектов ВМЛТ на базе результатов исследований, проведенных на предварительном миниатюрном, или «потешном» макете, что позволяет создать пилот-макет «среднего масштаба». В случае его успешного функционирования можно будет перейти к созданию и испытанию более масштабных систем, но для более тщательного обоснования пилотных проектов ВМЛТ, ещё необходимо выполнить большой объем разносторонних фундаментальных теоретических и экспериментальных работ.
5. Необходимо решением правительства РФ признать важность проекта на государственном уровне и включить работы по созданию и развитию МЛТ и ВМЛТ в «Стратегию развития транспорта на период до 2030 года».

Работа поддержана РФФИ, грант 17-20-04236 и АО «КРИОГЕНМОНТАЖ», www.cryomont.ru.

Литература

1. Дроздов Б.В., Терентьев Ю.А. Перспективы вакуумного магнито-левитационного транспорта// Мир транспорта. 2017. Т.15, №1, с.90-99.
2. 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.
3. Филимонов В.В., Малинецкий Г.Г., В.С.Смолин и др// ВЫСОКОСКОРОСТНЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ КОРИДОРЫ КАК ОДИН ИЗ МЕХАНИЗМОВ РЕАЛИЗАЦИИ НАЦИОНАЛЬНОЙ ИДЕИ РОССИИ// XIII международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, КВЦ «Сокольники», 12 – 14 апреля, 2018.
4. Lyovin V.A., Davydov A.M., Kurenkov P.V., Karapetyants I.V., Shavrov V.G., Koledov V.V., Fongratovski S.V., Malinetskiy G.G., Kryukov P.V., Drozdov B.V., Terentiev Yu.A. 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. Osaka, Japan, 2017.
5. Terentyev YA, Filimonov VV, Malinetskiy GG, Smolin VS, et al. Russia integrated transit transport system (ITTS) basid on vacuum magnetic levitation transport (VMLT). Transportaion Systems and Technology. 2018;4(3 suppl. 1):57-84. doi: 10.17816/transsyst201843s157-84
6. Журавлева Н.А., Панычев А.Ю. Проблемы экономической оценки скорости в транспортно-логистических системах в новом технологическом укладе// Транспортные системы и технологии. 2017. Выпуск 4(10). <http://www.transsyst.ru/410-17-7.html>
7. Дроздов Б.В. О перспективном облике глобальной транспортной системы // Сборник "Культура. Народ. Экосфера", труды социокультурного семинара имени Бугровского. Выпуск 10. -М.: "Спутник+", 2017
8. Портал InfraNews: Рейтинг TOP-50 мировых логистических компаний. URL <http://infranews.ru/novosti/statistic/41382-rejting-top-50-mirovyyh-logisticheskix-kompanij/> (дата обращения 20.02.2019).
9. Альметова З. В. и др. ИНТЕГРАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ ТРАНСПОРТНЫХ СИСТЕМ ЕВРАЗИЙСКОГО ЭКОНОМИЧЕСКОГО СОЮЗА //Экономика и менеджмент. – 2019. – Т. 12. – №. 3. – С. 161-168.
10. Yang C., Lan S., Tseng M. L. Coordinated development path of metropolitan logistics and economy in Belt and Road using DEMATEL–Bayesian analysis //International Journal of Logistics Research and Applications. – 2019. – Т. 22. – №. 1. – С. 1-24.

11. Никитин Н. А. ПУТИ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ПРОЦЕССА ОРГАНИЗАЦИИ МЕЖДУНАРОДНЫХ КОНТЕЙНЕРНЫХ ПЕРЕВОЗОК //European Scientific Conference. – 2019. – С. 74-76.
12. ИА REGNUM: ожидается взрывной рост контейнерного транзита Китай — ЕАЭС — Евросоюз. URL.<https://regnum.ru/news/2396956.html> (дата обращения 10.03.2019).
13. Вертинская Т. Теоретические и практические основы экономической интеграции регионов стран–членов ЕАЭС (на примере участия Республики Беларусь). – Litres, 2019.
14. Трофимова Валентина Владимировна Развитие интернет-торговли в России и мире // Бизнес-образование в экономике знаний. 2018. №2 (10). URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/razvitie-internet-torgovli-v-rossii-i-mire> (дата обращения: 17.03.2019)
15. Журнал Forbes: Amazon стала крупнейшей компанией в мире по капитализации. URL <https://www.forbes.ru/tehnologii/369929-amazon-stala-krupneyshey-kompaniey-v-mire-po-kapitalizacii> (дата обращения: 17.03.2019)
16. Магнитолевитационная транспортная технология / Под ред. В. А. Гапановича. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2014. – 476 с.
17. Магнитолевитационный транспорт: научные проблемы и технические решения /Под ред. Ю.Ф. Антонова, А.А. Зайцева. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2015. – 612 с.
18. Зайцев А.А., Морозова Е.И., Талашкин Г.Н., Соколова Я.В. Магнитолевитационный транспорт в единой транспортной системе страны: монография. – СПб.: НП-Принт, 2015.– 140 с.
19. Technical-economical comparison ofMaglev and High Speed Systems // The website of theTransportation and Infrastructure
20. Committee.http://archives.republicans.transportation.house.gov/Media/File_110th/Rail/3-20-07-roundtable-Bradydornier.pdf. Датаобращения: 15.07.2018.
21. Островская Г.В. Магнитные дороги профессора Вейнберга (К 100-летию лекции «Движение без трения»). ВестникнаукиСибири. 2014. – № 2 (12).
22. ET3 online education // The website of the Evacuated Tube Transport Technology. URL: <http://et3.eu/et3-online-education.html> (дата обращения: 15.03.2019)
23. С.Б.Нестеров, Р.О.Кондратенко, А.И.Капитоненко, А.И.Холопкин, А.Н.Белоконев. Почтовая доставка на основе магнитной левитации в разреженной среде. XXIV Научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» Судаков, 16 – 23 сентября 2017 г., стр247
24. 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.
25. 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.
26. Ковалёв Л.К., Ковалёв К.Л., Конеев С.М-А, Пенкин В.Т., Полтавец В.Н., Ильясов Р.И. Магнитные подвесы с использованием объёмных ВТСП элементов. //Электронный журнал «Труды МАИ», Выпуск №38.
27. Л.К. Ковалёв, С.М. Конеев, В.Н. Полтавец, М.В. Гончаров, Р.И. Ильясов, Д.С Дежин. Электрические машины и устройства на основе массивных высокотемпературных сверхпроводников / Под ред. Л. К. Ковалёва., К. Л. Ковалёва, С.М-АКонеева .- М.: ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 396 с.
28. Фомин В.М., Звегинцев В.И., Наливайченко Д.Г., Терентьев Ю.А. Вакуумный магнитолевитационный транспорт: поиск оптимальных рабочих параметров// Транспортные системы и технологии. 2016, вып.(3)5. <http://www.transssyst.ru/4-razdel1-2-Fomin.html>
29. V.I. Zvegintsev, S. O. Morozov, and D. G. Nalivaychenko. Gas dynamics of the uniform body acceleration in the channel// AIP Conference Proceedings 2027, 030012 (2018); <https://doi.org/10.1063/1.5065106>

СЕКЦИЯ 5 ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ И КРИОГЕННОЙ ТЕХНИКИ

Эксергия, К.П.Д., Юбилей ...

*Н.В.Калинин, А.В.Мартынов, Е.И. Калинина
Москва, НИУ МЭИ, ул. Красноказарменная, 14*

Работа посвящена 100-летию со дня рождения заслуженного деятеля науки РФ, доктора технических наук, профессора МЭИ Виктора Михайловича Бродянского. Ближайшие коллеги делятся воспоминаниями о совместной работе и общении в жизни с Виктором Михайловичем. Приведены краткие выдержки из работ в последнее десятилетие в развитие технических идей и эксергетической методике, выдвигаемых В.М. Бродянским.

Exergy, KPD, Jubilee. N.V. Kalinin, A.V. Martynov, E.I. Kalinina. The work is dedicated to the 100th anniversary of the birth of the Honored Worker of Science of the Russian Federation, Doctor of Technical Sciences, Professor of MEI Victor Mikhailovich Brodyansky. The closest colleagues share their memories of working together and communicating in life with Viktor Mikhailovich. A brief excerpt from the work in the last decade in the development of technical ideas and exergy techniques put forward by V.M. Brodyansky.

Неумолимый вечный двигатель
Время листает свои страницы: годы, пятилетия, десятилетия. Вот и минуло уже 5 лет с предыдущей памятной даты и Виктору Михайловичу Бродянскому – 100 лет!

Знаменательное событие!

Кому как не нам А.В.Мартынову и Н.В. Калинину, его первым ученикам, коллегам, активным продолжателям его научных идей, методов и методик, откликнуться на предложение конференции.

Вспоминая годы, которые нам посчастливилось работать бок о бок с Виктором Михайловичем (а долгое время, работая на кафедре ПТС, он не имел своего кабинета), сидели вчетвером и впятером в одной комнате.

Вспоминаем как, работая над своими диссертациями (Аркадий Владимирович «дул в вихревую трубу», Николай Васильевич (далее А.В. и Н.В.) крутил высокооборотный и шумный детандер), засиделись допоздна и на вопрос Виктора Михайловича « что-то не идете домой» ответили, что усиленно учим термодинамику. Виктор Михайлович рассмеялся и сказал, что мы дураки и термодинамику нельзя учить, а постигать ее непростые и иногда спорные истины надо на конкретных своих же технических вопросах, которыми ты в данный момент занят.

Сколько раз, уже на своих учениках мы убеждались в правоте и целесообразности такого подхода!

Еще одна полезная подсказка была высказана как бы мимоходом Виктором Михайловичем мне (Н.В.), глядя на подготовку к экзамену по иностранному языку для сдачи кандидатского минимума.

Надо сказать, что в то время (начало 60-х) как раз было много публикаций по эксергетическим проблемам на близком мне немецком, а потом и на французском языках. Виктор Михайлович посоветовал сделать наиболее интересную подборку статей для «тысяч», которые в результате легли в основу трех сборников переводов : «Эксергетический метод и его приложения», «Эксергия и Энергия», «Эксергия и Экономика», изданных в течение 1965÷1970г.г. в издательстве МИР.

Использовал Виктор Михайлович и переводы французских материалов для двух замечательных книг о Лазаре и Сади Карно.

И даже при сдаче экзамена по философии с легкой руки и по совету Виктора Михайловича мною (Н.В.) был написан и защищен на экзамене реферат на тему «Объединение

в едином понятии эксергия философских критериев качества и количества в их единстве и противоположности».

Наше становление как преподавателей и научных работников проходило так же и в постоянном рецензировании и критике разных статей и заявок на авторские свидетельства, которые нам Виктор Михайлович регулярно подбрасывал. «Это вам будет полезно, нечего дурака валять».

Особенно много их было (есть и сейчас) со стороны поклонников вечного двигателя и до сих пор для нас работа по обоснованной критике вечного двигателя в разных технических интерпретациях «остается интересным и поучительным эпизодом истории физики и энергетической науки» (Бродянский В.М. Вечный двигатель – прежде и теперь. От утопии – к науке, от науки к утопии. М. Физматлит. 2001г 264 с.)

Есть и конкретные вопросы, в которых Виктор Михайлович, его труды и неумирающие яркие советы постоянно помогают и сейчас в нашей многогранной повседневности.

Один из них – постоянный в научных и методических дискуссиях, это вопрос о КПД. А.В.использовал советы Виктора Михайловича в подготовке сборника задач по курсу «Термодинамические основы трансформации тепла и процессов охлаждения».

Использовал и Н.В.при подготовке последнего издания учебного пособия «Нагнетатели и тепловые двигатели». Издательство МЭИ .2018г. 10 п.л. неоднократно апробированный и наиболее корректный и универсальный подход к определению КПД как отношения создаваемого эффекта к затратам, выраженным в эксергетических величинах.

Большое значение В.М. Бродянский уделял реальной научной работе на действующих установках, так как сам был начальником кислородного цеха на «Московском Автогенном заводе» и защита его кандидатской диссертации была связана с работой кислородных установок.

Затем, когда по приглашению зав. кафедрой профессора Е.Я. Соколова, Виктор Михайлович стал работать в МЭИ на нашей кафедре в лаборатории «Холодильных установок», появилась кислородная установка высокого давления с мощным компрессором на 200 атм. Это была инициатива В.М. Бродянского, и для получения навыка в эксплуатации этой установки А.В. был командирован на «Кислородный завод, где, кроме всего прочего можно было научиться определять концентрацию кислорода на приборе «Гемпель».

Там же впервые под руководством В.М. Бродянского была изготовлена вихревая труба, которую испытывал аспирант Лейтес И.Л., а затем и в МЭИ по инициативе Виктора Михайловича была изготовлена вихревая труба.

Результаты научных исследований неоднократно докладывались на научных конференциях по «вихревому эффекту», которые проводились в Куйбышевском «Авиационном институте» под руководством Меркулова А.П. и в дальнейшем во многих городах таких как Одесса, Николаев, Очаков, где председателем «Вихревых конференций» был неизменно В.М.Бродянский. Все «вихревики» со всего Советского Союза собирались на этих конференциях и многие вопросы, связанные с определением эффективности установок естественно переходили на обсуждение эксергии, которой В.М. Бродянский под руководством профессора И.П. Ишкина посвятил свою дальнейшую работу, переросшую в докторскую диссертацию.

Это был сложный период научной полемики В.М. Бродянского с противниками эксергетического метода, особенно с одесским профессором Д.П. Гохштейном, который отстаивал более сложный энтропийный метод. Однако, будучи блестящим лектором и оппонентом, В.М. Бродянский всегда побеждал, отстаивая более простой и эффективный эксергетический метод анализа.

Большую помощь и поддержку в становлении эксергетического метода оказала и кафедра термодинамики МЭИ и, в особенности, ее заведующий М.П. Вукалович.

Применяемые во многих случаях в учебных и научных изданиях для формирования КПД величины не представляющие эффекта действия того или иного процесса или устройства (например адиабатный или изотермический КПД компрессора) не дают возможность показать создаваемый эффект и на его основе определить эффективность действия.

Также и другой распространенный способ определения эффективности, как отношения составляющих энергетического баланса (того что получим к тому, что затратили) дает во многих широко известных технических примерах в результате значения КПД в рамках

$$\eta = \frac{$E_{\text{получено}}$}{$E_{\text{затрачено}}$} <math>$$</math>$$

что вызывает справедливые недоразумения и нарекания составителей и пользователей.

Это относится, в первую очередь, к холодильным установкам, в которых такой показатель назван только холодильным коэффициентом ϵ (но не КПД!) и особенно в тепловом насосе, в котором подобный коэффициент трансформации μ всегда больше единицы.

Причина превышения численных значений коэффициентов (заметим их никто не называет КПД) «порога единицы» широко известна, тем не менее, не всегда и не всем до конца понимаема.

Она объясняется некорректностью отношения или суммирования разных по качеству видов энергий - работы и теплоты, теплоты разных потенциалов.

Решение возникающего недоразумения наиболее наглядно было представлено создателями, сторонниками и последователями эксергетического метода, оценки эффекта и на его базе эффективности любых процессов трансформации энергии в различных процессах, установках и системах с учетом не только количества, но и качества энергии, в частности его температурного уровня.

С использованием понятия качества энергии становится возможным избежать упомянутых недоразумений введением КПД η_e названным эксергетическим и формировать его в наиболее простом случае (один поток отводится, другой подводится) как $\eta_e = E_3/E_2$

где E_3 – эксергия полученного эффекта

E_2 – эксергия затраченной энергии

Другой немаловажной особенностью является необходимость корректной оценки двухцелевых процессов и установок, а также установок с тремя и более потоками в виде суммарного эффекта.

В таком случае эксергетический КПД η_e представляется как отношение суммарного эффекта $\sum E_3$ к суммарным затратам $\sum E_2$

При энергетическом подходе такое суммирование неправомерно, т.к. потоки неаддитивны.

Величина эксергетического КПД всегда соответствует условию $0 < \eta_e < 1$, т.к. разность $\sum E_2 - \sum E_3 = D$ определяет потери эксергии, тогда как в энергетическом балансе энергия не теряется, а только трансформируется из одних видов в другие.

Ниже приводятся конкретные примеры составления КПД для наиболее распространенных в технике случаев: процессов расширения и сжатия.

Для расширительных машин как силовых (паровых и газовых турбин) так и детандеров (низкотемпературных и высокотемпературных газовых, использующих избыточный перепад давлений) КПД может быть записан как

$$\eta_e^m = \frac{N_m + E_2}{\sum E_{ex}}$$

где N_m - отведенная полезная мощность турбины, отданная генератору, насосу или компрессору;

E_2 - эксергия рабочего тела на выходе турбины;

$\sum E_{ex}$ - сумма потоков эксергии подведенных к турбине

Если на входе в турбину подводится тепло или холод, то

$$\sum E_{ex} = E_{pm\ ex} + E_{Q\ ex}$$

где $E_{pm\ ex}$ - эксергия рабочего тела на входе;

$E_{Q\ ex}$ - эксергия подведенного на входе тепла E_{Qm} или холода E_{Qx} .

Для компрессоров в обобщенном виде КПД определяется как

$$\eta_e^k = \frac{e_2 - e_1}{l_k} = \frac{G_k(e_2 - e_1)}{N_k}$$

где e_2 и e_1 - соответственно эксергии на выходе и входе компрессора

ℓ_k и N_k - соответственно затраченная работа или мощность.

Выражение для эксергетического КПД может быть также использовано и при оценке эффективности компрессорной установки с охлаждением, в которой отводимая теплота полезно используется. В таком случае компрессорная установка должна быть представлена как двухцелевая, производящая два продукта: сжатый воздух и теплоту:

$$\eta_e^{ycm} = \frac{E_{C.B} + E_Q}{N_k} = \frac{e_{C.B}V_{C.B} + Q_{ym}\tau_e}{N_k}$$

где $e_{C.B}$ - эксергия сжатого воздуха в количестве $V_{C.B}$;

Q_{ym} - отводимое и утилизированное тепло

$\tau_e = \frac{T-T_{oc}}{T}$ - коэффициент работоспособности

N_k - потребляемая мощность компрессора.

Показательный пример неправомерного использования разности энтальпии сжатого газа на выходе из нагнетателя компрессорной станции повышения давления в магистрали, продемонстрирован в аналогичной статье в материалах IX конференции, опубликованной в 2014г. [1]

Авторами (Н.В. Калинин и Р.Р. Сагитов) было показано, что использование энтальпии на выходе адиабатного компрессора в качестве составляющей эффекта и далее в определении эффективности приводит к парадоксу: рост энтальпии увеличивает КПД компрессора, но отрицательно сказывается на магистрали, т.к. растут гидравлические потери.

Только эксергетический КПД, но уже не компрессора, а системы компрессор плюс холодильник на выходе дает с использованием эксергетического метода логичный и корректный показатель.

Очень важные и полезные применения эксергетического метода дает использование эксергии при распределении затрат первичной энергии на продукты многоцелевых установок, с учетом не только количества и качества производимого продукта.

Наиболее ярко это проявляется в воздухоразделительных установках, производящих 2-3 и более продуктов [2].

Так при числе « i » продуктов ВРУ доля эксергии, затраченной на выработку i -го продукта разделения воздуха составит

$$m_i = \frac{e_i V_i}{\sum_{i=1}^n e_i V_i} = \frac{E_i}{\sum_{i=1}^n E_i}$$

удельный расход эксергии

$$\bar{E}_i = \frac{m_i N_k}{V_i}$$

где e_i, \bar{E}_i - удельные и полные эксергии продукта;

V_i - количество продукта;

N_k - потребляемая мощность многоцелевой установки.

Методика распределения затрат для многоцелевых ВРУ была в течение 70-80-х лет разработана и апробирована Калининой Е.И. и использована в организациях ГИПРОКИСЛОРОД и ВНИИКРИОГЕНМАШ для определения затрат и тарифов на продукты разделения воздуха.

Литература.

1. Н.В.Калинин, Р.Р.Сагитов, Е.В.Жигулина . Оценка эффективности работы компрессорных станций с использованием эксергетической методики. Материалы IX Международной Научно-технической конференции. Москва. Сокольники 2014г.
2. Бродянский В.М. Эксергетический метод термодинамического анализа. М. Энергия. 1973г. 296 с.

**Бродянский Виктор Михайлович.
Воин, инженер, руководитель производства, ученый, педагог,
популяризатор науки**

*С.Б. Нестеров, Г.Н. Иванова
Москва, РНТВО им. академика С.А. Векшинского*

Работа посвящена 100-летию со дня рождения Заслуженного деятеля науки Российской Федерации, доктора технических наук, профессора Московского энергетического института, действительного члена Международной академии холода, крупнейшего специалиста по проблемам термодинамики и криогенной техники.

Brodyanski Viktor Mikhailovich. S.B.Nesterov, G.N.Ivanova. The paper is devoted to the 100th anniversary of Dr. Brodyanski's birthday. V.M. Brodyanski was Doctor of Science, Professor of the Moscow Power Engineering Institute, a member of the International Cold Academy, an outstanding specialist in thermodynamics and cryotechnology.



В июле 1941 года студент 4-го курса Московского института химического машиностроения Виктор Бродянский ушел добровольцем на фронт. Был направлен в танковые войска, в мотопехоту. Воевал в Смоленской области, под Москвой и в Белоруссии. В институт капитан Бродянский вернулся в октябре 1945 г. с двумя ранениями, боевыми орденами Отечественной войны I степени, Красной Звезды и медалями [1].

После окончания института разрабатывал технологические схемы воздухоразделительных установок во ВНИИ кислородного машиностроения. 5 лет работал начальником цеха на Первом московском автогенном заводе [2].

С 1957 года Виктор Михайлович полностью посвятил себя научно-педагогической работе в Московском энергетическом институте. Там он стал доктором наук, профессором и создал научную школу, развившую три основных направления: применение эксергетического метода технико-экономической оптимизации способов и устройств для преобразования вещества и энергии; совершенствование низкотемпературных и теплонасосных установок, в том числе путем применения многокомпонентных рабочих тел; создание высокоэффективных низкотемпературных систем на основе использования электрокалорического эффекта и взаимодействия электрических полей с диэлектрическими средами.

Виктор Михайлович всегда старался внимательно вычитывать диссертации своих аспирантов, обращая особое внимание на стиль изложения, и считал, что умение грамотно излагать свои мысли является одним из важных элементов подготовки молодого ученого. В последние годы своей жизни просил своих учеников отвезти его в книжный магазин и там долго листал книги.

С гордостью показывал свои работы, напечатанные в иностранных журналах. Ученики, сотрудники и студенты называли Виктора Михайловича не иначе, как Брод. Виктор Михайлович был разносторонним человеком: любил музыку, литературу, историю. На протяжении пяти лет в молодости посещал уроки по игре на фортепиано у студентки Московской консерватории.

Что остается после ученого? Остаются его ученики, книги, идеи.

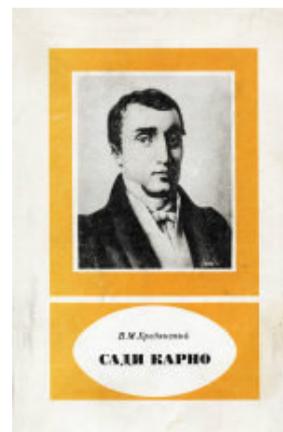
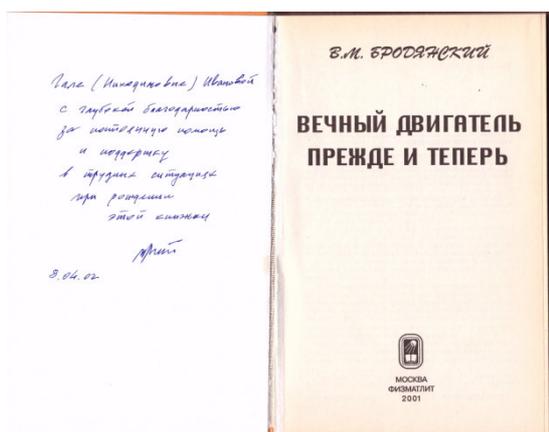
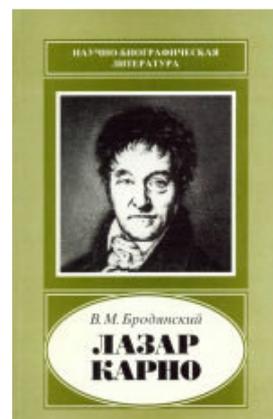
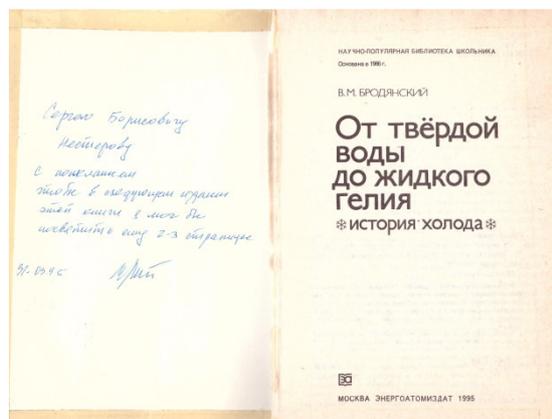
Показана бесполезность попыток обойти эти законы независимо от сложности предлагаемых для этого устройств.

Книга [5] посвящена жизни и деятельности Лазара Карно - знаменитого французского ученого, инженера и политического деятеля, известного не только классическими работами в области математики и прикладной механики, но и как «организатор победы» армий революционной Франции над войсками интервентов в период Великой французской революции. Лазар Карно оказал решающее влияние на классические работы своего старшего сына - основателя термодинамики Сади Карно.

Книга [6] посвящена жизни и деятельности С. Карно - великого французского физика и инженера, основоположника термодинамики. Идеи его классического труда «Размышления о движущей силе огня...» не только определили научную базу энергетики XIX и XX вв., но и оказали существенное влияние на развитие физических наук. В книге использованы малоизвестные документы, а также работы Карно, не опубликованные при его жизни.

В книге [7] популярной форме рассказывается об истории развития техники низких температур, ее использовании, а также связанных с ней направлений науки. Показано, как трудами изобретателей и исследователей разных стран были созданы многочисленные машины и приборы, без которых не могла бы существовать современная цивилизация.

Научно-популярные книги профессора В.М. Бродянского



Так говорил Бродянский

«Не люблю студентов с рыбьими глазами». К счастью, все наши студенты имели человеческие глаза (прим. авт.)

«К черту подробности!»

«Котлеты отдельно, мухи – отдельно!»

«Не клади все яйца в одну корзину!»

«У каждого должна быть своя морковка!»

«Наука требует жертв!»

«Я пупком чувствую: в этом должна быть жареная курица!»

«А вы, мерзавцы, думали, что вам комиссия поможет?...Ни хрена она вам не помогла» (из «Бравого солдата Швейка»)

Во время лекций Виктор Михайлович иногда произносил следующую фразу: «Легче кошку научить криогенной технике, чем женщину». Нашим однокурсникам эта фраза очень не нравилась. Сегодня, имея уже некий опыт преподавания в области криогенной и вакуумной техники, я постепенно склоняюсь к мысли о том, что кошку обучить криогенной технике все-таки сложнее.

Вспоминается такой случай: профессор, которому исполнилось 60 лет, собрав вокруг себя группу молодых людей, рассказывает им: «Мы, ветераны криогенной техники...» Мимо проходит 80-летний В.М.Бродянский и произносит: «Ты еще зеленка, а не ветеран».

Однажды Виктор Михайлович спросил, какой эпиграф можно написать к его книге. Я сказал первое, что пришло на ум: «Талант может попасть в цель, а гений знает, где эта цель». Он спросил, кто автор?, я ответил - Шопенгауэр. Виктор Михайлович попросил меня найти точную ссылку, но как я ни старался, ссылку эту обнаружить мне не удалось.

Уже в преклонном возрасте Виктор Михайлович говорил: «Пока на работу ходит мой учитель Соколов Ефим Яковлевич, я буду ходить тоже». С возрастом Виктор Михайлович вынужден был пользоваться слуховым аппаратом. Во время экзаменов от него можно было слышать следующую фразу: «А? Говорите громче, что вы там бубните». Когда же ему говорили, Виктор Михайлович, зарплату дают, он отвечал, не орите, я не глухой.

Перспективы и пожелания

Этот раздел статьи можно рассматривать как своего рода завещание нам, его ученикам и последователям.

Ближайшие перспективы развития низкотемпературной техники и технологии [7]

«Если оставить в стороне конструктивные улучшения техники, которые будут происходить постоянно, но дают сравнительно небольшой эффект, а обратиться к фундаментальным, то нужно назвать четыре.

1. Использование текучих рабочих тел с новыми полезными теплофизическими свойствами, в том числе смесей жидкостей и метастабильном состоянии и двухфазном (типа «шуги»).

2. Применение новых способов сжатия, расширения и транспортировки рабочих тел в электрическом и магнитном полях.

3. Использование вторичных и других низкотемпературных энергетических ресурсов для привода (основного или вспомогательного) оборудования низкотемпературных систем.

4. Использование электрокалорического и магнитокалорического (ЭК и МК) эффектов на основе поиска новых диэлектриков и магнетиков, а также высокотемпературной сверхпроводимости.

Прогнозировать новые приложения низкотемпературной техники в разных *технологиях* – это еще более трудная задача; их число очень велико.

Единственное, что следует при этом отметить – это тенденция ко все большему выходу криотехнологий за пределы области их известных применений: пищевой, медицинской, биологической, а также радиоэлектронной. Здесь можно выделить два новых направления – *криохимию и криоэнергетику*.

Криохимия возникла в связи с открытием своеобразных химических реакций, активно протекающих при низких температурах. Это открывает большие возможности создания новых веществ и материалов.

Интерес к криоэнергетике возник в связи с неизбежным в перспективе освоением полярных областей на Земле и необходимостью освоения ближнего космоса, в частности поверхности Луны. Использование низких температур окружающей среды в этих условиях дает возможность создания достаточно эффективной и, главное, экологически чистой энергетики».

Про вечный двигатель [4]

«Работа по совершенствованию и преобразованию энергетики во всех ее направлениях очень трудна, но и интересна. Она требует людей, готовых, опираясь на научные знания, проявить себя, смело прокладывать новые пути, не страшась бурь научно-технической революции.

Все попытки свернуть энергетику на тупиковый путь «энергоинверсии», решить энергетические проблемы путем использования вечного двигателя второго рода совершенно бесперспективны. Они только отвлекают людей от настоящего дела.

Увлечение вечными двигателями, сохранившееся еще до нашего времени в своеобразной форме попыток создания ррт-2, несмотря на «научное» оформление долго жить не сможет. Вечный двигатель второго рода, так же как и его предшественник – вечный двигатель первого рода, останется лишь интересным и поучительным эпизодом истории физики и энергетической науки».

Пожелания нынешним студентам [8]

«Прежде всего, не лениться! Лень, как мне кажется, это основной порок нашей молодежи. Трудолюбие и дисциплину надо воспитывать в себе, начиная со школьных лет. Нельзя чего-то добиться в жизни, достигнуть каких-то высот просто так, не вкладывая своих сил, времени, желания. Также хотелось, чтобы студенты искренне интересовались учебой, своей специальностью. Ведь все мы учимся в первую очередь для себя. Не ради оценок, не ради похвалы преподавателей, не для родителей - а для себя! Пусть молодые люди не забывают это. Еще всем хорошего настроения, самочувствия и здоровья. Ну и, конечно, студентам удачно сдать сессию, не засыпаться на экзаменах. А для этого надо учиться в течение семестра, посещать лекционные и семинарские занятия».

Литература

1. Бродянский Виктор Михайлович. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы 5-й Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2010, с.211-212.
2. Бродянский В.М. Как появилась «инженерно-криогенная» школа П.Л. Капицы. В кн.: Петр Леонидович Капица: Воспоминания. Письма. Документы. – М.: Наука, 1994. – 543 с.
3. Соколов Е.Я. и Бродянский В.М. Эксергетические основы трансформации тепла и процессов охлаждения. М., «Энергия», 1967.
4. Бродянский В.М. Вечный двигатель – прежде и теперь. От утопии – к науке, от науки – к утопии. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2001. – 264 с.
5. Бродянский В.М. Лазар Карно (1753-1823). – М.: Наука, 2003 (Научно-биографическая литература).
6. Бродянский В.М. Сади Карно (1796-1833). – М.: Наука, 1993 (Научно-биографическая литература).
7. Бродянский В.М. От твердой воды до жидкого гелия (история холода). – М.: Энергоатомиздат, 1995. – 336 с.: ил. – (Научно-популярная б-ка школьника).
8. <http://auditoriya.ru/index>. Интервью с Бродянским Виктором Михайловичем. Почет и признание 2006.

Воспоминания ветерана-вакуумщика

О.К. Курбатов

Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского

В докладе приведены малоизвестные факты создания и развития отечественной вакуумной техники для решения проблем атомного проекта, космоса, электронной техники, микроэлектроники и оборонной промышленности СССР.

Memories of the veteran of vacuum . O.K. Kurbatov. The report presents little-known facts on the creation and development of domestic vacuum technology to solve the problems of the nuclear project, space, electronics, microelectronics and defense industry of the USSR.

1. О необходимости создания и развития отечественной вакуумной техники

За дату начала организации систематических исследований и разработок по созданию отечественной вакуумной техники, по моему мнению, следует считать 31.12.1945 г. – дату следующей записи в личном дневнике Лаврентия Павловича Берии, второго человека в руководстве СССР после Сталина. Берия записал: «Георгий (Маленков) направил мне письмо некоего Векшинского. Пишет, что знает его как серьезного работника. По письму это видно. Нос не дерет, не поучает как Капица, а предлагает дельные вещи. Пишет, надо немедленно приступить к созданию и оборудованию нового научно-технического Центра, чтобы через 8 – 10 месяцев работать по-настоящему. Это он гребёт под себя, но мысль дельная».

Берия в послевоенные годы руководил всеми работами, проводимыми в СССР по созданию атомной бомбы в противовес США. Практически через 2 месяца после приведенной записи в дневнике Берии, а именно 02.03.1946 г. в соответствии с Постановлением СНК СССР № 494-203 СС по предложению Берии была образована Центральная вакуумная лаборатория (ЦВЛ) наркомата электропромышленности во главе с д.ф.-м.н. С.А. Векшинским.

Вскоре после организации ЦВЛ по инициативе И.В. Курчатова коллектив специалистов, возглавляемый Векшинским, был привлечён к работам по созданию отечественного атомного оружия. На ЦВЛ возлагаются задачи по разработке принципиально новой техники получения и измерения вакуума, детекторов ионизирующего излучения, реализации метода электромагнитного разделения изотопов урана.

Учитывая исключительную важность и сложность поставленных задач, в 1947 г. Правительство принимает решение о создании на базе ЦВЛ Научно-исследовательского вакуумного института (НИВИ). Директором назначается член-корреспондент АН СССР С.А. Векшинский. Задачи по созданию вакуумной техники для Атомного проекта были успешно выполнены.

Институт продолжал в тесном контакте работать с ЛИПАНОм по разработке новых видов вакуумной техники. Так первоначально назывался Институт атомной энергии, руководимый И.В. Курчатовым. В 1950-е годы НИВИ включается в работы по овладению энергией термоядерного синтеза.

И.В. Курчатов говорил так: «Термоядерные реакторы не могут быть созданы без настоящей технической революции в области вакуумной техники. Нужно научиться получать в больших установках в тысячи и десятки тысяч раз более глубокие разрежения». К концу 1958 года в Институте Атомной энергии с участием специалистов НИВИ была создана первая в СССР крупная термоядерная установка «ОГРА». Для получения сверхвысокого вакуума в камере этой установки была использована вакуумная техника нового поколения: с применением устройств испарения, ионизации, разряда в вакууме, сорбции газа на охлаждаемых поверхностях с возобновляемыми слоями химически активных элементов. Быстрота откачки (по воздуху) – около 1 млн. л/с. Предельное разрежение - $5 \cdot 10^{-9}$ мм.рт.ст.

И.В. Курчатов неоднократно посещал НИВИ во время выполнения совместных работ с целью постановки проблемных задач и обсуждения хода работ. При одном из таких посещений Курчатов в сопровождении Векшинского познакомился с состоянием разработки вакуумной системы для «ОГРЫ» в конструкторском бюро Института. Ветеран института Данилов К.Д. рассказывал мне, как сидя перед кульманом с чертежами, Курчатов внимательно слушал

пояснения и кивал «бородой». В конце беседы спросил Векшинского: «Когда эта вещь будет в металле?». Векшинский ответил, что вся система будет готова через год. Курчатов сказал что надо ускорить работы и сократил срок на 3 месяца. В итоге всё было выполнено в сжатые сроки, установленные Курчатовым, включая завершение конструкторских работ, изготовление, пуско-наладочные работы и испытания.

После изготовления вакуумной системы на заводе «Большевик» в Ленинграде вакуумный комплекс был испытан в НИВИ. Испытания прошли успешно, были получены заданные технические характеристики. После этого вакуумная система была передана в ЛИПАН для окончательной сборки и наладки всего электрофизического комплекса термоядерной установки. К сожалению, заданный вакуум $5 \cdot 10^{-9}$ мм.рт.ст. не сразу был получен. Член-корреспондент АН СССР Головин И.В. – заместитель Курчатова, руководитель всех инженерных работ в ЛИПАНе, звонит в НИВИ Главному инженеру и матерными словами сообщает о случившемся – нет заданного вакуума.

Поручено было срочно исправить ситуацию Цейтлину А.Б. В ЛИПАН направляются ведущий инженер Фалалеев Л.В. и ведущий конструктор Данилов К.Д. Эту историю рассказывал мне Данилов К.Д. Говорит: «Едем в метро, рассуждаем с Фалалеевым. Что могло быть? Ничего не приходит на ум. Лев и говорит – приедем к Головину, упадём ниц на колени и скажем: «Казни нас, не знаем!». Когда приехали в ЛИПАН, только открываем дверь в кабинет Головина, слышим: «Вы не нужны, Вашу мать, ПРОБИЛО!». Оказалось, что в системе охлаждения жидким азотом в многоярусной ловушке образовалась ледяная пробка и жидкий азот не проходил. Вакуум восстановился. Начались физические эксперименты.

2. Космос

После решения ряда проблем по созданию новых видов вакуумной техники для нужд экспериментальной физики и электронной техники перед специалистами НИИВТ были поставлены задачи космической отрасли. Среди них основными были разработки вакуумных камер имитации космического пространства, радиационных ловушек космического излучения, вакуумного контейнера для сбора и доставки космонавтами образцов лунного грунта, вакуумных камер для приёма лунного грунта, доставляемого автоматическими аппаратами «Луна-4» и «Луна-6». С помощью радиационных ловушек космического излучения, разработанных специалистами НИИВТ, были сделаны открытия нескольких радиационных поясов вокруг Земли. Дипломы открытий получил ученик Векшинского – начальник лаборатории Рыбчинский Р.Е., а главный конструктор вакуумной камеры по приёму лунного грунта Данилов К.Д. был награждён Орденом Трудовой Славы.

3. Вакуумщики шутили

Когда по ТВ, радио и в газетах сообщили о начале научного изучения лунного грунта, доставленного на Землю советскими космическими аппаратами, в нашем институте прошёл слух, что в НИИВТ привезли образцы лунного грунта. В одной из комнат лаборатории Рыбчинского, причастной к космической тематике, сотрудник лаборатории Тарасов А.И. установил микроскоп и добыл где-то горсть необыкновенного белого песка и стал приглашать тайно некоторых сотрудников на просмотр лунного грунта за определённую мзду. Несколько человек поддались этой шутке и попались, как говорится, на удочку.

В качестве научно-технической шутки расскажу об одном случае с конструктором-ветераном НИИВТ Гороховым П.И. Интеллигент, всегда одет в великолепно отглаженный костюм, не молодой, в очках с золотой оправой, но очень доверчивый и по детски наивный. Как-то он зашёл в испытательную лабораторию, и тот же Тарасов А.И. демонстрировал следующий фокус: свернул небольшой шарик из конфетной фольги и бросил в слабую струю паров жидкого азота, исходящую из сосуда Дьюара. Шарик висел в кажущемся состоянии невесомости – эффектная картина. Петр Иванович поинтересовался, из какого материала шарик. Тарасов ответил, что это новый материал «кириллий», и ему привезли его из института в Подлипках (теперь г. Королёв). Горохов в то время конструировал экспериментальное устройство, в котором должны быть детали из лёгких материалов. Когда он подошёл к начальнику отдела утверждать чертежи, в которых в качестве материала деталей был записан

«кириллий», то можно было представить себе реакцию Савинского, которого звали Кирилл Александрович, в присутствии других сотрудников.

4. Академики тоже могли ошибаться

Старейший сотрудник Института Атомной Энергии им. И.В. Курчатова Юрий Михайлович Пустовойт, непосредственный участник работ по установке «ОГРА» рассказывал мне, что в начале 1959 года, когда был получен заданный вакуум, подготовлен весь комплекс экспериментального физического оборудования и приборов, Курчатов в плановом порядке поставил перед физиками задачу – к концу 1959 года получить управляемую термоядерную реакцию с положительным выходом энергии. Однако в процессе экспериментов при попытках получения управляемого термоядерного синтеза обнаружилось большое количество различного рода неустойчивостей горячей плазмы. Академик Арцимович говорил, что при экспериментах неустойчивости обнаруживаются с такой скоростью, что физики-теоретики не успевают объяснить их механизм образования. На изучении плазменных неустойчивостей выросли крупные учёные – академики Сагдеев Р.З, Беляев С.Т. И до сих пор, спустя 60 лет со срока, установленного Курчатовым, проблема получения энергии за счёт управляемой термоядерной реакции человечеством не решена.

Несколько слов о рождении магниторазрядных насосов. Профессор МГУ Рейхрудель Э.М. рассказывал мне, что ему впервые удалось на основе газового разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях в электродном устройстве с полым анодом и двумя плоскими титановыми катодами получить заметный эффект откачки остаточных газов. Это устройство он назвал ионным насосом. Направил для публикации статью в Журнал технической физики АН СССР.

Редакция журнала обратилась к Векшинскому С.А. за отзывом на статью. В ответ Векшинский направил отрицательное заключение, считая что такое устройство не может быть ионным насосом из-за возможного быстрого насыщения катодов остаточными газами. Однако главный редактор ЖТФ академик Константинов Б.П. после получения положительных отзывов от других учёных, в том числе от профессора МИФИ Тягунова Г.А., принял решение о публикации статьи Рейхруделя Э.М. Это было в 1956 году, который можно считать годом «рождения» первого в мире магниторазрядного насоса. Американские специалисты опубликовали сообщение о магниторазрядном насосе лишь в 1958 году.

Во время одного из первых запусков автоматических станций в сторону Луны аппарата «Луна-3» произошёл неприятный случай с масс-спектрометром Института космических исследований (ИКИ) АН СССР. На полпути к Луне масс-спектрометр стал давать сбой в работе и, по мнению учёных, сообщать ложные результаты. Прибор был укомплектован в качестве откачивающего средства магниторазрядным насосом. В ИКИ срочно собралась учёная комиссия под председательством члена-корреспондента Тальрозе В.Л. В работе комиссии от НИИВТ руководство института поручило участвовать мне, а я совсем недавно закончил НИР по исследованию так называемой «памяти» магниторазрядных насосов, заключавшейся в запоминании всех ранее откачиваемых газов в виде пиков масс-спектра остаточных газов. Когда я кратко рассказал о результатах своей работы, всем стала понятна причина некачественного функционирования масс-спектрометра в космическом аппарате «Луна-3». В заключение председатель комиссии Тальрозе сказал: «Дай бог, чтобы лунный аппарат промахнулся бы мимо Луны». Но аппарат благополучно достиг Луны, а о результатах исследований было сообщено обтекаемо в общем виде.

5. Военная приёмка

Определённое количество НИР и ОКР в НИИВТ выполнялись по Постановлениям ЦК КПСС и Совета Министров СССР в интересах оборонных предприятий страны с военной приёмкой.

Вспоминаются две ОКР по магниторазрядным насосам с военной приёмкой, по которым я был назначен Главным конструктором. Одна – разработка малогабаритного насоса с быстротой откачки не менее 0,1 л/с для работы в космосе в составе высокочувствительного фотоэлектронного прибора разработки Института прикладной физики МОП СССР. Прибор предназначался для распознавания спутников по принципу «свой-чужой». Условия

эксплуатации очень жёсткие. Температура окружающей среды $\pm 70^{\circ}\text{C}$. Перегрузки до 60 g. Широкий частотный спектр вибраций. Разработка успешно была выполнена и первая партия насосов в количестве 25 штук была принята внешней военной приёмкой.

Когда проводилась разработка в 1972 году в институте произошла смена директора: вместо Векшинского С.А. директором стал бывший 1-ый Зам. Министра МЭП Фёдоров М.М. Буквально через три дня его назначения меня вызывают в кабинет нового директора. Там сидели два человека: кроме директора ещё незнакомый мне человек. Как оказалось потом, это был офицер КГБ, выпускник МИФИ. Этот товарищ показал мне малогабаритный магнитоэлектрический насос фирмы «Varian» (США) со сбитого американского самолёта во Вьетнаме, а Фёдоров, видимо ещё не войдя в курс дела всех работ института, спросил меня: «Сможете разработать такой насос?» Я попросил подождать 10 минут, чтобы сходить на своё рабочее место и принести один из насосов, принятых военной приёмкой. По сравнению с американским насосом наш был в 2 раза легче и примерно так же в 2 раза меньше по габаритам из-за применения нами новых самарий-кобальтовых магнитов. Вакуумные характеристики аналогичные.

Вторая также очень ответственная работа с военной приёмкой – разработка охлаждаемого магнитоэлектрического насоса НМДО-1 с быстротой действия 1000 л/с для откачки крупного СВЧ-прибора, так называемого «резнотрона» разработки НИИДАР, представляющего собой металлическую вакуумную установку высотой около 2-х метров и в диаметре 400 мм. Мощность накала катода составляла 5 кВт. Такие приборы входили в состав мощной подмосковной радиолокационной станции в системе противовоздушной обороны, обеспечивающей дальнейшее обнаружение космических ракет противника при подлёте к Москве. Поэтому готовые насосы, изготовленные на заводе «Вакуум», принимались военной приёмкой.

Объём конструкторской и технологической документации (КД и ТД) представлял собой стопку бумаг на всей поверхности письменного стола высотой примерно 25 см. Каждый лист КД и ТД был согласован с военным представительством. Любое отступление от документов требовало обоснования и согласования с официальным письменным обращением.

Оглядываясь сейчас назад во времени, надо сказать, что система военной приёмки была продуманной и необходимой. Поэтому сейчас странно звучат слова руководителя Роскосмоса Рогозина о том, что на российском модуле МКС обнаружено отверстие во внутренней обшивке диаметром 3 мм со следами сверла или на дорогостоящем космическом корабле перепутали расположение датчиков ориентации, что привело к взрыву корабля. Такие грубейшие ошибки в советское время не происходили, т.к. все этапы работы принимались военной приёмкой.

6. Государственная премия СССР

В конце 70-х годов в НИИВТ совместно с Искитимским машиностроительным заводом была проведена ОКР по разработке и внедрению в серийное производство параметрического ряда новых магнитоэлектрических насосов серии НМД с быстротой откачки от 6,3 до 1000 л/с с оптимизированными параметрами. Повышенное стартовое давление $5 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст. и предельный вакуум $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт.ст. По этой работе главным конструктором назначили меня.

Работа была проведена в установленные сроки и с выполнением всех требований технического задания. Эти насосы быстро нашли широкое применение в составе технологического оборудования электронной техники, в экспериментальном и аналитическом оборудовании, в т.ч. в ускорителях заряженных частиц в так называемой мезонной фабрике в г. Троицке Московской области (теперь Москва). Фотография 1.

Наши насосы по техническим характеристикам не уступали лучшим зарубежным образцам, в частности американским насосам «Varian», а по компактности конструкции и по удельным параметрам, в т.ч. по величине быстроты действия на единицу массы насоса превосходили зарубежные.

7 ноября 1984 года в праздничный день Октябрьской революции в газете «Правда» было опубликовано Постановление ЦК КПСС и Совета Министров СССР «О присуждении Государственных премий в области науки и техники». Среди работ, удостоенных Госпремии, была и наша объединённая работа по магнитоэлектрическим насосам и новому технологическому оборудованию производства изделий электронной техники. Коллектив 12 человек: от НИИВТ им. С.А. Векшинского – Виноградов М.И., Курбатов О.К., Контор Е.И., Толмачёв Л.Б.,

Рудницкий Е.М., от МГУ – Рейхрудель Э.М., Смирницкая Г.В., от МИЭМ – Арменский Е.В.,
Александрова А.Т., Ермаков Е.С., Львов Б.Г., Минайчев В.Е.

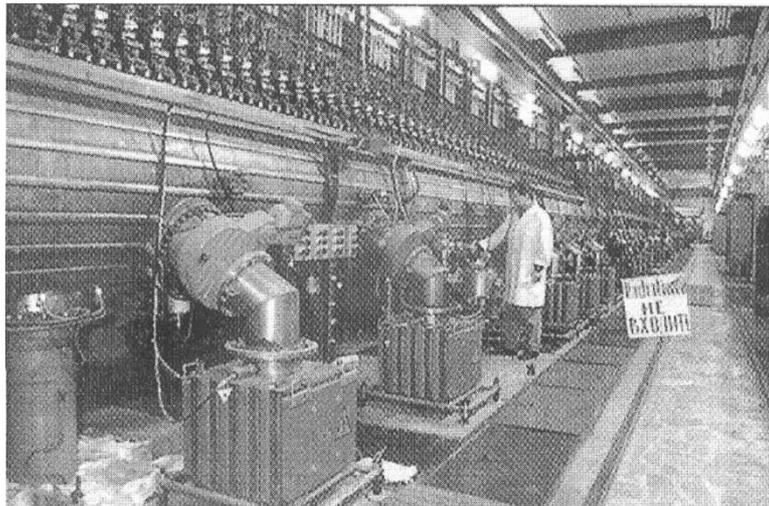


Рис. 1. Магниторазрядные насосы НМД-1 в составе линейного ускорителя протонов с энергией до 600 МэВ (г. Троицк – Москва).

Выдвижение и представление работы в Комитет по Ленинским и Государственным премиям проводилось соответствующими организациями. Но очень важной и весомой была поддержка от Министерства электронной промышленности (МЭП) в виде сопроводительного письма, подписанного Министром Шокиным Александром Ивановичем. Обсуждение и представление работ на Госпремию рассматривалось на заседании расширенной коллегии Министерства, на которое пригласили меня как одного из членов авторского коллектива. Рассматривалось шесть работ – наша работа 6-ой, последней. Три работы Шокин А.И. забраковал позорно по разным причинам, в т.ч. 4-ю и 5-ю перед нашей, а по этим работам докладывали Начальники Управлений.

Дошла очередь до нас. Я сидел рядом с Начальником Научно-Технического Управления Пролейко В.М. и Начальником 6-го Главного Управления Фетисовым В.Е., которому подчинялся НИИВТ им. С.А. Векшинского. Когда Шокин предоставил слово для доклада по нашей работе, то ни Пролейко, ни Фетисов не захотели выступать, т.к. сама работа в виде сборника документов находилась уже в Комитете по премиям, а у Шокина на столе были расширенная аннотация и Протокол заседания НТС НИИВТ им. С.А. Векшинского. А может быть из-за опасения разноса Шокиным.

Ничего не оставалось - как только мне поднять руку и идти к трибуне. Начал доклад. Не успел я закончить своё выступление, как вижу – Александр Иванович подписывает все документы по нашей работе. Трибуна для выступления была рядом со столом Министра. Шокин дал мне возможность выступить до конца. Похвалил, сказал: «Вот как надо докладывать». Сказал, что наши документы оформлены хорошо. Показал всем Протокол заседания НТС института, красиво оформленный Цейтлиным А.Б.

Как только Шокин закрыл заседание Коллегии МЭП, я тут же попросил его исправить дату 26 декабря 1983 г. на 25 декабря, т.к. это был последний срок сдачи работы со всеми сопутствующими документами в Комитет по премиям. Александр Иванович улыбнулся и сказал: «Раз надо, то сделаем подлог». Зачеркнул 26 декабря и поставил 25 декабря. Дописал «Исправленному верить» и расписался.

И теперь, спустя много лет, когда я бываю в Зеленограде в районе МИЭТ, с чувством глубокого уважения всегда подхожу к бронзовому бюсту Дважды Героя Социалистического Труда, Министра электронной промышленности СССР Александра Ивановича Шокина. Он был настоящим патриотом своей страны и крупным организатором электронной промышленности. Шокин сыграл огромную роль при строительстве Зеленограда и его предприятий.

Александр Иванович очень много сделал для развития отечественной электронной науки и техники. По его инициативе в Москве были открыты два престижных ВУЗа – МИЭМ и Зеленоградский МИЭТ. За период его работы Министром (это около 20 лет) объём выпускаемой продукции электроники вырос в 100 раз. При нём СССР был единственной страной в мире, в которой в системах управления вооружением использовалась только отечественная электронная техника. К сожалению, в настоящее время среди руководителей страны явно не хватает людей такого масштаба.

7. Другие дела

Помимо основной научно-производственной деятельности приходилось выполнять и множество работ вне института: выезды на уборку овощей в подшефный совхоз Лёдово Каширского района, работы на овощных базах, на различных ответственных московских стройках, выходы сотрудников на Ленинский проспект во времена Хрущёва Н.С. для встречи космонавтов, высших Государственных деятелей других стран.

На рис. 2 представлена группа сотрудников НИИВТ на строительстве гостиницы «Россия» в Зарядье в 1966 году, которая в 90-е годы была снесена.



Рис. 2. Сотрудники НИИВТ на строительстве гостиницы «Россия» в Зарядье. 1966 год.

Сотрудники института активно участвовали в работе Всесоюзных, Республиканских и отраслевых научно-технических конференций по вакуумной тематике в Москве, Ленинграде, Казани, Харькове, Киеве, Новосибирске, Адлере, в Крыму, в Сочи и других городах. Местные организаторы конференций любезно проводили культурные программы для участников. На рис. 3 – посещение Петергофа после конференции в Санкт-Петербурге на заводе «Измеритель» в 2010 году.



Рис.3. Участники конференции на заводе «Измеритель» в поездке Петергоф. 2010 г.

С.А. Векшинский и становление отечественного электровакуумного приборостроения

В.П. Борисов

**Институт истории естествознания и техники им. С.И. Вавилова РАН
borisov7391@yandex.ru**

Будущий академик С.А. Векшинский АН СССР сыграл большую роль в организации производства электровакуумных приборов в России, начиная с 1920-х гг. Работая инженером, а затем главным инженером, Петроградского завода электровакуумных приборов, он внес большой вклад в налаживание выпуска отечественных приемно-усилительных, генераторных радиоламп и других приборов. Созданная им после этого на предприятии «Светлана» заводская лаборатория проводила большое количество нужных для отрасли исследований и разработок.

***S.A.Vekshinski and the Soviet electrovacuum instrument-making industry. V.P.Borisov.** The future academician of the USSR Academy of sciences S. A. Vekshinski played a major role in the production of vacuum devices in Russia since the 1920-s. As an engineer and then the chief engineer of the Petrograd factory of vacuum devices he made a great contribution to the domestic production of the receiving and transmitting valves and other devices. After that he created the factory laboratory at the company "Svetlana" that conducted a large amount of relevant industry research and development.*

В начале 1921 г. после многих самых разных событий, связанных с первой мировой и гражданской войнами, 24-летний С.А. Векшинский приехал в Петроград. Давнее предложение профессора А. Ф. Иоффе заниматься научной работой под его руководством осталось в силе, и уже через несколько дней Сергей Векшинский становится сотрудником физико-технического отдела Рентгенологического и радиологического института.

Учитывая склонность С.А. Векшинского к конструированию приборов, его включают в группу, возглавляемую профессором Политехнического института М.М. Богословским. Эта небольшая группа, в которую входят будущие соратники С.А. Векшинского: С.П. Гвоздев, Ф.Н. Хараджа, Н.Г. Загоруйко и стеклодув Н.Г. Михайлов, - работает над конструкцией и технологией изготовления приемно-усилительных электронных ламп [1].

Несмотря на изготовление в условиях институтской мастерской, электронные триоды с вольфрамовым катодом, разработанные коллективом лаборатории М.М. Богословского, пользовались спросом. По заказу Народного комиссариата почт и телеграфов (Наркомпочтель) лаборатория иногда выпускала за месяц до двух-трех сотен таких ламп.

Расширение производства радиотехнических приборов и аппаратуры являлось актуальной задачей для страны в тот период. В январе 1920 г. Совнарком принял постановление, в котором ставилась задача строительства в Москве Центральной радиотелефонной станции, создания трансатлантического радиоцентра, способного устанавливать связь с другими странами, включая американский континент.

Однако, уже к концу 1921 года реализация этих планов затормозилась в связи с организационно-техническими и финансовыми трудностями. Сооружение Центральной радиотелефонной станции в Москве, благодаря содействию В. И. Ленина, удалось завершить в 1922 году, накануне 5-й годовщины Советской власти. В то же время, от строительства трансатлантического радиотелеграфного центра, создания широкой сети радиотелефонных станций, по существу пришлось отказаться. Радио- и электротехнические заводы, сохранившиеся с дореволюционных времен, были не в состоянии наладить производство необходимой аппаратуры на требуемом техническом уровне. Главной задачей Треста заводов слабого тока (ТЗСТ), созданного 1 января 1922 г., стало найти и вдохнуть жизнь в предприятие, способное организовать выпуск радиодеталей и аппаратуры на современном уровне.

После рассмотрения имеющихся возможностей выбор треста остановился на заводе РОБТиТ (Русское общество беспроволочных телеграфов и телефонов), расположенном в

Петрограде на Лопухинской улице (ныне ул. акад. Павлова). Построенный еще до первой мировой войны, завод РОБТиТ первоначально представлял собой один из филиалов английской фирмы "Маркони", поставлявшей в дореволюционную Россию радиоаппаратуру военного, морского и почтово-телеграфного назначения. В период гражданской войны завод практически полностью прекратил свою деятельность и был законсервирован [2, с.31].

В мае 1922 г. ТЗСТ принял решение организовать на базе помещения этого завода массовое производство отечественных электровакуумных приборов. Правление треста, в которое входили М.В. Шулейкин, Р.И. Детерс, П.С. Борисов и др., проанализировало имеющийся опыт изготовления вакуумных радиоламп в стране и пришло к выводу, что наиболее совершенными по надежности и качеству являются лампы, выпускаемые группой М.М. Богословского в Петроградском политехническом институте. Было решено "войти в переговоры с проф. Богословским о перенесении поставленного им в Политехническом институте производства катодных ламп на Лопухинский завод".

Трест заводов слабого тока вел дело с организацией нового предприятия энергично. В конце июля 1922 г. были утверждены сметы, проект оборудования и кадровый состав завода. Его директором был назначен К.И. Ильин, техническим директором - М.М. Богословский. Общая численность рабочих и служащих первоначально составила 46 человек. С.А. Векшинский получил должность инженера (официально на пост главного инженера он был переведен двумя годами позже).

В ноябре 1922 г. завод начал выпуск своей первой продукции - приемно-усилительных радиоламп. Трудности организационного периода сказались на качестве изделий: первая сотня ламп после всесторонних испытаний была забракована. В течение следующего года заводу пришлось одновременно решать вопросы повышения качества ламп, освоения новых приборов, набора рабочих и служащих, расширения производства. Одновременно шла подготовка производства генераторных ламп, заказы на которые направили Народный комиссариат почт и телеграфов и Управление связи Красной Армии.

После назначения в 1924 г. на должность главного инженера завода, Векшинский столкнулся с необходимостью решения целого ряда непростых задач. Для развертывания производства необходимо было обеспечить изготовление специализированного технологического оборудования, бесперебойную поставку качественной вольфрамовой проволоки, дефицитных материалов: молибдена, тантала, тория и т.п. "Сметные предложения" на технологическое оборудование завода месяц за месяцем оставались нереализованными. В условиях, когда промышленность с трудом преодолевала экономическую разруху, надеяться на быстрое и качественное выполнение заказа по конструированию и изготовлению специализированных машин для электровакуумного производства не приходилось.

Чтобы в короткий срок решить задачи, связанные с расширением производства радиоаппаратуры, правление треста решило прибегнуть к технической помощи иностранных фирм. В августе 1923 г. был заключен договор с французской "Генеральной компанией телеграфии без проводов" (CSF), в соответствии с которым тресту передавалась техническая документация на производство французских радиоламп новейших разработок. Кроме того, советские специалисты получали возможность ознакомиться с организацией производства на предприятиях компании.

Заключение контракта вызвало неоднозначную оценку со стороны специалистов в области радиотехники. На состоявшемся общем собрании члены Российского общества радиоинженеров (РОРИ) приняли резолюцию, в которой обращалось внимание на то, что «руководство радиостроительства иностранным капиталом будет служить тормозом проявления здоровой инициативы нашими творческими силами» [3, С. 332]. Против заключения договора выступили и сотрудники Нижегородской радиолaborатории (НРЛ). Руководитель НРЛ М.А. Бонч-Бруевич высказал мнение, что разработанная французской фирмой технология производства и номенклатура выпускаемых приборов мало приемлемы для наших предприятий.

Полемика по поводу «соглашения с иностранным капиталом» не могла не затронуть средства массовой информации. Дважды – в 1924 г. в газете «Правда», и в 1925 г. в «Рабочей газете», с острой критикой заключенного контракта выступил известный журналист Лев

Сосновский. О полемических преувеличениях автора говорило уже заглавие его второй статьи: «Радиовредители, радиопростаки или как покупают kota в мешке».

Для рассмотрения причин возникшего конфликта в 1925 г. Правительством была создана комиссия под председательством наркома рабоче-крестьянской инспекции В.В. Куйбышева. Комиссия опровергла обвинения против руководства треста и признала договор с Французской радиотелеграфной компанией выгодным для государства. Решение правительственной комиссии разрядило обстановку, стгушавшуюся вокруг членов правления ТЗСТ и руководителей заводов, вставших на путь "сотрудничества с капитализмом" [4, С. 14].

В сообщении, опубликованном по этому поводу в газете «Известия», выражалась уверенность, что «...принятые организационные меры обеспечат дружное и энергичное творчество в этом деле, столь важном для культурного и хозяйственного строительства рабоче-крестьянского государства» [5].

В 1925 г. Электровакуумный завод освоил массовый выпуск приемно-усилительных ламп, выполнял производство генераторных ламп мощностью 10, 50 и 5000 Вт, кенотронов, ртутных выпрямителей и другой продукции. Благодаря сотрудничеству М.А. Бонч-Бруевича и С.А. Векшинского в том же году был создан промышленный образец генераторной лампы мощностью 20 кВт.

К середине 1925 г. отечественная радиопромышленность имела достижения, которые было решено представить на смотр общественности. 6 июня 1925 г. в Москве в Политехническом Музее открылась первая Всесоюзная радиовыставка. Петроградский электровакуумный завод представил на выставку приемно-усилительные лампы широкого применения, генераторные лампы 13 типов, кенотроны 7 типов, рентгеновские трубки для медицинских целей и др. Выставку посетил председатель ВСНХ Ф.Э. Дзержинский, выразивший уверенность, что «через немного лет мы догоним и обгоним капиталистические страны в области радиотехники».

В 1926 г. под руководством С.А. Векшинского была проведена реорганизация производства завода. Особое внимание главный инженер уделяет совершенствованию технологического оборудования. Были изготовлены новые посты для откатки, стенды для тренировки мощных усилительных ламп, оборудование для испытания рентгеновских трубок и т.д. Для крупносерийного производства приемно-усилительных ламп устанавливается также оборудование, полученное из США. После проведения реорганизации объем выпуска приемно-усилительных ламп возрос вдвое, мощных генераторных ламп - в 2,5 раза, рентгеновских трубок - в 1,8 раза.

13 ноября 1927 г. на Ленинградском электровакуумном заводе была выпущена миллионная лампа. К тому времени завод производит генераторные лампы 14 типов (в том числе два с водяным охлаждением), приемно-усилительные лампы 8 типов, кенотроны 9 типов, ртутные выпрямители 5 типов. Изделия завода начинают поставяться на экспорт - для оборудования радиостанции Ирана.

Непрерывно развивающемуся заводу становится тесно в старом здании на Лопухинской улице. В 1928 г. было принято решение объединить Ленинградский электровакуумный завод с заводом "Светлана", что открыло новый этап в развитии отечественного электронного приборостроения.

«Синтез двух заводов - Электровакуумного и "Светланы" - оказался чрезвычайно плодотворным, - написали позже ветераны завода "Светлана". - Электровакуумный завод принес с собой на "Светлану" хорошую научно-техническую базу, большой опыт, методы и навыки нового производства, свои квалифицированные кадры, связи с радиотехническими, рентгенотехническими и др. научными учреждениями. "Светлана" имела большой навык в организации крупного массового производства, налаженную связь со снабжающими базами, кадры рабочей силы, свои производственные лаборатории, крепкое конструкторское бюро и большую механическую мастерскую» [6].

Работая на объединенном заводе "Светлана" заместителем директора по лабораториям, С.А. Векшинский обеспечивал научную сторону совершенствования продукции, выпускаемой заводом. Организованная им система исследований и разработок, содействовала производству заводом в последующие годы электровакуумных приборов, отвечающих необходимым требованиям технического уровня и качества.

Литература

1. Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. М. «Наука», 1988.
2. Центральная радиолоборатория в Ленинграде / Под ред. И.В. Бренева. М.: Сов. радио, 1973.
3. Вологдин В.П. Путь ученого. Из воспоминаний // Ленинградский альманах. Кн. 5. Л.: Ленингр. газетно-журнальное и книжное изд-во. 1953. С. 314-329.
4. Борисов В.П. Из истории отечественной радиоэлектроники. М.: ИИЕТ РАН, 2010.
5. Сообщение о договоре Треста слабых токов с Французской Генеральной Компанией // Известия ЦИК СССР и ВЦИК. 17 июня 1925.
6. Александров А.Г., Буянов В.В., Дриацкий Н.М., Ефимов В.В. Пятнадцать лет электровакуумной промышленности СССР. М.;Л.: Госэнергоиздат, 1932.

**«Трудился всю жизнь, вот и стал гением»
К 150- летию открытия периодического закона Д.И. Менделеева**

*С.Б. Нестеров
РНТВО им.академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru*

Статья посвящена 150-летию открытия периодического закона Д.И.Менделеева.

*«I have been working hard all my life, that is why I have become a genius». S.B.Nesterov.
The work is devoted to the 150th anniversary of Mendeleev periodic law.*

Великий русский ученый, педагог и общественный деятель Д.И.Менделеев родился 185 лет назад 8 февраля 1834 г.

По подсчету исследователей, им написано около 1000 работ в разных областях знаний – химии, физики, метрологии, метеорологии, сельского хозяйства, экономики и др.

1 марта 1869 г. – дата открытия Д.И.Менделеевым периодического закона (таблица «Опыт системы элементов, основанный на их атомном весе и химическом сходстве»). До сих пор имеет хождение миф о том, что таблица приснилась ему во сне. Считается, что плотно работать над этой тематикой он начал после участия в Международном конгрессе химиков в Карлсруэ (1860). Сам Д.И.Менделеев на вопрос об открытии периодической системы отвечал: «Я над ней, может быть, 20 лет думал, а вы думаете: сидел и вдруг... готово».

Во время чтения курса неорганической химии Менделеев не нашел пособий, которые можно было рекомендовать студентам, и стал писать свой классический труд «Основы химии». При жизни ученого «Основы химии» издавались 8 раз. Автор данного материала использует «Основы химии» как настольную книгу.

В 1887 г. ученый опубликовал монографию «Исследования водных растворов по удельному весу», в которой изложил свои взгляды на природу растворов.

В 1860-1861 гг. изучал температуры абсолютного кипения жидкостей. Он писал: «Ценно преимущественно понятие ныне общепринятое об температуре абсолютного кипения, ныне называемой критической температурой»... « температура абсолютного кипения определена мной (1861 г.) как таковая, при которой: а) жидкость не существует и дает газ, не переходящий в жидкость, несмотря на увеличение давления, б) сцепление равно нулю и в) скрытая теплота испарения равна нулю.

В 1874 г. Д.И.Менделеев предложил формулу уравнения состояния для одного моля газа (уравнение Клапейрона-Менделеева). В его статье читаем: «Считаю эту формулу (мною данную) существенно важною в физико-химическом смысле...».

Работа Менделеева «Об упругости газов» является первым в истории отечественным учебником вакуумной техники.

19 августа 1887 г. Д.И.Менделеев осуществил одиночный полет на военном водородном аэростате «Русский» для наблюдения полного солнечного затмения из города Клина в район села Спас-Угол Талдомского уезда, усадьбу писателя М.Е.Салтыкова-Щедрина. Про этот полет он писал: «Это одно из примечательных приключений в моей жизни». Несколько лет назад в память полета в селе Спас-Угол был установлен памятный камень.

В 1876 году Д.И.Менделеев совершил ознакомительную поездку в США, по результатам которой он написал книгу «Нефтяная промышленность в Северо-американском штате Пенсильвания и на Кавказе» и 18 декабря 1876 года на специальном собрании Русского технического общества сделал доклад «О нефтяном промысле в Америке и об отношении его к нефтяному русскому промыслу на Кавказе». Русское техническое общество активно поддержало Д.И.Менделеева и добилось того, что система откупов в России была отменена, и к 1891 году при организации перевозок нефти в соответствии с рекомендациями Д.И.Менделеева стоимость перевозок упала почти в три раза.

В 1881 году Русское техническое общество избрало Д.И.Менделеева своим почетным членом.

Менделеев много размышлял о взаимоотношении науки и промышленности: «Если без науки не может быть современной промышленности, то без нее (промышленности) не может быть и современной науки».

Много внимания ученый уделял развитию отечественной промышленности, сельского хозяйства и экономики.

Сам Дмитрий Иванович считал своими главными работами: открытие периодического закона, книгу «Основы химии», теорию растворов, изучение упругости газов.

В заключении следует сказать еще об одной дате. 25-томное собрание сочинений Д.И.Менделеева было опубликовано в 1935-1954 гг., т.е. 65 лет назад.

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

Применение низких температур в лечении сосудистых поражений кожи

*А.В. Буторина, И.С. Воздвиженский, *А.В. Пушкарев, *А.В. Шакуров
Российский национальный исследовательский медицинский университет им.
Н.И.Пирогова*

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

Для лечения сосудистых поражений кожных покровов локальная криодеструкция является нецелесообразным методом лечения, и может быть применена лишь в исключительных случаях.

The use of low temperatures in the treatment of vascular lesions of the skin. A.V.Butorina, I.S.Vozdvizhensky, A.V. Pushkarev, A.V. Shakurov. For the treatment of vascular lesions of the skin, local cryodestruction is an inappropriate method of treatment, and can be used only in exceptional cases.

Благодаря достижениям научно-технического прогресса, в медицине все шире используются низкие температуры. Широкое применение локального низкотемпературного воздействия, связанное с использованием специальных аппаратов, позволило расширить, возможности метода, и использовать в лечении различных сосудистых повреждений кожи у детей.

Суть криогенного метода лечения заключается в устранении патологического образования путем быстрого локального замораживания. Криогенный метод лечения был

применен у 197 больных с капиллярными ангиодисплазиями кожных покровов, что составило - 22,6% от всех больных с «винными пятнами».

Локализация "винных пятен", пролеченных криогенным способом была различная. Но 90% из них, локализовались в области головы и шеи. Сложность (критичность) анатомической локализации сосудистых пятен, не являлась противопоказанием к выполнению криогенного лечения.

Криогенное лечение по поводу капиллярных ангиодисплазий кожных покровов может быть проведено в любом возрасте ребенка. Но, в отличие от других методов лечения, криодеструкция капиллярных дисплазий кожи проводилась в более раннем возрасте, так более половины всех больных (53,2%) - составляли дети в возрасте до 1 года.

Большая часть сосудистых пятен, пролеченных криогенным способом, имели мелкие и средние размеры, до 10 кв.см.

Способы криогенного лечения капиллярных ангиодисплазий наружных покровов у детей были различными (таблица 1):

традиционные - с помощью криогенного аппарата заливного типа оригинальной конструкции, описанного выше.

нетрадиционные - с помощью крио-массажа пораженных участков кожи.

Таблица 1. Способы криогенного лечения капиллярных дисплазий.

Способы лечения	Количество больных	%
аппаратный способ	191	97
крио-массаж	6	3
Всего	197	100

Наиболее часто (97% случаев) применялся аппаратный метод криолечения, и лишь в исключительных случаях (у 6 больных), был использован крио-массаж: при безисходности патологического состояния, обширности поражения и по индивидуальным показаниям.

Методика криогенного воздействия, с помощью аппарата заливного типа, достаточно простая и проводилась амбулаторно. В качестве хладагента, во всех случаях был использован жидкий азот, с температурой кипения -196°С.

Сразу же после криовоздействия в области сосудистого пятна отмечалось образование "ледяного поля", по диаметру на 2 мм - 3 мм превышающего размеры насадки аппарата. Затем цвет сосудистого пятна восстанавливался. Через 2-5 часов в области замораживания, образовывался плоский пузырь с серозно-геморрагическим содержимым, по форме и размерам соответствующий насадке.

Небольшой перифокальный отек сохранялся в течение 2-3 суток и был минимален при локализации сосудистых пятен на волосистой части головы, спине, грудной клетке и разгибательной поверхности конечностей. Более выраженный отек после криовоздействия наблюдался - при локализации капиллярных дисплазий на слизистых губ, коже век, лица, а так же на сгибательных поверхностях конечностей. На 5 - 6 день после криовоздействия пузырь вскрывался и выделялась серозная жидкость. На 7 - 8 день после криодеструкции образуется сухой струп, который держится около 2-х или 3-х недель.

После отторжения струпа наблюдается розовая, нежная поверхность, покрытая эпителием или нежные очаги грануляционной ткани, эпителизирующиеся в течение 3-5 дней. Через 2-3 месяца цвет поверхности криовоздействия бледнеет, размягчается и приобретает окраску окружающей кожи, или остается неизменной, постепенно восстанавливая свой прежний цвет сосудистого пятна.

После сеанса криотерапии рекомендовалось 5-6 раз в день проводить туалет области замораживания 5% раствором перманганата калия, а после появления струпа - необходимо обрабатывать участок, подвергшийся криодеструкции, стерильным вазелиновым маслом или детским кремом 5-6 раз в день. Эти процедуры проводятся до полного отторжения струпа.

Лечение под повязками на открытых участках тела ребенка мы не применяли. На закрытых участках тела - повязки применяются в исключительных случаях, во избежание дополнительного травмирования одеждой.

Криогенное лечение легко переносится детьми и нарушения общего состояния ребенка,

повышения температуры или беспокойства не наблюдается. Дополнительного обезболивания не требовалось. Каких-либо местных осложнений после криогенного лечения сосудистых пятен мы не наблюдали.

Площадь одномоментной криодеструкции у всех больных не превышала 7-10 кв.см, независимо от общей площади патологического образования, а так же от их количества. Если у одного больного количество сосудистых пятен было большое или их общая площадь была велика - криогенное лечение проводилось в несколько этапов, с интервалами между процедурами 14-21 день.

Количество сеансов аппаратного криогенного лечения капиллярных дисплазий представлено в таблице 2.

Таблица 2. Количество сеансов криогенного лечения, с помощью аппарата заливного типа.

Количество сеансов	Количество больных	%
1 сеанс	125	65,5
2 сеанса	30	15,7
3 сеанса	25	13,1
4 сеанса и более	11	5,7
Всего	191	100

Очевидно, что большинству больных (65,5%) был проведен всего 1 сеанс криогенного лечения, так как неэффективность данного метода, в большинстве случаев, позволила нам отказаться от этого способа лечения и постараться по другому решить все косметологические проблемы.

В ряде случаев, у 6 больных с капиллярными ангиодисплазиями кожных покровов, мы использовали в лечении криогенный массаж.

Крио-массаж в лечении капиллярных ангиодисплазий наружных покровов у детей, был нами апробирован и применен в клинической практике, в исключительных случаях.

Показаниями к проведению крио-массажа при капиллярных ангиодисплазиях наружных покровов у детей, служили:

1. Обширность поражения - (у всех больных площадь поражения составляла более 100 кв. см.).

2. Изъязвления - (у 4 больных отмечались изъязвления в области сосудистого образования).

3. Безисходность патологического состояния - (маленький ребенок и относительно большая площадь сосудистого поражения кожи).

4. По индивидуальным показаниям - (в 4 случаях крио-массаж был применен по просьбе родителей, которые желали попробовать какой-либо метод лечения, в надежде на положительный конечный косметический результат).

Во всех случаях показания к выполнению крио-массажа при капиллярных дисплазиях наружных покровов, определялись индивидуально, и были скорее всего методом "отчаяния" при тяжелых клинических случаях у маленьких детей.

Методика криогенного массажа простая и выполнялась амбулаторно. Крио-массаж выполнялся с помощью деревянной палочки с намотанной на нее ватой. Ватный валик должен плотно прилегать к палочке, быть ровным и его толщина не должна превышать 1-1,5 см. Ватный валик необходимо плотно наматывать на палочку, т.е. он не должен быть рыхлым.

В качестве хладагента использовался жидкий азот, с температурой кипения -196°C . После того как, палочка с ватным валиком погружалась в сосуд с жидким азотом, он охлаждался, и остатки азота стряхивались. Крутя палочку в руке хирург, так чтобы ватный валик скользил по пораженным кожным покровам, по направлению силовых линий, выполняет легкое прикосновение к сосудистому пятну. Следует отметить, что палочку с ватным валиком нужно катать по пораженной сосудистой поверхности, а не гладить ее.

В отличие от аппаратного криогенного метода лечения, крио-массаж может быть выполнен на значительно большей площади. Так крио-массажу подвергалось все лицо ребенка или вся пораженная конечность.

1 процедура крио-массажа при капиллярных ангиодисплазиях проводилась в течении 1-5 - 10 минут.

1 сеанс криогенного массажа - включал в себя от 5 до 10 процедур, с интервалами между ними в 1-2-3 дня.

3 больным с капиллярными дисплазиями кожи был проведен - 1 сеанс крио-массажа;

2 больным с капиллярными дисплазиями наружных покровов было проведено - 2 сеанса криогенного массажа; и лишь 1 больному с капиллярной ангиодисплазией было выполнено - 3 сеанса криогенного массажа, с интервалами между ними 2-3-4 месяца.

Отмечено, что крио-массаж является весьма приятной процедурой, которую дети хорошо переносят и каких-либо осложнений во время лечения не наблюдается.

После крио-массажа у 3 больных отмечалось небольшое покраснение кожных покровов, т.е, окраска сосудистого пятна становилась немного более интенсивной.

А у 3 больных после крио-массажа, окраска кожных покровов в области капиллярной ангиодисплазии оставалась неизменной.

Следует отметить, что после крио-массажа при капиллярных ангиодисплазиях кожных покровов у детей, ни в одном случае не был получен ожидаемый конечный положительный результат.

Лишь, родители 2 больных отмечали небольшое, визуально определяемое, побледнение сосудистого пятна, но через некоторое время цвет его восстанавливался и принимал прежний вид.

Поэтому крио-массаж, который в большинстве своем является косметологической процедурой, при лечении капиллярных ангиодисплазий кожных покровов у детей оказывается безрезультативным, и на него не следует возлагать ни каких лечебных надежд.

После криогенного лечения капиллярных ангиодисплазий кожи у 3 больных, в 1,5% случаев мы наблюдали различные осложнения. К осложнениям, после проведения криодеструкции капиллярных ангиодисплазий, мы отнесли нагноение под струпом, которое наблюдается при несоблюдении профилактических мероприятий.

Проанализировав результаты криогенного лечения капиллярных ангиодисплазий кожных покровов у 197 детей, мы отметили очень низкую эффективность данного метода лечения. Результаты криогенного лечения "винных пятен" наружных покровов у детей прослежены в сроки - от 1 месяца до 5 лет. (таблица 3).

Таблица 3. Результаты криогенного лечения капиллярных ангиодисплазий кожи у детей.

Результат	Эффективность (%)
Терапевтический	3,5
Функциональный	100
Косметический удовлетворительный	5
Косметический неудовлетворительный	95

При лечении капиллярных дисплазий кожи криогенным способом - терапевтический (лечебный) эффект был достигнут всего в 3,5% случаев. Такая низкая эффективность криодеструкции "винных, пятен" у детей обуславливается особенностями структурной организации патологически измененной ткани при этих сосудистых мальформациях.

Все 7 больных (3,5%), у которых был отмечен положительный терапевтический результат лечения, имели сосудистые пятна розового цвета. И как нам кажется, вполне вероятно, что они являлись простыми гемангиомами, которые ошибочно были приняты за капиллярные ангиодисплазии.

Удовлетворительный косметический результат был получен лишь в 5% случаев (10 больных). Причем, удовлетворительный косметический результат не у всех больных был одинаков:

- у 7 больных (3,5%) - сосудистое пятно исчезло полностью;
- у 1 больного (0,5%) - "винное пятно" обесцветилось не полностью, а всего на 90%, т.е. оно было заметно;
- а у 2 больных (1%) - сосудистое пятно обесцветилось на 50%, т.е. оно было значительно светлее, но заметно.

В подавляющем большинстве случаев - 95% (187 больных), был отмечен неудовлетворительный косметический результат, при котором криогенное лечение оказалось неэффективным, т.е. сосудистое пятно было прежнего цвета.

Причем, у 57 больных, из данной группы (30%) - сразу же после лечения было отмечено некоторое обесцвечивание сосудистого пятна, что вызывало у родителей и детей чувство напрасного обнадеживания на проводимое лечение. Но, через 6-9 месяцев у всех больных с капиллярными ангиодисплазиями после локального криогенного лечения, сосудистое пятно принимало прежнюю окраску.

Крио-массаж, который был применен нами у 6 больных, по индивидуальным показаниям, ни в одном случае не дал ожидаемого результата.

Таким образом, для лечения сосудистых поражений кожных покровов локальная криодеструкция является нецелесообразным методом лечения, не дающим желаемого лечебного и косметического результата, и может быть применена лишь в исключительных случаях.

Размышления о высших научных знаниях

*А.В. Буторина, *А.М. Архаров, *С.Б. Нестеров, Л.Б. Андропова, **О.А. Данько
Российский национальный исследовательский медицинский университет им.
Н.И.Пирогова*

**Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана
**Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова*

В статье рассмотрены вопросы философского размышления о науке и научных знаниях.

Musings on higher scientific knowledge. A.V.Butorina, A.M.Arkharov, S.B.Nesterov, L.B.Andronova, O.A.Danko. The article deals with the issues of philosophical reflection on science and scientific knowledge.

Ученые те же фантазеры и художники: они не вольны над своими идеями; они могут хорошо работать только над тем, к чему лежит их мысль, к чему влечет их чувство. В них идеи сменяются; появляются самые невозможные, часто сумасбродные; они роятся, кружатся, сливаются, переливаются. И среди таких идей живут, и для таких идей работают.

В.И. Вернадский

Когда мне было двадцать лет, я признавал только самого себя. Тридцати лет я говорил уже: «Я и Моцарт», сорока – «Моцарт и я», а теперь я говорю уже только «Моцарт». Ш.Гуно.

«Ничего случайного не бывает», - часто говорят ученые. Кризис науки, в частности, медицинской требует новых идей и подходов, которые смогут обеспечить дальнейшее развитие не только самой науки, но и решить проблемы оптимального существования и сосуществования человека и человечества в этом огромном мире.

Смена Мироздания, смена научных парадигм не всегда проходит гладко, но движение неизбежно, таковы законы эволюции. В эволюционном развитии человека, только наука дает единственно реальные пути дальнейшего развития человечества в современной нелегкой ситуации. У человека нет права на высокомерие, пренебрежительное отношение ко

всем объектам и субъектам окружающего его мира, - об этом говорил В.И.Вернадский в своих работах.

Все мы знаем и чтим древнегреческих философов. Так вот оказывается, что у философов древней Греции очень давно сложилась традиция: они прогуливались в красивых тенистых садах в окружении своих учеников и вели с ними беседы и дискуссии на разные философские темы. Их окружало глубокое почитание и преклонение учеников, их считали мудрейшими из мудрых ...

И вот для того, чтобы мудрость была предельно великой и глубокой, они должны были осуществлять свои размышления в обстановке абсолютного творческого покоя, досуга (scholey) ... Ученики не разрешали им отвлекаться от «священнодействия» мудрого размышления, никогда не разрешали им писать – они записывали все их мысли (между прочим, это правильно с физиологической точки зрения). Когда при мне говорят, что Платон или Сократ написали, я чувствую, что автору такого утверждения не хватает классического образования.

Этим фактором объясняется, что находили много «списков» гиппократовских сочинений (он сам в одиночестве иногда писал, конечно, но большей частью за ним записывали ученики, отмечавшие сочинения его именем).

Наивысшего расцвета научные и философские школы достигли при великом Платоне (5-4 века до нашей эры). Он собирался со своими учениками в предместье Афин – в знаменитых садах «Academia», посвященных мифическому герою Академу. Отсюда название «Академия» стало символом школы высших научных знаний.

Российская Академия наук была учреждена более 275 лет назад Петром Великим в 1724 году. Здесь уместно вспомнить знаменитые строки составленного для императрицы Елизаветы Петровны М.В. Ломоносовым указа (1755 год) об открытии Московского университета: *”Всякое добро происходит от просвещенного разума, а, напротив того, зло – искореняется”*.

Наверное, мало кому известно, что А.С. Пушкин решением декабрьского (1832 года) заседания Российской Академии наук был избран академиком. Царь Николай I открыл для него запретные архивы, материалы которых послужили канвой для многих произведений писателя. Эта информация заимствована из тайных архивов поэта, хранившихся по собственному завещанию А.С.Пушкина за семью печатями в тайном Донском архиве. Только теперь она стала доступна и опубликована в брошюре «Тайна Пиковой Дамы». Суть математических исследований А.С.Пушкина заключается в установлении циклических закономерностей, происходящих как в жизни человека, общества, так и во всей Вселенной. Наш великий соотечественник А.С.Пушкин, естественно, не знал и не мог знать основы квантовой механики, но обладал гениальным предвидением в эмоциональной сфере, составляющей неотъемлемую часть единого информационного поля.

Научные истины интернациональны. Они общезначимы – независимо от того, где и как добыты.

Но, научные школы, вырабатывающие свой способ постижения истины, могут носить ярко выраженный национальный характер, потому что истина рождается не в абстрактной стихии мысли, а в многовековом опыте народностей и наций, живущих в определенной природной обстановке.

Истина – квинтэссенция исторической жизни этноса, его духовной, нравственной и материальной культуры.

Способы постижения истины могут быть различными. В биосфере живое вещество является тем главным агентом, которое связывает в единое целое огромное множество разнообразнейших природных процессов - механических, физических, химических, термоядерных, биологических, геологических и т.п. По существу живое вещество определяет вектор и интенсивность всех процессов, оно управляет ими.

Однако аналитическое изучение природы автоматически оставляет в стороне главный агент, цементирующий биосферу в единое целое, выводит исследователя из поля общей взаимосвязи биосферных процессов.

Вместе с жизнью из физической картины мира исчезает и представление о времени («возрасте») формирования биосферы и ее систем. Неизбежным следствием потери биосферной основы научной мысли стало появление двух мучительных проблем – тепловой смерти Вселенной и происхождение жизни на Земле.

Лишь в конце позапрошлого века научная мысль обращается к созданию синтетической картины мира, в которой живое вещество и явления жизни обретают свою истинную роль.

Эта картина мира и была развернута в учении о биосфере. В создании учения о биосфере состоит основной вклад русской научной школы в мировую науку.

Это учение явилось закономерным итогом стратегии научного развития России, разработанной М.В. Ломоносовым – «первым нашим университетом», как сказал о нем А.С. Пушкин.

Как ученый М.В. Ломоносов формировался в эпоху, когда в Западной Европе, где он учился и обстоятельно ознакомился с новейшими достижениями научной мысли, уже сложилась устойчивая тенденция аналитического экспериментального исследования природы.

Петр Первый поставил задачу безотлагательного и быстрее развития науки в России. Петр Первый, по словам В.Г. Белинского, бросил вызов России. Россия на этот вызов ответила М.В. Ломоносовым – он разработал поразительную по мощности и изяществу концепцию научного развития России. Суть этой концепции такова: нужно исследовать результаты эксперимента, поставленного самой природой.

Гениальное открытие было сделано нашим соотечественником Д.И. Менделеевым на пороге XX века.

Мечта Д.И. Менделеева, высказанная им в своих *”Заветных мыслях”*:

”Хочется-то мне выразить заветнейшую мысль о нераздельности и сочетанности таких граней познания каковы вещество, сила и дух, инстинкт, разум и воля, свобода, труд и долг”, - теперь становится реальной.

Сегодня наука выходит на новые рубежи в своем развитии. Новые подходы в исследованиях и новые результаты в последние годы кардинально меняют наше представление о мире. Появляется возможность использования новых научных знаний для решения многих вопросов человека, во взаимоотношениях его с Природой.

Бытует мнение, будто роль личности в истории науки преувеличена: не тот, так другой сделает открытие. Однако вычлнить творца науки из истории невозможно, деперсонификации история не поддается, - творится она не анонимно.

Любой успех в науке связан с творчеством конкретного человека с присущими ему психо-физиологическими особенностями, определяющими в свою очередь, творческий потенциал личности. В науке все решают личности и коллективы под руководством личностей.

М.Фарадей писал : *«Наука выигрывает, когда ее крылья раскованы фантазией»*.

Деятельность ученого обуславливается логикой развития современной науки, в его творчестве отражаются ее актуальные проблемы. Но, *«Одна из особенностей современной науки та, что она начала «познавать себя»*. (А.Ф.Билибин)

Научно-техническая революция, охватывающая сегодня все сферы жизни людей, обуславливает высокую степень сложности техники и производственной технологии, гигантское возрастание мощности общественного производства и соответствующие ему экономические, экологические и гуманитарные последствия. В этих условиях возрастает роль и ответственность личности как непосредственного участника производства. От ее компетентности, моральных качеств и культуры зависит жизнь и здоровье десятков и сотен тысяч людей.

При этом как бы ни был талантлив человек, это еще не гарантия того, что он станет личностью. Бальзак был прав, когда заметил, что: *«талант – точно женская красота, это всего лишь обещание ...»*

Вся наша современная жизнь явно подсказывает нам, что человек на Земле превысил свои полномочия. Хотя многие вещи кажутся реальными, нет никаких доказательств существования реальности, независимой от наблюдателя.

Нет таких двух людей, которые бы воспринимали Вселенную или даже отдельный предмет абсолютно одинаково.

Каждое мировосприятие порождает свой собственный мир. Новые знания, навыки, новые способы смотреть на мир являются бальзамом для тела и ума и способствуют реализации к обновлению.

Жизнь вечна - человечество не вечно.

Число биологических видов измеряется миллионами, а человечество – это всего лишь один из биологических видов. Как уцелеть ему в океане жизни и видового разнообразия?

Ясно лишь одно – гомогенизация жизни ведет к краху, разнообразие жизненных форм ведет в будущее.

Нельзя допустить, чтобы люди направляли на свое собственное уничтожение те силы природы, которые они сумели открыть и покорить.

Ф. Жолио-Кюри.

Литература

1. Бичев Г.Н. Теория триединства строения мира. - Москва, 2001, 160 с..
2. Бучило Н.Ф. Восприятие Искусства. - Москва, 1990, 175 с.
3. Плеханов С.Н. Остров пурпурной ящерицы. - Москва, 1984, 225 с.
4. Пушкин А.С. Тайна Пиковой Дамы. - Материалы Тайного Донского архива. Ростов-на-Дону, 1996.
5. Менделеев Д.И. в воспоминаниях современников. - Москва, 1973, 173 с.

В.И.Вернадский о биосфере и человеке

*А.В. Буторина, *А.М.Архаров, *С.Б.Нестеров, Л.Б.Андропова, **О.А.Данько,
*А.В.Пушкарев, *А.В.Шакуров*

*Российский национальный исследовательский медицинский университет им.
Н.И.Пирогова*

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

***Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова*

В статье рассмотрены взгляды В.И.Вернадского на биосферу и человека, и его роль в развитии биосферы.

V.I.Vernadsky on the biosphere and man. A.V.Butorina, A.M.Arkharov, S.B.Nesterov, L.B.Andronova, O.A.Danko, A.V.Pushkarev, A.V.Shakurov. The article considers V.I.Vernadsky's views on the biosphere and man and his role in the development of the biosphere.

*Человеческая мысль, есть функция
среды (биосферы), а не только организма.*

В.И. Вернадский

Характеристика и состав биосферы

В буквальном переводе термин “биосфера” обозначает сферу жизни и в таком смысле он впервые был введен в науку в 1875 г. австрийским геологом и палеонтологом Эдуардом Зюссом (1831-1914). Однако задолго до этого под другими названиями, в частности "пространство жизни", "картина природы", "живая оболочка Земли" и т.п., его содержание рассматривалось многими другими естествоиспытателями.

Первоначально под всеми этими терминами подразумевалась только совокупность живых организмов, обитающих на нашей планете, хотя иногда и указывалась их связь с географическими, геологическими и космическими процессами, но при этом скорее обращалось внимание на зависимость живой природы от сил и веществ неорганической природы. Даже автор самого термина "биосфера" Э.Зюсс в своей книге "Лик Земли", опубликованной спустя почти тридцать лет после введения термина (1909 г.), не замечал обратного воздействия биосферы и определял ее как "совокупность организмов, ограниченную в пространстве и во времени и обитающую на поверхности Земли".

Первым из биологов, который ясно указал на огромную роль живых организмов в образовании земной коры, был Ж.Б.Ламарк (1744-1829). Он подчеркивал, что все вещества, находящиеся на поверхности земного шара и образующие его кору, сформировались благодаря деятельности живых организмов.

Факты и положения о биосфере накапливались постепенно в связи с развитием ботаники, почвоведения, географии растений и других преимущественно биологических наук, а также геологических дисциплин. Те элементы знания, которые стали необходимыми для понимания биосферы в целом, оказались связанными с возникновением экологии, науки, которая изучает взаимоотношения организмов и окружающей среды. Биосфера является определенной природной системой, а ее существование в первую очередь выражается в круговороте энергии и веществ при участии живых организмов.

Очень важным для понимания биосферы было установление немецким физиологом Пфефером (1845-1920) трех способов питания живых организмов:

- * автотрофное - построение организма за счет использования веществ неорганической природы;
- * гетеротрофное - строение организма за счет использования низкомолекулярных органических соединений;
- * миксотрофное - смешанный тип построения организма (автотрофно-гетеротрофный).

Биосфера (в современном понимании) – своеобразная оболочка Земли, содержащая всю совокупность живых организмов и ту часть вещества планеты, которая находится в непрерывном обмене с этими организмами.

Биосфера охватывает нижнюю часть атмосферы, гидросферу и верхнюю часть литосферы.

- Атмосфера - наиболее легкая оболочка Земли, которая граничит с космическим пространством; через атмосферу осуществляется обмен вещества и энергии с космосом.

Атмосфера имеет несколько слоев:

- * тропосфера - нижний слой, примыкающий к поверхности Земли (высота 9–17 км). В нем сосредоточено около 80% газового состава атмосферы и весь водяной пар;
- * стратосфера;
- * ноносфера - там “живое вещество” отсутствует.

Преобладающие элементы химического состава атмосферы: N₂ (78%), O₂ (21%), CO₂ (0,03%).

- Гидросфера - водная оболочка Земли. Вследствие высокой подвижности вода проникает повсеместно в различные природные образования, даже наиболее чистые атмосферные воды содержат от 10 до 50 мг/л растворимых веществ.

Преобладающие элементы химического состава гидросферы: Na⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Cl⁻, S, C. Концентрация того или иного элемента в воде еще ничего не говорит о том, насколько он важен для растительных и животных организмов, обитающих в ней. В этом отношении ведущая роль принадлежит N, P, Si, которые усваиваются живыми организмами. Главной особенностью океанической воды является то, что основные ионы характеризуются постоянным соотношением во всем объеме мирового океана.

- Литосфера - внешняя твердая оболочка Земли, состоящая из осадочных и магматических пород. В настоящее время земной корой принято считать верхний слой твердого тела планеты. Поверхностный слой литосферы, в котором осуществляется взаимодействие живой материи с минеральной (неорганической), представляет собой почву. Остатки организмов после разложения переходят в гумус (плодородную часть почвы). Составными частями почвы служат минералы, органические вещества, живые организмы, вода, газы.

Преобладающие элементы химического состава литосферы: O, Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na, K.

Ведущую роль выполняет кислород, на долю которого приходится половина массы земной коры и 92% ее объема, однако кислород прочно связан с другими элементами в главных породообразующих минералах. Т.о. в количественном отношении земная кора - это “царство” кислорода, химически связанного в ходе геологического развития земной коры.

Постепенно идея о тесной взаимосвязи между живой и неживой природой, об обратном воздействии живых организмов и их систем на окружающие их физические, химические и геологические факторы все настойчивее проникала в сознание ученых и находила реализацию в их конкретных исследованиях. Этому способствовали и перемены, произошедшие в общем подходе естествоиспытателей к изучению природы. Они все больше убеждались в том, что обособленное исследование явлений и процессов природы с позиций отдельных научных дисциплин оказывается неадекватным. Поэтому на рубеже XIX-XX вв. науку все шире проникают идеи холистического, или целостного, подхода к изучению природы, которые в наше время сформировались в системный метод ее изучения.

Результаты такого подхода незамедлительно сказались при исследовании общих проблем воздействия биотических, или живых, факторов на абиотические, или физические, условия. Так, оказалось, например, что состав морской воды во многом определяется активностью морских организмов. Растения, живущие на песчаной почве, значительно изменяют ее структуру. Живые организмы контролируют даже состав нашей атмосферы. Число подобных примеров легко увеличить, и все они свидетельствуют о наличии обратной связи между живой и неживой природой, в результате которой живое вещество в значительной мере меняет лик нашей Земли. Таким образом, биосферу нельзя рассматривать в отрыве от неживой природы, от которой она, с одной стороны зависит, а с другой - сама воздействует на нее. Поэтому перед естествоиспытателями возникает задача - конкретно исследовать, каким образом и в какой мере живое вещество влияет на физико-химические и геологические процессы, происходящие на поверхности Земли и в земной коре. Только подобный подход может дать ясное и глубокое представление о концепции биосферы. Такую задачу как раз и поставил перед собой выдающийся российский ученый Владимир Иванович Вернадский (1863-1945).

В.И.Вернадский о биосфере и “живом веществе”.

Центральным в этой концепции является понятие о живом веществе, которое В.И.Вернадский определяет как совокупность живых организмов. Кроме растений и животных, В.И.Вернадский включает сюда и человечество, влияние которого на геохимические процессы отличается от воздействия остальных живых существ, во-первых, своей интенсивностью, увеличивающейся с ходом геологического времени; во-вторых, тем воздействием, какое деятельность людей оказывает на остальное живое вещество.

Это воздействие сказывается, прежде всего в создании многочисленных новых видов культурных растений и домашних животных. Такие виды не существовали раньше и без помощи человека либо погибают, либо превращаются в дикие породы. Поэтому Вернадский рассматривает геохимическую работу живого вещества в неразрывной связи животного, растительного царства и культурного человечества как работу единого целого.

По мнению В.И.Вернадского, в прошлом не придавали значения двум важным факторам, которые характеризуют живые тела и продукты их жизнедеятельности:

- * открытию Пастера о преобладании оптически активных соединений, связанных с дисимметричностью пространственной структуры молекул, как отличительной особенности живых тел;
- * явно недооценивался вклад живых организмов в энергетику биосферы и их влияние на неживые тела. Ведь в состав биосферы входит не только живое вещество, но и разнообразные неживые тела, которые В.И.Вернадский называет косными (атмосфера, горные породы, минералы и т. д.), а также и биокосные тела, образованные из разнородных живых и косных тел (почвы, поверхностные воды и т.п.). Хотя живое вещество по объему и весу составляет незначительную часть биосферы, но оно играет основную роль в геологических процессах, связанных с изменением облика нашей планеты.

Поскольку живое вещество является определяющим компонентом биосферы, постольку можно утверждать, что оно может существовать и развиваться только в рамках целостной системы биосферы. Не случайно, поэтому В.И.Вернадский считает, что живые организмы являются функцией биосферы и теснейшим образом материально и энергетически с ней связаны, являются огромной геологической силой, ее определяющей.

Исходной основой существования биосферы и происходящих в ней биогеохимических процессов является астрономическое положение нашей планеты и в первую очередь ее

расстояние от Солнца и наклон земной оси к эклиптике, или к плоскости земной орбиты. Это пространственное расположение Земли определяет в основном климат на планете, а последний в свою очередь - жизненные циклы всех существующих на ней организмов. Солнце является основным источником энергии биосферы и регулятором всех геологических, химических и биологических процессов на нашей планете. Эту ее роль образно выразил один из авторов закона сохранения и превращения энергии Юлиус Майер (1814-1878), отметивший, что жизнь есть создание солнечного луча.

Решающее отличие живого вещества от косного заключается в следующем:

- * изменения и процессы в живом веществе происходят значительно быстрее, чем в косных телах. Поэтому для характеристики изменений в живом веществе используется понятие исторического, а в косных телах – геологического времени. Для сравнения отметим, что секунда геологического времени соответствует примерно ста тысячам лет исторического;
- * в ходе геологического времени возрастают мощь живого вещества и его воздействие на косное вещество биосферы. Это воздействие, указывает В.И. Вернадский, проявляется прежде всего "в непрерывном биогенном токе атомов из живого вещества в косное вещество биосферы и обратно";
- * только в живом веществе происходят качественные изменения организмов в ходе геологического времени. Процесс и механизмы этих изменений впервые нашли объяснение в теории происхождения видов путем естественного отбора Ч.Дарвина (1859 г.);
- * живые организмы изменяются в зависимости от изменения окружающей среды, адаптируются к ней и, согласно теории Дарвина, именно постепенное накопление таких изменений служит источником эволюции.

В.И.Вернадский высказывает предположение, что живое вещество, возможно, имеет и свой процесс эволюции, проявляющийся в изменении с ходом геологического времени, вне зависимости от изменения среды. Для подтверждения своей мысли он ссылается на непрерывный рост центральной нервной системы животных и ее значение в биосфере, а также на особую организованность самой биосферы. По его мнению, в упрощенной модели эту организованность можно выразить так, что ни одна из точек биосферы "не попадает в то же место, в ту же точку биосферы, в какой когда-нибудь была раньше". В современных терминах это явление можно описать как необратимость изменений, которые присущи любому процессу эволюции и развития.

Непрерывный процесс эволюции, сопровождающийся появлением новых видов организмов, оказывает воздействие на всю биосферу в целом, в том числе и на природные биокосные тела, например, почвы, наземные и подземные воды и т. д. Это подтверждается тем, что почвы и реки девона совсем другие, чем третичной и тем более нашей эпохи. Таким образом, эволюция видов постепенно распространяется и переходит на всю биосферу.

Поскольку эволюция и возникновение новых видов предполагают существование своего начала, постольку закономерно возникает вопрос: а есть ли такое начало у жизни? Если есть, то где его искать - на Земле или в Космосе? Может ли возникнуть живое из неживого?

Над этими вопросами на протяжении столетий задумывались многие религиозные деятели, представители искусства, философы и ученые. В.И.Вернадский подробно рассматривает наиболее интересные точки зрения, которые выдвигались выдающимися мыслителями разных эпох, и приходит к выводу, что никакого убедительного ответа на эти вопросы пока не существует. Сам он как ученый вначале придерживался эмпирического подхода к решению указанных вопросов, когда утверждал, что многочисленные попытки обнаружить в древних геологических слоях Земли следы присутствия каких-либо переходных форм жизни не увенчались успехом. Во всяком случае некоторые останки жизни были обнаружены даже в докембрийских слоях, насчитывающих 600 миллионов лет. Эти отрицательные результаты, по мнению В.И.Вернадского, дают возможность высказать предположение, что жизнь как материя и энергия существует во Вселенной вечно и поэтому не имеет своего начала. Но такое предположение есть не больше, чем эмпирическое обобщение, основанное на том, что следы живого вещества до сих пор не обнаружены в земных слоях. Чтобы стать научной гипотезой, оно должно быть согласовано с другими результатами научного познания, в том числе и с более широкими концепциями естествознания и философии. Во всяком случае нельзя не считаться со взглядами тех натуралистов и философов,

которые защищали тезис о возникновении живой материи из неживой, а в настоящее время даже выдвигают достаточно обоснованные гипотезы и модели происхождения жизни.

Предположения относительно абиогенного, или неорганического, происхождения жизни делались неоднократно еще в античную эпоху, например, Аристотелем, который допускал возможность возникновения мелких организмов из неорганического вещества. С возникновением экспериментального естествознания и появлением таких наук, как геология, палеонтология и биология, такая точка зрения подверглась критике как не обоснованная эмпирическими фактами. Еще во второй половине XVII в. широкое распространение получил принцип, провозглашенный известным флорентийским врачом и натуралистом Ф.Реди, что все живое возникает из живого. Утверждению этого принципа содействовали исследования знаменитого английского физиолога Уильяма Гарвея (1578-1657), который считал, что всякое животное происходит из яйца, хотя он и допускал возможность возникновения жизни абиогенным путем.

В дальнейшем, по мере проникновения физико-химических методов в биологические исследования снова и все настойчивее стали выдвигаться гипотезы об абиогенном происхождении жизни. Выше мы уже говорили о химической эволюции как предпосылке возникновения предбиотической, или предбиологической, стадии возникновения жизни. С указанными результатами не мог не считаться В.И. Вернадский, и поэтому его взгляды по этим вопросам не оставались неизменными, но, опираясь на почву точно установленных фактов, он не допускал ни божественного вмешательства, ни земного происхождения жизни. Он перенес возникновение жизни за пределы Земли, а также допускал возможность ее появления в биосфере при определенных условиях. Он писал: “Принцип Реди... не указывает на невозможность абиогенеза вне биосферы или при установлении наличия в биосфере (теперь или раньше) физико-химических явлений, не принятых при научном определении этой формы организованности земной оболочки.”

Несмотря на некоторые противоречия, учение Вернадского о биосфере представляет собой новый крупный шаг в понимании не только живой природы, но и ее неразрывной связи с исторической деятельностью человечества.

Вернадский, анализируя геологическую историю Земли, утверждает, что наблюдается переход биосферы в новое состояние - в ноосферу под действием новой геологической силы, научной мысли человечества. Однако в трудах Вернадского нет законченного и непротиворечивого толкования сущности материальной ноосферы как преобразованной биосферы. В одних случаях он писал о ноосфере в будущем времени (она еще не наступила), в других в настоящем (мы входим в нее), а иногда связывал формирование ноосферы с появлением человека разумного или с возникновением промышленного производства. Надо заметить, что когда в качестве минералога Вернадский писал о геологической деятельности человека, он еще не употреблял понятий “ноосфера” и даже “биосфера”. О формировании на Земле ноосферы он наиболее подробно писал в незавершенной работе “Научная мысль как планетное явление”, но преимущественно с точки зрения истории науки.

Итак, что же ноосфера: утопия или реальная стратегия выживания? Труды Вернадского позволяют более обоснованно ответить на поставленный вопрос, поскольку в них указан ряд конкретных условий, необходимых для становления и существования ноосферы. Перечислим эти условия:

1. заселение человеком всей планеты;
2. резкое преобразование средств связи и обмена между странами;
3. усиление связей, в том числе политических, между всеми странами Земли;
4. начало преобладания геологической роли человека над другими геологическими процессами, протекающими в биосфере;
5. расширение границ биосферы и выход в космос;
6. открытие новых источников энергии;
7. равенство людей всех рас и религий;
8. увеличение роли народных масс в решении вопросов внешней и внутренней политики;

9. свобода научной мысли и научного искания от давления религиозных, философских и политических построений и создание в государственном строе условий, благоприятных для свободной научной мысли;

10. продуманная система народного образования и подъем благосостояния трудящихся. Создание реальной возможности не допустить недоедания и голода, нищеты и чрезвычайно ослабить болезни;

11. разумное преобразование первичной природы Земли с целью сделать ее способной удовлетворить все материальные, эстетические и духовные потребности численно возрастающего населения;

12. исключение войн из жизни общества.

Проследим, насколько выполняются эти условия в современном мире и остановимся более подробно на некоторых из них.

1. Заселение человеком всей планеты. Это условие выполнено. На Земле не осталось мест, где не ступала бы нога человека. Он обосновался даже в Антарктиде.

2. Резкое преобразование средств связи и обмена между странами. Это условие также можно считать выполненным. С помощью радио и телевидения мы моментально узнаем о событиях в любой точке земного шара. Средства коммуникации постоянно совершенствуются, ускоряются, появляются такие возможности, о которых недавно трудно было мечтать. И здесь нельзя не вспомнить пророческих слов Вернадского: “Этот процесс – полного заселения биосферы человеком - обусловлен ходом истории научной мысли, неразрывно связан со скоростью сношений, с успехами техники передвижения, с возможностью мгновенной передачи мысли, ее одновременного обсуждения на всей планете.”. До недавнего времени средства телекоммуникации ограничивались телеграфом, телефоном, радио и телевидением, о которых писал еще Вернадский. Имелась возможность передавать данные от одного компьютера к другому при помощи модема, подключенного к телефонной линии, документы на бумаге передавались с помощью факсимильных аппаратов. Только в последние годы развитие глобальной телекоммуникационной компьютерной сети Internet дало начало настоящей революции в человеческой цивилизации, которая входит сейчас в эру информации. Рост и развитие сети Internet, совершенствование вычислительной и коммуникационной техники идет сейчас подобно тому, как идет размножение и эволюция живых организмов. На это в свое время обратил внимание Вернадский: “Со скоростью, сравнимой скоростью размножения, выражаемой геометрической прогрессией в ходе времени, создается этим путем в биосфере все растущее множество новых для нее косных природных тел и новых больших природных явлений.”. “...Ход научной мысли, например, в создании машин, как давно замечено, совершенно аналогичен ходу размножения организмов.”. Если раньше сетью пользовались только исследователи в области информатики, государственные служащие и подрядчики, то теперь практически любой желающий может получить доступ к ней. И здесь мы видим воплощение мечты Вернадского о благоприятной среде для развития научной работы, популяризации научного знания, об интернациональности науки. Действительно, если раньше людей разделяли границы и огромные расстояния, то теперь, возможно, только языковой барьер. “Всякий научный факт, всякое научное наблюдение, - писал Вернадский, - где бы и кем бы они ни были сделаны, поступают в единый научный аппарат, в нем классифицируются и приводятся к единой форме, сразу становятся общим достоянием для критики, размышлений и научной работы.”. Вернадский писал: “Скоро можно будет сделать видными для всех события, происходящие за тысячи километров”. Можно считать, что и это предсказание Вернадского сбылось.

3. Усиление связей, в том числе политических, между всеми странами Земли. Это условие можно считать если не выполненным, то выполняющимся. Возникшая после второй мировой войны Организация Объединенных наций (ООН) оказалась гораздо более устойчивой и действенной, чем Лига наций, существовавшая в Женеве с 1919 г. по 1946 г.

4. Начало преобладания геологической роли человека над другими геологическими процессами, протекающими в биосфере. Это условие также можно считать выполненным, хотя именно преобладание геологической роли человека в ряде случаев привело к тяжелым экологическим последствиям. Объем горных пород, извлекаемых из глубин Земли всеми

шахтами и карьерами мира, сейчас почти в два раза превышает средний объем лав и пеплов, выносимых ежегодно всеми вулканами Земли.

5. Расширение границ биосферы и выход в космос. В работах последнего десятилетия жизни Вернадский не считал границы биосферы постоянными. Он подчеркивал расширение их в прошлом как итог выхода живого вещества на сушу, появления высокоствольной растительности, летающих насекомых, а позднее летающих ящеров и птиц. В процессе перехода в ноосферу границы биосферы должны расширяться, а человек должен выйти в космос. Эти предсказания сбылись.

6. Открытие новых источников энергии. Условие выполнено, но, к сожалению, с трагическими последствиями. Атомная энергия давно освоена и в мирных, и в военных целях. Человечество (а точнее политики) явно не готово ограничиться мирными целями, более того – атомная (ядерная) сила вошла в наш век прежде всего как военное средство и средство устрашения противостоящих ядерных держав. Вопрос об использовании атомной энергии глубоко волновал Вернадского еще более полувека назад. В предисловии к книге “Очерки и речи” он пророчески писал: “Недалеко время, когда человек получит в свои руки атомную энергию, такой источник силы, который даст ему возможность строить свою жизнь, как он захочет... Сумеет ли человек воспользоваться этой силой, направить ее на добро, а не на самоуничтожение? Дорос ли он до умения использовать ту силу, которую неизбежно должна ему дать наука?”. Огромный ядерный потенциал поддерживается чувством взаимного страха и стремлением одной из сторон к зыбкому превосходству. Могущество нового источника энергии оказалось сомнительным, он пришелся не ко времени и попал не в те руки.

7. Равенство людей всех рас и религий. Это условие если не достигнуто, то, во всяком случае, достигается. Решительным шагом для установления равенства людей различных рас и вероисповеданий было разрушение в конце прошлого века колониальных империй.

8. Увеличение роли народных масс в решении вопросов внешней и внутренней политики. Это условие соблюдается во всех странах с парламентской формой правления.

9. Свобода научной мысли и научного искания от давления религиозных, философских и политических построений и создание в государственном строе условий, благоприятных для свободной научной мысли. Трудно говорить о выполнении этого условия в стране, где еще совсем недавно наука находилась под колоссальным гнетом определенных философских и политических построений. Сейчас наука от таких давлений свободна, однако из-за тяжелого экономического положения в российской науке многие ученые вынуждены зарабатывать себе на жизнь ненаучным трудом, другие уезжают за границу. Для поддержания российской науки созданы международные фонды.

10. Продуманная система народного образования и подъем благосостояния трудящихся. Создание реальной возможности не допустить недоедания и голода, нищеты и чрезвычайно ослабить болезни. О выполнении этого условия трудно судить объективно, находясь в большой стране, стоящей на пороге голода и нищеты, как об этом пишут все газеты. Однако Вернадский предупреждал, что процесс перехода биосферы в ноосферу не может происходить постепенно и однонаправлено, что на этом пути временные отступления неизбежны. И обстановку, сложившуюся сейчас в нашей стране, можно рассматривать как явление временное и преходящее.

11. Разумное преобразование первичной природы Земли с целью сделать ее способной удовлетворить все материальные, эстетические и духовные потребности численно возрастающего населения. Это условие, особенно в нашей стране, не может считаться выполненным, однако первые шаги в направлении разумного преобразования природы во второй половине XX века несомненно начали осуществляться. В современный период происходит интеграция наук на базе экологических идей. Вся система научного знания дает фундамент для экологических задач. Об этом также говорил Вернадский, стремясь создать единую науку о биосфере. В мировом масштабе для разрешения экологической проблемы в условиях роста населения планеты требуется способность решения глобальных проблем, что в условиях суверенитета различных государств кажется сомнительным.

12. Исключение войн из жизни общества. Это условие Вернадский считал чрезвычайно важным для создания и существования ноосферы. Но оно не выполнено и пока неясно, может

ли быть выполнено. Мировое сообщество стремится не допустить мировой войны, хотя локальные войны еще уносят многие жизни.

Таким образом, мы видим, что на лицо все те конкретные признаки, которые указывал В.И.Вернадский для того, чтобы отличить ноосферу от существовавших ранее состояний биосферы. Процесс ее образования постепенный, и, вероятно, никогда нельзя будет точно указать год или даже десятилетие, с которого переход биосферы в ноосферу можно будет считать завершенным.

Литература

1. Бичев Г.Н. Теория триединства строения мира. - Москва, 2001, 160 с.
2. Вернадский В.И. “Философские мысли натуралиста”, М.– 1988г.
3. Вернадский В.И. “Биосфера и ноосфера”, М.– 1989г.
4. Вернадский В.И. “Научная мысль как планетное явление”, М. – 1989г.
5. Вернадский В.И. “Начало и вечность жизни”, М.– 1989г.
6. Тюрюканов А.Н., Федоров В.М. Н.В.Тимофеев-Ресовский: Биосферные раздумья. - Москва, 1996, 368 с.
7. Лапо А.В. “Следы былых биосфер”, М. – 1979г.
8. Рузалин Г.И. “Концепция современного естествознания” М. 1997г.

Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2017-2018)

Нестеров С.Б., Беляева Е.В.
РНТВО им. академика С.А.Векинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

В работе приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2017-2018 гг.. Создана на основе информации, имеющейся в РНТВО им.академика С.А.Векинского.

Issues on vacuum science, equipment and technology publised in Russia in 2017-2018. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva. The data on the issues published in the field of vacuum science and technology in Russia in 2017-2018 available in the Russian Vekshinski Vacuum Society are presented here.

Монографии

- 1 Е.К.Казенас, Ю.В Цветков. Испарение карбидов. М.: КРАСАНД, 2017 – 800 с.

В книге впервые систематизированы экспериментальные результаты по термодинамике испарения и диссоциации практически всех карбидов и представлен ряд систем химических элементов периодической таблицы Д.И.Менделеева с углеродом, опубликованных в мировой литературе до 2015 года. Представлен широкий спектр данных по давлению, составу пара, а также термодинамическим свойствам газообразных карбидов, полученных в результате исследования процессов испарения.

Для научных работников и инженеров, работающих в области черной и цветной металлургии, аспирантов и студентов старших курсов.

2. V.Elinson, S.Andreevskaya, A.Lyamin, N,Shevlyagina, V.Zhukhovitsky, P.A.Shur Book "Antimicrobial research: Novel bioknowledge and educational programs", chapter "Barrier layers based on nanostructured fluorocarbon films: structure, interaction with microorganisms,

mechanical properties"/ 2017, 490 pages, ISBN (13): 978-84-947512-0-2, Formatex Research Center, Madrid, Spain.

Материалы конференций

3. **«Вакуумная наука и техника»** Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2017 – 352 с.

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

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

5. **Электровакуумная техника технология.** Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя Семинара А.В.Горина. М.: НОБЕЛЛА. 2018.

В пятом томе сборника трудов напечатаны некоторая часть докладов и сообщений, с которыми участники Семинара выступили на заседаниях в период с 2012 по 2018 год. Тематика докладов традиционна для нашего Семинара. Это электровакуумные технологии нанесения покрытий различного функционального назначения, установки и устройства для их получения, используемые материалы и т.д.

6. **Вакуумная техника и технологии – 2018: труды 25-1 Всероссийской научно-технической конференции с международным участием 5-7 июня 2018 г.**// под ред. д-ра техн. наук А.А.Лисенкова – СПб: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2018. – 384 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 25-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов.

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

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

Обзорные статьи

1. Sergey Nesterov. The Russian Scientific and Technical Vekshinski Vacuum Society (RSTVVS). Pp.140-141. IUUSTA International Union for Vacuum Science, Technic and Applications.

- Science and Tecnology for society across the world. History of the International Union for Vacuum Science, Technic and Applications and Short Histories of the National Vacuum Societies. Updated by M-G Barthes – LABROUSSE for the 2001 -2016 period from the second edition by J.L. Robins and J.M. Lafferty (2001). 3d Edition.2018. 166 p.
2. С.Б. Нестеров. С.А.Векшинский. Дневники. Часть 2. Гимназия и гимназисты / Петербургский журнал электроники. № 1(86). с.171-178.
 3. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Часть 1..Холодильная техника, № 8, 2017. с.46-49.
 4. Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. – 190 с.
 5. Р.О.Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н.Белоконев, А.И.Холопкин. Перспективы и научные решения создания вакуумно-левитационных транспортных систем. В кн.: Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. С.93-123.
 6. С.Б. Нестеров. К вопросу о терминологии и единицах измерения в области вакуумной техники. В кн.: Вакуумно-левитационные транспортные системы: научная основа, технология и перспективы для железнодорожного транспорта: коллективная монография членов и научных партнеров Объединенного ученого совета ОАО «РЖД» / под ред. Б.М.Лапидуса и С.Б. Нестерова – М.: ООО «РАС», 2017. С.124- 139.
 7. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Научное обозрение, № 8, 2017, т.18. с.4 -19.
 8. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. (часть 2). Холодильная техника, № 10/2017. с.48-52.
 9. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. (часть 3). Холодильная техника, № 11/2017. с.55-58.
 10. С.Б. Нестеров. Основатели отечественной вакуумной науки и техники М.В. Ломоносов и Д.И.Менделеев. Gasworld, март-апрель 2018, с.30-32.
 11. Капустин Е.Н. Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет. Очерки истории. Часть 1. «Вакуумная наука и техника». Материалы XXV научно-исследовательской конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА, 2018. с.12-25.
 12. Ю.В. Панфилов, С.В.Сидорова, С.Б. Нестеров. Онлайн – курс по вакуумной технике и технологии. Материалы XXV научно-исследовательской конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА, 2018. с. 26 – 33.
 13. В.В.Одинокоев. Перспективные вакуумно-плазменные процессы и экспериментальное оборудование. Материалы XXV научно-исследовательской конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА, 2018. с.109 – 121.

Литература

1. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий во вакуумной науке, технике и технологии за 2007-2011 гг. «Электровакуумная техника и технология». Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя семинара А.В.Горина. М.: НОБЕЛЛА, 2011. с.193-200.
2. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Библиография изданий по вакуумной технике и технологии за 2007-2011 гг. Вакуумная техника и технология, Т.21, № 3, 2011. с. 203-205.
3. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2014-2015 гг. Материалы XXII научно-технической конференции с

- участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. академика Бугаева А.С. М.: 2015. 366 с.
4. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии в 1014 г. Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М: НОБЕЛЛА, 2015. с.396-400.
 5. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2015-2016 гг. Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОБЕЛЛА, 2016.с. 319 – 324.
 6. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2016-2017 гг. Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОБЕЛЛА, 2017, с.312-314.

Памятные даты в истории развития вакуумной техники

*С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского*

В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники за 2019 год.

*Memorable dates in the history of vacuum technology in 2019. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva.
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.*

1519	Ушел из жизни Леонардо да Винчи, гениальный ученый, живописец, гуманист
1619	Рене Декарт, французский математик, физик, философ высказал идею о том, что в основе процесса познания лежит математика
1639-1641	Гаспар Берти, итальянский ученый, провел первый физический опыт в вакууме
1649	Блез Паскаль, французский математик, физик получил патент на изобретение арифметической машины
1749	Михаил Васильевич Ломоносов, русский ученый-энциклопедист опубликовал работу «Размышления о природе теплоты и холода»
1799	Родился Жан Луи Мари Пуазейль, французский врач и физик, открывший закон истечения жидкости
1799	Родился Бенуа Поль Эмиль Клапейрон, французский физик и инженер, вывел уравнение состояния идеального газа, уравнение Клапейрона-Клаузиуса
1819	Родился Джордж Габриэль Стокс, английский физик и математик, автор фундаментальных исследований по гидродинамике
1819	Ушел из жизни Джеймс Уатт, английский изобретатель, создатель универсального теплового двигателя. Его именем названа единица мощности – Ватт
1829	Ушел из жизни Гемфри Дэви, английский физик и химик, придумал способ получения высокого вакуума – химическое вакуумирование
1839	Родился Джазайя Уиллард Гиббс, американский физик-теоретик, один из создателей современной термодинамики
1859	Братья Фрэнсис и Филандер Рутсы изобрели т.н.воздуходувки Рутса
1859	Джеймс Клерк Максвелл, английский физик, выступил с докладом, в котором привел распределение молекул по скоростям (Максвелловское распределение)
1869	Ушел из жизни Жан Луи Мари Пуазейль, французский врач и физик, открывший закон истечения жидкости
1869	Дмитрий Иванович Менделеев, великий русский ученый –энциклопедист, открыл периодический закон химических элементов

1869	Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс, голландский физик, Нобелевский лауреат, открыл силы взаимодействия между молекулами, которые впоследствии были названы его именем «силы Ван-дер-Ваальса»
1879	Родился великий физик-теоретик Альберт Эйнштейн
1879	Ушел из жизни английский физик Джеймс Клерк Максвелл, создатель классической электродинамики, один из основоположников статистической физики
1889	Ушел из жизни Джеймс Прескотт Джоуль, английский физик, определил механический эквивалент теплоты, автор эффекта Джоуля-Томсона, закона Джоуля-Ленца
1899	Метрическая система мер была допущена в России факультативно законом от 1899 г., проект которого был разработан Д.И.Менделеевым, и введена в качестве обязательной 14 сентября 1918 г.
1949	Ушел из жизни Мартин Ханс Кристиан Кнудсен, датский физик, ввел безразмерное число (названо его именем)

ПОЗДРАВЛЯЕМ С ЮБИЛЕЕМ

Крюков Алексей Павлович

С.Б. Нестеров
РНТВО им. академика С.А.Векинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

Приведено описание научно-технической деятельности Крюкова Алексея Павловича.

Kryukov A.P. S.B. Nesterov. The description of A.P. Krzukov's scientific activity is given here.



Крюков А.П. родился 2 декабря 1948 г., работает в МЭИ после его окончания с 1972 года. Защитил кандидатскую диссертацию в 1977 году, докторскую в 1990 году. С 1977 года преподает на кафедре низких температур (криогенной техники), с 1992 года в должности профессора.

Учебная работа. Выполнял все виды учебной нагрузки, в частности регулярно читал курсы лекций: «Криофизика», «Процессы на поверхности раздела фаз» и «Процессы переноса в существенно неравновесных системах». В издательстве МЭИ в 2013 году выпущено учебное пособие А.П.Крюкова «Процессы переноса в существенно неравновесных системах», в 2015 году учебное пособие «Формы межфазных поверхностей при переносе массы, импульса, энергии» (авторы: А.П. Крюков и Пузина

Ю.Ю.), в 2018 году учебное пособие «Расчет процессов тепломассопереноса на межфазных поверхностях гелий II - пар» (авторы: П.В. Королев, А.П. Крюков, Ю.Ю.Пузина)

Научная работа. Крюков А.П. является одним из ведущих специалистов по кинетической теории интенсивного испарения и конденсации, цитируется учеными России, Великобритании, Германии, Норвегии, США, Японии, Египта, Ирана. Под руководством Крюкова А.П. на протяжении ряда лет проводились и проводятся хозяйственные и государственные работы. В 2011 году Крюков А.П. был научным руководителем хозяйственной работы с ФГУП ЦНИИмаш «Разработка разделов аванпроекта по криовставке, фазоразделителю, блоку видеорегистрации, освещения, и блоку контроля, управления и преобразования информации для КЭ «Криокомплекс-кипение», в настоящее время возглавляет работу по гранту РФФИ № 17-08-00805 «Разработка методов расчета процессов переноса через межфазные поверхности и их экспериментальная проверка на гелии II». Крюков А.П. регулярно публикуется в отечественных и зарубежных научно-технических журналах, выступает с докладами на конференциях. Он является автором и соавтором 192 научных и учебно-научных трудов (статей, патентов, учебных пособий, монографии, докладов). По инициативе Крюкова А.П. на кафедре низких температур МЭИ сформировано научное направление, изучающее процессы переноса через межфазную поверхность: газ-конденсат. С 1996 г. в рамках этого направления проводится работа по расчету таких процессов путем получения численных решений уравнения Больцмана на многопроцессорных компьютерах.

Работа по подготовке аспирантов. Крюков А.П. активно работает со студентами и аспирантами. Всего за время своей педагогической деятельности Крюков А.П. подготовил 14 кандидатов и одного доктора наук. В течение десяти лет с 1991г. по 2000г. Крюков А.П. входил в состав специализированного совета К 052.16.02. С 2001 г. по 2004 г. он был членом диссертационного совета Д 212.157.04, с 2005 г. по 2011 г. – заместителем председателя, с 2011 г. по настоящее время является председателем этого совета. В настоящее время руководит двумя аспирантами.

Организационная работа. С 1998 года по настоящее время Крюков А.П. исполняет обязанности заместителя заведующего кафедрой низких температур по научной работе, с 2003-

го года по 2014 год был деканом факультета повышения квалификации преподавателей и специалистов МЭИ, в 2017 – 2018 г.г. исполнял обязанности заведующего кафедрой НТ.

Награды

1996 Диплом Министерства общего и профессионального образования Российской Федерации (МОПО РФ) за научное руководство студенческой работой, отмеченной медалью МОПО РФ

1997 Медаль «В память 850-летия Москвы»

2001 Диплом правительства Москвы лауреату конкурса «Грант Москвы» в области естественных наук.

2005 Почетная грамота Федерального агентства по науке и инновациям

2009 Юбилейная медаль ФГУП «Научно-исследовательского института вакуумной техники имени С.А. Векшинского»

2010 Диплом Минобразования Российской Федерации за научное руководство студенческой работой.

2015 Ведомственная награда Министерства образования и науки Российской Федерации №354-15 «Почетный работник высшего профессионального образования Российской Федерации».

2017 Памятный серебряный знак МЭИ

2017 Медаль им. Ю.А. Гагарина Федерации Космонавтики России

2018 Памятный золотой знак МЭИ

Сердечно поздравляем Крюкова Алексея Павловича с юбилеем и желаем ему успехов в профессиональной деятельности, здоровья и счастья.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А		Е	
Абдуев А.Х.	136	Егоров В.К.	83
Азаров И.А.	81	Егоров Е.В.	83
Акишин М.Ю.	65	Елинсон В.М.	173,178,182
Акопова Т.А.	162	Ж	
Алексеев Д.К.	105	Желонкин О.В.	25
Алтынов В.А.	156	Желонкин Я.О.	25
Андропова Л.Б.	256,259	Жировов Е.В.	214
Асваров А.Ш.	136	З	
Архаров А.М.	256,259	Зау Йе Мьинг	88
Аунг Чжо У	93	Зау Пхо Аунг	73
Афанасьев М.С.	83	Захаров А.Н.	128
Ахмедов А.К.	136	Зверев А.М.	214
Б		Зикий Е.А.	55
Беляева Е.В.	266,269	Зиновьев А.В.	164
Белянин А.Ф.	167	Зыкова М.А.	140
Бердник В.И.	195	И	
Бикташев А.А.	25	Иванов А.В.	195
Богданова Ю.Г.	173	Иванова Г.Н.	237
Борисов В.В.	167	Ильясов Р.И.	217
Борисов В.П.	248	Иракин П.А.	32
Бражник П.А.	217	Исаев А.А.	15
Бурмистров А.В.	15	Й	
Буторина А.В.	252,256,259	Йе Хлаинг Тун	93
Бычков С.П.	55	К	
В		Калинина Е.И.	233
Варакин В.М.	32	Калинин Н.В.	233
Васильева Т.М.	88	Капустин Е.Н.	11,15
Васильев Д.Д.	65	Кардашова Г.Д.	119,124
Васильев М.Н.	93	Кечекьян А.С.	164
Воздвиженский И.С.	252	Кириллов Д.В.	114
Вольпян О.Д.	96	Ключаров В.С.	48
Воробьев Е.В.	108	Кобзев В.А.	214
Вязовецкова А.Е.	69	Козочкин М.П.	140
Вязовецков В.В.	69	Коледов В.В.	217
Г		Колесник Л.Л.	73
Гайнутдинов Р.В.	150	Косьянчук В.В.	62
Гамаюнов С.М.	173	Кочетков А.Ю.	210
Гарькуша М.В.	59	Кравец Л.И.	150,156
Гильман А.Б.	156,162,164	Кравчук Е.Д.	178
Гончаренко И.М.	132	Кривенко А.С.	81
Гренадеров А.С.	132	Кувандыков Р.Э.	78
Д		Кузнецов А.А.	164
Данько О.А.	256,259	Кузькин В.И.	178,182
Демина Т.С.	162	Кузьмичёв А.И.	96
Деулин Е.А.	191	Кукушкин Д.Ю.	195
Дителева А.О.	195	Курбатов О.К.	242
Долгополов В.М.	32	Кхин Маунг Хтау	88
Духопельников Д.В.	105,108,114	Л	
		Лизунов Н.Е.	150

М		Т	
Мальчиков Д.К.	186	Терентьев Ю.А.	217
Мартынов А.В.	233	Тетерук Р.А.	78
Михайлова И.В.	65	Тлявлин В.В.	73
Мицын Н.Г.	32	Точило В.В.	217
Моисеев К.М.	65	Тхеин Хту Маунг	140
Моисеенко В.Л.	217	Тютюкин Е.Р.	191
Н		У	
Назаренко М.В.	38,44	Улам-Оргих Д.	145
Наливайченко Д.Г.	217	Ф	
Налимов С.А.	167	Федоров С.В.	140
Нестеров С.Б.	202,237,251,256,259, 266,269,271	Феимов Ф.А.	214
Нижельский Н.А.	217	Филатов А.А.	202
Никулин Н.К.	48	Филатов С.А.	145
Новиков А.Г.	38,44	Филина А.Е.	178
О		Фомин В.М.	217
Огнев О.В.	55	Х	
Одинокоев В.В.	32,38	Хисамов А.Х.	38,44
Оскирко В.О.	128,132	Хохлов Е.А.	20
П		Хтет Вэй Ян Чжо	88
Павлов А.П.	128,132	Хтет Ко Ко Зау	88
Панфилов Ю.В.	55	Ч	
Перешивайлов В.К.	186	Чернышенко А.А.	78
Петухов П.В.	73	Чубаров О.Е.	214
Пискарев М.С.	162,164	Чуриков Д.В.	96
Пушкарев А.В.	252,259	Ш	
Р		Шакуров А.В.	252,259
Ринкевич А.Б.	167	Шашин Д.Е.	100
Рогачев А.А.	150	Шведов А.В.	173
Розанов Л.Н.	206	Шешин Е.П.	59
Розель П.А.	20	Шилагарди Г.	145
Рязанов В.А.	105	Шилов С.О.	105,108
Романова О.А.	162	Ширипов В.Я.	20
Рябцев Р.Л.	38	Шпилевский Э.М.	145
С		Шубников А.В.	32
Савкин А.В.	195	Щ	
Саликеев С.И.	15,25	Щербакова Н.Н.	186
Сарапулов Ю.М.	55	Щур П.А.	178
Сафаралиев Г.К.	119,124	Э	
Свичкарь Е.В.	48	Эмиров Р.М.	136
Семенов В.А.	128	Я	
Сиротский М.С.	55	Яблоков М.Ю.	156
Скрябнев А.Ю.	206	Якунчиков А.Н.	62
Слепцов В.В.	195	Якушкин Ю.А.	182
Степанов С.А.	100	Ярмоленко М.А.	150
Суманова Е.Д.	59	Д	
Сунгатуллин И.А.	25	Dinescu G.	156
Сучилина Н.М.	186	М	
Сушенцов Н.И.	100	Mitu B	156
Сысоев М.С.	217	S	
		Satulu V.	156

**ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА, МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИЯ
(МОСКВА, КВЦ «СОКОЛЬНИКИ», 2019, 16 – 17 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 01.04.2019

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.