

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

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

АО «Вакууммаш»

Московский физико-технический институт

Российский союз научных и инженерных объединений

ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА

Материалы

**XXIV научно-технической конференции с участием
зарубежных специалистов**

Крым, Судак, 2017, 16 – 23 сентября

ББК 31.77
В 14
УДК 621.52

В 14 «Вакуумная наука и техника» Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2017 – 352 с.

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

Издание осуществлено с авторских оригиналов.

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

ОРГКОМИТЕТ КОНФЕРЕНЦИИ

СОПРЕДСЕДАТЕЛИ

<i>А.С. Бугаев</i>	Академик, член Президиума РАН
<i>С.Б. Нестеров</i>	Президент Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского

ЧЛЕНЫ ОРГКОМИТЕТА

<i>А.Н. Алексеев</i>	Генеральный директор компании ЗАО «НТО»
<i>В.А. Аляев</i>	Проректор КНИТУ
<i>Е.В. Беляева</i>	Специалист по научно-технической информации РНТВО им. С.А. Векшинского
<i>А.Ф. Белянин</i>	Руководитель научных программ ОАО ЦНИТИ «Техномаш»
<i>В.П. Борисов</i>	Главный научный сотрудник ИИЕТ им. С.И. Вавилова РАН
<i>А.В. Бурмистров</i>	Декан КНИТУ
<i>С.А. Бушин</i>	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
<i>Д.В. Быков</i>	Почетный Председатель Совета РНТВО
<i>Ю.В. Гуляев</i>	Академик, член Президиума РАН, Президент Российского союза научных и инженерных общественных объединений
<i>К.Е. Демихов</i>	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
<i>В.М. Елинсон</i>	Профессор НИУ «МАИ»
<i>А.Е. Зарвин</i>	Заведующий отделом прикладной физики НГУ
<i>Г.Н. Иванова</i>	Ученый секретарь РНТВО им. С.А. Векшинского
<i>В.Н. Ильин</i>	Главный технолог НПП «ГИКОМ»
<i>Е.Н. Капустин</i>	Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
<i>Л.Л. Колесник</i>	Руководитель научных программ МГТУ им. Н.Э.Баумана
<i>М.А. Колесник</i>	Ответственный секретарь конференции
<i>Б.М. Латидус</i>	Председатель объединенного ученого совета ОАО РЖД
<i>И.П. Ли</i>	Директор НТЦ ОАО «Плутон»
<i>А.А.Лисенков</i>	Профессор ИПМаш РАН
<i>П.П. Мальцев</i>	Научный руководитель ИСВЧПЭ РАН
<i>В.П.Марин</i>	Академик
<i>В.В. Одинокоев</i>	Заместитель генерального директора ОАО «НИИТМ»
<i>Ю.В.Панфилов</i>	Заведующий кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
<i>А.К. Ребров</i>	Академик
<i>Л.Н.Розанов</i>	Профессор СПбГПУ
<i>Ю.В. Цветков</i>	Академик
<i>Е.П. Шешин</i>	Профессор МФТИ

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», г.Казань, Республика Татарстан
АО «Криогенмонтаж», г.Москва
АО «НПО им.С.А.Лавочкина», г.Химки, Московская область
АО «НПП «Исток» им. Шокина», г. Фрязино, Московская область
АО «НПП «Торий», г. Москва
АО «Плутон», г. Москва
Группа компаний ПТЕ, г.Москва
ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ», г.Москва
ЗАО «НТО», г.Санкт-Петербург
Институт медико-биологических исследований РАН, г.Москва
Институт прикладной физики РАН, г. Нижний Новгород
Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г.Москва
Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, г. Москва
Институт физики твердого тела РАН, г.Черноголовка, Московская область
ИПТМ РАН, г. Черноголовка, Московская область
ИРЭ РАН, г. Фрязино, Московская область
ЗАО «Интек Аналитика», г.Санкт-Петербург
МГТУ им. Н.Э.Баумана (НИУ), г. Москва
Механико-математический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва
Мордовский государственный университет им. Н.П.Огарева, г.Саранск, Республика Мордовия
Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), г.Москва
Московский физико-технический институт, г.Долгопрудный, Московская область
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына МГУ им. М.В. Ломоносова, г. Москва
НТК «Криогенная техника», г.Омск
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск
НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи», г.Москва
ОАО «Метсинтез», г.Тула
ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», г.Москва, Зеленоград
Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова, г. Дубна, Московская область
ОАО ЦНИТИ «Техномаш», г. Москва
ООО «Миллаб», г.Москва
ООО «Терла», г.Москва
РНТВО им. С.А.Векшинского, г. Москва
РНЦ «Курчатовский институт», г.Москва
Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., г. Саратов
ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет» (МИФИ), г.Москва
ФГАУ «Лечебно-реабилитационный центр» Минздрава России, г. Москва
ФГБОУ ВО «КНИТУ», г.Казань, Республика Татарстан
ФГБОУ ВО РХТУ им. Д.И.Менделеева, г. Москва
ФГБОУ ВО Первый МГМУ им. И.М. Сеченова, Минздрава России, г. Москва
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН), г. Москва
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», г.Москва
Федеральный научно-исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии им. Н.Ф.Гамалеи, г. Москва

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	9
ПОЗДРАВЛЕНИЯ	10
РОССИЙСКАЯ ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И НАПРАВЛЕНИЯ РАЗВИТИЯ.....	11
<i>С.Б.Нестеров.</i> Российская вакуумная техника и технология.....	11
<i>Е.Н.Капустин, А.Е.Капустин.</i> Российский центр вакуумного машиностроения. Итоги и перспективы.....	29
<i>А.А.Алексеев.</i> О ключевых направлениях развития вакуумной техники и технологии на ближайшие годы. Письмо Президенту РНТВО им. академика С.А. Векшинского Нестерову С.Б.....	33
<i>А.К.Ребров.</i> Основные направления развития отечественной вакуумной техники и технологии. Письмо Президенту РНТВО им. академика С.А. Векшинского Нестерову С.Б.....	35
СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ.....	36
<i>С.А. Вашин, Г.Ф. Корепин, Н.Н. Климова.</i> Особенности полевой десорбции поверхностных газов ЭВП и развитие электрического пробоя между электродами.....	36
<i>В.И. Асюнин, С.Г.Давыдов, А.Н.Долгов, А.В.Корнеев, А.А.Пищеничный, Р.Х.Якубов.</i> Физическое моделирование условий возникновения катодного пятна в вакуумном разряде...	40
<i>С.А.Сарапулов, Б.Д.Лемешко, Ю.К.Пресняков, А.А.Коробейников.</i> Определение поверхностной радиоактивности образца, адсорбирующего тритий.....	44
<i>В.К.Егоров, Е.В.Егоров, М.С.Афанасьев.</i> Ионно-пучковая аналитическая технология определения легких элементов в материалах.....	51
<i>Е.К.Казенас, Ю.В.Цветков, Г.К.Астахова, В.А.Волченкова, Н.А.Андреева, М.Н.Есаулов.</i> Состав пара над карбидами, нитридами и оксидами химических элементов в вакууме (обзор).	70
<i>Н.А.Завольский, Е.В.Иляков, Ю.К.Калынов, И.С.Кулагин, В.Н.Мануилов, А.С.Шевченко.</i> Мощный релятивистский гиротрон миллиметрового диапазона длин волн на второй циклотронной гармонике.....	81
<i>Е.В.Иляков, И.С.Кулагин, А.С.Шевченко.</i> Экспериментальное исследование и компьютерное моделирование второй моды одностороннего мультипакторного разряда...	85
<i>К.А.Дубровин, А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С.Яскин.</i> Определение степени проникновения фонового газа в сильнонедорасширенную сверхзвуковую струю методом электронно-пучковой спектроскопии.....	90
<i>Т.С.Яковлева, С.В.Автаева, В.В.Каляда, А.Е.Зарвин.</i> Измерение вращательной температуры азота в кластированной сверхзвуковой струе.....	96
<i>А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С.Яскин.</i> Экспериментальное моделирование сильно недорасширенных сверхзвуковых струй на компактных лабораторных газодинамических установках.	100
<i>С.Т.Чиненов, А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С.Яскин.</i> Деструктивная ионизация малых кластеров азота в сверхзвуковом разреженном потоке.....	105
<i>В.Б.Ефимов.</i> Сверхтекучий гелий как физический вакуум: возбуждения, их генерация и измерение.....	110
СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА. РАСЧЕТ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ВАКУУМНЫХ СИСТЕМ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ.	113
<i>С.А.Бушин, С.С.Галкин.</i> Источники погрешностей при измерениях степени негерметичности на установке УФКГ.....	113

<i>В.П.Михайлов, Д.К.Товмаченко, Тун Лин Аунг, А.А.Копылов. Исследование платформы для активной виброизоляции вакуумного оборудования.....</i>	117
<i>В.П.Михайлов, Е.А.Деулин. Вакуумный ввод поступательного перемещения на основе тонкостенной резиновой оболочки.....</i>	122
<i>Р.А.Тетерук. Основные направления и дальнейшее развитие деятельности в области измерений давления во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».....</i>	128
<i>Д.М.Фомин, В.Н.Горобей, А.А.Чернышенко. Развитие эталонной базы единицы потока газа в вакууме в РФ.....</i>	131
<i>Е.К.Израилов. Результаты сличений мембранно-ёмкостного преобразователя с электростатической автокомпенсацией.....</i>	134
<i>Н.П.Зубков, П.Н.Зубков, А.В.Касимцев, А.В.Спицын, И.Б.Рассолова, Ю.В.Талызин. Особенности изготовления и свойства титан-ванадиевых газопоглотителей.....</i>	140
<i>Е.А. Деулин, В.П. Михайлов. Диагностика отказов вакуумных механизмов.....</i>	147
<i>А.В.Бурмистров, С.И.Саликеев, А.А.Райков, В.А.Аляев, Р.Р.Якупов. Расчет быстроты действия безмасляных спиральных вакуумных насосов.....</i>	152
СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	158
<i>А.М.Базиненков, И.В.Макеев, А.П.Ротарь, Д.А.Иванова. Анализ погрешности поддержания положения трехкоординатной платформы для активной виброизоляции на основе магнитореологических эластомеров.....</i>	158
<i>В.В.Одинокоев. Новые вакуумно-плазменные процессы и оборудование для микроэлектроники.....</i>	162
<i>Ю.В.Панфилов, В.Т.Рябов, Л.Л.Колесник, С.В.Сидорова. Реализация удаленного доступа к вакуумному технологическому оборудованию.....</i>	171
<i>Л.Л.Колесник, Мью Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг, Мью Мин Латт. Повышение адгезии токопроводящих покрытий на подложках оксида алюминия.....</i>	176
<i>И.Н.Куликов, Л.Л.Колесник. Построение агентной имитационной модели анализа процессов управления потоками полуфабрикатов в многокластерных установках.....</i>	179
<i>Р.А.Каракулов, К.С.Косарева, Ю.В.Панфилов, А.В.Шубников. Технология соединения диэлектрических материалов с металлической арматурой СВЧ-приборов.....</i>	183
<i>А.А.Храмова, А.Р.Матанин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев. Исследование жидкофазного магнетрона с двумя областями плазмы.....</i>	187
<i>М.Ю.Акишин, Е.И.Малеванная, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев. Исследование зависимости плотности пиковой мощности на магнетроне от параметров процесса импульсного магнетронного распыления.....</i>	193
СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ.....	197
<i>Р.М.Жуков, В.Л.Кулешова, Е.В.Панфилова, Е.П.Прохоров. Разработка стенда для формирования пленок искусственного опала.....</i>	197
<i>А.И.Беликов, В.Н.Калинин, С.Д.Карпунин, Ч.З.Пью, А.С.Самарцев. Магнетронное нанесение тонких пленок MoS₂ для электроники.....</i>	202
<i>Ю.В.Панфилов. Наноструктурированные упрочняющие покрытия с неожиданными эффектами.....</i>	206
<i>С. А.Дубинин, Д.А.Баклыков, С.В.Сидорова, К.М.Моисеев. Получение тонких пленок TiN и nASo® на кремнии и исследование их свойств.....</i>	211

<i>М. А.Пронин, С.В.Сидорова, Ю.В.Панфилов. Получение металлических пленок различной структуры на установке УВН-1М.....</i>	215
<i>В.А.Алтынов, Л.И.Кравец, А.Б.Гильман. Исследование поверхности модифицированных в плазме трековых мембран методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.....</i>	220
<i>И.В.Николаев, Н.Г.Коробейщиков, М.А.Роенко. Ионно-кластерная полировка поверхности материалов до субнанометрового уровня шероховатости.....</i>	226
<i>Ю.Б.Цветков, Н.Г.Багдасарьян, В.С.Кошик. Анализ возможностей и перспектив методов нанолитографии с позиции синергетики.....</i>	230
<i>Н.А.Смоланов, Л.Г.Гурвич, М.В.Шкергина. Электрохимические и коррозионные свойства циркониевых покрытий на стали.....</i>	235
СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС. ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ.....	240
<i>А.Ю.Кочетков. Выбор оптимальной формы рабочего объема термовакуумной камеры для проведения тепловакуумных испытаний космических аппаратов.....</i>	240
<i>В.В.Веденев, Л.К.Куцкий, Е.В.Жировов, В.А.Кобзев, О.Е.Чубаров. Опыт устранения негерметичности на внешней поверхности криотермовакуумных установок без сброса давления.....</i>	243
<i>Ю.К.Васильев. Современные возможности модернизации технологических систем.....</i>	244
<i>С.Б.Нестеров, Р.О.Кондратенко, А.И.Капитоненко, А.И.Холопкин, А.Н.Белоконев. Почтовая доставка на основе магнитной левитации в разреженной среде.....</i>	247
<i>А.Н.Якунчиков, А.Р.Газизова. Сверхзвуковое движение тела в трубе, наполненной разреженным газом.....</i>	250
<i>А.В.Громов, В.И.Ляпин, Н.В.Нейфельд, В.В.Яловнаров. Вакуумные криогенные насосы на базе автономных криорефрижераторов Гиффорда-МакМагона.....</i>	252
СЕКЦИЯ 6. БИОМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ.....	255
<i>В.И.Кузькин, С.В.Петрунин, В.М.Елинсон. Оптическое поглощение полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного углеродными и фторуглеродными тонкими пленками.....</i>	255
<i>Аунг Мьят Хейн, А.Б.Варгин, Т.М.Васильева, В.А.Мясников, Е.О.Кудасова, Е.В.Кочурова, М.В.Неклюдова. Модификация стоматологических протетических конструкций в низкотемпературной плазме низкого давления.....</i>	260
<i>А.В.Лясникова, И.П.Гришина, О.А.Дударева, О.А.Маркелова, В.Н.Лясников. Плазмонапыленные наноструктурированные покрытия на основе магнийзамещенного гидроксиапатита и трикальцийфосфата: сравнение основных физико-химических и структурно-морфологических свойств.....</i>	263
<i>А.В.Лясникова, О.А.Дударева, О.А.Маркелова, И.П.Гришина, В.Н.Лясников. Структурно-морфологические характеристики плазмонапыленных наноструктурированных 3d покрытий «титан - замещенные кальцийфосфаты», пригодных для остеорепарации.....</i>	266
<i>В.М. Елинсон, А.Н. Лямин, П.А. Щур, Н.О. Наумова. Влияние поверхностного заряда на адгезионные свойства полимерных материалов, модифицированных фторуглеродными пленками, по отношению к микроорганизмам.....</i>	268
<i>В.И.Кузькин, С.В.Петрунин, В.М.Елинсон. Оптическое поглощение полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного углеродными и фторуглеродными тонкими пленками.....</i>	274

<i>И.П.Мельникова, А.В.Лясникова, О.А.Дударева. Исследование нового антиэмиссионного материала.....</i>	279
<i>В.М. Елинсон, Н.В. Шевлягина, А.Н. Лямин, В.И. Кузькин, Е.А. Дешева, О.А.Сильницкая. Исследование параметров рельефа поверхности и антифунгальной активности фторуглеродных наноструктур, сформированных на поверхности полиэтилентерефталата и политетрафторэтилена методами ионно-плазменной технологии</i>	282
<i>А.В.Шведов, А.Н.Лямин, В.М.Елинсон. Исследование процесса формирования и физико-химических характеристик углеродных покрытий, полученных при помощи НЧ-плазматрона атмосферного давления.....</i>	287
СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ.....	293
<i>В.А.Смирнов, П.И.Акимов, В.Ю.Александров, В.В.Иванов, Ю.А.Потапов, В.Г.Чудин, Е.П.Шешин. Щелевые металлопористые катоды.....</i>	293
<i>А.Ф.Белянин, В.В.Борисов, С.А.Налимов, А.С.Багдасарян. Углеродные наностенки в автоэмиссионных катодах.....</i>	297
<i>И.П.Ли, М.Б.Карсакова, И.В.Иванченко, М.В.Провоторов. Размерные и морфологические характеристики осадков тройных карбонатов бария-стронция-кальция, как исходных катодных материалов, в процессах их синтеза в водных растворах.....</i>	303
СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ.....	312
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева. Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2016-2017).....</i>	312
<i>С.Б.Нестеров, Н.Ю.Ломунова, Г.Н.Иванова, Е.В.Беляева. Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2017».....</i>	314
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева. Памятные даты в истории развития вакуумной техники.....</i>	322
<i>С.Б.Нестеров, В.А.Аляев, А.В.Бурмистров, М.Г.Фомина. Восьмая российская студенческая конференция «Вакуумная техника и технология».....</i>	324
<i>С.А.Векишинский. Гимназия и гимназисты.....</i>	326
ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ.....	330
<i>АО «Интек Аналитика».....</i>	330
<i>Д.М.Степаишков, В.С.Феофанов, Т.А.Алексеенок Новые технологии в зарубежной вакуумной технике</i>	332
<i>ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ».....</i>	337
<i>П.О. Предтеченский, Л.Л. Колесник. Применение метода магнетронного нанесения для металлизации LTCC-керамики.....</i>	338
С ЮБИЛЕЕМ.....	342
<i>Нестерову Сергею Борисовичу 60 лет.....</i>	342
ПАМЯТЬ.....	346
<i>Самойлович Михаил Исаакович.....</i>	346
<i>Евлампиев Анатолий Ильич.....</i>	347
<i>Саксаганский Георгий Леонидович. (13.07.1936 – 13.08.2017).....</i>	349
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ.....	350

Предисловие

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

Основные направления работы конференции:

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

В материалы конференции включены 74 материала 174 авторов, представляющих 44 организации из 15 городов РФ.

Приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии, появившихся в 2016 – 2017 гг.

- 375 лет назад, в 1627 г., родился Исаак Ньютон.
- 370 лет назад, в 1647 г., итальянский ученый Э.Торричелли открыл «торричеллиеву пустоту».
- 350 лет назад, в 1667 г., Роберт Бойль ввел понятие «барометр».
- 190 лет назад, в 1827 г., Р.Броун открыл хаотическое движение мелких частиц, взвешенных в растворе (броуновское движение).
- 175 лет назад, в 1842 г., родился шотландский физик и математик Джеймс Дьюар.
- 150 лет назад, в 1867 г., Дж.Максвелл показал статистическую природу второго начала термодинамики.
- 130 лет назад, 7 (19) августа 1887 г., Д.И.Менделеев совершил полет на воздушном шаре для наблюдения солнечного затмения.
- 125 лет назад, в 1892 г., Дж.Дьюар изобрел сосуд для хранения жидкого кислорода.
- 25 лет назад, 6 апреля 1992 г., было создано Российское научно-техническое вакуумное общество.

Этим событиям мы посвящаем нашу конференцию.

Благодарим за спонсорскую помощь следующие организации:

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

Председатель оргкомитета

С.Б. Нестеров

Поздравления с 25-летием РНТВО

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

Дорогие вакуумщики!

Международный и российский союзы научных инженерных общественных объединений сердечно поздравляют вас со славной датой – 25-летием РНТВО им. академика С.А.Векшинского.

Ваша многолетняя, плодотворная научная и общественная деятельность внесла большой вклад в развитие отечественной науки и престижа инженерного дела, получила широкое признание среди научно-технической общественности.

Желаем вам новых творческих свершений, благополучия и успехов во всех делах, крепкого здоровья, счастья, долгих лет жизни.

*Ю.В.Гуляев
академик, Президент
Международного союза НИО
и РосНИО*

*С.П.Друкаренко
первый вице-президент
Международного Союза НИО
секретарь КС РосНИО*

Уважаемые участники конференции «Вакуумная наука и техника»!

Сердечно поздравляю вас с юбилеем Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского.

Желаю вам крепкого здоровья, новых творческих успехов и талантливых учеников. Благодарю за долгие годы совместной работы.

Почетный председатель совета РНТВО Д.В.Быков

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

Поздравляю вас с 25-летием РНТВО им. академика С.А.Векшинского. С удовольствием вспоминаю годы нашей совместной работы.

С пожеланием успехов, Титкова Надежда Сергеевна

Уважаемые Президент, участники Российского научно-технического вакуумного общества!
Дорогие коллеги и друзья!

От всего сердца поздравляю вас с Юбилеем нашего Общества.

Прошедшие годы существования Общества сопровождались большим количеством трудностей, сначала становления, потом развития и сохранения.

Твердость, сплоченность, преданность – эти качества всегда характеризовали участников Общества. Каждый из нас вкладывал и вкладывает все свои знания, силы, души для воплощения в жизнь уставных целей и задач Общества. Результатом этих усилий явились многочисленные научные открытия, производственные достижения, накопление бесценного багажа научных знаний, сохранение интереса молодежи к научной работе.

Желаю вам крепкого здоровья, долголетия, оптимизма, удачи, счастья в личной жизни.

Желаю больших творческих успехов, выдержки, терпения в деле сохранения и развития российской вакуумной науки и техники.

*Искренне ваш,
многократный ученый секретарь Общества,
доктор технических наук А.Б. Соколов*

РОССИЙСКАЯ ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И НАПРАВЛЕНИЯ РАЗВИТИЯ

Российская вакуумная техника и технология

С.Б. Нестеров.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Эта книга является первым отечественным учебником по вакуумной технике. Изданная в 1746 г. в 600 экземплярах, книга быстро разошлась. В 1747 г. Академия наук выпустила еще

600 экземпляров. В 1760 г. книга вышла вторым изданием. Тиражи книги сопоставимы с сегодняшними.

Ломоносов М.В. является основателем русской научной и технической терминологии. В предисловии к переводу «Вольфианской экспериментальной физики» Ломоносов пишет: «...принужден я был искать слов для наименования некоторых физических инструментов, действий и натуральных вещей, которые хотя сперва покажутся несколько странны, однако надеюсь, что они со временем чрез употребление знакомее будут». Именно Ломоносову мы обязаны такими понятиями, как «воздушный насос», «барометр», «атмосфера», «экспериментальная физика», «упругость», «удельный вес», «влажность» и многие другие.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

где М есть масса (вес в миллиграммах), Т – температура, Р – давление (в метрах ртутного столба), V – объем (в литрах), A_i – частичный вес (H = 1, для смесей находится средний

частичный вес, например, для воздуха $A_i=28,836$), $C = \frac{1}{a}$ - величина почти постоянная, близкая к 273, наконец, Y есть величина также постоянная и близкая к 16000. Формула эта полнее и общее известной формулы $PV = K \cdot (C+T)$ Клапейрона и может иметь много применений при исследовании паров и газов. В некоторых случаях предшествующую формулу удобнее выразить:

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

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

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

Д.И. Менделеев писал:

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

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

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

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

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

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

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

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

В контексте данной работы необходимо отметить статью «О весе литра воздуха» [14], работу по наблюдению колебаний весов в разреженном воздухе и водороде [15], письмо об

утверждении временных правил для измерения давления [16], письмо по вопросу единицы давления [17].

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

Заветы академика С.А. Векшинского

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

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

О рождении электровакуумной отрасли промышленности

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

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

О вакуумной технологии

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

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

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

Говоря о вакуумной технологии, как и об всякой иной технической дисциплине, мы прежде всего должны помнить, что ее прикладной, производственный характер не позволяет провести ясную границу между ее предметом и содержанием других дисциплин. Более того, - вакуумная технология, как наука о приемах и способах решения практических задач

производства пустотных приборов, сплошь основывается и пользуется материалами, собранными и разработанными в других этажах и разделах здания науки. Физик, химик, металлург, стекольщик, нефтяник, электротехник, механик – все они, в большей или меньшей мере, способствовали собиранию и систематизации того комплекса сведений, из коих и складывается наука о том, как добротнее делать пустотные приборы.

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

О научной работе

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

«О большой» и «малой» науке

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

Об исследователях

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

О научно-технической литературе и научных исследованиях

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

О внедрении научных результатов в практику

<...> Я хотел бы остановиться на одной общей задаче развития науки, которая, как мне представляется, сильно ограничивала и ограничивает до сих пор эффективность использования достижений науки и подъема народного хозяйства. Эта задача может быть названа задачей внедрения научных результатов в практику.

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

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

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

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

О творческом и бюрократическом подходе к работе по созданию новой техники

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

О критике

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

“Pestia administrativa”- “чума административная”

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

О принципах морали

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

О перспективах развития электроники

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

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

О развитии вакуумной техники

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

Огромный парк специального производственного оборудования используется в различных отраслях современной техники для периодического или непрерывного получения пустоты в камерах и объемах, приспособленных к различным технологическим процессам. Они требуют не только знания абсолютных значений давления, но и количественной характеристики состава оставшихся газов, то есть их анализа. Эти чисто метрологические задачи ставит на повестку дня расширенное промышленное производство вакуумметров и

газоанализаторов. Для его нужд в первую очередь необходимо создать эталоны низких давлений, начиная от десятков тор (760 Торр = 1 атм) и вниз вплоть до стомиллиардных долей тора. Комитет стандартов и подведомственные ему метрологические институты должны безотлагательно этим заняться.

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

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

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

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

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

Постановление бюро отделения общей физики и астрономии Президиума АН СССР с ходатайством перед Моссоветом о присвоении имени академика С.А.Векшинского одной из новых улиц г.Москвы было принято 26 февраля 1975 г.

Вакуумная техника в СССР

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Российская вакуумная техника

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

Основные цели РНТВО

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

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

Регулярные отечественные вакуумные мероприятия [28]

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

Прошло 23 конференции.

В период с 1994 по 2016 гг. опубликовано более двух тысяч докладов. Количество авторов более двух тысяч [28].

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

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

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

- Научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», СПбГПУ, Санкт-Петербург. Прошло 24 конференции.
- Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России», МГТУ им. Н.Э. Баумана, ОАО ЦНИТИ «Техномаш». Прошло 22 конференции.
- Постоянно действующий научно-технический семинар «Электровакуумная техника и технология». Прошло 35 заседаний. Опубликовано четыре тома докладов. Количество авторов более двухсот.
- Студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», КНИТУ, Казань. Прошло восемь конференций, на которых работали следующие секции:
 - Физические явления в вакууме, расчет вакуумных систем,
 - Средства получения и измерения вакуума, вакуумная арматура,
 - Вакуумные технологии,
 - Вакуумные установки.

Опубликовано около 500 докладов студентов и молодых ученых, представивших 30 учебных заведений из 20 городов России.

- Всероссийская молодежная научно-практическая конференция «Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва. Прошло пять конференций.

Журнал «Вакуумная техника и технология»

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

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

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

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

Организатором выставки стала Международная выставочная компания MVK в составе группы компаний ПТЕ. Директорами выставки в разные годы были Мартышов С.А., Воробьев М.В., Жуков Д.Н., Ломунова Н.Ю. Соорганизатором выставки – организатором деловой программы было Российское научно-техническое вакуумное общество им.С.А. Векшинского».

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

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

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

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

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

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

Параллельно работала международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология» [37-47]. В работе конференции приняли участие представители Беларуси, Германии, Китая, Кореи, Лихтенштейна, Монголии, Нидерландов, России, Румынии, Украины. За 12 лет опубликовано более 600 докладов, количество авторов – более 800. Все эти годы выставка работала под девизом «Вакуумная техника, криогенная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий». Этот девиз нашел непосредственное отражение в названиях секций научно-технической конференции: вакуумная техника и аэрокосмический комплекс; вакуумные технологии и оборудование; новые технологии формирования тонких пленок. Методики и исследования. Технологическое оборудование; нанотехнология и биотехнология; криогенная и криовакуумная техника. Секциями руководили А.М.Архаров, А.В.Бурмистров, А.В.Горин, А.И.Лунин, Л.Н.Розанов, В.В.Слепцов.

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

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

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

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

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

В работе выставки и конференции за 12 лет участвовали представители Москвы, Московской области (Балашиха, Дубна, Жуковский, Зеленоград, Истра, Оболensk, Протвино, Реутов, Томилино, Фрязино, Химки, Черноголовка, Электрогорск), Санкт-Петербурга, Сибири (Железногорск, Искитим, Новосибирск, Омск, Томск), Урала (Екатеринбург, Пермь, Челябинск), Поволжья (Йошкар-Ола, Казань, Самара, Рыбинск, Ульяновск), Белгорода, Воронежа, Калининграда, Махачкалы, Пскова, Саранска, Тамбова, Тулы.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

В период 2010 – 2017 гг. проводился конкурс «За высокие инновационные достижения в сфере высоких технологий».

Выставка «ВакуумТехЭкспо» за 12 лет существования стала главным событием года в области отечественной вакуумной техники и технологии.

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

Просветительская и издательская деятельность

Создан и активно развивается музей вакуумной техники в ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского». В музее сегодня размещается около 500 экспонатов. Экспонаты музея были представлены на 1-й и 5-й выставках «ВакуумТехЭкспо». Ежегодно музей посещают более 200 студентов московских высших учебных заведений [44].

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

Создана и постоянно обновляется аннотированная библиография изданий по вакуумной технике за период с 2007 по 2015 гг., включающая 163 наименования, в том числе: 47 монографий, 33 учебных пособия, 30 материалов конференций, 17 информационно-справочных материалов, 34 обзорные статьи [48].

Создана аннотированная библиография книг из личной библиотеки академика С.А.Векшинского [48].

Составлен перечень 100 книг по вакуумной технике, изданных на русском языке в период с 1746 г. по настоящее время [48].

Издан англо-русский и русско-английский словарь по вакуумной технике, включающий 4500 терминов [49].

Издана терминология по вакуумной технике и технологии [44].

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

Организация и проведение вакуумтуров на предприятия Европы

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

Направления развития отечественной вакуумной техники и технологии

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

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

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

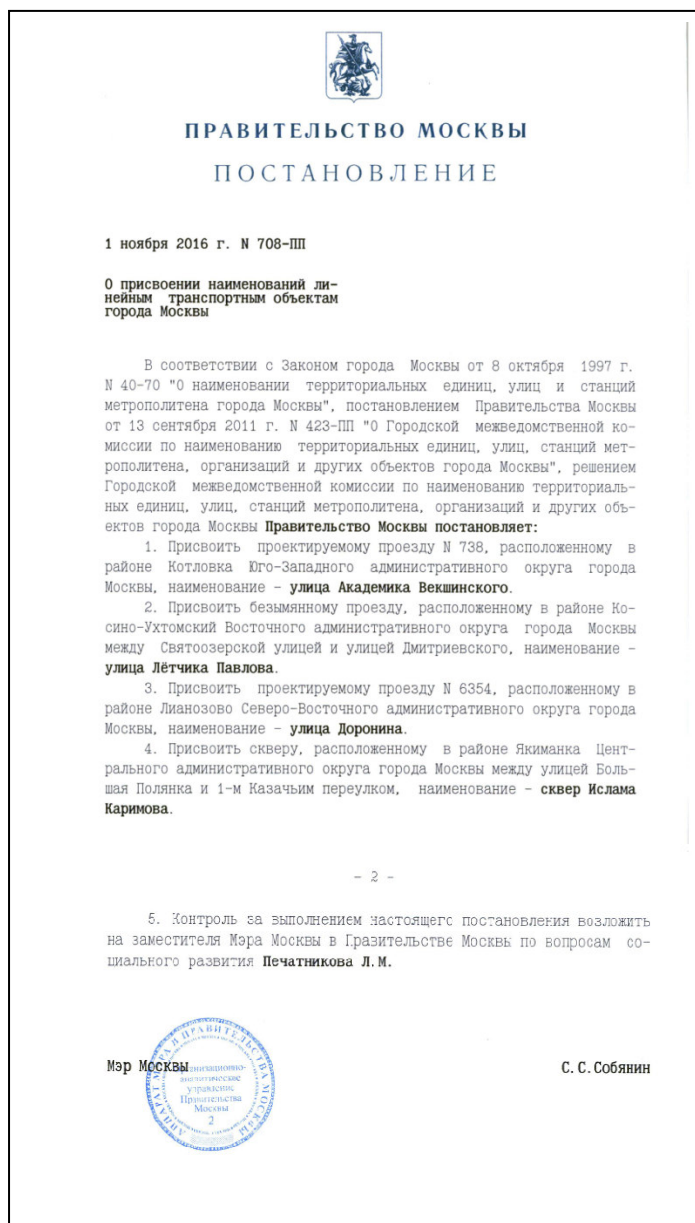
Для этого необходимо существенно улучшить инвестиционный и деловой климат, укрепить инновационную составляющую в деятельности предприятий, решить кадровую проблему, расширить международные связи.

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

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

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

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



Литература

1. П.И.Вальден. Памяти Д.И.Менделеева. Журнал «Природа», 1917, май-июнь, с.570.
2. М.В.Ломоносов. Полное собрание сочинений. Изд-во АН СССР. М.; Л., 1950-1983. т.1 – 11.
3. Ломоносов. Краткий энциклопедический словарь. Редактор-составитель Э.П.Карпеев. Санкт-Петербург, Наука, 2000, 257 с.
4. Павлова Г.Е., Федоров А.С. Михаил Васильевич Ломоносов (1711-1765).- М.: Наука, 1986. – 465 с., ил. – (научно-биографическая литература).
5. Д.И. Менделеев. Основы химии. ГОНТИ химической литературы. М.-Л., 1947, тт.1,2.
6. Д.И.Менделеев. Список моих сочинений. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.25, с. 687 – 776.
7. D. Mendeleef. Bemerkungen zu den Untersuchungen von Andrews über die Compressilität der Kohlensäure. Poggendorf Annalen, 1870, Bd.141, pag.618.
8. Д.И. Менделеев. Об упругости газов. Сочинения. ГОНТИ НКТП СССР. Ред. химической литературы. Л.-М., 1939, т. 6, с. 221 – 589.

9. Выписка из протокола заседания Русского Химического общества от 12 сентября 1874 г. (общие формулы для газов) Сочинения Д.И.Менделеева, 1939, т. 6. Редакция химической литературы, Л.-М., ГОНТИ НКТП СССР, с.221-589.
10. Д.И.Менделеев. О температуре верхних слоев атмосферы. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.7, с.35-53.
11. Д.И.Менделеев. Воздушный полет из Клина во время затмения. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.7, с.471-548.
12. Д.И.Менделеев. Опыт химической концепции мирового эфира. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т. 2, с.463-496.
13. Д.И. Менделеев. Толковый тариф. Сочинения. М.-Л. Изд-во Академии наук СССР, 1950 г., т. 19, с. 189.
14. Д.И.Менделеев. О весе литра воздуха. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.57-100.
15. Д.И. Менделеев. Возобновление прототипов, или основного образца русских мер веса и длины в 1894-1898 г.г. Часть вторая. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.394-722.
16. Д.И.Менделеев. Письмо в отдел торговли Министерства финансов об утверждении временных правил для измерения давления. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с. 820-822.
17. Д.И.Менделеев. Письмо В.И.Ковалевскому о совещании по вопросу единицы давления. Сочинения. Изд-во Академии наук СССР, Л.-М., 1950, т.22, с.823-824.
18. С.А. Векшинский. Лаборатория завода «Светлана». Социалистическая реконструкция и наука. 1932. Вып.4.с.118-131.
19. С.А.Векшинский. Решительно улучшить координацию исследовательских работ. Экономическая газета. 1961, 14 июня.
20. С.А.Векшинский, А.Б. Цейтлин. Драгоценная пустота. Экономическая газета. 1965, 10 февраля.
21. Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. 1896 – 1974 / Отв.ред.В.М.Родионов, авт. предисл. Г.Н. Флеров. – М.: Наука. 1988. – 140 с., ил.(Научно-биографическая литература).
22. Борисов В.П. Сергей Аркадьевич Векшинский. М.: НПК «Интелвак», 2002 / Науч. ред. В.Н.Кеменов. – 2-е изд. – 176 с., илл.
23. Архив С.А.Векшинского. Архив РАН. Ф.2022, оп.1.
24. Архив ОАО «НИИВТ им.С.А.Векшинского».
25. Г. Саксаганский. Космос в земных ладонях. Правда, 12 декабря 1976г.
26. В. Реут. Вокруг вакуума. Правда. 20 апреля 1977 г.
27. Д.Быков, С.Нестеров. Российскому научно-техническому вакуумному обществу 20 лет. Наноиндустрия. № 4(34) / 2012. с. 8 – 9.
28. Вакуумная техника. История. Статистика. Образование. Тенденции развития. Под ред. С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 128 с.
29. Нестеров С.Б. Итоги работы выставки «ВакуумТехЭкспо 2006». Вакуумная техника и технология. 2007, Т.17, № 1, с.41- 46.
30. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н. Международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2008». Материалы XV научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.~ МИЭМ, 2008, с. 52 – 56.
31. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Воробьев М.В. 4-я международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий ВакуумТехЭкспо-2009. Материалы XVI научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.~: МИЭМ, 2009, с.60 – 63.
32. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Воробьев М.В. 5-я международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий ВакуумТехЭкспо 2010. Материалы XVII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. Быкова Д.В., Кеменова В.Н., Соколова А.Б. М.~: МИЭМ, 2010, с.394-395.
33. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н. 6-я международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2011». Материалы XVIII научно-

- технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.: МИЭМ, 2011. с.400-402.
34. Нестеров С.Б., Иванова Г.Н., Жуков Д.Н. 7-я международная специализированная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо 2012»). «Вакуумная наука и техника». Материалы XIX научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.: МИЭМ. 2012. с. 304 – 307.
 35. С.Б. Нестеров, И.А. Воробьев, Г.Н. Иванова, Д.Н. Жуков. 8-я Международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий «ВакуумТехЭкспо-2013». Материалы XX юбилейной научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.: МИЭМ НИУ ВШЭ. 2013. с. 341-345.
 36. С.Б. Нестеров, Г.Н. Иванова, Е.В.Беляева. ВакуумТехЭкспо – 2014. Вакуумная наука и техника. Материалы XXI научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Д.В.Быкова. М.: МИЭМ НИУ ВШЭ.2014. с. 368 – 371.
 37. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы III Международной научно-технической конференции. Под ред. д.т.н., профессора С.Б. Нестерова. М.: ОМР. ПРИНТ, 2008, 176 с.
 38. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы IV Международной научно-технической конференции. Под ред. д.т.н., проф. Нестерова С.Б. М.: ОМР.ПРИНТ.2009, 213 с.
 39. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы V Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2010, 284 с.
 40. «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы VI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2011. – 214 с.
 41. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы VII международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б.Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2012 – 278 с.
 42. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы VIII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2013 – 358 с.
 43. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы IX Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2014 – 387 с.
 44. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2015. – 416 с.
 45. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2016. – 374 с.
 46. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА. 2017. – 403 с.
 47. vacuumtechexpo@ite-expo.ru, www.vacuumtechexpo.com.
 48. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Вакуумная техника. Библиография. Терминология. Транслитерация. Даты. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 146 с.
 49. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Вакуумная техника. Англо-русский и русско-английский словарь по вакуумной технике. М.: НОВЕЛЛА. 2015. – 266 с.

Российский центр вакуумного машиностроения. Итоги и перспективы

Е.Н. Капустин, А.Е. Капустин
Казань, АО «Вакууммаш», ул.Тульская, 58
e-mail: kazan@vacsta.ru

Статья посвящена истории и стратегии развития АО «Вакууммаш», являющемуся крупнейшим предприятием России и стран СНГ по выпуску вакуумной техники. Приведены основные направления разработок новой продукции. Описаны принципы расширения сотрудничества с компанией Oerlikon Leybold vacuum и показаны преимущества, которые получают клиенты от стратегического партнёрства двух ведущих вакуумных компаний.

Development strategy of the Russian Center of vacuum engineering. E.N. Kapustin, A.E. Kapustin. The report is devoted to the history and development strategy of JSC «Vacuummash», the largest enterprise in Russia and CIS for production of vacuum equipment. The main directions of the development of new products are given. The principles of expansion of cooperation with the company Oerlikon Leybold vacuum are described and the benefits for customers from the strategic partnership of the two leading vacuum companies are shown.

В следующем году Акционерному обществу «Вакууммаш» исполнится 75 лет. Очень хороший повод для того, чтобы подвести итоги и рассказать о планах на будущее.

На предыдущих конференциях мы уже рассказывали о создании завода в 1943 году, о перепрофилировании его в 1959 году по инициативе академика С.А.Векшинского на выпуск вакуумной техники, о формировании в Казани всесоюзного и всероссийского научно-технического вакуумного центра. Сегодня Казань – лидер российского вакуумного машиностроения благодаря наличию научной базы, своей школы по подготовке специалистов-вакуумщиков и АО «Вакууммаш».

Поэтому цель этой статьи оценить правильность выбранной стратегии развития, подвести итоги работы за последние годы и определить перспективы развития.

Сегодня нам приходится постоянно конкурировать с крупнейшими мировыми компаниями, а на выставках «ВакуумТехЭкспо» в Москве мы являемся, фактически, единственной компанией из России, выпускающей серийную вакуумную продукцию.

Поэтому мы не стоим на месте и каждый день делаем что-то новое, чтобы соответствовать стремительно меняющимся рыночным условиям. У нас неплохие успехи и почти 50 процентов нашей продукции экспортируется. Уже 25 лет мы тесно работаем с одним из мировых лидеров в вакуумной технике – компанией Leybold GmbH и наши отношения продолжают успешно развиваться.

Стратегия развития Вакууммаша мы назвали 2+2. С одной стороны, это:

1. Развитие собственного производства конкурентоспособного вакуумного оборудования;
2. Развитие сотрудничества с Leybold GmbH.

А с другой стороны, базой для этого являются:

1. Научные исследования и разработки новых образцов вакуумной техники;
2. Модернизация и обновление производственной базы.

Сначала о научных исследованиях и развитии вакуумной техники нашего производства. В последние годы сделано очень много. В первую очередь это новая линейка диффузионных вакуумных насосов с расширенным диапазоном работы DIJ и разработанные совместно с Казанским технологическим университетом при поддержке Министерства образования и науки РФ спиральные вакуумные насосы НВСП. В 2017 году Вакууммаш и КНИТУ подписали два новых договора на разработку большого спирального вакуумного насоса НВСП-60 и на разработку новой линейки двухроторных вакуумных насосов (Рутса). До конца 2017 года планируется изготовление первых опытных образцов новых насосов.

Очень много исследований проводится с целью разработки новой линейки диффузионных вакуумных насосов, новых образцов ловушек и маслоотражателей для нашего

стратегического партнёра - компании Leybold GmbH. Насосы DIJ-630 уже поставляются серийно, насосы DIJ-1000 проходят совместные испытания в Кёльне.



Рис.1 Серийный насос DIJ-630 и первый прототип насоса DIJ-1000 на испытаниях.

Другое направление стратегического партнёрства с компанией Leybold GmbH - это продажи немецкого оборудование в России, а также развитие сервисного центра. В 2015-2017 годах реализовано несколько больших проектов, связанных с поставками оборудования в интересах крупных российских компаний.

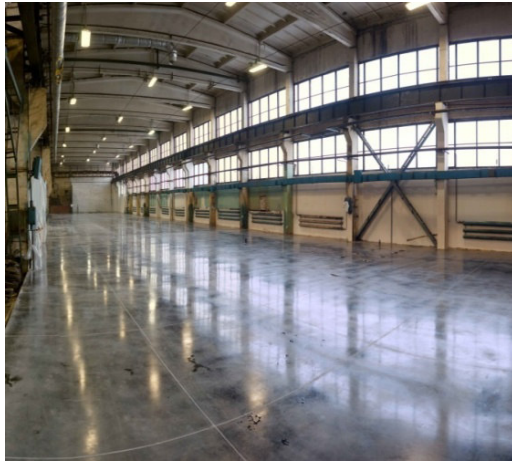
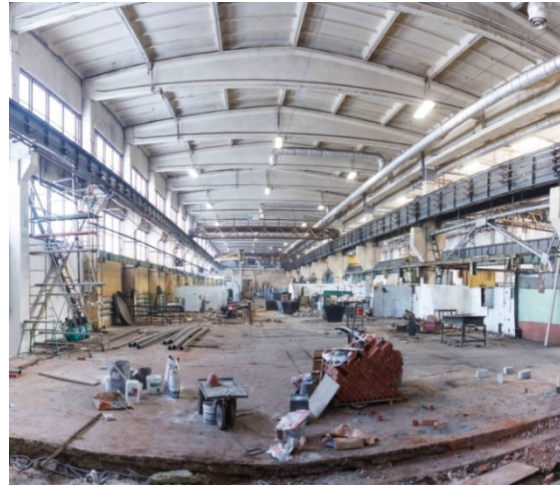
Успешно развивается сервисный центр, в котором производится ремонт вакуумного оборудования любой степени сложности не только производства Вакууммаш и Leybold, но и других производителей. Благодаря высокому качеству выполняемого ремонта, количество заказов постоянно увеличивается и сейчас принято решение об увеличении площади сервисного центра в 2 раза для более полного и быстрого выполнения ремонтов.

Теперь о стратегии развития собственного производства. За последние годы мы проделали большую работу. Мы полностью перестроили заготовительное, литейное производство. Практически заново создано механообрабатывающее производство, а сейчас мы заканчиваем реконструкцию сварочного производства.

Проинвестирована покупка более 20 единиц различного оборудования, которое позволило полностью перестроить технологическую цепочку от заготовительного до сборочного производства: раскрой листов – валцы – подготовка поверхности – автоматическая сварка – механообработка, это позволило полностью перестроить логистику в производстве. Эти инвестиции направлены на повышение производительности труда, улучшение качества и увеличение объёмов производства, в первую очередь диффузионных и бустерных насосов, в 2 раза.



Начат следующий этап перестройки участка крупных станков механообрабатывающего производства. До конца 2017 года должны быть смонтированы два больших горизонтально-фрезерных станка производства компании TOS WARNSDORF и один карусельный станок компании TOSHULIN.



На завершающей стадии находится реконструкция сборочного производства, также нацеленная на увеличение объёмов производства диффузионных насосов.

Всё это позволит Вакууммашу не только сохранить свои лидерские позиции на российском рынке, но и начать новые проекты. Одним из таких проектов должен стать проект по освоению производства вакуумных камер для российских компаний. В 2017 году реализовано два крупных заказа на изготовление вакуумных камер для производства солнечных панелей и сушки

регенеративного продукта. Покупка нового оборудования позволит существенно расширить возможности завода, в первую очередь благодаря высокой точности и качеству изготовления вакуумных камер.



Я рассказал только о самых главных наших проектах, но даже по этому короткому докладу вы видите, как много мы делаем! Мы очень быстро меняемся и развиваемся. Приглашаю всех к нам в гости. Вы всё увидите своими глазами.

О ключевых направлениях развития вакуумной техники и технологии на ближайшие годы. Письмо Президенту РНТВО им. академика С.А. Векшинского Нестерову С.Б.

А.А. Алексеев. ЗАО «НТО», Санкт-Петербург

Уважаемый Сергей Борисович,

Благодарю Вас за приглашение к участию в 24-ой научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», которая пройдет в ТОК «Судак», Крым, с 15 по 23 сентября 2017 года. Вам известно, что ЗАО «НТО», как организация-производитель вакуумного технологического оборудования, всецело поддерживает деятельность Российского научно-технического вакуумного общества. Представители ЗАО «НТО» неоднократно выступали с докладами в конференциях Общества, однако ввиду заранее сформированного плотного рабочего графика в этом году мы, к сожалению, не имеем возможности принять участие в Вашей крымской конференции.

В рамках доклада на 23-ей научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» от лица ЗАО «НТО» было внесено предложение по включению вакуумной техники и технологий в перечень приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации (Указ Президента РФ от 07.07.2011 N 899 в ред. от 16.12.2015). Данный перечень является одним из основных инструментов государственной политики Российской Федерации в области развития отечественной науки и технологий и предусматривает приоритетную поддержку указанных в нем направлений и отраслей. Кроме того, одной из основных задач была обозначена необходимость снижения зависимости от импорта в области вакуумной техники и технологий, которая заметно снижает конкурентоспособность широкого спектра отраслей отечественной промышленности.

Принимая во внимание, что в рамках ближайшей конференции планируется дальнейшее обсуждение ключевых направлений развития вакуумной техники и технологий на ближайшие годы и поиск путей преодоления основных сдерживающих факторов, которые ограничивают развитие отрасли вакуумной техники в России, предлагаем обратить внимание на следующую проблему. На сегодняшний день, в правовом поле РФ действует Постановление Правительства РФ от 30 апреля 2009 г. N 372 (с изменениями и дополнениями от 27 июня 2017 г.) "Об утверждении перечня технологического оборудования (в том числе комплектующих и запасных частей к нему), аналоги которого не производятся в Российской Федерации, ввоз которого на территорию Российской Федерации не подлежит обложению налогом на добавленную стоимость". Данное Постановление, в частности, включает в себя коды ТН ВЭД (общие, без детализации), которые охватывают подавляющее число видов технологического вакуумного оборудования и ключевых комплектующих вакуумной техники. В то же время, отдельные виды продукции по другим направлениям промышленного оборудования и комплектующих указаны в данном документе детально, вплоть до указания конкретных моделей. Таким образом, формально, любое вакуумное оборудование и комплектующие иностранного производства, попадающие под включенные в Перечень коды ТН ВЭД, могут быть ввезены на территорию РФ без НДС, что означает получение для них прямого конкурентного преимущества по цене на российском рынке. Таким образом, недостаточная проработка Постановления Правительства РФ N 372 оказывает негативное влияние на развитие производства вакуумной техники в России путём предоставления фактических ценовых предпочтений иностранным производителям.

В дополнение к настоящему документу действует Постановление Правительства РФ от 17 июля 2015 г. N 719 "О критериях отнесения промышленной продукции к промышленной продукции, не имеющей аналогов, произведенных в Российской Федерации". Постановление содержит достаточно подробный перечень промышленной продукции, включающий широкий спектр вакуумной техники. Настоящий документ определяет, в частности, что на основании формальных данных о несоответствии технических параметров продукции иностранным аналогам, может быть принято решение о невозможности соблюдения запрета на допуск

товаров, происходящих из иностранных государств для целей осуществления закупок товаров для нужд обороны страны и безопасности государства. Приложение к Постановлению Правительства РФ от 17 июля 2015 г. N 719 содержит «Требования к промышленной продукции, предъявляемые в целях ее отнесения к продукции, произведенной на территории Российской Федерации», предполагающие подтверждение наличия отечественных аналогов в рамках определенной процедуры.

С учётом сказанного выше, представляем на рассмотрение следующие предложения, направленные на отстаивание интересов отечественных производителей вакуумного и вакуумно-технологического оборудования:

1. Силами Российского научно-технического вакуумного общества, а также заинтересованных отечественных производителей провести подробный анализ рынка отечественного вакуумного и вакуумно-технологического оборудования, а также комплектующих, и внести предложения по внесению уточнений в Постановление Правительства РФ от 30 апреля 2009 г. N 372 в части введения расшифровок кодов ТН ВЭД (с указанием отдельных видов вакуумной техники или конкретных моделей оборудования и комплектующих), а также исключению позиций кодов, которые однозначно имеют серийно выпускаемые отечественные аналоги.

2. От лица Российского научно-технического вакуумного общества проводить активную разъяснительную работу в адрес отечественных производителей в части необходимости получения через территориальные отделения Торгово-промышленной палаты актов экспертизы «О соответствии производимой промышленной продукции требованиям, предъявляемым в целях ее отнесения к продукции, произведенной в Российской Федерации» в соответствии с постановлением Правительства РФ от 17 июля 2015 г. N 719 «О критериях отнесения промышленной продукции к промышленной продукции, не имеющей аналогов, произведенных в Российской Федерации». Получение отечественными производителями вакуумной техники данных актов поможет получить очевидное конкурентное преимущество перед иностранными аналогами на рынке РФ, а также обосновать внесение изменений в Постановление Правительства РФ от 30 апреля 2009 г. N 372.

3. От лица Российского научно-технического вакуумного общества внести предложения по внесению изменений в Постановление Правительства РФ от 17 июля 2015 г. N 719 по уточнению формальной процедуры проведения экспертизы для признания иностранного оборудования не имеющим аналогов на территории РФ. В частности, необходимо уточнить методику её проведения и предусмотреть научно-технический экспертный анализ, который позволит определить необходимый и достаточный перечень технических и функциональных параметров оборудования для сравнения с иностранными аналогами. В противном случае, отечественная продукция, обеспечивающая сравнимый или превосходящий зарубежные аналоги технологический функционал для конечного пользователя, не будет приниматься во внимание в качестве прямого аналога импортного оборудования ввиду формального различия несущественных для его использования технических либо эксплуатационных параметров.

ЗАО «НТО» ещё раз выражает поддержку деятельности, которую ведет Российское научно-техническое вакуумное общество, а также признательность за организацию целого ряда мероприятий, позволяющих участникам отрасли ежегодно обмениваться мнениями, опытом, результатами и консолидировать общие усилия на благо развития вакуумной техники и технологий в России.

Генеральный директор А.Н. Алексеев

Основные направления развития отечественной вакуумной техники и технологии. Письмо Президенту РНТВО им. академика С.А. Векшинского Нестерову С.Б.

А.К.Ребров. Новосибирск, Новосибирский государственный университет

Дорогой Сергей Борисович!

Как хорошо, что тебе 60, а не 80!

Это время для рывка к новым свершениям, укрепляя здоровье.

Прекрасно, что знамя вакуумной техники в руках знаменитого ученого – вакуумщика, устремленного к укреплению нового отечественного экономического уклада. С тобой всё в порядке. Но!

В стране провал. Прошу отнестись к моим словам конструктивно. Вакуумная наука и техника является базой самых современных технологий. Создание новых материалов, создание приборов широчайшего спектра, создание новых и совершенствование существующих химических технологий, модификация поверхностей, синтез лекарств, производство чистых веществ, обеспечение научных экспериментов, да и вся микроэлектроника, и многое, многое другое - невозможно без использования вакуумной техники. Импорт нас не спасёт, даже без санкций.

Ядерные эксперименты и освоение космоса обязаны развитию вакуумной техники. Но ведь это так мало для народного хозяйства. При всём при этом правительственные и академические планы научно – технических прорывов не включают целенаправленного развития вакуумной техники. Сейчас самое время залатать брешь инакомыслия в слоях власть имущих.

Считаю необходимым, прежде всего, провести кадастр и создать реестр всего, что творится в стране по созданию продукции, принадлежащей к вакуумной технике. Считаю необходимым открыто обратиться в правительство, лично к Путину, конкретно в его администрацию к ответственным за научно – техническую политику, в Миннауки, в Президиум РАН с конкретным предложением о выделении средств:

а) на строительство нового, а может быть и не одного, специализированного завода вакуумного оборудования для производства средств откачки всей параметрической линейки по скорости и качеству вакуума, для изготовления вакуумной арматуры по образцам лучших зарубежных фирм;

б) на строительство завода приборов вакуумных измерений (давлений, расходов, анализа газового состава);

в) на создание кафедр и лабораторий вакуумного профиля и укрепления существующих в вузах;

г) на повышение стипендии студентам вакуумного профиля и зарплаты для их обучающихся; такое было стимулом взлёта ракетной и атомной техники;

д) объявление конкурса на создание учебников по вакуумной технике для высших и средних технических специалистов.

Глядя хотя бы на десятилетие вперёд, надо, наконец, привести научно – технически образованное общество к глубокому осознанию, что вакуумная техника является двигателем в современной постоянно технически обновляющейся цивилизации. Одна из причин нашего технического отставания – это непонимание того, что без обновления базы мы будем оставаться на задворках прогресса.

Хочется надеяться, что юбилею Нестерова удастся развязать петлю, в которой увязли наши инновации, легко повисающие лишь на баннерах «актуальных» лозунгов. Хочется надеяться, что в обозримое время, благодаря государственной программе, мы будем радоваться не получению импортной продукции, а созданию изделий, достойных экспорта потребителям фирм Varian, Ulvac, Leibold-Heraeus, Balzers, VGScienta и др.

Академик РАН А.К. Ребров

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Особенности полевой десорбции поверхностных газов ЭВП и развитие электрического пробоя между электродами

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

В работе рассмотрены особенности полевой десорбции, возможности ее дифференциации с другими видами десорбции газа. Показана критическая напряженность поля, при которой возникает полевая десорбция газа, которая увеличивается с уменьшением расстояния между электродами. Экспериментально определено, что полевая десорбция носит полярный характер и определяется количеством сорбированного газа поверхностями электродов, степенью миграции газа в объеме ЭВП и может отличаться до трех порядков для разных приборов одного и того же вида.

Features of field desorption of surface gases of EVD and development of electric breakdown between electrodes. S. A. Vashin, G. F. Korepin, N. N. Klimova. The paper considers the features of field desorption, the possibility of its differentiation with other types of gas desorption. The critical field strength is shown at which the field desorption of the gas arises. It is larger for small distances between the electrodes. It was determined experimentally that the field desorption is of a polar nature and is determined by the amount of sorbed gas by the surfaces of the electrodes, the degree of gas migration in the volume of the EVD, and can differ up to three orders of magnitude for a specific type of EVD.

В работах [1 - 15] отмечается, что вакуумному электрическому пробую между электродами предшествует возникновение токов автоэлектронной или порозэлектронной эмиссии, выделение материала электродов, газа с электродов, в том числе в виде ионов. В [16] показано, что возникновению пробоев предшествует появление десорбции газа после достижения критической величины напряженности электрического поля. Обнаруженная величина потока десорбированного газа по изменению тока встроенного в ЭВП магнитного электроразрядного насоса (НЭМ) может быть весьма малой ($2 \cdot 10^{-11}$ м³Па/с). В работе также приведены данные о влиянии миграции газа на величину десорбции при возникновении пробоев после выдержки ЭВП в выключенном состоянии, но нет данных об особенностях влияния количества сорбированного газа поверхностями электродов на полевую десорбцию.

Поэтому представляет интерес изменение критической напряженности поля при изменении количества десорбированных газов, а также учет иных явлений в вакуумном объеме ЭВП, участвующих в процессах сорбции и десорбции. В [16] не показана зависимость потока десорбции от расстояний между электродами, и, соответственно, отличие его влияния на возникновение пробоев. Очевидно, что корреляция процессов десорбции и сорбции газа и их влияние на развитие пробоев между электродами является актуальной задачей.

Изменение динамики полевой десорбции газа от величины напряженности поля приведено на рис.1, а на рис.2 показан анализ кривых рис.1 по изменению величины напряжения, соответствующей одинаковой десорбции. Согласно рис.1 полевая десорбция газа до возникновения пробоя нарастает быстрее, чем после пробоя, причем кривая десорбции после пробоя сдвигается в сторону более высокой напряженности поля, следовательно, и возникновение следующего пробоя будет происходить при более высокой напряженности поля (расстояние между сеткой и катодом равно 0,55 мм.). Следует отметить, что в ЭВП после откачки давление остаточных газов было ниже 10^{-6} Па.

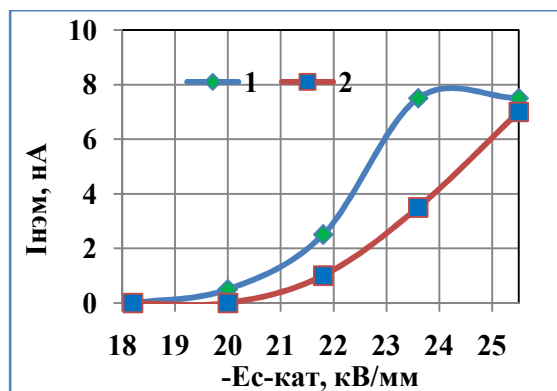


Рис.1. Изменение тока НЭМ между сеткой и катодом (1-до пробоя, 2-после пробоя).

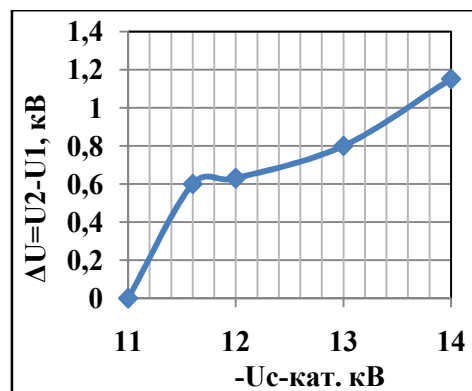


Рис.2. Рост напряжения между сеткой и катодом после пробоя при одинаковой величине десорбированного газа.

Изменение потока десорбированного газа для ЭВП, который имеет натекание, отличается от прибора без течи (рис.3) на величину потока натекающего газа. Критическая напряженность поля, при которой возникает полевая десорбция, у натекающего ЭВП существенно ниже. Очевидно, что количество сорбированного газа натекающего ЭВП много больше, чем ЭВП без течи, поэтому десорбция газа натекающего ЭВП происходит при более низких напряженностях поля.

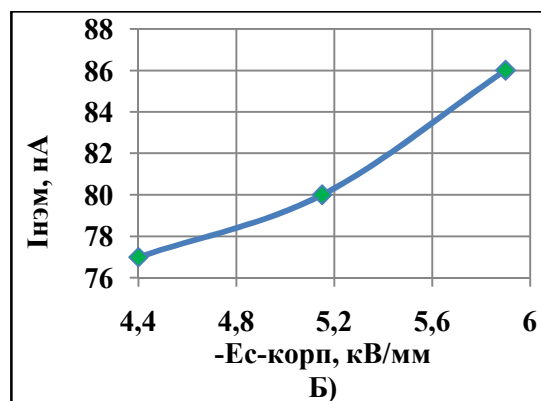
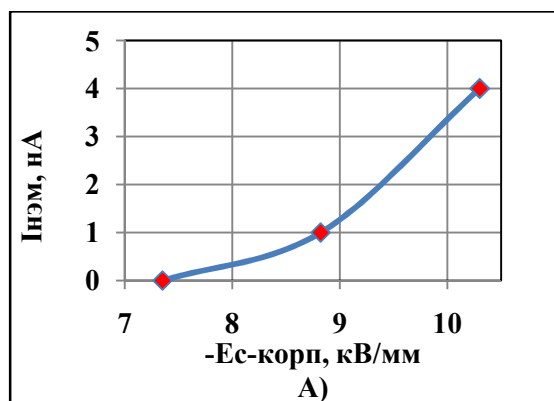


Рис.3. Изменение тока НЭМ от напряженности поля между сеткой и анодом (А – течь в приборе отсутствует; Б – течь в приборе равна $1,05 \cdot 10^{-10} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$).

Изменение десорбции газа при выдержке ЭВП в различных условиях сорбции также должно отличаться, причем особенное отличие характерно для приборов, у которых один из электродов является материалом с большой сорбционной емкостью. Поступление газа из внутренних резервов пористого сорбционного материала имеет свои особенности при воздействии электрического поля, что и представлено на рис.4.

Из графиков рис. 4 следует, что произошло изменение количества сорбированного газа после выдержки ЭВП при выключенных напряжениях в течение одних суток. Такое поведение может быть обусловлено перемещением газа внутри ЭВП, что изменяет количество сорбированного электродами газа. По-видимому, величина тока утечки по изолятору между электродами также влияет на величину десорбции газа. Поэтому возникает проблема определения доли десорбированного газа, которая происходит из чисто полевой десорбции по отношению к другим воздействующим факторам, инициирующим десорбцию, например, при нагреве ЭВП или при воздействии тока автоэлектронной и полевой эмиссии. Эти проблемы в дальнейшем должны стать предметом отдельных исследований.

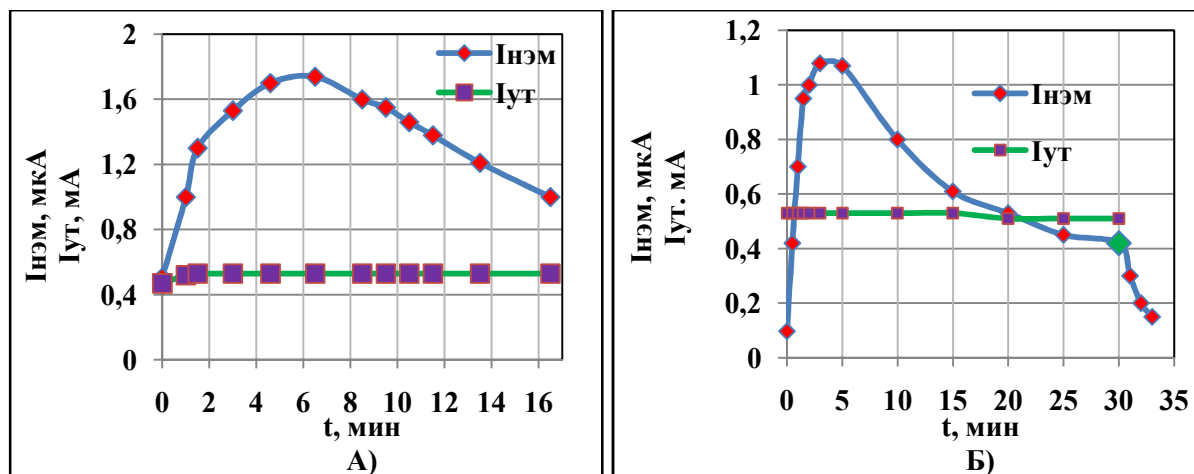


Рис.4. Изменение десорбции газа и тока утечки между сеткой и катодом
 ($-E_{ск} = 21,8$ кВ/мм)
 А- до выдержки ЭВП при отключенных напряжениях,
 Б- после выдержки в течение одних суток.

Десорбция газа, причиной которой является возникновение тока автоэлектронной эмиссии, приведена на рис. 5, где катод также как и в предыдущем случае (рис.4) насыщен газом, причем, как показали детальные исследования, насыщающим газом является водород. Здесь наряду с изменением тока НЭМ показано и изменение тока утечки между электродами сетка и корпус (анод) ЭВП. Очевидно, что до напряженности 4,5 кВ/мм на первоначальном участке изменения тока НЭМ рост тока обусловлен полевой десорбцией газа, а при больших напряженностях поля начинает проявляться полевая эмиссия электронов, под воздействием которой и происходит более резкое возрастание тока НЭМ. Это подтверждается тем, что при обратной полярности напряжения десорбция газа в пределах точности измерений не зафиксирована, а величина тока утечки меньше 0,05 мА и определяется в основном током утечки источника питания. Следовательно, микродесорбция газа электродов зависит от полярности приложенного напряжения между электродами.

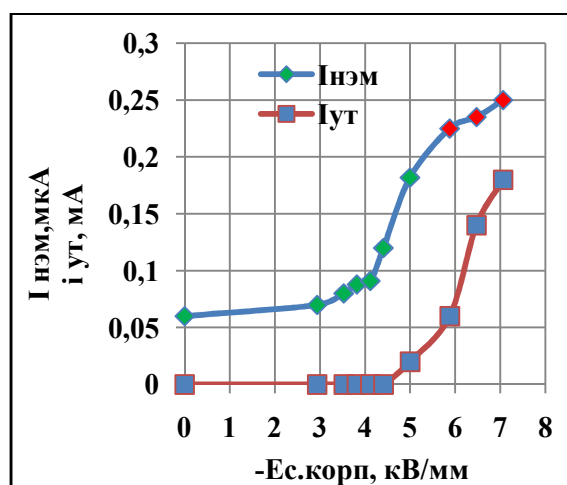


Рис.5. Десорбция газа и изменение тока утечки между сеткой и корпусом ЭВП
 (катод насыщен газом).

Таким образом, исследование полевой десорбции требует определения четкой градации по причине появления десорбции газа и по определению источника газовой выделению.

Выводы

1. Возникновению электрических пробоев в вакууме между электродами ЭВП предшествует микродесорбция газа под действием величины электрического поля выше критической;
2. Критическая напряженность электрического поля, при которой появляется десорбция газа для не тренированного ЭВП, 4,4 - 5,3 кВ/мм, для тренированного прибора – 7,4 кВ/мм исследованной конфигурации электродов, материалов и имеющейся их шероховатости и степени обезгаживания ЭВП;
3. Критическая напряженность, при которой возникает десорбция газа, зависит от полярности приложенного поля; она больше для малых расстояний между электродами;
4. Для ЭВП, прошедших высоковольтную тренировку, микродесорбция газа при постоянном напряжении между сеткой и катодом не изменяется в пределах напряженностей электрического поля до 22 кВ/мм при времени выдержки до 30 минут;
5. Для ЭВП, не прошедших высоковольтную тренировку, ход кривой микродесорбции газа во времени зависит от напряженности поля, причем десорбция имеет место при меньших напряженностях, чем для ЭВП, прошедших тренировку;
6. Насыщенность поверхностей электродов газами зависит от времени выдержки;
7. Миграция газа в вакуумном объеме тренированного ЭВП и повышенное давление газа этого объема приводит к росту вероятности возникновения пробоев;
8. Для ЭВП с малым уровнем натекания или с повышенным уровнем поглощенного газа электродами ЭВП, полевая десорбция газа может увеличиваться более чем на 2 порядка по сравнению с ЭВП с высокими вакуумными условиями;
10. Для снижения вероятности возникновения пробоев необходимо:
 - снижать действие обратного потока газов в процессе откачки;
 - повышать класс чистоты обработки не только электродов ЭВП, но и других деталей вакуумного объема;
 - снижать давление газа вакуумного объема отпаянного ЭВП, сокращая воздействие сорбированных газов обратного потока после предшествующего процесса откачки и обезгаживания;
 - ввести новые критерии ввода в эксплуатацию ЭВП после длительного хранения с учетом явлений переноса и сорбции газов.

Литература

1. Татарина Н.В. Вакуумная электроизоляция (обзор) // Вакуумная техника и технология. – 2003. – Т. 13. – № 1. – С. 3–28.
2. Новоселец В.И. О вакуумных пробоях в многолучевых мощных пролетных клистронах на высшем и основном виде колебаний // Электронная техника. Сер.1. СВЧ - техника.– 2008. – № 2. – С. 53–61.
3. Черепнин Н.В. Сорбционные явления в вакуумной технике. – М.: Советское радио, 1973. – С. 384.
4. Татарина Н. В. Влияние процессов в порах поверхностей электродов на вакуумную электроизоляцию: дисс. доктора физико-математических наук. – М.: МИФИ. – 1998. – С. 303.
5. Латам Р. Вакуумная изоляция установок высокого напряжения. //Лондон – 1981 – перевод с англ. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – С. 187.
6. Сливков И.Н. Электрический пробой и разряд в вакууме. – М.: Атомиздат, 1966. – С.298.
7. Корепин Г.Ф. Термовакuumная обработка электронной пушки и вероятность электрических пробоев высоковольтных ЭВП // Вакуумная техника и технология. – 2007. – Т.17, № 2. – С.123–130.
8. Татарина Н.В., Новиков Н.Е., Соколов В.С., Волков Н.В., Воробьев В.Л. Эрозионно-эмиссионные процессы, индуцированные плазмой в микропорах поверхности // Известия РАН. – Серия физическая. – 1992. – Т.16, № 7. – С. 65–66.
9. Чистяков П.Н., Радиановский А.Л., Татарина Н.В., Новиков Н.Е., Трещикова Д.С. Пробой вакуума при контролируемом состоянии поверхностей электродов // Журнал технической физики. – 1972. – Т.XL11, № 4. – С. 821–825.

10. Розанов Л.Н. Десорбционное газовыделение конструкционных вакуумных материалов // Вакуумная техника и технология. – 2011. – Т.21, № 2. – С. 143–150.
11. Корепин Г.Ф., Пугнин В.И., Юнаков А.Н. Определение источника газовыделения в процессе высоковольтной тренировки ЭВП // Научные технологии – 2005. – Т.6, № 5. – С.47–50.
12. Розанов Л.Н. Десорбционное газовыделение вакуумных систем // Вакуумная техника и технология. – 2004. – Т.14, № 2. – С. 205–211.
13. Водяницкий В.И., Корепин Г.Ф., Климова Н.Н., Суходолова Н.И., Стефаненко А.А. Предварительная высоковольтная тренировка ЭВП СВЧ среднего уровня выходной мощности // Тезисы докладов Всероссийского семинара «Вакуумная техника и технология-2002». – Санкт-Петербург. – 2002. – С. 14-15.
14. Корепин Г.Ф. Поверхностное газосодержание отпаянных ЭВП // Вакуумная техника и технология. – 2007. – Т.17, № 4. – С. 285 – 292.
15. Корепин Г.Ф., Юнаков А.Н. Стоки и истоки поверхностных газов отпаянных ЭВП // Вакуумная техника и технология. – 2010. – Т.20, №2. – С.71–76.
16. Вашин С.А., Корепин Г.Ф., Климова Н.Н., Коломийцев А.И., Арион О.А., Смирнов В.А. Полевая десорбция поверхностных газов ЭВП и развитие электрического пробоя между электродами // Материалы 23 научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». – Крым, Судак. – 2016. – С. 24 – 28.

Физическое моделирование условий возникновения Физическое моделирование условий возникновения катодного пятна в вакуумном разряде

В.И. Асюнин, С.Г. Давыдов, А.Н. Долгов, А.В. Корнеев, А.А. Пшеничный, Р.Х. Якубов
ВНИИА им. Н.Л. Духова, Россия, 127055, Москва, ул. Суцёвская, д.22.
e-mail: vniiia@vniiia.ru

Выполнено натурное моделирование тепловых процессов в центрах взрывной электронной эмиссии на катоде искрового разряда методом воздействия импульса оптического излучения наносекундной длительности на поверхность металлической мишени при сравнимой плотности потока энергии.

Physical modeling of conditions of cathode spots occurrence in vacuum discharge. V.I.Asunin, S.G.Davydov, A.N.Dolgov, A.V.Korneev, A.A.Pshenichny, R.H.Yakubov. Field modeling of thermal processes in the centers of explosive electron emission is completed at the cathode of a spark discharge by the impact of impulse optical radiation of nanosecond duration on the surface of a metallic target at a comparable flux density of energy.

Основное свойство вакуумной искры и дуги – наличие катодного пятна. Предпробойные процессы, согласно эктонной концепции, приводят к концентрации потока энергии на поверхности катода до такой степени, что становится возможным тепловой взрыв микроскопического участка поверхностного слоя материала катода, т.е. электрический взрыв проводника под действием токов термо- и автоэмиссии электронов с поверхности катода. Центры взрывной электронной эмиссии или эктоны образуют элементарные ячейки катодного пятна. В дальнейшем, при условии достаточной мощности источника тока, происходит постоянное возобновление микровзрывов и появление новых короткоживущих центров взрывной электронной эмиссии. Искровая стадия разряда переходит в дуговую вследствие переключения межэлектродного промежутка потоками катодной и анодной плазмы [1,2].

При использовании наносекундных импульсов, что примерно соответствует времени жизни отдельно взятого эктона, в специально осуществленных экспериментах

были достигнуты плотности тока до 10^8-10^9 А/см² [3]. При плотностях тока порядка 10^8-10^9 А/см² и падении потенциала в прикатодной области ~ 10 В получим величину плотности потока энергии в месте рождения эктона порядка 10^9-10^{10} Вт/см². Плотности потока энергии указанной величины вполне достижимы путем фокусировки пучка импульсного лазерного излучения на поверхности, например, металлической мишени. Таким образом появляется возможность натурно смоделировать тепловые процессы в области рождения эктона.

Интенсивность лазерного излучения, падающего на мишень, в наших экспериментах составляла $q \approx 3 \cdot 10^9$ Вт/см². Длина волны падающего на мишень излучения - $\lambda=0,53$ мкм. Длительность импульса лазерного излучения по основанию – 30 нс. Плоская заземленная мишень, изготовленная из кобальта, и одиночный зонд Ленгмюра размещались внутри вакуумной камеры, откачиваемой до остаточного давления $\sim 10^{-3}$ мм рт. ст. Лазерное излучение при проведении исследований фокусировалось на мишень на расстоянии от зонда 6 мм, а угол между нормалью к поверхности мишени и направлением от пятна фокусировки лазерного луча к зонду составлял либо $\varphi_1 = 9^\circ$, либо $\varphi_2 = 61^\circ$.

Искровой микроплазменный разряд [4] зажигался по поверхности диэлектрической шайбы толщиной 0,1 мм, зажатой между двумя электродами. Ток разряда достигал ~ 10 А, продолжительность разряда ~ 30 нс. Одиночный зонд Ленгмюра находится на расстоянии 1 мм от поверхности диэлектрика и регистрирует поток частиц, распространяющийся главным образом по нормали к поверхности электрода. Разрядное устройство размещалось в вакуумной камере, откачиваемой до давления не хуже 10^{-3} мм рт. ст. Electroды были выполнены из кобальта, диэлектрическая шайба - из слюды мусковит. Один из электродов заземлен. На второй электрод для инициирования разряда подается импульс напряжения отрицательной полярности крутизной $(1-2) \cdot 10^9$ В/с. Пробой происходил при напряжении 1-2 кВ.

На зонд Ленгмюра подавался как положительный, так и отрицательный потенциал величиной до 500 В. Для полученного при различных значениях потенциала зонда набора осциллограмм сигнала с зонда производились временные срезы, т. е. определялись значения тока на зонд в фиксированный момент времени при различных значениях потенциала зонда.

Исследователи, использующие в своих работах в качестве средства диагностики нестационарной плазмы зонды Ленгмюра, отмечают, что наличие высокочастотных колебаний в плазме приводит к искажениям вольт-амперных характеристик (ВАХ) зонда. Причем в первую очередь это касается ионной ветви ВАХ и часто выражается в виде регистрации аномально больших ионных токов насыщения, сравнимых по величине с электронными токами насыщения. С целью оценки возможностей достоверной интерпретации ВАХ в условиях описываемых экспериментов было принято решение о проведении дополнительной серии экспериментов по регистрации сигналов с зонда с интегрированием по времени. Предполагалось, что интегрирование сигнала снимет его зависимость от наличия турбулентности в плазме. Действительно, вид интегральных по времени ВАХ, в которых вместо силы тока на зонд фигурирует заряд, оказался близок к теоретически ожидаемому. Средние токи электронов оказались близки к мгновенным значениям. Все это дает основания полагать, что по крайней мере переходная область и электронная ветвь ВАХ дают возможность измерять реальные параметры регистрируемой зондом плазмы.

Оценки показывают, что временное разрешение зонда в наших условиях составляет порядка $10^{-9}-10^{-8}$ с.

При исследовании лазерной плазмы обнаружены три группы заряженных частиц: 1-ая группа возникает практически синхронно с импульсом лазерного излучения (с временем задержки не более нескольких наносекунд); 2-ая группа фиксируется примерно через 150 нс после старта лазерного излучения; 3-ья группа фиксируется примерно через ~ 500 нс после старта лазерного излучения. Для 1-ой группы частиц наблюдается постепенное повышение регистрируемой электронной температуры на протяжении лазерного импульса до величин 30-55 эВ и постепенное понижение после прекращения лазерного импульса до $T_e < 5$ эВ. На переднем фронте лазерной плазмы при регистрации в продольном направлении ($\varphi_1 = 9^\circ$) зафиксирована отрицательная величина плавающего потенциала, что свидетельствует о пространственном разделении зарядов, и данное явление не связано с наличием внешнего электрического поля. По-видимому, непосредственно наблюдается явление амбиполярной диффузии плазмы во внешнюю разреженную среду со скоростью, превышающей скорость

ионного звука. При регистрации разлета лазерной плазмы в поперечном направлении ($\varphi_2 = 61^\circ$) на переднем фронте 1-го регистрируемого сгустка плазмы наблюдается подавляющее преобладание частиц одного знака – электронов, вероятно, так называемых убегающих, измеряемая температура которых составляет $T_e = (48 \pm 6)$ эВ. Для 2-ой группы частиц $T_e = 5-6$ эВ. Это корпускулярный поток, распространяющийся со скоростью, значительно превышающей скорость ионного звука. 3-я группа частиц – это поток плазмы, в которой происходят сильные колебания. Кинетическая энергия направленного движения ионов во 2-ой и 3-ей группах в плазменном потоке во 2-ой и 3-ей группах частиц составляют ~ 500 эВ и ~ 60 эВ, соответственно.

Отдельная серия экспериментов была выполнена в условиях, когда на пути распространения потока частиц из пятна фокусировки в направлении зонда оказывалось поперечное по отношению к направлению распространения частиц магнитное поле индукцией 0,05 Тл – "магнитный барьер", способный в условиях нашего эксперимента заметно воздействовать на траектории убегающих электронов. В указанных условиях так же регистрировались ранее указанные три группы частиц. Отдельно стоит отметить, что не исчезала 1-ая группа частиц, происходило только ее некоторое уменьшение.

Дополнительный эксперимент был выполнен с целью прояснить роль излучения и эмиссии электронов из лазерной плазмы при их воздействии на разреженную газовую среду, исключив влияние электрического поля, прикладываемого между зондом и мишенью. В данном эксперименте использовался двойной зонд Ленгмюра ($\varphi_1 = 9^\circ$). Через 5 нс после начала лазерного импульса была зарегистрирована электронная температура и концентрация $T_e \approx 3-4$ эВ и $n_e \sim 10^{10}-10^{11}$ см⁻³ (при начальной концентрации нейтральных частиц остаточного газа $\sim 10^{13}$ см⁻³) на расстоянии 3 мм от пятна фокусировки.

По-видимому, механизм первоначального быстрого образования плазмы (1-й группы заряженных частиц) связан с воздействием излучения и, возможно, потока относительно быстрых электронов (обладающих скоростями порядка 10^8 см/с и выше при температуре ≥ 10 эВ) из области пятна фокусировки на остаточный газ в окрестностях зонда, приводящим к его ионизации. Причем речь идет о частицах, которые часто называют убегающими, т.е. они уже не являются электронной компонентой плазмы. Фиксируемая скорость 2-ой группы регистрируемых частиц и свидетельства разделения зарядов на переднем фронте плазменного сгустка позволяют предположить, что указанный сгусток плазмы – это результат амбиполярной диффузии. 3-ья группа зарегистрированных частиц – это, по-видимому, результат газокинетического разлета плазмы из области вблизи пятна фокусировки. То обстоятельство, что регистрируемая в продольном по отношению к лазерному лучу направлении ($\varphi_1 = 9^\circ$) электронная температура заметно выше температуры, регистрируемой в поперечном направлении ($\varphi_2 = 61^\circ$), вероятно, объясняется поляризацией электромагнитной волны, падающей на мишень, и неполной максвеллизацией электронной компоненты лазерной плазмы.

При регистрации плазмы искрового разряда по поверхности диэлектрика примерно через 2 нс после старта, т.е. появления тока в цепи разряда, сигнал с зонда фиксирует появление потока электронов с энергией > 200 эВ. Через 6-8 нс после старта сигнал с зонда фиксирует поток ионов с энергией > 400 эВ. Экстраполяция ВАХ дает в качестве оценки верхней границы энергии частиц величину ~ 500 эВ. Через 30 (пик сигнала), 70 и 100 нс после старта зонд регистрирует, поток плазмы с $T_e \sim 30$, 4-6 и ≤ 2 эВ, соответственно. На переднем фронте плазменного потока зафиксирован отрицательный плавающий потенциал, в дальнейшем плавающий потенциал становится близким к нулю. Переднему фронту плазменного потока соответствует энергия направленного движения ионов ~ 300 эВ. Вероятно, здесь мы опять имеем дело с явлением амбиполярной диффузии, т.е. фиксируемые энергии частиц обусловлены действием электрического поля, приложенного из вне, и самосогласованных электрических полей, возникающих в результате разделения зарядов. К моменту прекращения разряда электронная температура плазмы составляет $T_e \approx 30$ эВ. Затем температура электронной компоненты быстро падает. Добавим, что ранее при исследовании сильноточной ~ 10 кА вакуумной искры в направлении, поперечном по отношению к приложенному электрическому полю, зондовым методом зарегистрирована температура электронов $T_e \approx 30$ эВ, а в направлении продольном – $T_e \approx 60$ эВ [5].

Эксперименты с использованием "магнитного барьера", аналогичного выше описанному для экспериментов с лазерной плазмой, продемонстрировали, что имеется механизм быстрой ионизации остаточного газа, который начинает действовать практически одновременно со стартом искрового разряда по поверхности диэлектрика. По-видимому, и в этом случае проявляется роль быстрых электронов и коротковолнового излучения, испускаемых на этот раз из плазмы катодного пятна. При достаточной мощности источника тока появление разреженной плазмы у поверхности металла может создавать условия для усиления локальной эмиссии электронов, т.е. для появления новых центров взрывной электронной эмиссии [2,4].

Опираясь на выше приведенные результаты исследований лазерной плазмы и результаты спектрометрических исследований [4], согласно которым плазма, испускаемая катодным пятном искрового разряда, является слабоионизованной [6], можно предположить, что электронная температура в процессе разлета плазмы из центра взрывной электронной эмиссии возрастает под действием трансформации энергии источника тока в энергию колебаний электронной составляющей плазмы и ее разогрева. В такой ситуации, кроме всего прочего, возрастает омическое сопротивление токового канала и становится возможным появление надтепловых частиц, в первую очередь электронов, ускоряемых в квазистатическом электрическом поле. Оценки действительно показывают, что вполне возможно возникновение условий для развития ионно-звуковой неустойчивости, приводящей к раскачке колебаний и, как следствие, к падению проводимости плазмы.

Сравнительный анализ результатов исследования плазмы вакуумного искрового разряда и плазмы, возникающей под воздействием лазерного излучения на поверхность твердотельной мишени, в условиях, когда сравнимы плотности потоков энергии, подводимой к поверхности катода в центрах взрывной электронной эмиссии и в пятне фокусировки на поверхности облучаемой мишени, позволяет представить следующую вероятную картину протекающих на начальной стадии искрового разряда физических процессов.

Начальная температура вещества в центрах взрывной электронной эмиссии составляет порядка или даже менее 1 эВ [4]. Затем происходит разогрев вещества, возможно, в результате развития ионно-звуковой неустойчивости тока или иного механизма, до температуры примерно 30 эВ, что повышает количество относительно высокоэнергетичных электронов в плазме.

На переднем фронте плазменного факела происходит пространственное разделение зарядов, обусловленное большей подвижностью электронов. По-видимому, непосредственно наблюдается явление амбиполярной диффузии плазмы во внешнюю разреженную среду со скоростью, превышающей скорость ионного звука.

В направлении протекания тока под действием приложенного электрического поля электроны в плазменном факеле, распространяющемся от центра взрывной электронной эмиссии, приобретают дополнительную кинетическую энергию, порядка средней тепловой.

Из плазменного факела под действием внешнего электрического поля происходит убегание электронов и вслед за ними ионов с энергиями примерно до 500 эВ для тех и других. Убегают из плазмы в первую очередь относительно высокоэнергетичные электроны.

Вероятно, убегающие электроны и коротковолновое излучение, испускаемые центрами взрывной электронной эмиссии, т.е. катодным пятном, играют заметную роль в ионизации остаточного газа в окружающем искровой разряд пространстве и тем самым в механизме воспроизводства центров взрывной электронной эмиссии.

Литература

1. Месяц Г.А. Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. М.: Наука, 2000, -424 с.
2. Месяц Г.А. Взрывная электронная эмиссия. - М.: Изд-во физ.-мат. лит., 2011, - 280 с.
3. Фурсей Г.Н. Автоэлектронная эмиссия // Соросовский образовательный журнал. 2000. Т.6. № 11. С. 96-103.
4. Иванов В.А., Кобышев М.Е., Зимин А.М., Тройнов В.И., Камолова Т.И., Летунов А.А. Электронная температура в микроплазменных разрядах, развивающихся на поверхности титана. // Успехи прикладной физики. 2014.Т.2. №1. С. 31- 40.

5. Долгов А.Н., Земченкова Н.В., Клячин Н.А., Прохорович Д.Е. Механизмы образования и транспортировки ионных потоков в плазме разряда сильноточной вакуумной искры // Физика плазмы. 2010. Т.36, № 8. С. 826 – 832.
6. Methling R., Popov S.A., Batrakov A.V., Uhrlandt D., Weltmann K.-D. Spectroscopy of Single Vacuum Arc Cathode Spots With Improved Sensitivity // IEEE Trans. Plasma Sci. 2013.V. 41. Iss. 8/2. pp. 1904-1910.

Определение поверхностной радиоактивности образца, адсорбирующего тритий

С.А.Сарапулов, Б.Д.Лемешко, Ю.К.Пресняков, А.А.Коробейников
Москва, ВНИИА им. Н.А. Духова, 121110, ул. Суцевская, 22
e-mail: bogolubov@vniia.ru

Разработан метод позволяющий определять радиоактивность трития адсорбированного металлическим образцом из газовой среды. Метод основан на измерении тока между исследуемым образцом и регистрирующим электродом, помещенными в вакуумную камеру. Ток возникает вследствие бета распада адсорбированного трития. Токковая вольт-амперная характеристика имеет характерную форму, связанную с конечной энергией электронов бета распада. Показано, что регистрирующим электродом заряжается до разности потенциалов, достигающей несколько кВ. Ухудшение вакуума приводит к существенному изменению вольтамперной характеристики промежутка: образец с тритием – регистрирующий электрод, что позволяет диагностировать ухудшение вакуума.

Determination of the surface radioactivity of adsorbed tritium sample. S.A. Sarapulov, B.D. Lemeshko, Yu.K. Presniakov, A.A. Korobeinikov. The method to determinate the tritium radioactivity is described. Tritium was absorbed in metallic sample from gas. The basis of the method is measurement of the current that flows between investigated sample and measuring electrode located in a vacuum chamber. The current appears because of the absorbed tritium decay. The current volt-ampere characteristic has a special form associated with the limited energy of electrons in beta decay. The measuring electrode is charged to potential difference of several kilovolts. Decrease of the vacuum quality leads to significant change of the gap volt-ampere characteristic (between sample with tritium and measuring electrode) which allows one to determine the reduction of vacuum quality.

Как известно, тритий при температуре ~300К (нормальные условия) представляет собой газ, который адсорбируется конструкционными сталями и многими другими материалами. Поэтому на практике возникает задача определения радиоактивности образца, адсорбированного тритий. Поскольку тритий это тяжелый радиоактивный изотоп водорода с периодом полураспада 12,33 года, излучающий в результате бета распада электроны с энергией от 0 до $E_{\text{макс}}=18,5$ КэВ ($E_{\text{средн.}}=6,5$ КэВ), то активность образца можно определять, регистрируя его бета активность. Однако малая энергия электронов бета распада трития делает весьма трудной их регистрацию, т.к. электроны с энергиями 0-6,5 кэВ имеют пробеги в воздухе до 5 мм. Существует ГОСТ 26306-84 [1], определяющий порядок измерения абсолютной активности бета радиоактивных образцов с максимальной энергией электронов 0,2-3,5 МэВ, согласно которому образец помещается в вакуум 6,6 Па ($5 \cdot 10^{-2}$ торр) и в "геометрии 2 π" измеряется ток бета электронов $I_{\beta 0}$, возникающий в результате распада изотопа. По формуле (1)

$$A = \frac{I_{\beta 0}}{e} \quad (1)$$

определяют радиоактивность изотопа. Метод учитывает только те электроны, которые вылетели из радиоактивного образца наружу. Т.е. учитывается радиоактивность некоторого

приповерхностного слоя образца, толщина которого определяется пробегом электронов бета распада, т.е. их энергией.

В случае адсорбции газообразного трития поверхностью исследуемого образца атомы трития находятся на поверхности материала, бета электроны теряют очень небольшую часть своей энергии и поэтому можно считать, что практически все бета электроны с вектором скорости направленным наружу вылетают из исследуемого образца (ИО). В этом случае для измерения бета-тока можно использовать регистрирующий электрод (РЭ), рис. 1, расположив ИО и РЭ в вакуумной исследовательской камере (ИК), при этом вакуум внутри камеры должен быть не хуже $10^{-3} \div 10^{-4}$ торр.

Если электрически соединить электроды ИО и РЭ, то в цепи ИО – РЭ будет течь электрический ток $I_{\beta 0}$ (бета-ток), определяемый количеством бета электронов, испускаемых ИО в единицу времени, т.е. его активностью A и зарядом, собранным электродом РЭ, определяемым коэффициентом собирания α , формула (2).

$$I_{\beta 0} = A \cdot e \cdot \alpha. \quad (2)$$

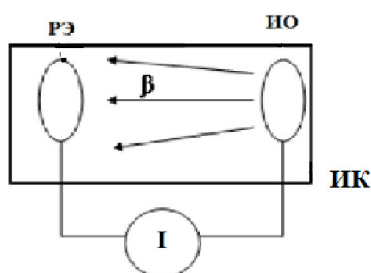


Рис. 1. Электрическая схема измерения бета тока, ИО- исследуемый образец, РЭ-регистрирующий электрод, ИК -вакуумная исследовательская камера.

В предлагаемой геометрической модели собирания бета-электронов считается, что тритиевый образец испускает электроны изотропно и только часть из них попадает на собирающий электрод РЭ, что можно в первом приближении учесть расчетным геометрическим коэффициентом собирания $\alpha_{расч.}$.

Геометрический коэффициент $\alpha_{расч.}$ можно рассчитать по формуле

$$\alpha_{расч.} = \frac{1}{S_{И}} \cdot \int \int \frac{1}{4\pi \cdot l^2} ds_K \cdot ds_{И} \quad (3),$$

где $S_{И}$ - площадь ИО, $dS_{И}$ и dS_K элементарные площади на ИО и регистрирующем электроде РЭ, l - расстояние между элементами $dS_{И}$ и dS_K на ИО и РЭ.

С другой стороны, измерив ток $I_{\beta 0}$ между ИО и РЭ и учитывая геометрию электродов коэффициентом собирания $\alpha_{расч.}$, можно вычислить радиоактивность ИО $A_{расч.}$:

$$A_{расч.} = \frac{I_{\beta 0}}{\alpha_{расч.} \cdot e}, \quad (4)$$

где e – заряд электрона.

Коэффициент собирания α также можно определить из экспериментальных результатов, зная начальную тритиевую активность ИО $A_{эсп.}$ (известную при изготовлении контрольных образцов) и измеряя бета-ток $I_{\beta 0}$, по формуле:

$$\alpha_{эсп.} = \frac{I_{\beta 0}}{A_{эсп.} \cdot e}, \quad (5)$$

где e – заряд электрона.

Для ряда исследуемых образцов значения величин радиоактивности $A_{эсп.}$, усреднённые данные измерения бета токов $I_{\beta 0}$, полученные экспериментально геометрические коэффициенты $\alpha_{эсп.}$ (формула (5)), рассчитанные $\alpha_{расч.}$ (формула (3)), а также вычисленные значения радиоактивности ИО $A_{расч.}$ (формула (4)), на основе измерений бета-токов $I_{\beta 0}$ и расчетных $\alpha_{расч.}$ (формула 3) представлены в таблице 1.

Таблица 1

Параметр \ Тип образца	ИО 1	ИО 2	ИО 3
Бета-ток $I_{\beta 0}$, нА	0,13	0,32	2,18
Геометрический коэффициент $\alpha_{расч.}$	0,016	0,021	0,065
Геометрический коэффициент $\alpha_{эксп.}$	0,015	0,018	0,052
Рассчитанная радиоактивность ИО $A_{расч.}$, $\times 10^{-10}$ Бк	5,1	9,5	20,9
Радиоактивность ИО (исходные экспериментальные данные) $A_{эксп.}$, $\cdot 10^{-10}$ Бк	5,5	11,1	26,0

Как следует из представленных в таблице 1 результатов, наблюдается хорошее соответствие между рассчитанными $\alpha_{расч.}$ и измеренными $\alpha_{эксп.}$ геометрическими коэффициентами. Рассчитанные активности $A_{расч.}$ близки к экспериментально измеренным $A_{эксп.}$, наблюдается систематическое отличие на 10-20%.

Измерения бета-тока между РЭ и ИО с приложением разности потенциалов, снятие вольтамперной характеристики (ВАХ), позволяет расширить возможности метода. Электрическая схема для измерения ВАХ представлена на рис. 2.

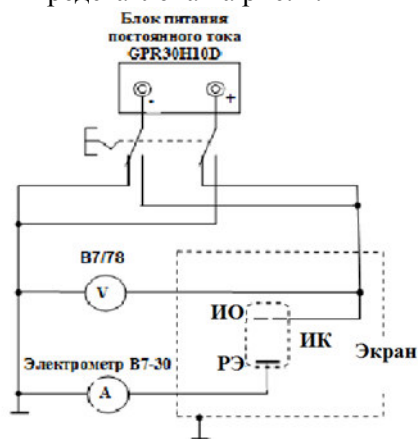


Рис. 2. Электрическая схема для снятия вольтамперной характеристики.

ВАХ имеют характерный «S»-образный вид (рис.3) с насыщением по току, как при приложении положительного, так и отрицательного напряжения между ИО и РЭ. Величина тока I_{β} при приложении электрического напряжения положительной полярности в области насыщения примерно в $I_{\beta}/I_{\beta 0}=2,5 - 3$ раза больше по сравнению со значением $I_{\beta 0}$ без электрического поля. Данное отношение зависит от геометрии электродов и их взаимного расположения. При приложении отрицательного напряжения U между ИО и РЭ появляется тормозящее поле (барьер), препятствующее попаданию бета-электронов на РЭ. Преодолевают этот барьер только электроны с энергией $>eU$.

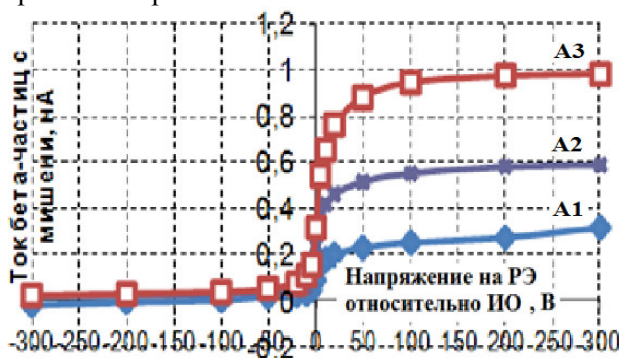


Рис. 3. Вольтамперные характеристики при разных активностях ИО, $A3 > A2 > A1$.

Для оценки влияния проводимости изолятора ИК на бета-ток при снятии вольтамперных характеристик, проведены измерения тока утечки между ИО и РЭ (рис. 2). Результаты измерений тока утечки через стеклянный изолятор ИК представлены на рис. 4.

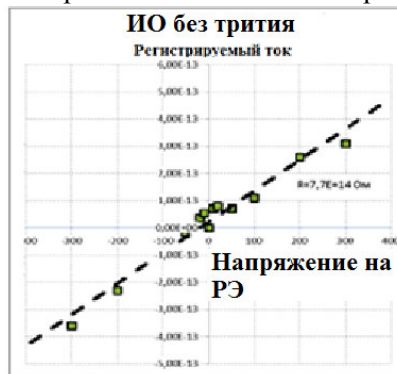


Рис. 4. Зависимость тока утечки через изолятор ИК от приложенного напряжения (ИО без трития).

На данном графике построена ВАХ изолятора ИК. По наклону ВАХ определено сопротивление изоляции $R \sim 7,7 \cdot 10^{14} \text{ Ом}$. При приложении напряжения 100 В ток утечки через изолятор не превышает $1,5 \cdot 10^{-13} \text{ А}$, т.е. вклад тока утечки пренебрежимо мал, так как составляет около сотой процента при бета-токе 1 нА.

Изменение вольтамперных характеристик при ухудшении вакуума внутри ИК

Проанализируем, как меняется форма ВАХ между ИО и РЭ при ухудшении вакуума и повышении давления внутри объема ИК по причине натекания воздуха. Один из таких случаев (характерный случай) показан на рис. 5.

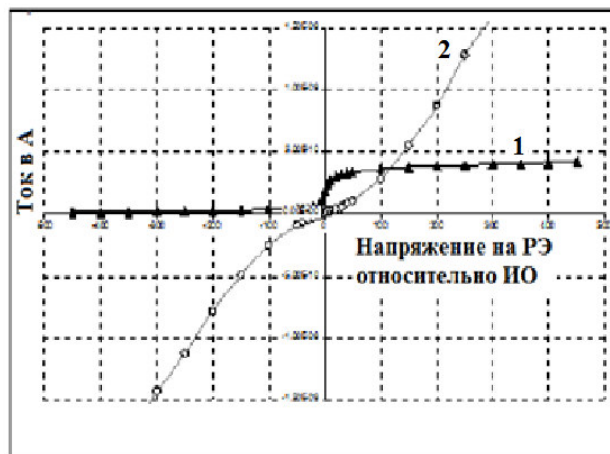


Рис. 5. Типичная ВАХ-1, ВАХ с потерей герметичности корпуса ИК-2.

Если внутрь ИК натекает атмосферный воздух вследствие трещины в корпусе и т.п., то длина свободного пробега электронов уменьшается, они теряют свою энергию на ионизацию молекул газа. Проводимость промежутка увеличивается. Таким образом, вакуумная ИК становится похожа на ионизационную камеру [2]. Величина $I_{\beta 0}$ при $U=0\text{В}$ приближается к нулю, поскольку усиливается процесс рекомбинации ионов и электронов. При приложении напряжения между собирающим электродом и мишенью, величина тока увеличивается, поскольку растёт газовое усиление. При достаточно большом давлении газа в ИК уже становится неважно, какая полярность между электродами ИК.

Зависимость тока $I(U)$ между мишенным и собирающим электродами от напряжения U можно представить в следующем виде:

$$I(U) = \sigma_{\beta} \cdot U + f_{\beta}(U) + f_{гус}(U) \quad (6)$$

U – напряжение на собирающем электроде, σ_{β} – проводимость стеклянного баллона, $f_{\beta}(U) = A \cdot e \cdot \alpha$ – ток бета-электронов, $f_{гус}(U) = I_0 \cdot C \cdot p \cdot e^{-B \cdot U/U}$ – ток газового усиления, зависящий от природы газа и давления внутри трубки. I_0 – бета-ток с поверхности мишени, C и B – константы, характеризующие среду и геометрию электродов, p – давление газа внутри ИК.

Заряд РЭ электронами бета-распада

Если оставить ИК без электрического соединения радиоактивного ИО и РЭ, со временем происходит накопление отрицательного заряда на электроде РЭ и понижение его потенциала.

Электрическая схема измерения разности потенциалов между ИО и РЭ представлена на рис. 6, где $R_{\text{экв}}$ и $C_{\text{экв}}$ – эквивалентные сопротивление и ёмкость ИК с вольтметром.

Заряд эквивалентной ёмкости бета-электронами описывается следующим уравнением:

$$C_{\text{экв}} \cdot \frac{dU}{dt} = I \cdot P(E_{\beta} \geq eU) - \frac{U}{R_{\text{экв}}} \quad (7)$$

где $C_{\text{экв}}$ – эквивалентная ёмкость системы, равная сумме ёмкости промежутка ИО-РЭ и ёмкости вольтметра;

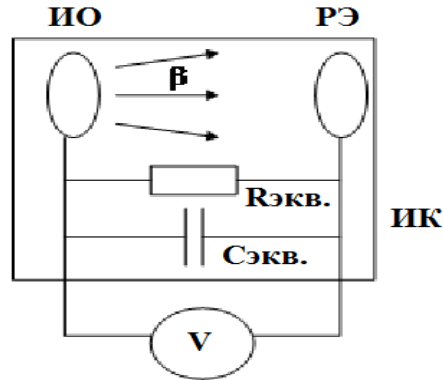


Рис. 6. Схема измерения разности потенциалов между ИО и РЭ.

U – напряжение на РЭ относительно ИО; $P(E_{\beta} > eU)$ – вероятность электронам бета-распада иметь кинетическую энергию E_{β} достаточную для преодоления задерживающего потенциала U на РЭ. Предельное значение задерживающего потенциала $U_{\text{пред}} = E_{\beta\text{макс}}/e = 18,5$ кВ. $I \cdot P(E_{\beta} > eU)$ – ток заряда эквивалентной ёмкости, возникающий вследствие вылета бета-частиц (электронов) с ИО при распаде трития, который меняется от максимального значения $I = A \cdot e \cdot \alpha$ при $U=0$ до значения $I \cdot P(E_{\beta} > eU)$, зависящего от напряжения U на собирающем электроде.

$\frac{U}{R_{\text{экв}}}$ – ток утечки, зависящий от величины сопротивления $R_{\text{экв}}$, которое равно параллельно соединённым сопротивлениям изолятора между ИО и РЭ и параллельно включённому собственному сопротивлению киловольтметра, α – коэффициент сбора бета-электронов.

Проводя оценку величины максимального напряжения, до которого может зарядиться эквивалентный конденсатор, примем, для простоты рассмотрения, что функция плотности распределения бета-электронов по энергиям постоянна на интервале $0 \div E_{\beta\text{макс}}$ и равна $p(E) = 1/E_{\beta\text{макс}}$. Тогда функция распределения (вероятность электрону иметь энергию от 0 до E) $P(0 \div E) = E/E_{\beta\text{макс}}$. Запишем функцию распределения через напряжение на промежутке ИО-РЭ: $P(U) = eU/E_{\beta\text{макс}} = U/U_{\text{пред}}$. Тогда вероятность $P(E_{\beta} > eU)$ бета-электронам иметь энергию больше $e \cdot U$, $P(E_{\beta} > eU) = 1 - P(U)$, где U напряжение на РЭ:

$$P(E_{\beta} > eU) = 1 - P(U) = 1 - \frac{U}{U_{\text{пред}}}, \quad (8)$$

где $U_{\text{пред}}$ – предельное значение напряжения, до которого может зарядиться эквивалентная ёмкость, если утечки нет и сопротивление $R_{\text{экв}} = \infty$.

В этом случае уравнение (7) примет вид:

$$C_{\text{экв}} \cdot \frac{dU}{dt} = I \cdot \left(1 - \frac{U}{U_{\text{пред}}}\right) - \frac{U}{R_{\text{экв}}} \quad (9)$$

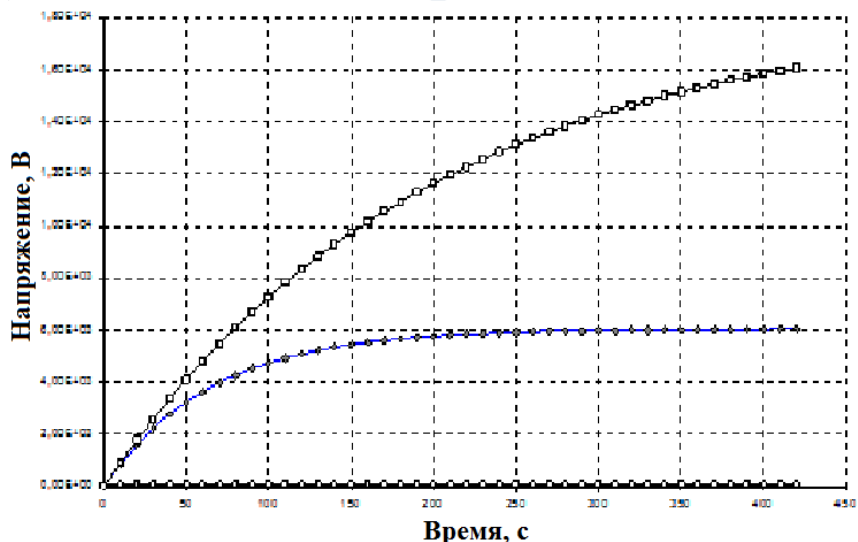
и при $t = \infty$ (когда $dU/dt = 0$) максимальное напряжение U_{max} на электродах ИО-РЭ будет равно:

$$U_{\text{max}} = \frac{U_{\text{пред}}}{1 + \frac{U_{\text{пред}}}{I \cdot R_{\text{экв}}}} \quad (10)$$

Решение в общем виде для заданной нами функции распределения энергии бета-электронов будет иметь вид:

$$U(I, t) = \frac{U_{\text{пред}} \cdot R_{\text{экв}} \cdot I}{U_{\text{пред}} + R_{\text{экв}} \cdot I} \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{I}{U_{\text{пред}} \cdot C_{\text{экв}}} + \frac{1}{R_{\text{экв}} \cdot C_{\text{экв}}}\right) \cdot t}\right) \quad (11).$$

Ток I можно определить по току в цепи ИО – РЭ при их "закорачивании" через чувствительный амперметр (в наших экспериментах $I=1,2$ нА). Для различных значений параметра $R_{\text{экв}}$, будем иметь серию кривых $U(t)$ заряда эквивалентной ёмкости $C_{\text{экв}}$ ($C_{\text{экв}}=20$ пФ), показанных на рис. 7. Нижняя кривая соответствует $R_{\text{экв}}=7.8E+10$ Ом ($\ll R_{\text{экв}}$), верхняя - $R_{\text{экв}}=7.8E+14$ Ом ($\gg R_{\text{экв}}$), средняя - $R_{\text{экв}}=7.8E+12$ Ом равного суммарному сопротивлению изолятора ИК и вольтметра.



I

Рис. 7. Зависимости роста напряжения на эквивалентной емкости при различных значениях $R_{\text{экв}}$.

Максимальное напряжение U_{max} , до которого может зарядиться эквивалентный конденсатор, можно получить после подстановки значений параметров в формулу (10), $U_{\text{max}}=6000$ В.

Для изучения явления зарядки электродов ИО-РЭ при распаде трития в ИО была собрана схема, приведённая на рис. 6. В качестве вольтметра был использован электростатический вольтметр С196. Экспериментальные данные в виде зависимости напряжения на эквивалентном конденсаторе от времени заряда показаны на рис. 8. Электроды ИО-РЭ заряжаются до напряжения 3 кВ за время 550 с, наклон кривой $U(t)$ позволяет прогнозировать максимальное напряжение заряда в 5-6 кВ. Из формы кривой $U(t)$ следует, что экспериментальная зависимость явно не экспоненциальная. Это, по всей вероятности, связано с особенностью распределения бета-частиц по энергии. Оно, очевидно, неравномерное по энергии (как предполагалось в расчете). Увеличение отрицательного потенциала на РЭ до значения $U_{\text{не}}$ даёт электронам бета-распада с кинетической энергией меньше $e \cdot U$ достичь РЭ.

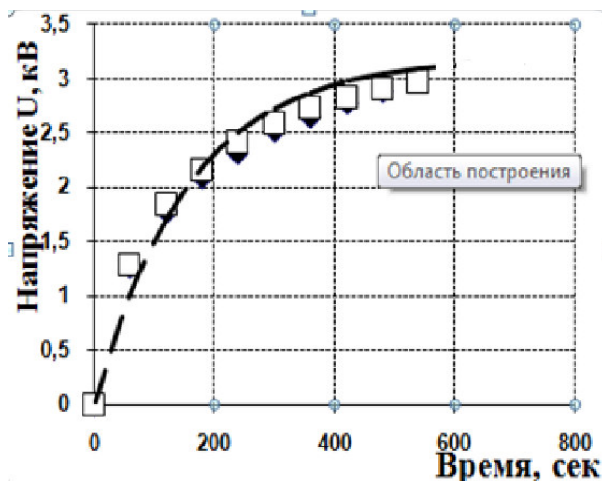


Рис. 8. Экспериментальная зависимость напряжения между электродами ИО-РЭ от времени.

Таким образом, экспериментально показано, что между электродами: ИО с тритием и РЭ возникает разность потенциалов, достигающая нескольких кВ.

Выводы

Разработан метод, позволяющий определять радиоактивность трития адсорбированного металлическим образцом из газовой среды.

Показано, что между образцом с тритием ИО и регистрирующим электродом РЭ возникает разность потенциалов, достигающая нескольких кВ.

Ухудшение вакуума внутри исследовательской камеры приводит к характерному изменению вольтамперной характеристики промежутка образец с тритием – регистрирующий электрод.

Литература

1. ГОСТ26306-84
2. Сидоренко В.В., Кузнецов Ю.А., Оводенко А.А. "Детекторы ионизирующих излучений". Справочник. Л., Судостроение, 1984.

Ионно-пучковая аналитическая технология определения легких элементов в материалах

В.К. Егоров, Е.В. Егоров, *М.С. Афанасьев
ИПТМ РАН, Черноголовка, Московская область, 142432 Россия,
e-mail: egorov@iptm.ru
***ИРЭ РАН, Фрязино, Россия**

Обсуждаются экспериментальные и аналитические возможности комплекса ионно-пучковых методов исследования материалов для количественного определения содержания в них легких элементов. Дана общая и аналитическая характеристика методов ионно-пучковой диагностики и указаны важнейшие сферы ее применения. Представлен перечень необходимого аппаратного обеспечения и обсуждены особенности процедуры пробоподготовки. Отдельное внимание уделено проблеме востребованности методов ионно-пучкового анализа и степени их эффективности при определении содержания легких элементов в материальных объектах.

***Quantitative analysis of light element content in materials by ion beam testing methods V.K.Egorov, E.V.Egorov, M.S.Afnas'ev.** Experimental and analytical possibilities of ion beam methods set for quantitative diagnostic of light element content in materials are discussed. Common analytical characteristics of ion beam methods for the material analysis and main fields of its application are presented. Experimental facility and methods of samples preparation are described. Specific attention is focused on the ion beam methods application for real object investigations and the degree of its efficiency for light element diagnostics in materials.*

Введение

Методы ионно-пучковой диагностики материалов широко используется в экспериментальной и аналитической практике зарубежных ученых [1] и почти не представлены в работах Российских исследователей. Такое положение дел связано, с одной стороны, с крайне низким уровнем оснащенности отечественных лабораторий высокоэнергетической ионно-пучковой техникой, и в частности, электростатическими генераторами Ван де Граафа, а с другой – отсутствием школы ионно-пучковой диагностики материальных объектов. Несмотря на то, что еще в СССР было издано несколько прекрасных монографий и руководств по ионно-пучковому анализу, как отечественных [2-7], так и зарубежных ученых [8,9], в нашей стране ионно-пучковая диагностика материалов не превратилась в высоковостребованную аналитическую процедуру. Этот факт является весьма удручающим, поскольку базовый метод ионно-пучкового анализа материалов – резерфордовское обратное рассеяние (РОР) ионных пучков на ядрах атомов изучаемых объектов является единственным абсолютным инструментальным методом, т.е. методом, не требующим эталонов, стандартов или образцов сравнения, с помощью которых возможно получать количественные результаты, опираясь на первые принципы [10]. Спектры РОР, получаемые из эксперимента, практически полностью описываются на основании известной формулы Резерфорда, отражающей электростатическое взаимодействие налетающего иона и ядра рассеивающего атома, и формулы Бора, учитывающей торможение ионов в результате их взаимодействия с электронной подсистемой диагностируемого материала [8,10], а так же экспериментальных данных по торможению ионов и нерезерфордовскому рассеянию [11]. Аппроксимация спектров РОР может быть выполнена вручную, как это, например, описано в работе [5]. Однако в настоящее время подобная процедура выполняется с помощью компьютерных интерактивных программ, позволяющих учитывать как элементную многокомпонентность тестируемых проб, так и вариацию содержания элементов по толщине мишени [12]. Вообще главной задачей ионно-пучкового анализа материалов является определение элементного состава изучаемого объекта и

построение элементных концентрационных профилей по его толщине. Метод резерфордовского обратного рассеяния позволяет проводить многоэлементный анализ и фиксировать наличие в материале любых элементов от лития до урана с разрешением по глубине до 2 нм. Однако чувствительность этого метода весьма ограничена. Пределы обнаружения примесных элементов в материалах при использовании РОР измерений, как правило, не опускаются ниже 0.1 ат.%. Этот существенный недостаток легко компенсируется параллельным использованием регистрации выхода рентгеновской флуоресценции, возбуждаемой в результате взаимодействия высокоэнергетических ионных пучков с электронной подсистемой изучаемого объекта. Данный метод ионно-пучковой диагностики непосредственно не является количественным методом элементного анализа материалов, поскольку интенсивность выхода рентгенофлуоресценции конкретных характеристических линий помимо концентрации атомов в веществе зависит, как от их взаимного влияния (матричный эффект), так и от фактора поглощения соответствующих характеристических излучений в материале. В итоге, например, интенсивность выхода флуоресценции линий FК α при диагностике материала CaF $_2$ будет отражать содержание атомов фтора в поверхностном слое толщиной 150 нм, а интенсивность выхода линии CaK α будет характеризовать слой толщиной около 1 мкм. (Последний фактор может быть подавлен за счет использования плоского рентгеновского волновода-резонатора, концентрирующего рентгенофлуоресцентный выход в условиях ионно-пучкового возбуждения только из поверхностного слоя диагностируемого объекта толщиной 3-5 нм [13].) Чувствительность рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) при ионном возбуждении существенно превышает возможности РФА измерений в условиях применения в качестве возбуждающего фактора рентгеновское, электронное и гамма излучение [14]. Этот факт связан с различием механизмов возбуждения рентгенофлуоресценции. Важным преимуществом возбуждения выхода рентгенофлуоресценции ионными пучками в сравнении с использованием потоков электронов, широко применяющимися в микронных исследованиях, является значительное снижение фоновой составляющей ввиду уменьшения выхода интенсивности тормозного излучения. Применение метода РФА при ионном возбуждении в тандеме с резерфордовским обратным рассеянием позволяет решать большинство задач элементной диагностики многослойных и диффузионных материальных структур на глубину до 10-15 микрометров, а также выполнять эффективный элементный анализ сухих остатков жидкостей, осажденных и высушенных на сверхлегких подложках, например, на Be полированных пластинах.

В качестве интересных и полезных дополнений к методам РОР и РФА при ионном возбуждении могут использоваться резонансные и пороговые ядерные реакции [11], а также метод ядер отдачи [15], который по существу является обратным к резерфордовскому обратному рассеянию. Ядерные реакции могут быть эффективно использованы для индивидуального элементного анализа и глубинного концентрационного профилирования с использованием определенных изотопов. Такие измерения позволяют получать данные по относительному содержанию изотопа по толщине изучаемого объекта. Эти данные становятся количественными при параллельном использовании сведений, полученных методом РОР. Методы диагностики, использующие ядерные реакции, являются достаточно трудоемкими и времязатратными, однако в ряде случаев они оказываются незаменимыми. Например, при диагностике железо-никелевых сплавов метод РОР не различает атомы Fe и Ni вследствие близости сечений рассеяния быстрых ионов на ядрах этих атомов. Подключение РФА измерений позволяет лишь дать оценку соотношения интегрального содержания атомов железа и никеля в образце, а проведение дополнительных измерений с использованием ядерной реакции Ni $^{58}(p,\gamma)Cu^{59}$ дает возможность зарегистрировать профиль относительного содержания никеля по глубине железо-никелевой мишени. Резонансные реакции имеют еще одно важное практическое значение. Они используются для точной калибровки энергии ионных потоков, генерируемых ускорителями заряженных частиц [16].

Метод ядер отдачи принципиально может быть использован для концентрационной диагностики и концентрационного профилирования содержания по глубине всех элементов [15]. Однако обычно он применяется для анализа содержания атомов водорода в материалах, поскольку анализ содержания тяжелых элементов требует ионных пучков со сверхвысокими энергиями. В основе метода лежит механизм упругого рассеяния ионов зондирующего потока

на ядрах атомов изучаемого материала. Однако в отличие от метода ROP в нем регистрируются не рассеянные ионы, а ядра атомов, выбитых из мишени. Анализ содержания атомов водорода осуществляется в условиях использования зондирующего потока ионов гелия с энергией более полутора мегаэлектронвольт. В стандартной измерительной геометрии перед детектором, регистрирующим ионы, устанавливается майларовая фольга, полностью поглощающая поток рассеянных ионов гелия, но пропускающая, вследствие меньшего торможения, поток выбитых ионизированных атомов водорода (протонов). Метод позволяет отделить содержание водорода в адсорбированном слое, от его наличия в истинно поверхностном слое исследуемого материала, и диагностировать концентрационный профиль содержания этих атомов в слое толщиной 1-2 мкм с разрешением около 50 нм и пределами обнаружения на уровне 0.1 ат.%. Специальные экспериментальные ухищрения позволяют снизить этот предел до 0.001 ат.% [17], но при этом резко повышается длительность и стоимость измерений.

Специфическое место в ионно-пучковом анализе занимает метод каналирования ионных пучков в материалах [7,8,18]. Метод применим в условиях наличия высокого структурного совершенства изучаемых объектов. Суть метода состоит в проведении измерений резерфордовского обратного рассеяния, РФА при ионном возбуждении, ионолюминесценции, а также регистрации выхода продуктов ядерных реакций в условиях ориентации монокристаллов или истинно эпитаксиальных структур своими кристаллографическими осями или кристаллографическими плоскостями вдоль направления распространения диагностирующего ионного потока. В зависимости от выбора такой ориентации каналирование ионов может быть осевым или плоскостным. В условиях каналирования существенно снижается интенсивность взаимодействия ионного потока с ядрами атомов, составляющих монокристаллическую мишень, и их внутренними электронными оболочками. В результате резко понижается выход ионов, претерпевших резерфордовское обратное рассеяние, выход продуктов ядерных реакций и характеристического рентгеновского излучения. В то же время в условиях каналирования ионов наблюдается резкое увеличение интенсивности ионолюминесценции. Несмотря на некоторое расширение возможностей элементной диагностики, каналирование ионов в значительной степени является методом структурного анализа материалов. Этот метод предоставляет возможность непосредственной диагностики монокристалличности и эпитаксиальности изучаемых объектов. В специальных условиях метод позволяет определять структурные положения примесных атомов, типы и распределения дислокаций в структурах, двойникование в кристаллах, а также структурно-кинетические явления [19]. С точки зрения элементной диагностики метод эффективен для анализа состава поликристаллических и аморфных тонких пленок на монокристаллических объектах, особенно при наличии в таких пленках легких элементов. Вообще в практике количественного анализа содержания в материалах легких элементов все методы ионно-пучкового анализа, так или иначе, вносят свой вклад в повышение эффективности этого анализа.

Принципиальные возможности и экспериментальная реализация ионно-пучковой диагностики легких элементов

Количественная ионно-пучковая элементная диагностика материалов в основном опирается на данные ROP измерений, поскольку рассеяние ионов достаточно точно описывается моделью упругого взаимодействия с ядрами атомов, составляющих исследуемый объект, а их энергетические потери – моделью неупругого взаимодействия с электронной подсистемой этого объекта. На рис. 1 представлена схема упругого столкновения быстрого иона массой M_1 и энергией E_0 с ядром покоящегося атома массой M_2 , которая показывает результат этого взаимодействия. Перераспределение энергии определяется так называемым кинематическим фактором [8]:

$$K = \frac{E_1}{E_0} = \left[\frac{(M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} \right]^2 \quad (1)$$

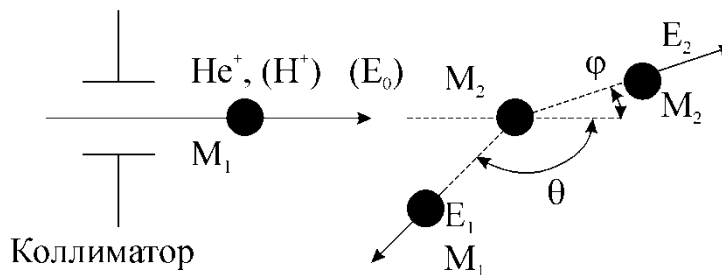


Рис. 1. Схема упругого столкновения иона массой M_1 с энергией E_0 с ядром покоящегося атома массой M_2 .

В соответствии с законом сохранения энергии, покоившийся атом получает энергию E_2 , которая является разницей между начальной и конечной энергией иона. Анализ этой формулы показывает, что наибольшей потерей энергии характеризуется тот ион, который испытал рассеяние на максимально возможный угол θ . Сравнение кинематических факторов для элементов с разной массой ядер в соответствии с выражением: $\Delta E_1 = E_0(K_{M_2} - K_{M_1})$ показывает, что в случае максимальных углов рассеяния наблюдается и максимальная разница в энергии ΔE_1 для рассеянных ионов, а, следовательно и максимально возможное разрешение по массам. Именно поэтому метод получил название обратного Резерфордского рассеяния. Кроме разрешения по массам атомов, составляющих исследуемый материал, существенную аналитическую роль играет величина фиксируемого сигнала, соответствующего значению содержания этих атомов. Величина этого сигнала в первую очередь определяется фактором среднего дифференциального сечения рассеяния энергетических ионов σ_1 на ядрах атомов материала, описываемое формулой Резерфорда для упруго (в данном случае – электростатически) взаимодействующих объектов [5]:

$$\sigma_R = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_0 \sin \theta} \right)^2 F(M_1, M_2, \theta) \quad (2)$$

где e – заряд электрона, Z_1 и E_0 – заряд и энергия налетающего иона, Z_2 – заряд ядра рассеивающего атома, а функция $F(M_1, M_2, \theta)$ представляет собой поправочный фактор, слабо зависящий от массы ядра рассеивающего атома. Анализ формулы Резерфорда показывает, что сечение рассеяние для легких атомов (т.е. атомов с малой величиной заряда ядра Z_2) оказывается много ниже в сравнении с сечением рассеяния ионов на тяжелых ядрах. Следовательно, можно ожидать, что РОР диагностика элементов ряда Li, Be, B, C, N, O и F будет не эффективной. Однако природа преподнесла этим измерениям замечательный подарок в форме так называемого нерезерфордского вклада в рассеяние, связанно с наличием ядерного взаимодействия между налетающим ионом и рассеивающим ядром [20]. На рис. 2 показаны расчетная и экспериментальная зависимости сечения рассеяния ионов водорода на ядре атома ^{12}C , соответствующая формуле Резерфорда и полученная из реальных измерений для угла рассеяния $\theta=160^\circ$ в широком энергетическом интервале. Приведенные экспериментальные данные показывают, что использование фактора наличия нерезерфордского вклада в эффект обратного рассеяния протонов на ядрах атомов углерода существенно повышает аналитическую чувствительность при диагностике углеродосодержащих материалов. (Следует заметить, что в указанном энергетическом интервале нерезерфордский вклад в рассеяние потоков ионов гелия на ядрах атомов всего элементного ряда не выходит за рамки статистической погрешности при использовании в расчетах формулы Резерфорда). В современных программах аппроксимации спектров обратного рассеяния ионов нерезерфордский вклад учтен для широкого энергетического интервала [21]. Использование эффекта нерезерфордского вклада в рассеяние потоков ионов водорода является важным фактором, содействующим количественному анализу присутствия легких элементов в материале и определению концентрационных профилей их содержания по толщине изучаемой мишени. Свой весьма эффективный вклад в этот анализ вносят и рентгенофлуоресцентные исследования, выполняемые при ионном возбуждении выхода рентгеновской характеристической радиации.

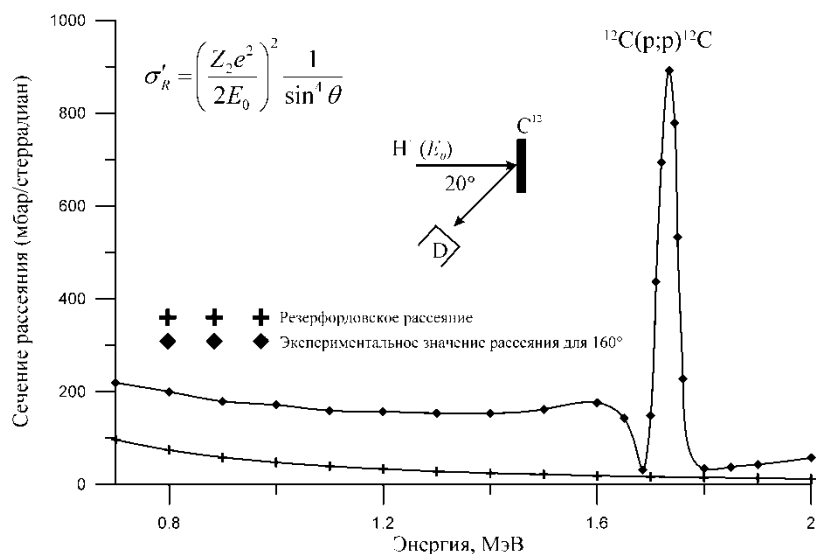


Рис. 2. Теоретическая и экспериментальная зависимости сечения рассеяния потока ионов водорода для угла рассеяния 160° на ядрах атомов ^{12}C от энергии налетающих ионов. $\sigma_R = \sigma_R' \cdot F(M_1, M_2, \theta)$. Значение функции $F(M_1, M_2, \theta)$ близко к единице.

На рис. 3 приведены экспериментальные данные, полученные для сечения возбуждения характеристической рентгеновской флуоресценции в условиях использования пучка протонов различной энергии [22]. Обращает на себя внимание относительно высокое значение этого параметра для возбуждения флуоресценции легких элементов, особенно при использовании протонных пучков с энергией 0.5-2.0 МэВ. Представленные данные показывают, что при использовании, например, пучка протонов с энергией 1 МэВ, сечения возбуждения рентгенофлуоресценции линии $\text{YK}\alpha$ и $\text{BeK}\alpha$ отличаются на 5 порядков. К сожалению, имеются ограничения, не позволяющие в полной мере воспользоваться фактором высокой эффективности возбуждения выхода рентгенофлуоресценции легких элементов высокоэнергетическими протонными пучками вследствие некоторых трудностей, возникающих при детектировании мягкого рентгеновского излучения. Эти трудности связаны с поглощением излучения окном рентгеновского детектора.

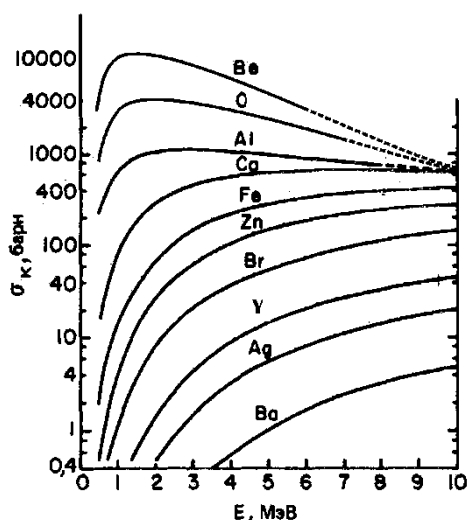


Рис. 3. Сечение возбуждения рентгенофлуоресценции пучком протонов различных энергий [22].

На рис. 4 представлены экспериментальные данные по эффективности регистрации рентгеновских квантов разной энергии, полученные для стандартных рентгеновских

детекторов, укомплектованных разными типами входных окон [23]. При использовании детектора с толщиной активной зоны 500 мкм относительная эффективность регистрации линий $YK\alpha$ ($E=14.96$ кэВ) приблизительно будет соответствовать 100%, в то время как линия $BeK\alpha$ ($E=0.11$ кэВ) может быть зарегистрирована лишь в условиях применения полимерного высокопрочного окна «С1» с относительной эффективностью около 1%. В целом аналитическая эффективность ионно-пучковой диагностики методом РФА при ионном возбуждении для регистрации наличия атомов Ве будет на 3 порядка выше в сравнении с фактом присутствия в материале атомов иттрия.

В то же время необходимо отметить, что ионно-пучковые комплексы, в том числе и УНУ №45, ионно-пучковый аналитический комплекс Сокол-3, обслуживаемый авторами этой работы, как правило, оснащены детекторами рентгеновского излучения с Ве окном толщиной 8 мкм. В этом случае возможности РФА диагностики в условиях ионно-пучкового возбуждения с низкоэнергетической стороны ограничены регистрацией лишь присутствия атомов кислорода в изучаемом объекте. С подобными детекторами метод позволяет диагностировать присутствие атомов фтора в материале на уровне не хуже 1 ppm [24].

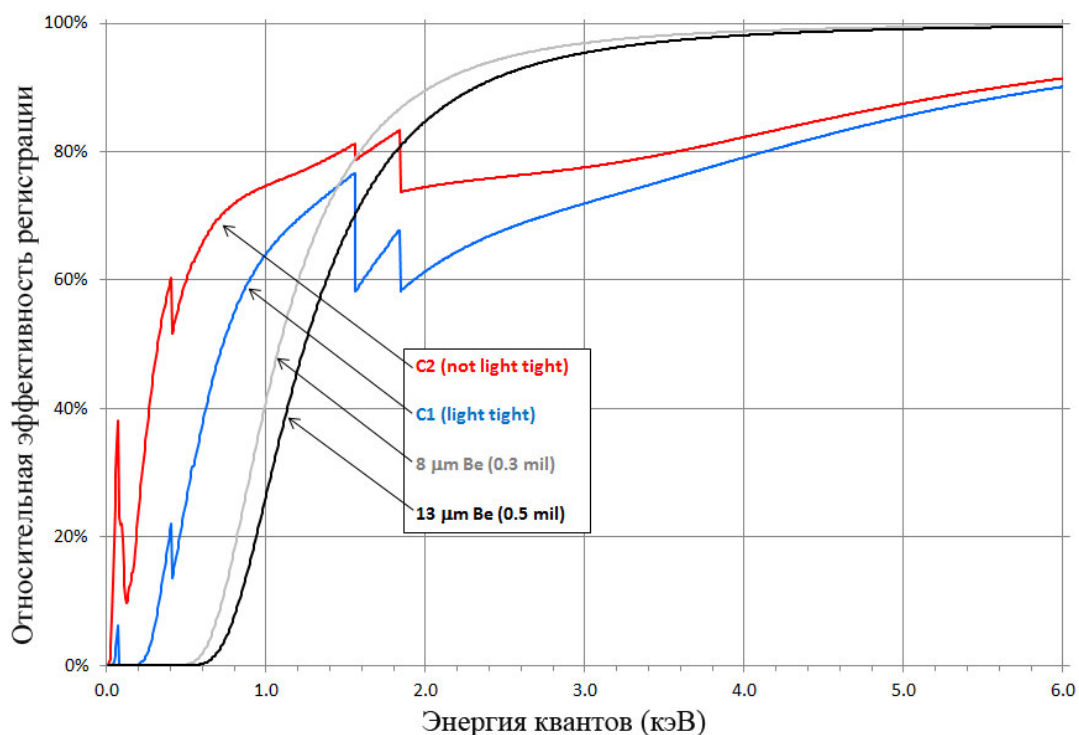


Рис. 4. Функции зависимости эффективности регистрации рентгеновских квантов разной энергии рентгеновскими детекторами, снабженными разными типами входных окон [23].

Определенные диагностические возможности для регистрации наличия в материале атомов легких элементов предоставляют резонансные и пороговые ядерные реакции. В таблице 1, компелированной из целого ряда изданий [25], приведены параметры резонансных ядерных реакций, которые используются для диагностики легких элементов в материалах с помощью протонных пучков с энергией менее 2 МэВ. В таблице указаны энергии резонансов, их ширина, сечения возбуждения реакций и некоторые относительные данные по пределам обнаружения изотопов атомов, участвующих в реакциях [26]. Данные по пределам обнаружения достаточно условны. Они соответствуют условиям объемного равномерного содержания примеси, отсутствию мешающих факторов, а также средним дозовым характеристикам и определенной геометрии регистрации выхода продуктов реакций. Поэтому реальные данные в конкретных случаях могут отличаться от величин, указанных в таблице, на порядок, как в одну, так и в другую сторону.

Таблица 1. Ядерные реакции на изотопах легких элементов инициируемые протонами [5,11,19,25,26].

Изотоп	Содержание в природе, %	Ядерная реакция	Энергия протона, кэВ	Сечение реакции, мб/ср	Ширина резонанса, кэВ	Эмитируемый продукт $E_\gamma, E_\alpha, \text{МэВ}$	Предел обнаружения, ат.%
${}^6\text{Li}$	7.62	-	-	-	-	-	-
${}^7\text{Li}$	92.58	${}^7\text{Li}(p,\gamma){}^8\text{Be}$	441	6	12	17.65; 14.75	~100 ppm
${}^9\text{Be}$	100	${}^9\text{Be}(p,\alpha){}^6\text{Li}$	330	4	1.5	8.5; 14.2	~50 ppm
${}^{10}\text{B}$	19.61	${}^{10}\text{B}(p,\gamma)$	1146	0.01	570		~10 ppm
${}^{11}\text{B}$	80.39	${}^{11}\text{B}(p,\alpha){}^8\text{Be}$	650	90	10	-; 3.7	~10 ppm
${}^{12}\text{C}$	98.89	${}^{12}\text{C}(p,\gamma){}^{13}\text{N}$	459	0.13	40	2.36; -	~120 ppm
${}^{13}\text{C}$	1.11	${}^{13}\text{C}(p,\gamma){}^{14}\text{N}$	550	1.44	32	8.6; -	~100 ppm
${}^{14}\text{N}$	99.64	${}^{14}\text{N}(p,\gamma){}^{15}\text{O}$	278	~0.01	1.6	6.8	~100 ppm
${}^{15}\text{N}$	0.36	${}^{15}\text{N}(p,\gamma){}^{12}\text{C}$	898	800	2.2	4.43	~10 ppm
${}^{16}\text{O}$	99.8	-	-	-	-	-	-
${}^{18}\text{O}$	0.2	${}^{18}\text{O}(p,\alpha){}^{15}\text{N}$	730	15	10	3.4	~10 ppm
${}^{19}\text{F}$	100	${}^{19}\text{F}(p,\gamma,\alpha){}^{16}\text{O}$	872	661	4.5	6.13	~1 ppm
${}^{23}\text{Na}$	100	${}^{23}\text{Na}(p,\alpha){}^{20}\text{Ne}$	592	4	45	2.238	~20 ppm
${}^{24}\text{Mg}$	78.6	${}^{24}\text{Mg}(p,\gamma)\text{Al}^{25}$	1200	~0.01	<10	3.44; 1.83; 1.61	~200 ppm
${}^{25}\text{Mg}$	10.2	${}^{25}\text{Mg}(p,\gamma)\text{Al}^{26}$	317	~0.01	12	6.19; 4.86; 0.82	~500 ppm
${}^{26}\text{Mg}$	11.2	${}^{26}\text{Mg}(p,\gamma)\text{Al}^{25}$	661	~0.01	<10	7.88; 6.68; 5.9	~500 ppm
${}^{27}\text{Al}$	100	${}^{27}\text{Al}(p,\gamma){}^{28}\text{Si}$	992	0.1	0.05	1.77; 7.93; 10.78	~10 ppm

Для реализации методов ионно-пучковой диагностики материалов, необходимо наличие источника ионных пучков, с энергией 1-2 МэВ, вакуумная система с безмаслянной откачкой с величиной разряжения на уровне 10^{-6} торр ($0.7 \cdot 10^{-3}$ Па), аналитический магнит со щелевой структурой, позволяющей формировать квазимоноэнергетический ионный пучок и экспериментальную камеру, оснащенную системой регистрации полного числа рассеянных ионов и набор детектирующих устройств для фиксирования спектров РОР и ядер отдачи, продуктов ядерных реакций и выхода характеристической рентгеновской радиации. Примером такой установки для ионно-пучковых аналитических измерений является комплекс Сокол-3, установленный в ИПТМ РАН и зарегистрированный в качестве Российской уникальной научной установки как УНУ №45 [27]. В качестве источника ионов H^+ и He^+ комплекс располагает электростатическим генератором Ван де Грааффа горизонтального типа с максимальной генерируемой энергией ионных пучков 2.0 МэВ [28]. Для проведения измерений комплекс оснащен экспериментальной камерой с вакуумным гониометром, снабженным полосковым образцедержателем, и набором детектирующих устройств. На рис. 5 представлено схематическое изображение камеры и системы устройств регистрации и управления.

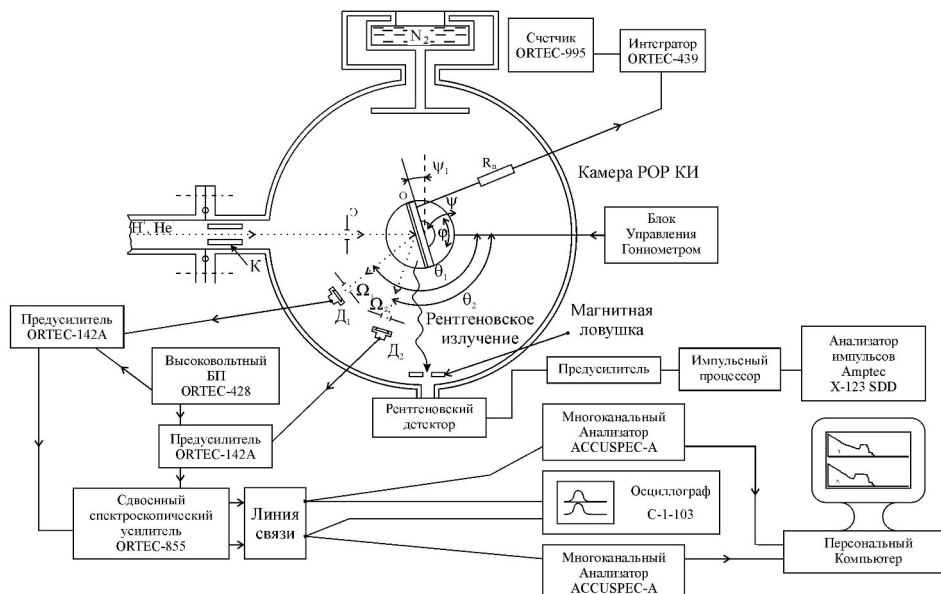


Рис. 5. Схематическое изображение камеры резерфордского обратного рассеяния ионов УНУ Сокол-3, располагающий двухдетекторной системой сбора информации ионного рассеяния и регистратором выхода рентгенофлуоресценции при ионном возбуждении.

Образцедержатель изолирован от корпуса гониометра, что позволяет фиксировать суммарный заряд потока ионов, рассеянных исследуемой мишенью в процессе экспериментальной экспозиции. Для предотвращения ошибок, связанных с выходом электронов, выбиваемых ионным потоком из мишени, перед интегратором установлен резистор, позволяющий поддерживать на образце избыточный положительный потенциал порядка 100 вольт. В камере имеются два детектора, фиксирующих выход рассеянных ионов, установленные под углами к направлению распространения исходного ионного потока $\theta_1=160^\circ$ и $\theta_2=120^\circ$.

Там же расположен детектор рентгеновского излучения, снабженный разрезным коллиматором с магнитной ловушкой, обеспечивающим защиту детектора от рассеянных ионов (рис. 6). Этот детектор установлен по отношению к направлению распространения исходных ионных потоков под углом $\theta_3=90^\circ$.

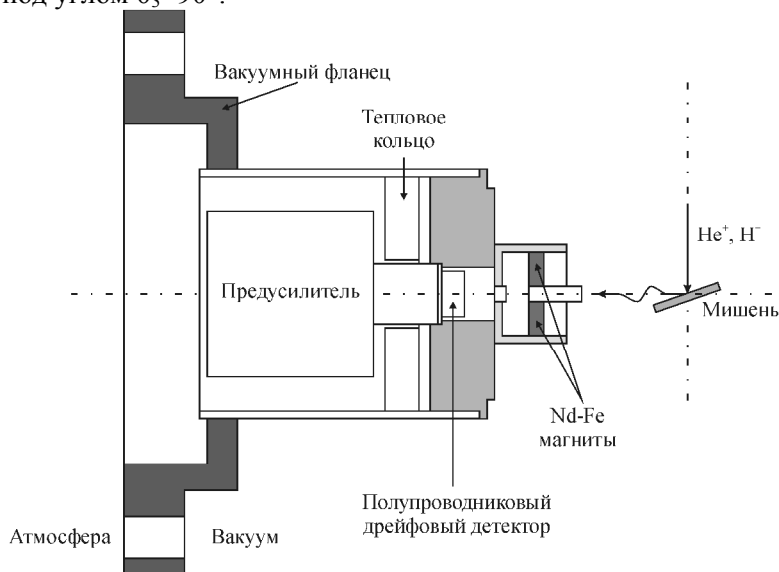


Рис. 6. Сборка конструкции вакуумного размещения детектора SDD в экспериментальной камере ионно-пучкового комплекса Сокол-3.

Использование двухдетекторной регистрации рассеянных ионов в параллельном режиме имеет важное аналитическое значение, поскольку в этом случае реальный концентрационный профиль распределения элементов по толщине мишени будет охарактеризован двумя независимыми спектрами РОР, полученными в условиях, отличающихся только углом рассеяния ионов. Использование двухдетекторной схемы регистрации спектров обратного рассеяния позволяет полностью избежать интерпретационных ошибок при расшифровке глубинных профилей распределения элементов в материалах. Пример использования двухдетекторной системы регистрации рассеянных ионов показан на рис. 7. Совместная обработка спектров РОР, показанных на этом рисунке, позволила определить толщину алюминиевого покрытия с предельно возможной точностью 284 ± 3 нм. Толщина переходного слоя Al-SiO₂ оценивается не превышающей 10 нм. Конечно, в данном случае ввиду относительной простоты элементного концентрационного профиля по толщине мишени использование двухдетекторной системы регистрации может показаться избыточным, лишь несколько повышающим точность определения толщины покрытия. Однако в случаях изучения градиентных покрытий, а также диффузионных и имплантационных профилей, использование такой системы оказывается более чем оправданным.

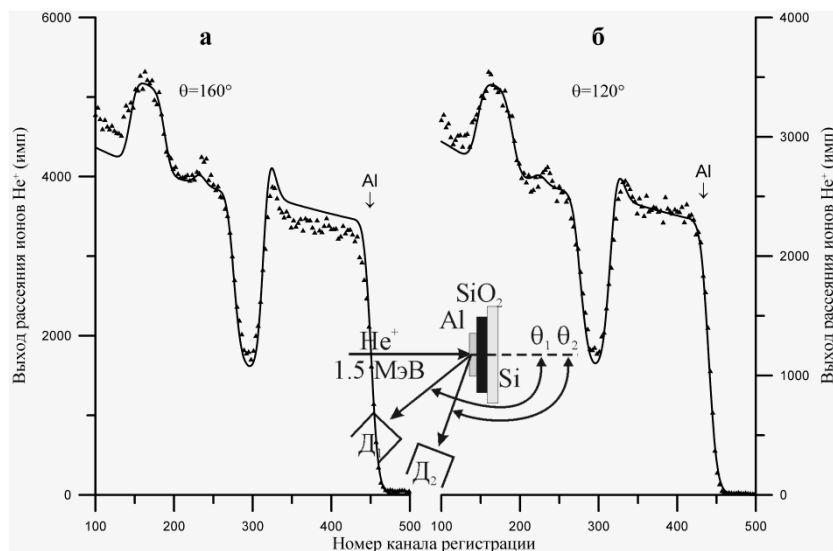


Рис. 7. Экспериментальные и теоретические спектры РОР He⁺ (E₀=1.5 МэВ) для отожженной пленочной структуры Al/SiO₂/Si. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал. Стрелки соответствуют энергии рассеяния ионов He⁺ на ядрах атомов Al на поверхности образца.

Результаты экспериментальных исследований

Обзор возможностей экспериментальных исследований материалов, содержащих легкие элементы методами ионно-пучковой диагностики, целесообразно начать с данных, полученных для чисто углеродных материалов. На рис. 8 показаны экспериментальные спектры РОР потока ионов водорода с энергией 1.557 МэВ, полученные для углеродной мишени, и монокристалла алмаза в положении случайной ориентации относительно направления распространения ионного потока.

Спектры имеют практически идентичное очертание, но значительно отличающийся выход рассеяния. Это различие является прямым следствием более высокой атомной плотности в структуре алмаза. Аппроксимация представленных спектров с использованием интерактивной компьютерной программы RUMPP, которая является модернизированной версией программы RUMP [29], позволила определить атомную плотность для алмазной структуры как $N=1.76 \cdot 10^{23}$ ат/см³ ($n=3.1 \cdot 10^{14}$ ат/см²), а для углеродной структуры $N=1.13 \cdot 10^{23}$ ат/см³ ($n=2.3 \cdot 10^{14}$ ат/см²). Эти данные находятся в хорошем согласии с результатами,

ожидаемыми на основании знания величин параметров элементарных ячеек для этих структур (для алмаза $a=0.357$ нм; для углерода $a=0.246$ нм, $c=0.671$ нм [30]). Наличие высокого структурного совершенства у образца кристаллического алмазного образца позволило выполнить его исследования методом осевого каналирования ионов.

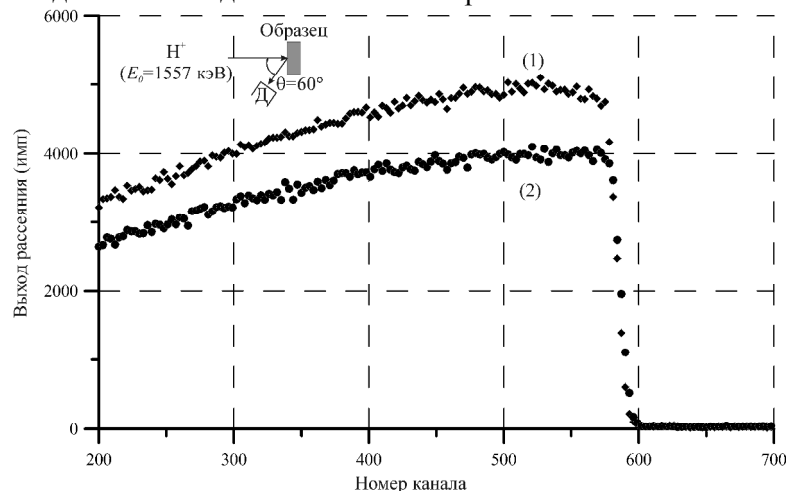


Рис. 8. Спектры РОР H^+ алмаза (1) и стеклоуглерода (2). Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

На рис. 9 представлены спектры РОР потоков ионов гелия и водорода для монокристаллической алмазной пластины, полученные в условиях ее случайной ориентации относительно направления распространения ионных потоков и при каналировании этих потоков вдоль кристаллографической оси [100]. Уровень совершенства кристаллической решетки принято характеризовать параметром χ_{\min} , который рассчитывается теоретически на основе оценки размера сечения области каналирования для идеального атомного упорядочения в структуре, и экспериментально, на основе соотношения интенсивностей выхода рассеяния для условий каналирования и случайно ориентации кристалла. Структура алмаза характеризуется весьма плотной упаковкой и теоретическое значение χ_{\min} для нее равно 0.093 (для сравнения можно указать, что для кремния этот параметр равен 0.031). Спектры РОР, представленные на рисунке 9, характеризуются значением $\chi_{\min}=0.24$. Пик на спектре каналирования ионов гелия в районе 220 канала связан с рассеянием на атомах углерода, находящихся на поверхности алмазной пластины. На поверхности пластины имеется пленка окиси углерода SiO_2 толщиной 3 нм. В объеме алмазной структуры содержатся атомы Fe и Ni в количестве 0.2 ат.% (суммарно) и атомы W в количестве около 0.01 ат.%. Наличие этих атомов в структуре алмаза связано с технологией их синтеза. Их наличие в структуре является фактором недостаточного структурного совершенства синтетических алмазов относительно больших размеров. Интересным представляется изменение интенсивности выхода рассеяния ионов водорода в условиях осевого каналирования. С одной стороны, эти измерения позволяют оценивать изменение структурного совершенства по глубине кристалла. С другой стороны, на основе этих данных можно оценить глубину, на которой происходит деканалирование пучка. На основании спектра РОР, показанного на рисунке 9б, можно утверждать, что глубина деканалирования для данного образца составляет 4.5 мкм, причем на глубине около 3 мкм имеют место быть какие-то структурные аномалии.

Кроме изучения истинно алмазных структур, определенный академический и практический интерес вызывает исследование особенностей углеродных пленок, осаждаемых в вакууме на различные подложки. На рис. 10 представлены спектры РОР потоков ионов гелия, полученные для углеродных пленок, осажденных на чисто кремниевую подложку и подложку с пленкой оксида на поверхности (в детали технологии осаждения нас не посвящали). Аппроксимация этих спектров показала, что при осаждении на чистую кремниевую подложку формируется углеродоподобная структура, но по мере увеличения толщины в ней появляются фрагменты алмазоподобных связей, в то время как осаждение на оксидный подслои сразу формирует зоны ближнего порядка с алмазоподобными связями. Это следует из получаемых на

основе аппроксимации сведений о величине атомной плотности и ее изменению по толщине покрытия. Более детальные освидетельствования могли бы быть получены в результате рассеяния потоков ионов водорода вследствие наличия в рассеянии нерезерфордовского вклада. Однако такие исследования надо проводить в условиях скользящего падения тестирующего потока, с захватом большой площади исследуемого материала, но уверенность в однородности исследованных пленок, к сожалению, отсутствовала.

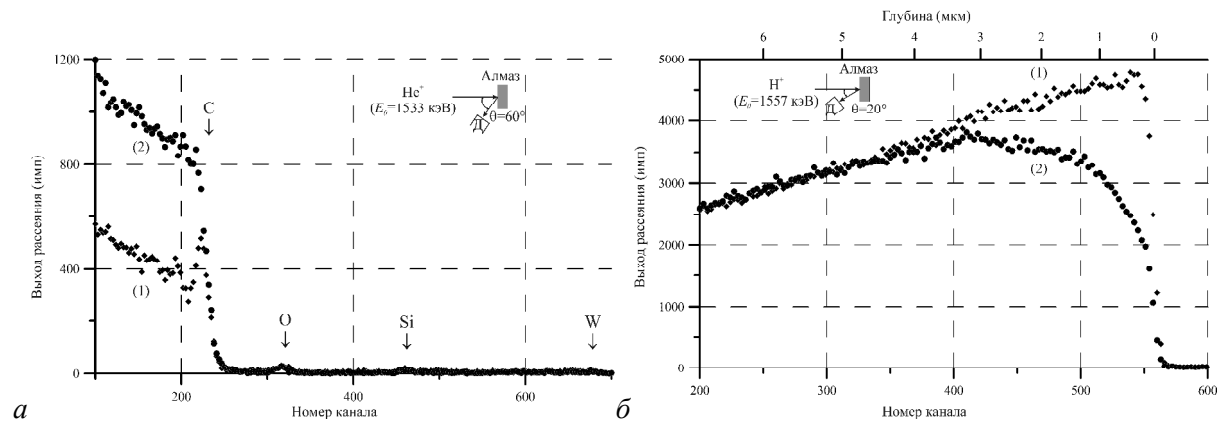


Рис. 9. Спектры POP ионов He^+ (а) и H^+ (б) для случайной ориентации пластины алмаза (1) относительно потока ионов и в условиях их каналирования вдоль оси (100) (2).

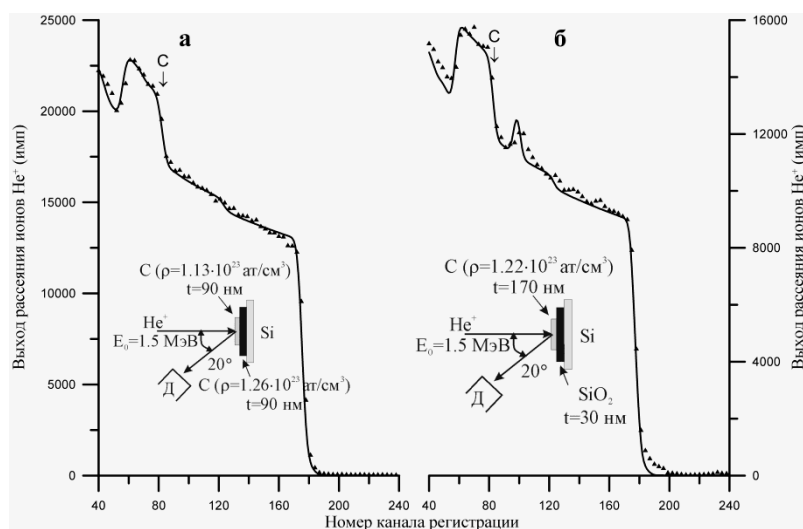


Рис. 10. Спектры POP потоков ионов He^+ ($E_0=1.5$ МэВ) в образцах пленок атомов углерода осажденных на чистую Si подложку (а) и со слоем окисла (б). Энергетическая цена канала 3.7 кэВ/канал.

Некоторый интерес вызывает у исследователей изучение свойств графена. Как известно, окись углерода в нормальных условиях представляется газообразной фазой. В то же время окись графена является твердым веществом. На рис. 11 представлен спектр POP потока ионов водорода на пленке окиси графена, осажденной на полированную Ве подложку.

В пленке обнаружено некоторое количество атомов Na и Ca. Интенсивный пик в области трехсотых каналов связан с фактором нерезерфордовского обратного рассеяния на ядрах атомов Ве, который демонстрирует резкую энергетическую зависимость. Фоновая составляющая в высоких каналах связана с наличием ядерной реакции ${}^9\text{Be}(\alpha, \alpha){}^6\text{Li}$ и выходом высокоэнергетических альфа-частиц.

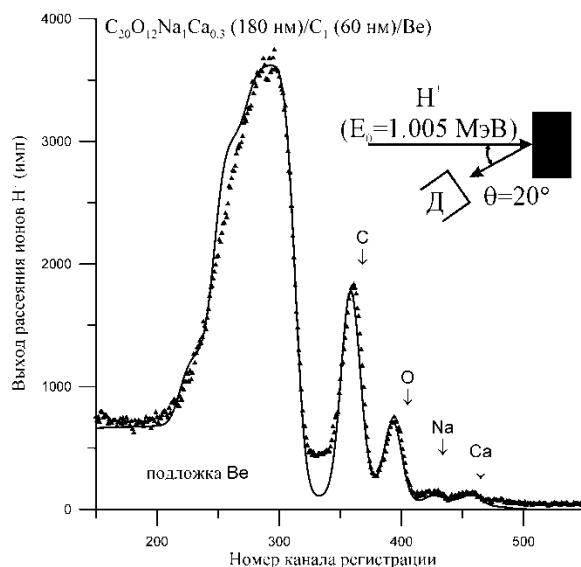


Рис. 11. Экспериментальный и теоретический спектры ROP потока ионов H^+ на пленке окиси графена, осажденной на Be подложку в гидротермальных условиях. Стрелками отмечены значения энергий, соответствующих рассеянию на ядрах атомов, находящихся на поверхности покрытия. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Интересным является также изучение элементного состава различных покрытий на сапфире. На рис. 12 представлены экспериментальные и теоретические спектры ROP потока ионов H^+ на пленке гетерогенного состава, нанесенной на сапфировую подложку. В данном случае вследствие близости сечений рассеяния на ядрах кремния и алюминия, использование спектров, зарегистрированных обоими детекторами, оказалось абсолютно необходимым. В результате согласованной аппроксимации обоих спектров удалось подобрать трехслойную модель, достаточно хорошо аппроксимирующую оба спектра. Параметры модели представлены на врезке рисунка.

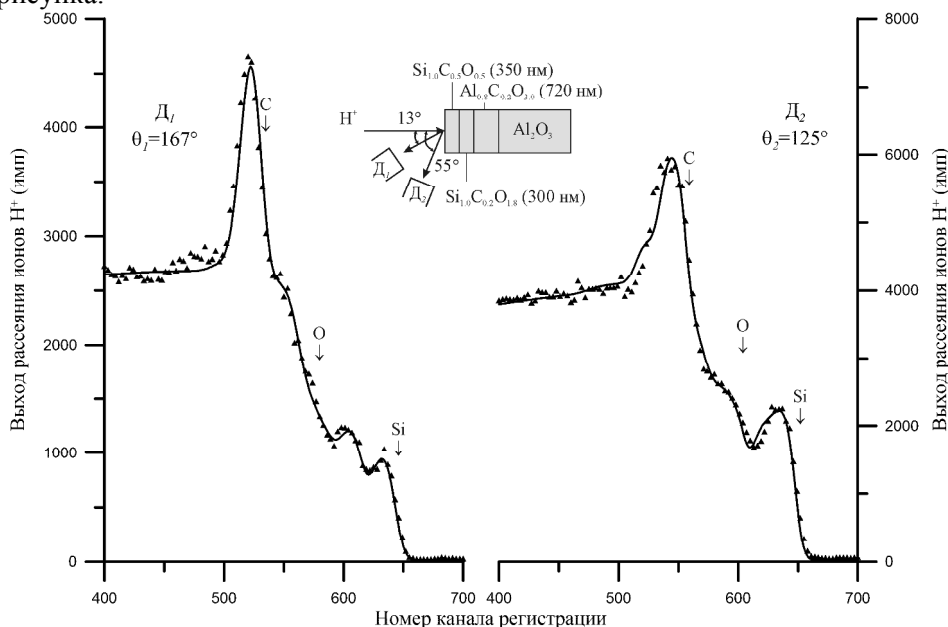


Рис. 12. Экспериментальные и теоретические спектры ROP ионов H^+ на образце с гетерогенным покрытием (Si, C, O)/ Al_2O_3 , полученные для двух углов рассеяния. Показан каждый третий канал. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Не менее интересными представляются наши исследования монокристаллов карбида кремния, выращенных методом Лели [31]. Нами были изучены прозрачные

монокристаллические пластины SiC площадью 1 см^2 и толщиной 0.8 мм. На рис. 13 представлены спектры РОР потоков ионов гелия и водорода для одной из проанализированных монокристаллических пластин SiC в положении ее случайной ориентации относительно направления распространения ионных потоков и в условиях их каналирования вдоль гексагональной оси структуры этого кристалла. Рентгеновские исследования данного образца показали, что для него характерен гексагональный политип 6H с параметрами элементарной ячейки $a=0.308 \text{ нм}$, $c=1.517 \text{ нм}$ [32].

Наличие эффекта осевого каналирования ионов в структуре вдоль ее гексагональной оси является прямым доказательством ее монокристалличности. В то же время параметр χ_{\min} для этого кристалла оказался равным 0.21, что вдвое превышает величину этого параметра, рассчитанного для идеальной структуры. Наличие структурных неидеальностей может быть связано с наличием в объеме кристалла значительного количества примесей. Элементная диагностика этого образца, выполненная методом рентгенофлуоресцентного анализа в условиях полного внешнего отражения [33], показала, что в структуре SiC содержится 0.7 ат.% атомов железа, 0.1 ат.% атомов кальция и 0.1 ат.% атомов меди. На наличие структурных неидеальностей указывает и тот факт, что интенсивность рассеяния ионов водорода в структуре в условиях каналирования возрастает неравномерно. Острые максимумы на спектрах в области энергий, соответствующих рассеянию на ядрах атомов, находящихся на поверхности кристалла, отражают те части ионных потоков, которые не попали в каналы и рассеялись на поверхности. Интересным представляется и появление малого острого максимума в районе 230 канала на спектре каналирования ионов гелия. Этот пик связан с наличием на поверхности адсорбированной пленки толщиной около 2 нм, содержащей атомы кислорода. Аппроксимация спектров, полученных в условиях случайно ориентации, показала неизменность атомной стехиометрии как минимум до глубины 8 мкм.

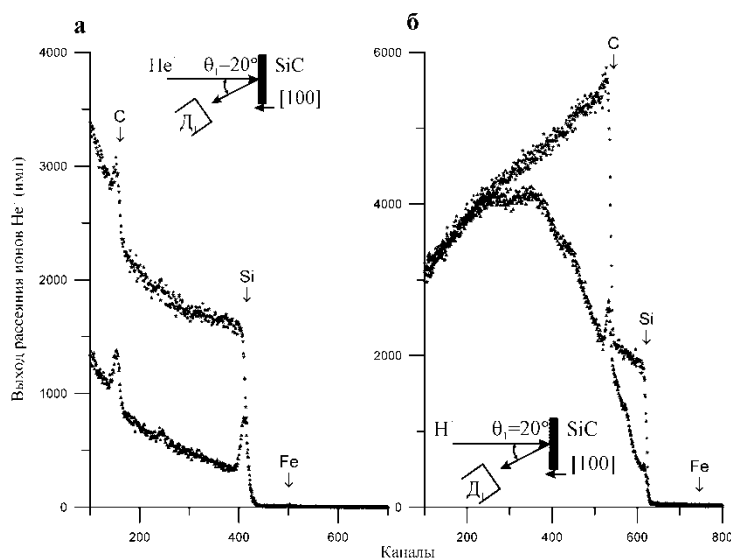


Рис. 13. Спектры РОР, ионов He^+ ($E_0=1.575 \text{ МэВ}$) (а) и H^+ ($E_0=1.526 \text{ МэВ}$) (б) полученные в условиях каналирования (Δ) и случайной ориентации ($*$) монокристалла 6H-SiC, приготовленного методом Лели. Острые пики, наблюдаемые на спектрах каналирования, соответствуют рассеянию на ядрах атомов Si и C, находящихся на поверхности кристалла. Энергетический шаг 1.9 кэВ/канал.

Важным аспектом ионно-пучковой диагностики материалов является возможность количественной работы с мишенями, имеющими в своем составе бериллий. На рис. 14 представлены спектры РОР потоков ионов гелия и водорода на полированной бериллиевой пластине, полученной методом горячего прессования из порошка.

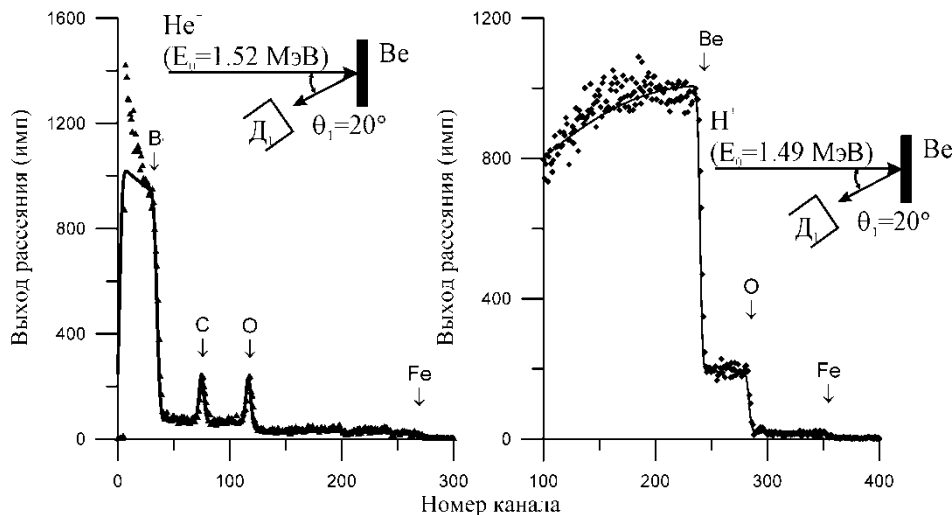


Рис. 14. Экспериментальный и теоретический спектры ROP ионов He^+ и H^+ для чистой полированной бериллиевой подложки. Энергетическая цена канала 4 кэВ/канал.

Спектры демонстрируют наличие в объеме Be мишени 3 ат.% атомов кислорода, 0.08 ат.% атомов железа и 0.001 ат.% атомов вольфрама. На поверхности мишени присутствует адгезионная пленка толщиной 10 нм с составом, близким к составу $\text{C}_1\text{O}_{0.5}\text{H}_{0.5}$, которая на спектре рассеяния ионов водорода не разрешается вследствие более низкого разрешения по глубине. Поскольку рассеяние ионов водорода на ядрах атомов бериллия характеризуется значительным нерезерфордовским вкладом и наличием ядерной реакции ${}^9\text{Be}(p,\alpha){}^6\text{Li}$, эти атомы могут диагностироваться в различных материалах с пределами обнаружения около 100 ppm.

Применение Be полированных пластин в ионно-пучковой диагностике крайне полезно для элементного анализа сухих остатков жидкостей. На рис. 15 показан спектр ROP потока ионов гелия на пробе пантокрин, высушенной на Be подложке. Низкое сечение рассеяния ионного пучка на атомах подложки позволяет достаточно эффективно определять состав подобных проб. Поскольку данная проба характеризуется большим набором элементов, аппроксимационная модель потребовала привлечения спектров, зарегистрированных на обоих детекторах. Элементный состав, указанный на рисунке, не учитывает возможного содержания в пробе атомов водорода.

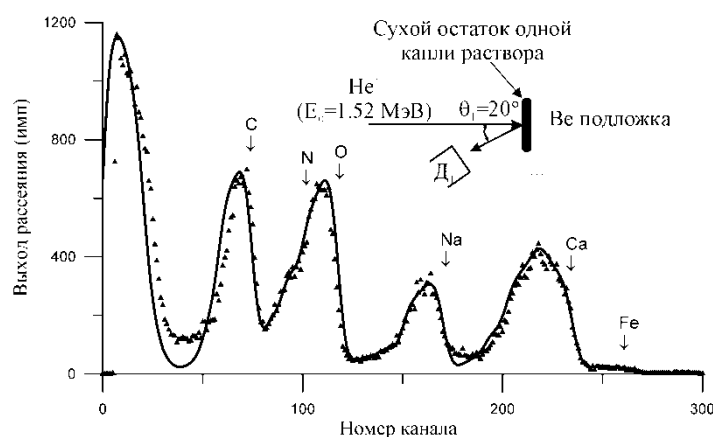


Рис. 15. Экспериментальный и теоретический спектры ROP He^+ для сухого остатка раствора пантокрин на полированной бериллиевой подложке. Энергетическая цена канала 4 кэВ/канал.

Аналогичные измерения были выполнены и для пробы нефти. На рис. 16 показан спектр ROP потока ионов водорода на пробе сырой нефти и зарегистрированный в параллельном режиме спектр ее рентгеновской флуоресценции, возбужденный протонным пучком.

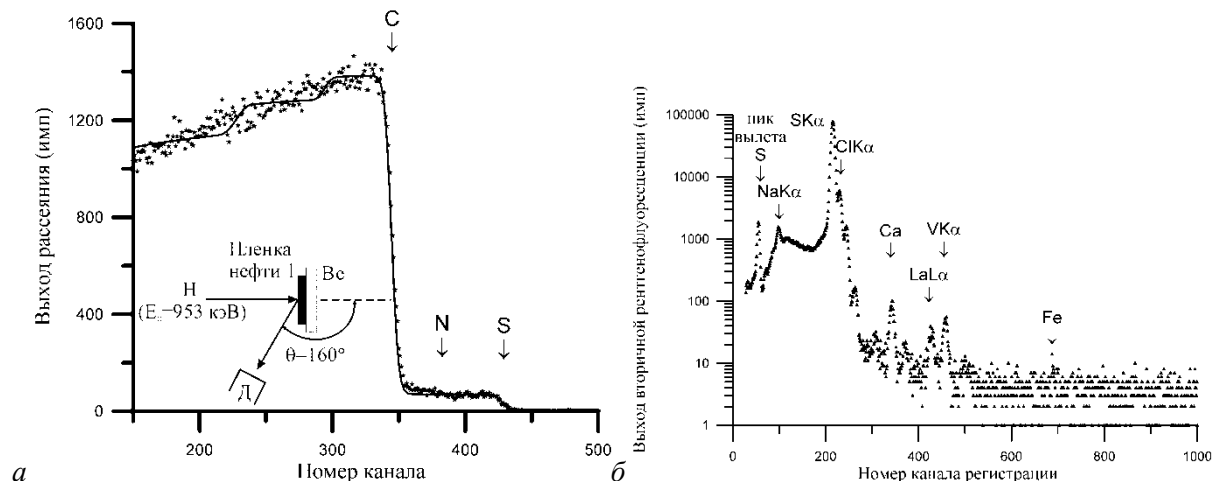


Рис.16. Экспериментальный спектр ROP H^+ ($E_0=0.953$ МэВ) (а) и спектр РФА (б) для пленки нефти, нанесенной на полированную бериллиевую подложку. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал и 10.8 эВ/канал, соответственно.

Спектр ROP показывает, что помимо атомов водорода, основными элементами пробы являются атомы серы и углерода в соотношении 1:20. В то же время спектр рентгеновской флуоресценции этой пробы показывает присутствие в ней ряда примесей на уровне 10-50 ppm. Наличие в пробе атомов Na, Cl, Ca и Fe не вызывает большого интереса. Однако представляется крайне важным факт диагностики в пробе атомов ванадия и лантана, представляющих интерес для металлургической и электронной промышленности. В Российских институтах в настоящее время разработана промышленная технология выделения этих материалов из нефти.

Полезным аспектом применения ионно-пучковых диагностических технологий является возможность анализа содержания в веществах атомов азота. Такие работы необходимы в свете развития светодиодных технологий, а также разработки специальных предохраняющих покрытий. На рис. 17 показан спектр ROP потока ионов водорода на образце нержавеющей стали с азотно-алюминиевым покрытием. Область спектра между 240 и 340 каналами связана с рассеянием на ядрах атомов покрытия. Интенсивная ступень в районе 230 канала определяет положение интерфейса между покрытием и матрицей. Полученный в результате аппроксимации элементный концентрационный профиль по толщине образца приведен на врезке.

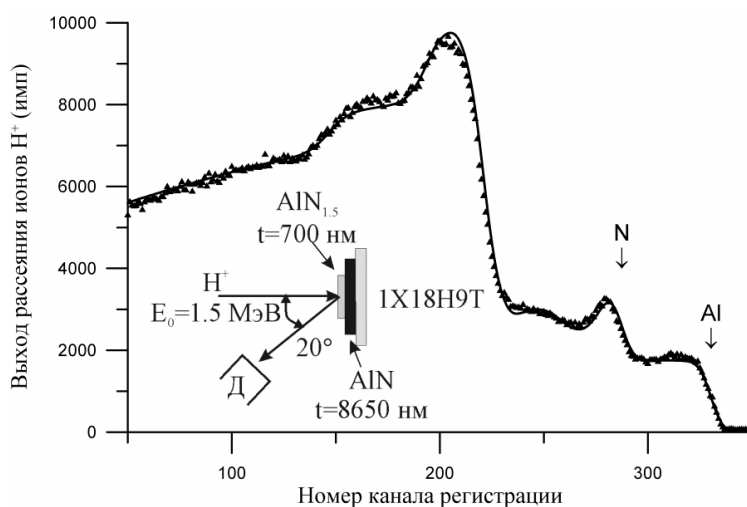


Рис.17. Экспериментальный и теоретический спектры ROP потока ионов H^+ ($E_0=1.5$ МэВ) на мишени нержавеющей стали 1X18H9T с пленочным покрытием AlN с общей толщиной 9350 нм. Геометрия рассеяния приведена на врезке. Стрелками отмечены энергии рассеяния на ядрах атомов N и Al на поверхности покрытия. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Содержание элементов по толщине покрытия оказалось неравномерным. Если в глубине покрытие оставались по составу близким к стехиометрическому, его поверхностный слой оказался существенно более насыщенным азотом. При этом следует отметить, что нерезерфордовский вклад в рассеяние ионов водорода на ядрах азота невелик. Поэтому при необходимости получения сведений о низких содержаниях этого элемента в материалах необходимо подключать исследования с помощью ядерных реакций (см. таблицу 1), которые являются существенно более затратными. РФА при ионном возбуждении при использовании детекторов с бериллиевыми окнами для диагностики азота бесполезно (см. рис. 4), хотя в случае применения сверхтонких полимерных окон ожидается достижение пределов обнаружения близкое к 1 ppb.

Количественная диагностика атомов бора в материалах всегда сопровождается крайними проблемами. Например, в наших исследованиях определения содержания атомов бора в газовых струях, формируемых на выходе электроракетных двигателей, диагностика этого элемента, осуществлялась не только методом РОР, опирающимся в данном случае на большой нерезерфордовский вклад, но и методом ядерных реакций [34]. В то же время большое количество задач по диагностике боросодержащих соединений может быть решено не выходя за рамки возможностей обратного рассеяния потоков ионов водорода и гелия. На рис. 18 представлены спектры РОР потоков ионов водорода и гелия для мишени с предварительным содержанием элементов B_4C . Аппроксимация полученных спектров показала, что состав мишени несколько отличается от заявленного технологами. В данном интервале энергий нерезерфордовский вклад в рассеяние ионов водорода на ядрах атомов бора несколько меньше, чем для атомов углерода. Поэтому в сложных случаях при диагностике бора в материале приходится подключать данные по ядерным реакциям или искать рентгеновские детекторы со сверхтонкими окнами.

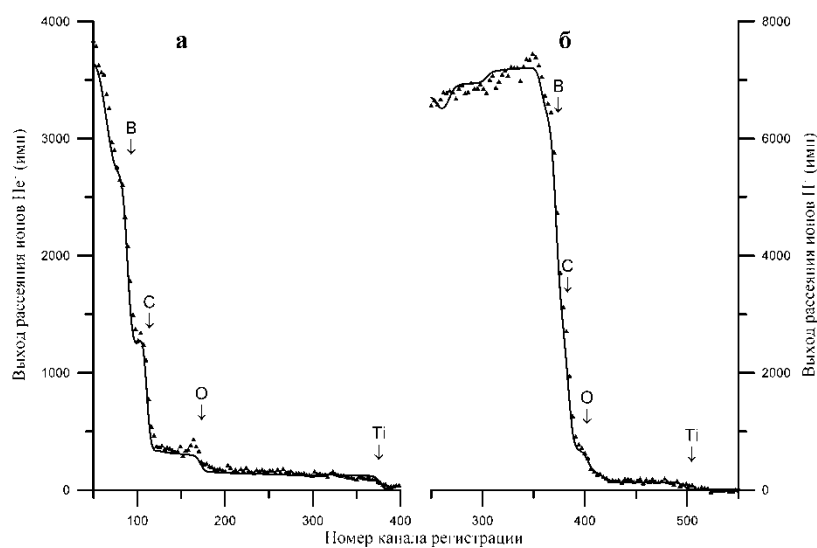


Рис.18. Спектры РОР потоков ионов He^+ ($E_0=1.085$ МэВ) (а) и H^+ ($E_0=1.085$ МэВ) (б) на мишени состава $B_{2.5}C_{0.9}O_{0.08}Ti_{0.01}$. Стрелками указаны энергии, соответствующие ядрам атомов на поверхности мишени. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Проблема диагностики содержания атомов лития в материалах сложна и неоднозначна. Судя по данным, приведенным в таблице 1, для такой диагностики возможности ядерных реакций ограничены. При значительных содержаниях лития в исследуемых веществах, его количество может быть определено на основании РОР измерений. На рис. 19 показан спектр РОР потока ионов водорода на образце пробы природного соединения LiF.

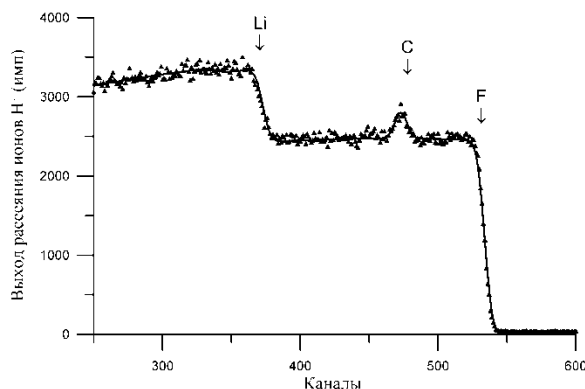


Рис.19. Теоретический и экспериментальные спектры ROP ионов H^+ ($E_0=1.27$ МэВ) на природном образце LiF. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Аппроксимационная обработка спектра показала, что соединение действительно стехиометрично, по крайней мере, на глубину 20 микрон от поверхности. В районе 470 канала наблюдается пик, отражающий наличие на поверхности образца пленки углерода толщиной 12 нанометров. Эта пленка возникла в результате воздействия зондирующего ионного пучка на поверхность исследуемой пробы. Нарастание подобной пленки является неизбежным фактором ионно-пучкового анализа материалов, поскольку исследования выполняются в условиях среднего вакуума $(1-3) \cdot 10^{-6}$ торр или $(5-7) \cdot 10^{-3}$ Па. В данном случае, несмотря на значительный нерезерфордский вклад в рассеяние на ядрах атомов Li и F, период измерений оказался достаточно длительным, что и привело к появлению углеродной пленки, в которой, вероятно, содержатся и атомы водорода. Фактически здесь реализуется некоторый аналог формирования углеродо или алмазоподобных пленочных покрытий. Следует заметить, что в условиях, требующих весьма продолжительных измерений в одной точке (каналирование и ядерные реакции), в экспериментальной камере вблизи изучаемого объекта устанавливаются азотно-охлаждаемые экраны.

При обсуждении возможностей ионно-пучкового анализа материалов необходимо констатировать, что для этих методов не является принципиальным вопрос проводимости изучаемых объектов. Даже такие идеальные изоляторы как монокристаллический сапфир не представляют трудностей и проблем при их тестировании. В качестве примера на рис. 20 показаны спектры ROP потока ионов гелия на образце прекрасного диэлектрика – фтористоуглеродного полимера CF₂ (фторопласт-4).

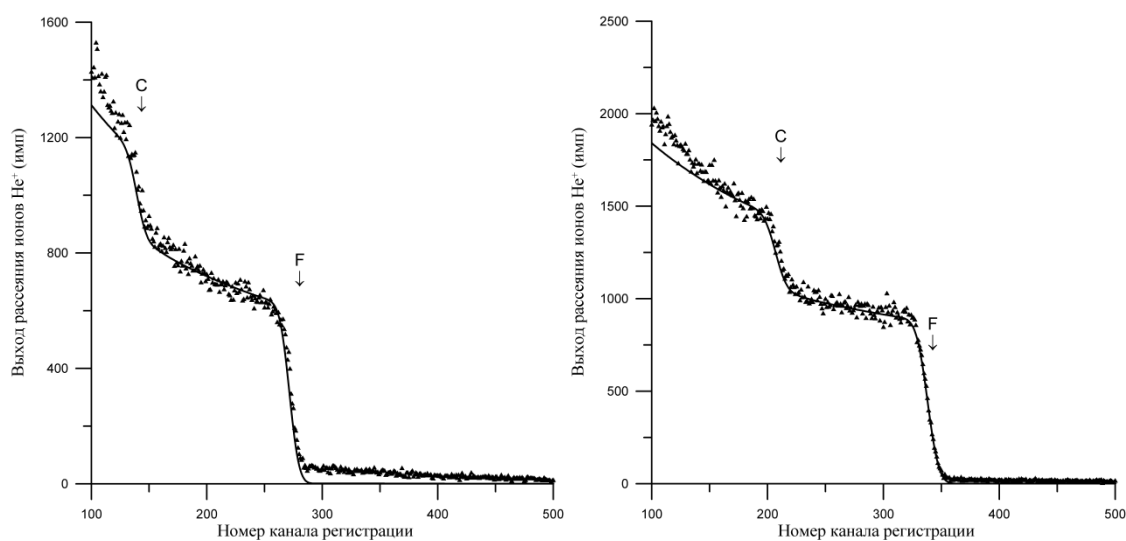


Рис.20. Спектры ROP ионов He^+ ($E_0=1.467$ МэВ) для фтороуглеродистого полимера фторопласт-4. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал.

Спектры, зарегистрированные обоими детекторами, показали удивительный результат. Состав полимера соответствует формуле C_1F_1 . Как известно, РОР измерения с помощью потоков ионной гелия не требует введения нерезерфордовских поправок для всех элементов до энергий 3 МэВ. Следовательно, полученные результаты являются абсолютными аналитическими данными для конденсированного состояния цепочных полимеров. Длительные измерения фторопластовых проб показали, что наблюдается постепенное улетучивание атомов фтора с поверхности образца. Для нейтрализации этой проблемы, полученные спектры регистрировались со смещением тестирующего зонда по поверхности в течение измерений.

Ионно-пучковая диагностика имеет большие перспективы и в проведении элементного анализа природных объектов, содержащих комплект легких элементов. В качестве примера подобной диагностики на рис. 21 представлен РОР и спектр рентгеновской флуоресценции, полученные в результате воздействия на образец $Na_3Zr_2Si_2PO_{12}C_2$ потока ионов водорода с энергией 1.18 МэВ. Спектр РОР представляет собой многоступенчатую структуру, аппроксимация которого проводилась с учетом данных, зарегистрированных рентгеновским детектором. В результате проведенной аппроксимации была подтверждена формула этого соединения, которая была первоначально получена в результате применения химических методов анализа. Следует обратить внимание на колоссальную интенсивность линий характеристической флуоресценции элементов, входящих в состав пробы. При этом необходимо отметить, что для получения спектра РОР в качестве, приемлемом для аппроксимации, время измерений составило 90 минут, в то время как показанный на рисунке спектр рентгеновской флуоресценции был зарегистрирован в течение 15 минут.

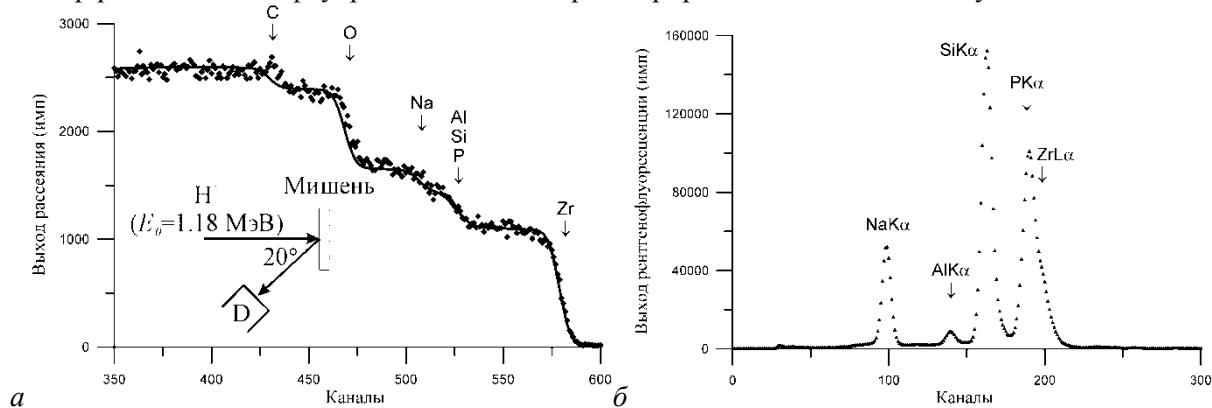


Рис.21. Спектры РОР (а) и РФА (б) ионов H^+ ($E_0=1,18$ МэВ), полученные для образца $Na_3Zr_2Si_2PO_{12}C_2$. Энергетическая цена канала 1.9 кэВ/канал и 10.8 эВ/канал, соответственно.

Заключение

В работе была предпринята попытка обсуждения экспериментальных и аналитических возможностей комплекса методов ионно-пучковой диагностики материалов содержащих или состоящих из легких элементов. Акцентирование внимания было сделано на базовый метод ионно-пучковой спектрометрии – резерфордовского и нерезерфордовского обратного рассеяния ионов. В качестве вспомогательных методов рассмотрен рентгенофлуоресцентный анализ при ионном возбуждении и комплект мгновенных ядерных реакций. Работа содержит прямые экспериментальные данные на весь набор легких элементов. Поскольку ионно-пучковые методы анализа материалов почти не представлены в России, представляется полезным обратить внимание российских исследователей на возможности и особенности экспериментального применения этих методов, тем более, что в ряде случаев оказывается невозможным проведение количественных измерений другими способами.

Благодарности

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проекты №15-08-02618-а и №16-07-00665).

Литература

1. V. Schmidt, K. Wetzig. Ion beams in material processing and analysis. Springer: Wien. 2013. 418 p.
2. Н.Н. Петров, И.А. Аброян. Диагностика поверхности с помощью ионных пучков. изд. Лен. университета: Ленинград. 1977. 160 стр.
3. В.М. Коляда, А.Н. Зайченко, Р.В. Дмитренко. Рентгеноспектральный анализ с ионным возбуждением. Атомиздат: М. 1978. 247 стр.
4. И.П. Чернов, В.Н. Шадрин. Анализ содержания водорода и гелия методом ядер отдачи. Энергоатомиздат: М. 1988. 139 стр.
5. Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, И.С. Ташлыков. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Изд. Университетское: Минск. 1987. 256 стр.
6. Э.Т. Шипатов. Обратное рассеяние быстрых ионов. Теория, эксперимент, практика. Изд. Ростовского Университета: Ростов-на-Дону. 1988. 155 стр.
7. Э.Т. Шипатов. Каналирование ионов. Изд. Ростовского Университета: Ростов-на-Дону. 1986. 140 стр.
8. Дж. Мейер, Л. Эрикссон, Дж. Дэвис. Ионное легирование полупроводников. Мир: М. 1973. 296 стр.
9. Л. Фелдман, Д. Майер. Основы анализа поверхности и тонких пленок. Мир: М. 1989. 342 стр.
10. W.K. Chu, J.M. Mayer, M.A. Nicoles. Backscattering spectrometry. Academic Press: New York. 1978. 384 p.
11. J.R. Bird, J.S. Williams. Ion beams for material analysis. Academic Press: Sidney. 1989. 719 p.
12. E. Kotai. Computer methods for analysis and simulation of RBS and ERDA spectra // NIM, 1994. B85. P. 588.
13. V.K. Egorov, E.V. Egorov, M.S. Afanas'ev. TXRF s[ectromeyrt at ion beam excitation // IOP Conf. Series, Journal of Physics, Conf. Series 808, 2017. P. 1. (<http://iopscience.iop.org/1742-6596/808/1/012002>)
14. S.A.E. Johanson, J.L. Campbell. PIXE: a novel technique for elemental analysis. Wiley: Chichester. 1988.
15. J. Tirira, Y. Serruyys, P. Trocellier. Forward recoil spectrometry, application to hydrogen determination in solids. Plenum: New York. 1996. 440 p.
16. Электростатические ускорители заряженных частиц / под ред. А.К. Вальтера. Госатомиздат: М. 1963. 302 стр.
17. А.Б. Кравченко, В.Е. Сторижно, А.А. Дрозденко и др. Канал ядер отдачи для исследования содержания водорода в материалах // Наука и инновация. т6(5). 2010. С. 32.
18. L.C. Feldman, J.W. Mayer, S.T. Picraux. Material analysis by ion channeling. Academic Press: New York. 1982. 300 p.
19. High energy ion beam analysis of solids / Eds. by G. Gotz, K. Gartner. Academic-Verlag: Berlin. 1988. 376 p.
20. E. Rauhala. Proton elastic scattering cross-sections of carbon, nitrogen and silicon for backscattering analysis in the energy range 0.7-2.5 MeV // Nucl. Inst.&Meth., 1986, B12. P. 447.
21. M. Mayer. SIHNRA: simulation of RBS, ERD and NRA spectra. 1996. <http://www.rag.mgp.de>
22. T.A. Cahill. Proton microprobes and particle induced X-ray analytical system // Annu. Rev. Nucl. Part. Sci., 1980, v30 P. 211.
23. X-123 SDD, Complete X-ray spectrometer with silicon drift detector (SSD), User Guide and operating instructions. Amptec Inc. Publ.: Bedford. 2013. 43 p. www.amptek.com
24. Н.А. Азаренков, В.Т. Кириченко, В.В. Левенец, И.М. Неклюдов. Ядерно-физические методы в материаловедении. изд. Харьковского национального университета: Харьков. 2013. 54 стр.
25. Ion beam handbook for material analysis / Ed. by J.W. Mayer, E. Rimini. vol. 2, Selected low energy nuclear reaction data. Academic press: New York. 1977. P. 109.
26. H.R. Verna. Atomic and nuclear analytical methods: XRF, Mossbauer, XRS, NAA and ion beam spectroscopic techniques. Springer: Berlin. 2007. 375 p.
27. В.К. Егоров, Е.В. Егоров. Ионпучковые методы неразрушающего количественного контроля наноструктур // Сб. научных трудов 10 Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России». Изд. ОАО Техномаш: М. 2004. С. 82.

28. Л.П.Батвинов, А.Д.Вергунов, Л.С.Шлазунов, А.Ц.Зац и др. Малогабаритный электростатический ускоритель на 2 МэВ горизонтального типа // ИР ТЭФ, 1985, вып. 1(22). С. 27.
29. R.L. Doolittle. Algorithm for the rapid simulation of Rutherford backscattering spectra // NIM, 1985. B9. P. 344.
30. Г.Б. Бокий, Г.Н. Безруков, Ю.А. Ключев и др. Природные и синтетические алмазы. Наука: М. 1986. 224 стр.
31. J.A. Lely. Darstellung von einkristallen von silicium cardib und beherrschung von art und menge der eingebauten verunreinigungen // Ber. Dtsch. Keram. Ges., 1955. v32. P. 226.
32. A.A. Lebedev. Heterojunctions and superlattices based on silicon carbide (topical review) // Semicond. Sci. Technol., 2006. v21. P. R17.
33. R. Klockenkamper, A. von Bohlen. Total X-ray fluorescence analysis and related methods. Wiley: New York. 2015. 533 p.
34. V.M. Arbatskii, A.B. Nadiradze, A.A. Chirov, V.V. Shaposhnikov, E.V. Egorov. The study of the angular distribution of doped elemental composition in a jet of an electron rocket engine by ion beam methods // Surface Investigation, 2001, v16. P. 875.

Состав пара над карбидами, нитридами и оксидами химических элементов в вакууме (обзор)

*Е.К. Казенас, Ю.В. Цветков, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова,
Н.А. Андреева, *М.Н. Есаулов*

*Москва, ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова»
РАН (ИМЕТ РАН), 119334, Ленинский пр-т, д. 49, e-mail: kazenas@imet.ac.ru
*Москва, ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет»
(МИФИ), 115409, Каширское шоссе, 31, e-mail: mesaulov@mail.ru*

Приведены данные по составу паров практически всех карбидов, нитридов и оксидов химических элементов периодической системы Д.И. Менделеева.

Vapor composition over carbides, nitrides and oxides of chemical elements in vacuum (review). E.K.Kazenas, Yu.V.Tsvetkov, G.K.Astakhova, V.A.Volchenkova, N.A.Andreeva, M.N.Esaulov. The data on vapor composition practically of all carbides, nitrides and oxides of chemical elements of the Mendeleev periodical table are given.

Наличие надежных данных по термодинамике испарения химических соединений, входящих в состав перерабатываемого сырья или исходного для синтеза материалов с требуемыми свойствами, в том числе наноструктурных, является необходимым для разработки физико-химических основ пирометаллургических процессов. В том числе процессов при воздействии высококонцентрированных источников энергии на вещество, особенно процессов плазмохимии и плазменной металлургии [1, 2, 3] для которых, как установлено [4], испарение является определяющим фактором для результатов технологического процесса.

Приведенный нами термодинамический анализ процессов испарения карбидов, нитридов и оксидов показал, что все элементы таблицы Менделеева образуют химические соединения с углеродом, азотом и кислородом как в конденсированном, так и в паровом (газовом) состоянии [5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12] (см. таблицы 1-17).

Над карбидами и нитридами щелочных металлов при испарении не обнаружено химических соединений в газообразном состоянии, т.е. происходит их полная диссоциация и в паре присутствуют только атомы металлов, а для нитридов и атомы азота. При испарении с помощью лазера смеси графита с щелочными металлами образуют в паре ионы MeC_{60}^+ .

Оксиды щелочных металлов при испарении преимущественно диссоциируют с образованием в паре молекул кислорода и атомов металлов; содержание кислородных

соединений металла в паре, за исключением оксида лития, незначительно (таблица 1).

Таблица 1.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
Li, LiC ₆₀ ⁺ 3	Li, N ₂ 3	Li, O ₂ , Li ₂ O, LiO, Li ₂ O ₂ , Li ₃ O 3
Na, NaC ₆₀ ⁺ 11	Na, N ₂ 11	Na, O ₂ , Na ₂ O, NaO, Na ₂ O ₂ 11
K, KC ₆₀ ⁺ , KC ₄₆ ⁺ , KC ₄₈ ⁺ , KC ₅₀ ⁺ , KC ₅₂ ⁺ 19	K, N ₂ 19	K, O ₂ , K ₂ O, KO, K ₂ O ₂ 19
Rb, RbC ₆₀ ⁺ 37	Rb, N ₂ 37	Rb, O ₂ , Rb ₂ O, RbO, Rb ₂ O ₂ 37
Cs, CsC ₄₈ ⁺ , CsC ₅₀ ⁺ , CsC ₅₂ ⁺ , CsC ₅₄ ⁺ , CsC ₆₀ ⁺ 55	Cs, N ₂ 55	Cs, O ₂ , Cs ₂ O, CsO, Cs ₂ O ₂ 55
Fr 87	Fr 87	Fr 87

Карбиды и нитриды щелочноземельных металлов при нагревании в вакууме диссоциируют и образуют в паре только атомы соответствующих металлов, а для нитридов и атомы азота. Из газообразных молекул карбидов над системой BeC найдена молекула BeC_{2(r)}. Над системами Mg-C, Ca-C, Ba-C найдены в паре молекулы и ионы MgC_{60(r)}, CaC_{60(r)}, CaC_{70(r)}, CaC_{62(r)}, CaC_{84(r)}, Ba₂C₂⁺ (табл. 2).

Из оксидов щелочноземельных металлов особенно устойчивы молекулы BaO_(r), которые испаряются без разложения при относительно низких температурах, несмотря на высокую температуру кипения BaO_(r). Другие монооксиды - MgO_(r), CaO_(r), SrO_(r) - переходят в парообразное состояние с измеряемым давлением пара лишь при очень высоких температурах с одновременно идущей диссоциацией на нейтральные атомы (таблица 2).

Таблица 2.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
Be, BeC ₂ 4	Be, N ₂ 4	Be, O, Be ₆ O ₆ , Be ₃ O ₃ , BeO, Be ₄ O ₄ , O ₂ , Be ₂ O ₂ , Be ₅ O ₅ 4
Mg, MgC ₆₀ 12	Mg, N ₂ 12	Mg, O ₂ , MgO, O 12
Ca, CaC ₆₀ , CaC ₇₀ , CaC ₈₂ , CaC ₈₄ 20	Ca, N ₂ 20	Ca, O ₂ , CaO, O 20
Sr 38	Sr, N ₂ 38	Sr, O ₂ , SrO, O 38
Ba, Ba ₂ C ₂ ⁺ , Ba ₂ ⁺ 56	Ba, N ₂ 56	BaO, Ba ₂ O, Ba, Ba ₂ O ₂ , Ba ₂ O ₃ 56
Ra 88	Ra 88	Ra 88

Карбиды элементов III подгруппы (B, Al, Ga) испаряются с образованием в паре газообразных карбидов Me, MeC, Me₂, Me₂C₂, Me₂C, MeC₂. Информация по испарению карбидов индия и таллия отсутствует (табл. 3).

Нитриды элементов III подгруппы (B, Al, Ga, In, Tl) в основном диссоциируют на N₂ и Me. Над системами Al-N и Ga-N найдены газообразные нитриды AlN_(r), Al₂N_(r), Al₂N_{2(r)}, GaN_(r) и Ga₂N_{2(r)} (табл. 3).

Оксид B₂O_{3(ж)} испаряется без разложения, образуя в паре только молекулы B₂O_{3(r)}. Оксид Al₂O_{3(т,ж)} при нагревании выше 2000 К в основном диссоциирует на Al_(r) и O_(r), суммарное процентное содержание которых составляет около 92%. Оксидных молекул алюминия в паре над Al₂O₃ содержится около 8% в виде AlO_(r), Al₂O_(r) и Al₂O_{3(r)}. Последних

очень мало, около 0,01%. Оксиды Ga₂O_{3(r)}, In₂O_{3(r)} и Tl₂O_{3(r)} при нагревании диссоциирует на Me₂O_(r) и O_{2(r)} (таблица 3).

Таблица 3.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
B, BC, B ₂ C, BC ₂	5	B, N ₂	5	B ₂ O ₃ , B ₂ O ₂	5
Al, Al ₂ C ₂ , Al ₂ , AlC, Al ₂ C, AlC ₂	13	Al, Al ₂ N ₂ , Al ₂ , AlN, Al ₂ N, N ₂	13	Al, O, AlO, Al ₂ O, O ₂ , Al ₂ O ₂ , Al ₂ O ₃	13
Ga, Ga ₂ , Ga ₂ C ₂	31	Ga, N ₂ , Ga ₂ N ₂ , GaN	31	Ga ₂ O, O ₂ , GaO, Ga, Ga ₂ O ₂	31
In	49	In, N ₂	49	In ₂ O, O ₂ , InO, In, In ₂ O ₂	49
Tl	81	Tl, N ₂	81	O ₂ , Tl, Tl ₂ O,	81

В подгруппе IV сам углерод образует в паре C_{n(r)} (где n=1-7), C_{60(r)}, C_{70(r)}, C_{76(r)}, C_{84(r)}, а над системой Si-C в паре найдены SiC, SiC₂, Si₂C, Si₂C₂, Si₂C₃, Si₃C. Однако с германием углерод образует только газообразные соединения GeC, GeC₂, Ge₂C, Ge₂C₂, Ge₃C. Для олова с углеродом кристаллических соединений не найдено, но по оценкам в паре найдена молекула SnC_(r). Для свинца с углеродом в твердом состоянии указывается на существование карбида PbC₂, но газообразных соединений в этой системе не установлено (табл. 4).

В подгруппе IV азот с углеродом образует в паре C₂N₂, C₂N, C₃N, CN, N₂. Пар над системой азот-кремний состоит в основном из Si, Si₂, Si₃, Si₄, N₂ и в малых количествах Si₂N. Нитриды германия, олова и свинца диссоциируют на Me_(r) и N_{2(r)} (таблица 4).

Для кислородных соединений данной подгруппы типично образование полимеров Me_nO_n, где n = 1-6 при испарении MeO_(r) или смеси MeO_{2(r)} + Me_(r), но не типично при испарении оксидов типа MeO_{2(r)}. Испарение последних преимущественно протекает по схеме MeO_{2(r)} = MeO_(r) + 0,5 O_{2(r)} (при испарении PbO₂), или схеме MeO_{2(r)} = Me_{2(r)} + 0,5 O_{2(r)} (при испарении SiO₂, Ge₂O, SnO₂) и в меньшей степени по схеме: MeO_{2(r)} = MeO_{2(r)} (табл. 4).

Таблица 4.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
C _n (n=1-7), C ₆₀ , C ₇₀ , C ₇₆ , C ₈₄	6	N ₂ , C ₂ N ₂ , CN, C ₂ N, C ₃ N	6	CO, CO ₂ , O ₂ , O	6
SiC, SiC ₂ , Si ₂ C, Si ₂ C ₂ , Si ₂ C ₃ , Si ₃ C, Si	14	Si, Si ₂ N, N ₂ , Si ₂ , Si ₃ , Si ₄	14	SiO, SiO ₂ , O ₂ , O, Si ₂ O ₂	14
Ge, Ge ₂ , GeC, GeC ₂ , Ge ₂ C, Ge ₃ C, Ge ₂ C ₂	32	Ge, N ₂	32	GeO, O ₂ , Ge ₂ O ₂ , Ge ₃ O ₃	32
Sn, SnC	50	Sn, N ₂	50	SnO, O ₂ , Sn ₂ O ₂ , Sn ₃ O ₃ , Sn ₄ O ₄	50
Pb	82	Pb, N ₂	82	Pb ₄ O ₄ , Pb ₃ O ₃ , PbO, Pb ₂ O ₂ , Pb, Pb ₅ O ₅ , Pb ₆ O ₆ , O ₂	82

Углерод с элементами V подгруппы образует:

1) В системе N-C в газообразном состоянии существуют: CN, NCN, CNN, CNC, CCN, C₂N₂, C₃N, C₄N, C₅N, C₄N₂, C_nN. 2) В системе P-C в газообразном состоянии найдены молекулы: CP, C₂P, CP₂, C₂P₂, C_nP. 3) В системе As-C сообщается о существовании конденсированных карбидов AsC_{2(r)}, AsC_{3(r)}. Из газообразных соединений найдены ионы кластеров AsC_n⁻. 4) В системе Sb-C из газообразных соединений найдены ионы кластеров SbC_n⁻, Sb₄C₃⁺, Sb₅C₃⁺. 5) В системе Bi-C из газообразных соединений найдены ионы кластеров BiC_n⁻, Bi_nC_{2n}⁺ (где n=3-11) (таблица 5).

Азот с элементами V подгруппы образует в паре:
1) N₂, P₂, PN. 2) N₂, As, AsN. 3) N₂, Sb, SbN. 4) Bi - N (не изучено) (табл. 5). Оксиды фосфора, мышьяка и сурьмы испаряются в основном в виде димерных молекул, без диссоциации с образованием в паре молекул P₄O₁₀, As₄O₆, соответственно. Оксид висмута в основном диссоциирует на Bi_(г) и O_{2(г)}, а также образует сложный масс-спектр типа Bi_nO_m, содержание висмута в котором колеблется от n = 1 до 4, а кислорода от m = 1 до 6. Однако общее процентное содержание в паре этих молекул не превышает 18% по сравнению с количеством молекул кислорода и атомарного висмута (таблица 5).

Таблица 5.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
7 CN, CN ₂ , C ₂ N, C ₂ N ₂ , C ₃ N, C ₄ N, C ₅ N, C ₄ N ₂ , C _n N ⁻	7 N ₂	7 NO ₂ , N ₂ O ₄ , N ₃ O ₆ , N ₄ O ₈
15 CP, C ₂ P, CP ₂ , C ₂ P ₂ , C _n P ⁻	15 N ₂ , PN, P ₂	15 P ₄ O ₁₀
33 As, AsC _n ⁻	33 As, AsN, N ₂	33 As ₄ O ₆ , O ₂
51 Sb, SbC _n ⁻ , Sb ₄ C ₃ ⁺ , Sb ₃ C ₃ ⁺	51 Sb, N ₂ , SbN	51 SbO, Sb ₂ O ₂ , Sb ₃ O ₃ , Sb ₄ O ₄ , Sb ₄ O ₆ , Sb ₂ O ₄ , Sb ₂ O ₅ , Sb ₂ O ₆ , Sb ₂ O ₃
83 BiC _n ⁻ , Bi _n C _{2n} (n=3-11)	83 Bi, N ₂	83 Bi ₄ O ₆ , Bi ₂ , Bi ₄ O ₄ , Bi ₃ O ₃ , Bi ₂ O ₃ , Bi ₂ O ₂ , BiO, Bi ₃ O ₂ , Bi ₃ O ₄ , Bi ₄ O ₅

Углерод с элементами VI подгруппы в газообразном состоянии образует:
1) В системе углерод-кислород установлено существование CO, CO₂, C₂O, C₃O₂, C₆₀O. 2) В системе углерод-сера два газообразных карбида CS, CS₂. 3) В системе селен-углерод в газообразном состоянии известны SeC, Se₂C. 4) В системах Te-C и Po-C ни в конденсированном, ни в газообразном состоянии соединений с углеродом не найдено (табл. 6).

С элементами VI подгруппы азот в паре образует:

1) с кислородом NO₂, N₂O, N₃O₂, N₂O₄, N₂O₅; 2) с серой SN; 3) с Se, Tl и Po азот не образует газообразных нитридов (таблица 6).

Оксиды SO₂, SO₃ и SeO₃ испаряются без диссоциации; их пар состоит полностью из молекул SO_{2(г)}, SO_{3(г)} и SeO_{3(г)}, соответственно. Диоксид селена испаряется на 99,9% в виде SeO_{2(г)}, и в небольших количествах (не более 0,1 - 0,3%) в виде димера Se₂O_{4(г)}. Диоксид теллура имеет более сложную картину перехода в парогазовую фазу. Наряду с испарением в виде мономера (TeO_{2(г)} - до 86%) идет процесс диссоциации на Te_{2(г)}, O_{2(г)}, TeO_(г) (до 10%), а также процесс полимеризации молекул в виде Te₂O_{4(г)} и Te₂O_{2(г)} (до 2%) (таблица 6).

Таблица 6.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
8 CO, CO ₂ , C ₂ O, C ₃ O ₂ , C ₆₀ O	8 NO ₂ , N ₂ O, N ₂ O ₃ , N ₂ O ₄ , N ₂ O ₅	8 O, O ₂ , O ₃
16 CS, CS ₂	16 SN	16 SO ₂ , SO ₃
34 SeC, Se ₂ C	34 Se, N ₂	34 Se ₂ O ₄ , SeO ₃ , SeO ₂
52 Te	52 Te	52 TeO ₂ , TeO, Te ₂ O ₂ , Te ₂ O ₄ , Te ₂ , O ₂
84 Po	84 Po	84 PoO ₂

Соединения углерода с водородом, а также углерода с элементами VII подгруппы в газообразном состоянии включают:

1) Углерод с водородом образует газы HC_n (где $n=1-4$); C_2H_n (где $n=1-6$). 2) В системе углерод-фтор в газообразном состоянии образуются CF_n (где $n=1-4$), C_2F_n (где $n=1-6$), а также C_6F_{14} , $C_{60}F_n$ (где $n=18, 36, 48$). 3) В системе углерод-хлор в газообразном состоянии найдены CCl_n (где $n=1-4$), C_2Cl_n (где $n=1-6$). 4) В системе углерод-бром в газообразном состоянии найдены CBr_n (где $n = 1-4$). 5) В системе углерод-йод в газообразном состоянии найдены CI_n (где $n=1-4$) (таблица 7).

Соединения азота с водородом, а также азота с элементами VII подгруппы в газообразном состоянии включают:

1) водород с азотом образует ряд газообразных химических соединений: NH , NH_2 , NH_3 , N_2H_2 , N_2H_4 , HN_3 ; 2) в системе азот-фтор в газообразном состоянии образуются NF_n (где $n=1-3$), N_2F_2 ; 3) в системе азот-хлор в газообразном состоянии найдены NCl_n (где $n=1-3$); 4) в системе азот-бром в газообразном состоянии найдены NBr ; 5) в системе азот-йод в газообразном состоянии найдены NI (таблица 7).

Таблица 7.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
H, CH_n ($n=1-4$), C_2H_n ($n=1-6$), $C_{60}H^+$, $C_{60}C_3H_7^+$, $C_{60}C_4H_9^+$	1	H, NH_n ($n=1-3$), N_2H_n ($n=1-3$)	1	H, H_2O	1
CF_n ($n=1-4$), C_2F_n ($n=1-6$), C_6F_{14} , $C_{60}F_n$ ($n=18, 36, 48, \dots$)	9	NF_n ($n=1-3$)	9	F	9
CCl_n ($n=1-4$), C_2Cl_n ($n=1-6$)	17	NCl_n ($n=1-3$)	17	Cl	17
CBr_n ($n=1-4$)	35	NBr	35	Br	35
CI_n ($n=1-4$)	53	NI	53	I	53
At	85	At	85	At	85

Элементы VIII подгруппы с фуллеренами в газообразном состоянии образуют ионы:

1) С гелием $C_{60}He^+$, $C_{70}He^+$, $C_{80}He^+$, $C_{60}He$, $C_{60}He^{2+}$, $C_{58}He^+$, $C_{56}He^+$, $C_{54}He^+$, $C_{68}He^+$. 2) С неоном $C_{60}Ne^+$, $C_{70}Ne^+$, $C_{60}Ne^{2+}$, $C_{44}Ne^+$, $C_{46}Ne^+$. 3) С аргоном $C_{60}Ar^+$, $C_{55}Ar^+$, $C_{53}Ar^{2+}$, $C_{51}Ar^+$, $C_{49}Ar^+$. 4) Нам не известны работы по получению и исследованию соединений криптона, ксенона и радона с углеродом (таблица 8).

Таблица 8.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
He, $C_{60}He^+$, $C_{70}He^+$, $C_{84}He^+$, $C_{60}He_3^+$, $C_{58}He^+$, $C_{86}He^+$, $C_{54}He^+$, $C_{68}He^+$	2	He	2	He	2
Ne, $C_{60}Ne^+$, $C_{70}Ne^+$, $C_{60}Ne^{2+}$, $C_{44}Ne^+$, $C_{46}Ne^+$	10	Ne	10	Ne	10
Ar, $C_{60}Ar^+$, $C_{55}Ar^+$, $C_{53}Ar^{2+}$, $C_{51}Ar^+$, $C_{49}Ar^+$	18	Ar	18	Ar	18
Kr	36	Kr	36	Kr	36
Xe	54	Xe	54	Xe	54
Rn	86	Rn	86	Rn	86

Нам не известны работы по исследованию термодинамики испарения в карбидных системах Ag-C, Zn-C, Cd-C, Hg-C и нитридных системах Ag-N, Au-N, Zn-N, Cd-N, Hg-N.

Только над системой Au-C найдена газообразная молекула карбида золота $AuC_{(r)}$, а над системами Cu-C, Au-C кластерные ионы CuC^+ , CuC_2^+ , CuC_3^+ , CuC_{10}^+ , $AuC_n^-(n<12)$, $Au_2C_n^-(n=3-7)$, $Au_3C_n^-(n=2, 4)$, а над системой Cu-N найдены Cu, CuN^- , CuN_2^- , CuN_3^- , CuN_{10}^- (таблица 9).

Оксиды Cu, Ag, Zn и Cd практически полностью диссоциируют. Только над оксидами $ZnO_{(r)}$ и $CdO_{(ж)}$ в паре найдены кислородосодержащие молекулы оксидов $ZnO_{(r)}$ и $CdO_{(r)}$, содержание которых не превышает 0,05 и 0,004%, соответственно. Что же касается присутствия в паре газообразных молекул $CuO_{(r)}$ над $CuO_{(r)}$, то зафиксировать их не удалось; по нашей оценке при 1100 К над $CuO_{(r)}$ присутствует не больше 10^{-10} % молекул $CuO_{(r)}$ (таблица 9).

Таблица 9.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
29 Cu, CuC^- , CuC_2^- , CuC_3^- , CuC_{10}^-	30 Zn	29 Cu, CuN^- , CuN_2^- , CuN_3^- , CuN_{10}^-	30 Zn	29 O ₂ , Cu	30 Zn, O ₂ , ZnO
47 Ag	48 Cd	47 Ag	48 Cd	47 O ₂ , Ag	48 Cd, O ₂ , CdO
79 Au, AuC, AuC_n , Au_2C_n , $Au_3C_n^-$	80 Hg	79 Au	80 Hg	79 Au	80 O ₂ , Hg

В системах Me-C карбиды элементов IV подгруппы испаряются:

1) Над системой Ti-C в виде газообразных атомов, молекул и кластеров $Ti_{(r)}$, $TiC_{n(r)}$ (n=1-6), $Ti_2C_{4(r)}$, $Ti_8C_{12(r)}$, $Ti_{14}C_{13(r)}$. 2) Над системой Zr-C в виде газообразных молекул и атомов $Zr_{(r)}$, $ZrC_{(r)}$, $ZrC_{2(r)}$, $ZrC_{4(r)}$ и ионов кластеров $Zr_8C_{12}^+_{(r)}$. 3) Над системой Hf-C в виде газообразных атомов и молекул $Hf_{(r)}$, $HfC_{(r)}$, $HfC_{2(r)}$, $HfC_{4(r)}$ и ионов кластеров $Hf_8C_{12}^+_{(r)}$ (таблица 10).

В системах Me-N нитриды элементов IV подгруппы испаряются:

1) над системой Ti-N в виде газообразных атомов, молекул Ti, N₂, TiN; 2) над системой Zr-N в виде газообразных молекул и атомов N_{2(r)}, Zr_(r), ZrN_(r); 3) над системой Hf-N в виде газообразных атомов и молекул N_{2(r)}, Hf_(r), HfN_(r) (таблица 10).

Диоксиды титана, циркония и гафния испаряются в виде $MeO_{2(r)}$, $MeO_{(r)}$ и $O_{(r)}$. Состав пара от титана к гафнию обогащается монооксидом и, соответственно, в этом же направлении обедняется диоксидом (таблица 10).

Таблица 10.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
22 Ti, TiC_n (n=1-6), Ti_2C_4 , Ti_8C_{12} , $Ti_{14}C_{13}$	22 Ti, N ₂ , TiN	22 TiO, TiO ₂ , Ti, O
40 Zr, ZrC, ZrC ₂ , ZrC ₄ , Zr ₈ C ₁₂	40 Zr, N ₂ , ZrN	40 ZrO, ZrO ₂
72 Hf, HfC, HfC ₂ , HfC ₄ , Hf ₈ C ₁₂	72 Hf, N ₂ , HfN	72 HfO, HfO ₂

В системах Me-C карбиды элементов V подгруппы испаряются в виде:

1) Над системой V-C: V_(r), $VC_{(r)}$, $VC_{2(r)}$, $VC_{4(r)}$, $V_8C_{12}^+_{(r)}$. 2) Над системой Nb-C: Nb_(r), $NbC_{(r)}$, $NbC_{2(r)}$, $NbC_n^+_{(r)}$ (n=15-50). 3) Над системой Ta-C: Ta_(r), $TaC_{(r)}$, $TaC_{2(r)}$, $Ta_xC_y^+_{(r)}$ (x=1-11; y=1-26) (таблица 11).

В системах Me-N нитриды элементов V подгруппы испаряются в виде:

1) над системой V-N: N_{2(r)}, V_(r), VN_(r); 2) Над системой Nb-N: N_{2(r)}, Nb_(r), NbN_(r); 3) над системой Ta-N: N_{2(r)}, Ta_(r), TaN_(r) (таблица 11).

Пентаоксид ванадия испаряется по сложному механизму: наряду с диссоциацией $V_2O_{5(r)}$ на кислород, низший оксид, в паре присутствуют сложные оксиды ванадия. Пар над низшими

оксидами ванадия и оксидами ниобия и тантала состоит в основном из молекул $MeO_{(r)}$ и $MeO_{2(r)}$. Например, пар над $Ta_2O_{5(r)}$ при 2000 К состоит из 70% $TaO_{2(r)}$ и 30% $TaO_{(r)}$ и с повышением температуры обогащается молекулами $TaO_{2(r)}$ и обедняется молекулами $TaO_{(r)}$. В паре над оксидами ниобия в основном присутствуют молекулы $NbO_{2(r)}$ (около 80%) и в меньшей степени оксиды $NbO_{(r)}$. Видно, что диспропорционирование $VO_{(r)}$ до $VO_{2(r)}$ идет в значительно меньшей степени, чем процесс диспропорционирования $NbO_{(r)}$ до $NbO_{2(r)}$.

Из анализа следует, что наибольшей летучестью обладают оксиды ванадия, наименьшей – тантала (таблица 11).

Таблица 11.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
V, VC, VC ₂ , VC ₄ , V ₈ C ₁₂ ⁺ 23	V, N ₂ , VN 23	O ₂ , V ₄ O ₁₀ , V ₆ O ₁₂ , V ₆ O ₁₄ , V ₄ O ₈ , V ₂ O ₄ , VO ₂ , VO 23
Nb, NbC, NbC ₂ , NbC _n ⁺ (n=15-50) 41	Nb, N ₂ , NbN 41	NbO ₂ , NbO, O 41
Ta, TaC, TaC ₂ , Ta _x C _y (x=1-11, y=1-26) 73	Ta, N ₂ , TaN 73	TaO ₂ , TaO 73

В системах Me-C карбиды элементов VI подгруппы испаряются в виде:

1) Над системой Cr-C: $Cr_{(r)}$, $CrC_{(r)}$, $CrC_{2(r)}$, $Cr_8C_{12}^{+}_{(r)}$. 2) Над системой Mo-C: $Mo_{(r)}$, $MoC_{(r)}$, $MoC_{2(r)}$, $Mo_8C_{12}^{+}_{(r)}$, $(Mo_nC_m)_k^{+s}$ (n=1,2; m=1,2,3; k=1,2; s=1-4). 3) Над системой W-C: $(W_mC_k)_f^{+s}$ (m=1,2,3; k=1-4; f=1,2; s=2,3) (таблица 12).

В системах Me-N нитриды элементов VI подгруппы испаряются в виде:

1) над системой Cr-N: $N_{2(r)}$, $Cr_{(r)}$, $CrN_{(r)}$; 2) над системой Mo-N: $N_{2(r)}$, $Mo_{(r)}$, $MoN_{(r)}$; 3) над системой W-N: $N_{2(r)}$, $W_{(r)}$, $WN_{(r)}$ (таблица 12).

Триоксиды хрома, молибдена, вольфрама испаряются в основном в виде полимерных молекул без диссоциации. Основными составляющими в паре над триоксидами Cr, Mo, W является тример и тетрамер, содержание которых достигает свыше 95%. Оксид хрома $Cr_2O_{3(r)}$ при температурах свыше 1700 К диссоциирует с образованием в паре атомов Cr, O и молекул CrO , CrO_2 и O_2 . Суммарное содержание молекул $CrO_{(r)}$ и $CrO_{2(r)}$, над Cr_2O_3 при 1900 К не превышает 15% (таблица 12).

Таблица 12.

Карбиды	Нитриды	Оксиды
Cr, CrC, CrC ₂ , Cr ₈ C ₁₂ ⁺ 24	Cr, N ₂ , CrN 24	Cr _n O _{3n} , (n=1-5) Cr, CrO ₂ , O, CrO, CrO ₃ , O ₂ 24
Mo, MoC, MoC ₂ , Mo ₈ C ₁₂ ⁺ 42	Mo, N ₂ , MoN 42	Mo _n O _{3n} , (n=1-5) MoO ₂ 42
W-C, $(W_mC_k)_f^{+s}$ m=1-3 k=1-4 f=1,2 s=2,3 74	W, N ₂ , WN 74	W _n O _{3n} , (n=1-5) W ₃ O ₈ 74

Из соединений углерода с элементами VII подгруппы (Mn, Tc, Re) исследованы только карбиды марганца, которые диссоциируют, образуя в паре $Mn_{(r)}$. Над системой Tc-C найдены $Tc_{(r)}$, $TcC_{(r)}$, а над Re-C найдены в масс-спектре пара ионы $ReC^+_{(r)}$, $ReC^+_{2(r)}$, $ReC^+_{3(r)}$ (табл. 13).

Из соединений азота с элементами VII подгруппы (Mn, Tc, Re) исследованы только нитриды марганца, которые диссоциируют, образуя в паре $N_{2(r)}$ и $Mn_{(r)}$. Над системой Tc-N найдены $N_{2(r)}$, $Tc_{(r)}$, а над Re-N найдены $N_{2(r)}$, $Re_{(r)}$ (таблица 13).

Диоксид рения, диспропорционируя, образует в паре $Re_2O_{7(r)}$ и $ReO_{3(r)}$, а триоксид параллельно испаряется в виде мономера $ReO_{3(r)}$ (таблица 13).

Таблица 13.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
Mn	25	Mn, N ₂	25	O ₂ , Mn, MnO	25
Tc, TcC	43	Tc, N ₂	43	Tc	43
Re-C, ReC ⁺ , ReC ₂ ⁺ , ReC ₃ ⁺	75	Re, N ₂	75	ReO ₃ , Re ₂ O ₇	75

Термодинамические исследования по испарению карбидов железа, кобальта и никеля не проводились. С помощью лазерного испарения Fe, Co, Ni с добавками C₆₀ в паре найдены газообразные комплексы FeC₆₀, FeC₅₈, FeC₅₆, FeC_{70(r)}, Fe₈C₁₂⁺, Fe₁₂C₁₂⁺, CoC₆₀, NiC₆₀, Ni(C₆₀)₂ (таблица 14).

Термодинамические исследования по испарению нитридов железа, кобальта, никеля не проводились. По оценке они диссоциируют на N_{2(r)} и Me_(r) (таблица 14).

При испарении оксиды FeO_(r), CoO_(r), NiO_(r) в основном диссоциирует на Me_(r), O_{2(r)} и O_(r), хотя одновременно в паре присутствуют и газообразные молекулы в виде мономеров MeO_(r), количество которых не превышает несколько процентов. С повышением температуры наблюдается относительное увеличение содержания в паре недиссоциированных молекул MeO_(r) для всех исследованных данных оксидов. При 2000 К процентное содержание в паре MeO_(r) составило: для FeO_(r) - 4,4%; для CoO_(r) - 2,00%; для NiO_(r) - 2,2%. Видно, что при 2000 К в паре над CoO_(r) присутствует 78% Co_(r) и 17% O_{2(r)}, а над NiO_(r) содержится 30% Ni_(r) и 66% O_{2(r)}. Подтверждается, что диоксид кобальта диссоциирует по газообразному механизму. А оксид никеля по конденсатному (таблица 14).

Таблица 14.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
FeC ₆₀ , FeC ₅₈ , FeC ₅₆ , FeC ₇₀ , Fe ₈ C ₁₂ ⁺ , FeC ₃ , FeC ₄ ⁺ , Fe ₁₂ C ₁₂ ⁺	26	N ₂ , Fe	26	O ₂ , Fe, FeO	26
CoC ₃ ⁺ , Co ₂ C ₂ , Co ₂ C ₃ , CoC ₆₀	27	N ₂ , Co	27	O ₂ , Co, CoO	27
NiC ₃ , NiC ₆₀ , Ni(C ₆₀) ₂	28	N ₂ , Ni	28	O ₂ , Ni, NiO	28

В системе Me-C карбиды элементов платиноидов испаряются в виде:

- 1) Над системой Ru-C: Ru_(r), RuC_{n(r)} (n=1-2).
- 2) Над системой Rh-C: Rh_(r), RhC_{n(r)} (n=1-2).
- 3) Над системой Pd-C: Pd_(r), PdC_(r).
- 4) Над системой Os-C: Os_(r), OsC_{n(r)} (n=1-2).
- 5) Над системой Ir-C: Ir_(r), IrC_{n(r)} (n=1-4).
- 6) Над системой Pt-C: Pt_(r), PtC_{n(r)} (n=1-5) (таблица 15).

Нам не известны работы по испарению нитридов платиноидов (Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt) (таблица 15).

Оксиды платиноидов (RuO_{2(r)}, Rh₂O_{3(r)}, PdO_(r), IrO_{2(r)}, PtO_{2(r)}) диссоциируют с образованием молекулярного кислорода и металла в твердой фазе. Диоксид осмия диспропорционирует на Os_(r) и OsO_{4(r)}. При нагревании металлов платиновой группы в атмосфере кислорода над Pt и Rh при 2000 К обнаружены соответствующие монооксиды и диоксиды; над Ru и Os при 1700 К - триоксиды и тетраоксиды; над Ir при 2000 К - диоксид и триоксид; над Pd при 2000 К – монооксид (таблица 15).

Таблица 15.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
Ru, RuC, RuC ₂	44	Ru	44	O ₂ , RuO ₃ , RuO ₄	44
Rh, RhC, RhC ₂	45	Rh	45	O ₂ , Rh, RhO, RhO ₂	45
Pd, PdC	46	Pd	46	O ₂ , Pd, PdO	46
Os, OsC, OsC ₂	76	Os	76	OsO ₄ , OsO ₃	76
Ir, IrC _n (n=1-4)	77	Ir	77	O ₂ , IrO ₂ , IrO ₃	77
Pt, PtC _n (n=1-5)	78	Pt	78	O ₂ , Pt, PtO, PtO ₂	78

В системах Me-C карбиды Sc, Y, La и лантаноидов испаряются с диссоциацией и образованием в паре Me_(r), а также молекул: MeC_(r) и MeC_{2(r)} для Sm, Eu, Er, Tm, Yb и MeC_{2(r)}, MeC_{4(r)} для Pr, Nd, Gd, Dy, Ho, Lu.

Карбиды Sc, Y, La, Ce имеют более сложный состав пара: Me_(r), MeC_{n(r)} (n=1-6), Me₂C_{n(r)} (n=1-8) (таблица 16).

В системах Me-N нитриды Sc, Y, La и лантаноидов испаряются с диссоциацией и образованием в паре Me_(r), N_{2(r)}, а также молекул: MeN_(r) для элементов Sc, Y, La, Ce (таблица 16).

Оксиды Sc, Y, La как и оксиды лантаноидов, в парах образуют в основном соответствующие монооксиды, атомарный кислород и атомы металла (таблица 16).

Таблица 16.

Карбиды		Нитриды		Оксиды	
Sc, ScC _n (n=2-6), Sc ₂ C _{2n} (2n=80, 82, 84, 86, ...), ScC ₈₂ , Sc ₃ C ₈₂	21	Sc, N ₂ , ScN	21	ScO, Sc, O	21
Y, YC _n (n=1-8), Y ₂ C _n (n=2-8), YC _{2n} (2n=60, 70, 74, 82)	39	Y, N ₂ , YN	39	YO, Y, O	39
La, LaC _n (n=1-5), La ₂ C _n (n=1-8), LaC _n ⁺ (n=12-40), LaC _{2n} (2n=60, 70, 74, 82)	57	La, N ₂ , LaN	57	LaO, La, O	57
Ac	89	Ac	89	Ac	89

карбиды

Лантаноиды	58 Ce, CeC _n (n=1-6), Ce ₂ C _n (n=1-6)	59 Pr, PrC ₂ , PrC ₄	60 Nd, NdC ₂ , NdC ₄	61 Pm	62 Sm, SmC ₂	63 Eu, EuC ₂	64 Gd, GdC ₂ , Gd ₂ C ₄	65 Tb, TbC ₂	66 Dy, DyC ₂ , DyC ₄	67 Ho, HoC ₂ , HoC ₄
	68 Er, ErC ₂	69 Tm, TmC ₂	70 Yb, YbC ₂	71 Lu LuC ₂ , LuC ₄						

нитриды

Лантаноиды	58 Ce, N ₂ , CeN	59 Pr, N ₂	60 Nd, N ₂	61 Pm	62 Sm, N ₂	63 Eu, N ₂	64 Gd, N ₂	65 Tb, N ₂	66 Dy, N ₂	67 Ho, N ₂
	68 Er, N ₂	69 Tm, N ₂	70 Yb, N ₂	71 Lu, N ₂						

оксиды

Лантаноиды	58 CeO, CeO ₂	59 PrO, Pr, PrO ₂ , O	60 NdO, Nd, O	61 Pm	62 SmO, Sm, O	63 EuO, Eu, O	64 GdO, Gd, O	65 TbO, Tb,O, TbO ₂	66 DyO, Dy, O	67 HoO, Ho, O
	68 ErO, Er, O	69 TmO, Tm, O	70 YbO, Yb, O	71 LuO, Lu, O						

Карбиды актиноидов в основном диссоциируют на Me_(r) (это Th, Pa, U, Pu). В системах Th-C и U-C в паре найдены газообразные карбиды молекул как ThC_{n(r)} (n=1-6) и UC_{n(r)} (n=1-6) (таблица 17).

Нитриды актиноидов в основном диссоциируют на Me_(r) и N_{2(r)} (это Th, U, Np, Pu). В системах Th-N, U-N и PuN в паре найдены газообразные нитриды молекул MeN_(r) (таблица 17).

Диоксиды актиноидов испаряются в основном в виде ди- и монооксидов (таблица 17).

Таблица 17.

карбиды

Актиноиды	90 Th, ThC _n (n=1-6)	91 Pa	92 U, UC _n (n=1-6), UC ₂₈ , U ₂ C ₆₀	93 Np	94 Pu, PuC ₂	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es
	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr						

нитриды

Актиноиды	90 Th, N ₂ , ThN	91 Pa	92 U, N ₂ , UN	93 Np, N ₂	94 Pu, N ₂ , PuN	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es
	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr						

оксиды

Актиноиды	90 ThO ₂ , ThO, O	91 Pa	92 UO ₂ , UO, U, UO ₃ , O ₂	93 NpO ₂ , NpO	94 PuO ₂ , PuO	95 Am ₂ O, AmO	96 CmO, O, Cm	97 Bk, O ₂	98 Cf	99 Es
	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr						

Литература

1. Цветков Ю.В., Панфилов С.А. Низкотемпературная плазма в процессах восстановления. М.: Наука. 1980. 359 с.
2. Цветков Ю.В., Николаев А.В., Панфилов С.А. Плазменная металлургия. Новосибирск: Наука. Сиб. Отделение. 1992. 265 с.
3. Цветков Ю.В. Термическая плазма в нанотехнологиях. Наука в России. 2006. № 2. с. 120-126.
4. Цветков Ю.В. Физикохимия плазменной металлургии. Технология металлов. 2006. № 4. с. 7-14.
5. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Испарение оксидов. М.: Наука. 1997. 543 с.
6. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Термодинамика испарения оксидов. М.: Издательство ЛКИ. 2008. 480 с.
7. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Испарение и диссоциация оксидов в вакууме. Материалы XII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ. 2005. Стр. 270-272.
8. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Испарение карбидов. М.: Издательство ЛКИ. 2018. 550 с.
9. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Марин В.П., Есаулов Н.П., Волченкова В.А., Астахова Г.К. Состав пара над карбидами химических элементов в вакууме. Материалы XIX научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ. 2012. Стр. 8-11.
10. Куликов И.С. Термодинамика карбидов и нитридов. Челябинск: Металлургия. Челябинское отделение. 1988. 320 с.
11. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Есаулов М.Н., Астахова Г.К., Волченкова В.А., Андреева Н.А. Состав пара над нитридами химических элементов в вакууме. Материалы XXIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: НОВЕЛЛА. 2016. Стр. 20-23.
12. Казенас Е.К., Цветков Ю.В. Термодинамика испарения нитридов. М.: Издательство ЛКИ. (в печати). 505 с.

Мощный релятивистский гиротрон миллиметрового диапазона длин волн на второй циклотронной гармонике

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

Приводятся результаты теоретических и экспериментальных исследований, направленных на продвижение импульсных гиротронов на релятивистских электронных пучках в диапазон миллиметровых длин волн с сохранением мультимегаваттного уровня мощности. Использование взаимодействия на второй гармонике гирочастоты, для которого свойственны достаточно высокая эффективность и доступность решения проблемы селекции мод, позволяет увеличить частоту генерации вдвое без увеличения индукции магнитного поля. В соответствующем эксперименте получена выходная мощность излучения свыше 2 МВт и КПД около 30 % на длине волны 5,5 мм.

Powerful millimeter-wave relativistic gyrotron operating at the second cyclotron harmonic. N.A. Zavolsky, E.V. Ilyakov, Yu.K. Kalynov, I.S. Kulagin, V.N. Manuilov, A.S. Shevchenko. Results of theoretical and experimental studies, intended for advancement of pulsed gyrotrons with relativistic electron beams to a millimeter-wave range with maintenance of multi-megawatt power level, are presented. The use of interaction at the second cyclotron harmonic, having sufficiently high efficiency and accessibility of solution of the mode-selection problem, makes it possible to double the generated frequency without growth of magnetic field. In the proper experiment the output radiation power over 2 MW and efficiency near 30% were obtained for the wave length of 5.5 mm.

1. Введение

Данная работа является продолжением работы [1] и направлена на продвижение гиротронов на релятивистских электронных пучках в коротковолновый (миллиметровый) диапазон длин волн с сохранением мультимегаваттного уровня мощности [2-5]. Электромагнитное излучение такой мощности перспективно к применению в ряде развивающихся научных и технических приложений. Переход в коротковолновый диапазон, а также применение электронных пучков с релятивистскими энергиями сопряжены с необходимостью обеспечения для работы гиротронов достаточно больших магнитных полей. Приобретая выигрыш в мощности активной среды при переходе в область релятивистских энергий пучков, гиротрон, однако, становится «менее коротковолновым» из-за роста массы электронов и убывания циклотронной частоты при заданной величине магнитного поля.

Решить проблему можно за счет перехода к работе гиротрона на второй гармонике циклотронной частоты. Использование взаимодействия на второй гармонике гирочастоты, для которого свойственны достаточно высокая эффективность и доступность решения проблемы селекции мод, позволит увеличить частоту генерации вдвое без увеличения индукции магнитного поля [6]. В пробных экспериментах по реализации гиротрона на релятивистском электронном пучке на второй циклотронной гармонике с рабочей волной ТЕ_{3.7} было получено излучение мегаваттного уровня мощности на частоте 50,4 ГГц с КПД 15% [1]. Необходимо отметить, что исследования велись с гиротроном, изначально рассчитанным для работы на основной гармонике гирочастоты, с неоптимальными для работы на второй циклотронной гармонике параметрами (завышенная длина резонатора, высокая плотность расположения мод по частоте вблизи рабочей моды), что накладывало ограничения на эффективность одномодовой работы гиротрона, величину рабочих токов и выходную мощность. В то же время и в этих, достаточно жестких, условиях за счет подбора рабочего режима, в т.ч. с использованием дополнительных средств селекции рабочей волны (режим включения с применением диафрагмы, см [1]), оказалась возможна эффективная генерация на второй циклотронной гармонике. Если не придерживаться в расчетах размеров имеющегося резонатора, то возможности по оптимизации и улучшению выходных параметров гиротрона расширятся еще больше.

2. Результаты численного моделирования

В результате такой оптимизации был разработан проект релятивистского гиротрона с новым резонатором, рассчитанного на работу на второй гармонике гирочастоты на волне TE11.2. При расчете по нестационарной модели гиротрона с нефиксированной структурой ВЧ поля использовались параметры винтового электронного пучка (ВЭП) близкие к ранее использовавшимся: энергия электронов 280 кэВ, диаметр пучка ~20 мм, питч-фактор ~1,3. В данном гиротроне подобрана область параметров, в которой рабочая мода при определенной величине магнитного поля имеет существенное преимущество по стартовому току перед конкурирующими модами на основной циклотронной гармонике не только при номинальном значении ускоряющего импульса напряжения (рис. 1), но и на его фронте (рис. 2). А это важно, так как на достаточно протяженном фронте питающего импульса может иметь место более раннее возбуждение паразитных мод на первой гармонике гирочастоты, которые при достижении расчетных параметров пучка продолжают свое существование, подавляя расчетную моду [7].

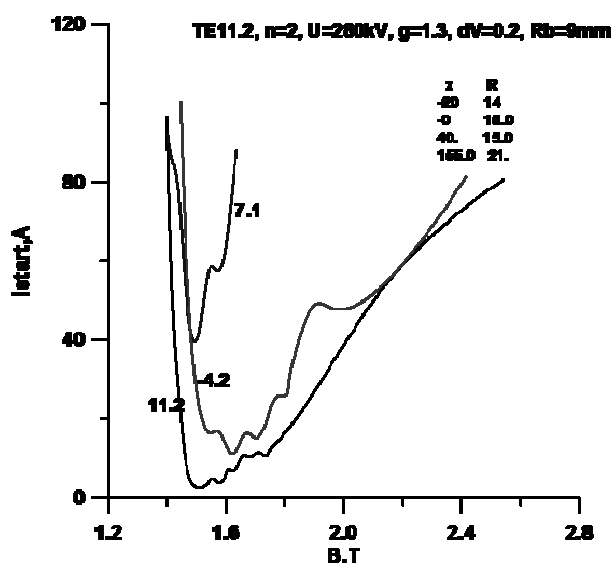


Рис. 1. Расчетные стартовые токи моды на второй циклотронной гармонике (TE11.2) и ближайших паразитных мод на основном циклотронном резонансе в зависимости от магнитного поля.

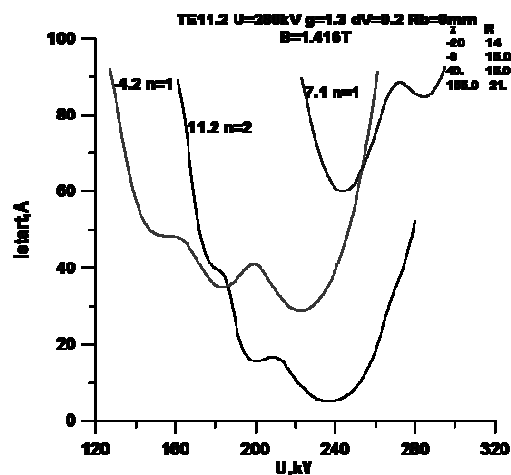


Рис. 2. Стартовые токи мод в зависимости от напряжения.

Результаты численного моделирования показывают, что в проектируемом гиротроне при заданном магнитном поле 1,4-1,5 Т стартовый ток рабочей моды составляет 5 А, а у паразитных мод превышает 30 А (рис. 1). Расчетный КПД составляет 30%, а уровень выходной мощности излучения может достигать 5 МВт на длине волны 5,5 мм (рис. 3).

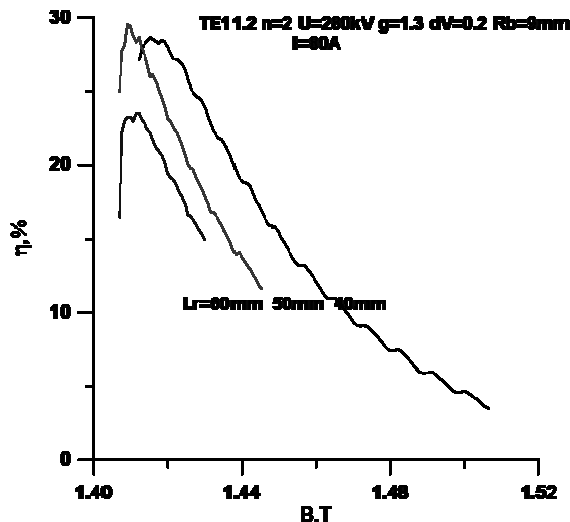


Рис. 3. Расчетная зависимость эффективности гиротрона от магнитного поля для трех длин резонатора.

3. Схема эксперимента и условия его проведения

Эксперименты проводились на сильноточном микросекундном электронном ускорителе «Сатурн-Д» с термоэмиссионным инжектором на базе магнетронно-инжекторной пушки, формирующей пучки с энергией электронов до 350 кэВ, током до 300 А, длительностью импульса до 10 мкс [8]. Схема эксперимента приведена на рис.4. С целью предотвращения развития СВЧ пробоя резонатор гиротрона изготавливался из бескислородной меди и поддерживался во время работы СВЧ прибора при температуре 400-600°C для устранения адсорбированных молекул [9]. Для предупреждения возникновения паразитной генерации и СВЧ пробоя во входной части канала транспортировки, что, в свою очередь, вызывает высоковольтный пробой в пушке, во входном конусе размещались СВЧ поглотители (позиция 10 на рис. 4). В исследованиях релятивистского гиротрона 8-мм диапазона применение таких поглотителей позволило повысить ток транспортировки и питч-фактор электронного пучка, а соответственно и выходную мощность гиротрона [10]. Выходной тракт гиротрона заканчивался плавным рупором большого диаметра и вакуумным СВЧ окном из материала (фторопласт диаметром 180 мм), обеспечивающего малую величину отражений в широком диапазоне частот [10].

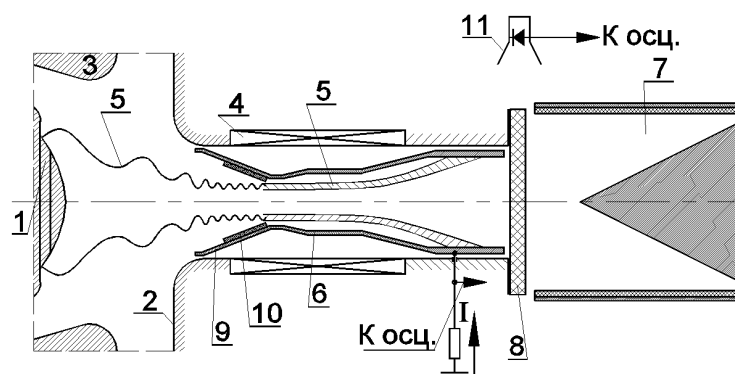


Рис. 4. Схема эксперимента: 1 – катод, 2 – анод, 3 – промежуточный анод, 4 – соленоид, 5 – винтовой электронный пучок, 6 – резонатор гиротрона, 7 – калориметр, 8 – вакуумное окно, 9 – входной конус, 10 – СВЧ поглотитель, 11 – приемный рупор.

Мощность излучения в эксперименте измерялась с помощью импульсного твердотельного калориметра 7 аналогичного [11], но с большей входной апертурой (300 мм). Частота излучения определялась набором запердельных волноводов и гетеродинным методом.

4. Экспериментальные исследования

Проведенные эксперименты показали, что в области расчетных параметров (магнитного поля, ускоряющего напряжения), при превышении тока пучка ~ 10 А происходит селективное возбуждение рабочей моды TE_{11.2} на второй гармонике гирочастоты (рис. 5). Частота излучения, измеренная гетеродинным методом, составила 55,67 ГГц. При увеличении тока пучка выходная мощность излучения растет и достигает максимального значения 2,1 МВт $\pm 10\%$ при токе пучка 38 А (рис. 6). С увеличением тока пучка растет и КПД, который достигает своего максимума $\sim 30\%$ при токе 32 А. Дальнейшее повышение тока привело сначала к снижению КПД, а затем и мощности излучения. Это не соответствует результатам численного моделирования, где при сохранении качества пучка КПД и выходная мощность продолжают расти вплоть до тока 120 А. По-видимому, в эксперименте при превышении тока 32 А происходит увеличение скоростного разброса и падение пич-фактора. Предварительные оценки показывают, что ток пучка 40 А составляет около трети предельного тока электронной пушки и можно ожидать негативного влияния пространственного заряда пучка.

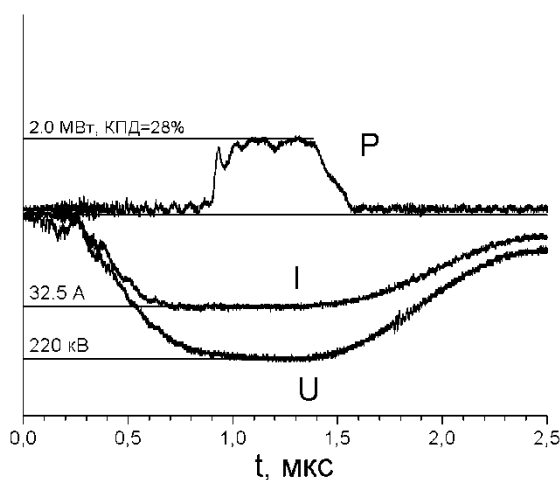


Рис. 5. Осциллограммы сигналов в режиме максимального КПД: U – напряжение; I – ток пучка; P – СВЧ излучение.

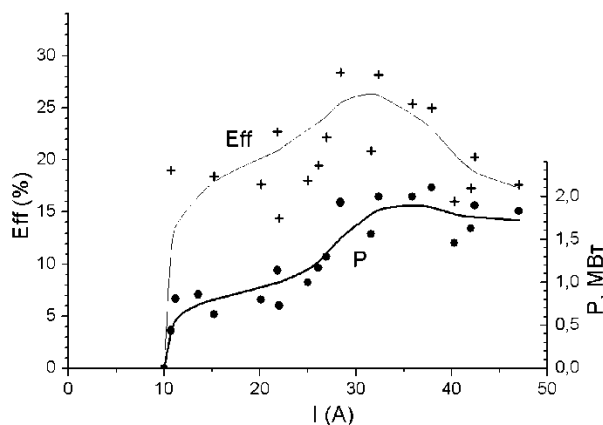


Рис. 6. Зависимость выходной мощности P и эффективности гиротрона от тока пучка.

Необходимо отметить, что при повышении тока в ряде случаев происходило возбуждение паразитной моды TE_{4.2} на основной циклотронной гармонике с частотой излучения 29,67 ГГц. Однако, небольшое понижение магнитного поля, позволяло полностью отстроиться от возбуждения паразитной генерации, обеспечивая работу гиротрона на рабочей моде на второй циклотронной гармонике.

Таким образом, в гиротроне на релятивистском электронном пучке на второй циклотронной гармонике реализовано мощное излучение двухмегаваттного уровня на длине волны 5,5 мм с достаточно высокой эффективностью около 30%, что показывает перспективность продвижения данных приборов в более коротковолновый диапазон. В ближайшие планы входят работы по увеличению выходной мощности гиротрона с увеличением тока пучка.

Работа поддержана грантами РФФИ №№ 15-02-08016, 15-02-09130.

Литература

1. Завольский Н.А., Иляков Е.В., Калынов Ю.К. и др. // «Вакуумная наука и техника». Материалы XXIII научно-технической конференции. Под ред. С.Б. Нестерова. М.: Новелла. 2016. С.29-33.
2. Зайцев Н.И., Гинзбург Н.С., Завольский Н. А. и др. // Письма в ЖТФ, 2001, т.27, № 7, с.8-12.
3. Зайцев Н.И., Завольский Н.А., Запелалов В.Е. и др. // Изв. вузов. Радиофизика, 2003. Т.46. №10. С.914-918.

4. Абубакиров Э.Б., Гузнов Ю.М., Денисов Г.Г и др. // Изв. вузов. «ПНД», 2015. Т.23. №2. С.94-107.
5. Bratman V.L., Botvinik I.E., Grom Yu.D., et al. // Proc. SPIE of 16th Int. Symposium on discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Moscow - St. Petersburg, Russia, 1994, pp. 538-541.
6. «Гиротрон». Сборник научных трудов. Горький: ИПФ АН СССР, 1981.
7. Запевалов В.Е., Малыгин С.А., Цимринг Ш.Е. // Изв. вузов. Радиофизика, 1993. Т.36. №6. С.543-552.
8. Зайцев Н.И., Иляков Е.В., Кораблев Г.С. и др. // ПТЭ, 1995, вып.3, с.138-145.
9. Puyakov E.V., Korablyov G.S., Kulagin I.S., Zaitsev N.I. // IEEE Trans. on Plasma Science, 1998, v.26, No.3, p.332-335.
10. Завольский Н.А., Иляков Е.В., Кулагин И.С. // XV Научно-технич. конф. «Вакуумная наука и техника». Материалы конференции. Октябрь 2008. С.96-99.
11. Зайцев Н.И., Иляков Е.В., Ковнеристый Ю.К. и др. // ПТЭ, 1992. №2. С.153.

Экспериментальное исследование и компьютерное моделирование второй моды одностороннего мультипакторного разряда

Е.В. Иляков, И.С. Кулагин, А.С. Шевченко

*Нижний Новгород, Институт прикладной физики РАН, 603950, ГСП-120, ул. Ульянова, 46
e-mail: ikulagin@appl.sci-nnov.ru*

Выполнены экспериментальное исследование и компьютерное моделирование второй моды мультипактора в прямоугольном волноводе, показавшие близкие результаты. Выявление при моделировании так называемых долгоживущих электронов позволило продвинуться в объяснении некоторых экспериментальных эффектов, как например, слабая зависимость перестройки резонатора от значения коэффициента вторичной эмиссии материала разрядной поверхности или от того, первая или вторая мода разряда перестраивает резонатор.

Experimental study and computer simulation of the second-mode one-sided multi-ductor discharge. E.V. Puyakov, I.S. Kulagin, A.S. Shevchenko. Experimental study and computer simulation of the second mode of multipactor discharge in a rectangular waveguide are performed showing similar results. Detection of the so-called long-lived electrons has makes it easier to explain some experimental effects. For example, it concerns weak dependence of the cavity tuning on the secondary-emission coefficient of discharge surface material.

Введение

Вторично-эмиссионный резонансный разряд (мультипактор) в скрещенных СВЧ электрическом и статическом магнитном полях [1-3] – давно известное явление. Концентрация электронов в насыщенном разряде, как показано в результате теоретических [4] и экспериментальных [5] исследований может достигать значений, близких к критическому для частоты электромагнитного излучения, в котором разряд развивается. Ведутся исследования, направленные на использование этого разряда для изменения резонансной частоты резонатора и управления потоками СВЧ излучения [6]. В ходе этих исследований в цилиндрическом резонаторе впервые была обнаружена вторая мода мультипакторного разряда в скрещенных полях [7].

Можно ожидать, что, как и разряд на первой моде [5], вторая мода разряда создает электронное облако высокой (близкой к критической) концентрации, которое может нарушать работу СВЧ приборов и волноводных трактов. Возникновение второй моды разряда, развивающейся при вдвое меньшем магнитном поле, расширяет (наряду с основной модой)

область влияния мультипакторного разряда в целом, как с точки зрения затравки СВЧ пробоя, так и по использованию разряда, например, для управления параметрами резонатора.

Следует отметить, что, несмотря на определенные экспериментальные усилия, вторая мода разряда в прямоугольном волноводе, в отличие от первой [8], себя до последнего времени не проявляла. В настоящем докладе представлены результаты исследования, направленного на объяснение этого отличия. Также, с помощью компьютерного моделирования обоснована возможность появления в разряде так называемых «долгоживущих» электронов, повышающих равновесную концентрацию электронного облака, и на этой основе объяснены некоторые явления, наблюдавшиеся ранее.

1. Компьютерное моделирование

Как показывают теоретические исследования [4] с ростом номера зоны разряда (номера моды) разрядные токи быстро убывают, и, соответственно, падает роль разрядов с большими пролетными временами. У второй моды разряда величина заряда сгустков по оценкам будет примерно в пять раз меньше, чем у первой моды [4]. Учитывая результаты эксперимента по исследованию мультипактора в прямоугольном волноводе, в котором разряд на основной моде поглощал до половины от подводимой к волноводу мощности [9], можно, в принципе, ожидать заметное поглощение и на второй моде. При этом необходимо учитывать, что зона существования (по магнитному полю) этой моды разряда примерно в четыре раза уже, чем у основной моды. Для получения дополнительных сведений о разряде было проведено компьютерное моделирование.

Компьютерное моделирование выполнялось с помощью программы KAPAT [10]. Моделировалось пространство между двумя плоскостями $x=0$ и $x=0.08$ см, между которыми в направлении оси z распространяется волна типа ТЕМ с частотой 9.1 ГГц и мощностью 32 кВт, что приблизительно соответствует структуре волны и мощности 180 кВт (близкой к предельно достижимой) в прямоугольном волноводе шириной 5 мм, применявшемся в эксперименте. На плоскости $x=0$ располагается зона вторичной эмиссии с максимальным коэффициентом $\sigma=1.6$ и близкой к реальной зависимости σ от энергии падающего электрона. Затравкой вторичной эмиссии является первичный ток, равномерно распределенный по поверхности $x=0$. Магнитное поле направлено вдоль оси y и равно 1485 кЭ и 745 кЭ при моделировании первой и второй моды разряда соответственно. При таком выборе направления магнитного поля дрейф размножающихся электронов происходит в направлении $-x$, то есть навстречу волне.

Расположение электронов для развитой фазы разряда показано на рис. 1. Первая мода (рис. 1,а) характеризуется большей величиной поглощения волны, что выражается в уменьшении высоты подъема траектории с ростом z , в то время как для второй моды (рис. 1,б) поглощение существенно меньше. Это соответствует экспериментальной зависимости рис. 4, кривая 1. Электроны второй моды разряда имеют два максимума траектории на циклотронном периоде и поэтому видимый разброс (рис. 1,б) в этом случае заметно больше. Малый уровень поглощения волны объясняется более узким диапазоном благоприятных фаз для размножения падающих электронов и низким током разряда.

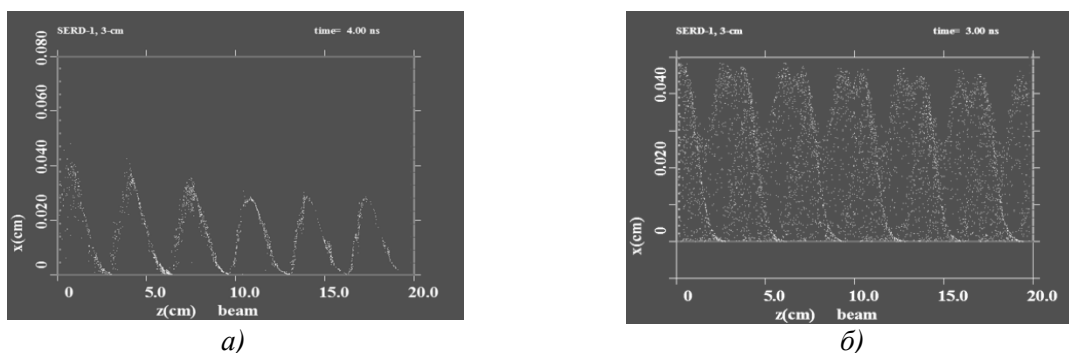


Рис. 1. Расположение электронов в развитой фазе разряда на первой (а) и на второй (б) моде.

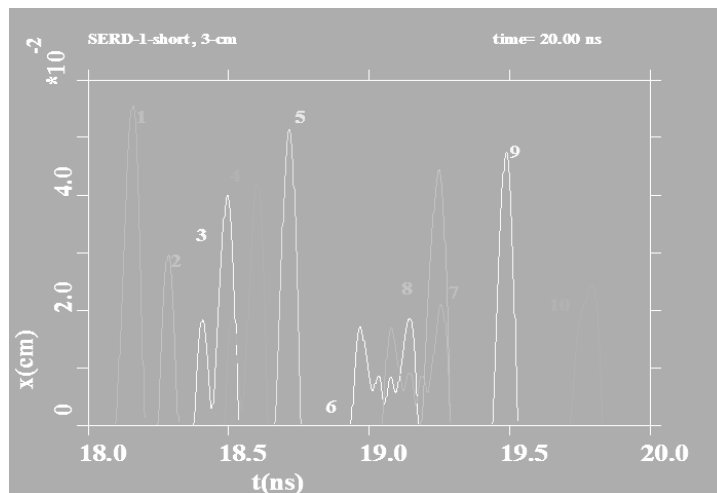


Рис. 2. Траектории пробных электронов, эмитированных в различных фазах первой моды разряда.

Траектории электронов первой моды разряда, испытывающие значительный разброс, наблюдающийся на входном для СВЧ волны конце волновода $z=0.5$ см (см. рис. 1,а), были проанализированы с помощью пробных электронов, эмитированных в различных фазах разряда. Моделирование показало, что, по-видимому, вследствие разброса и выталкивания части электронов из благоприятной фазы разряда, появляются электроны, «живущие» несколько циклотронных периодов между соударениями с поверхностью (рис. 2, траектории 3, 4, 6, 7). Очевидно, такие электроны могут накапливаться вблизи поверхности в виде облака дополнительного пространственного заряда. Следует подчеркнуть: дополнительного не только по сравнению с линейной, лавинной фазой, но и по сравнению с принятым теоретическим описанием насыщенного разряда [4], где вытесненные из благоприятной фазы электроны считаются ушедшими из рассмотрения.

Такие долгоживущие электроны могут существенно повлиять на процесс разряда, как в волноводе, так и в резонаторе, следующим образом: увеличить экранировку СВЧ поля у разрядной поверхности и диэлектрическую проницаемость электронного облака; создать квазистатическое нерезонансное электрическое поле, способное повлиять на область резонансных фаз.

2. Схема и условия измерений

Результаты численного моделирования показали, что разряд на второй моде поглощает примерно в десять раз меньшую мощность излучения, чем разряд на основной моде. В принципе, и разряд с такой интенсивностью может быть зарегистрирован в экспериментальной схеме, в которой была исследован разряд на первой моде.

Эксперименты по исследованию мультипакторного разряда проводились на том же стенде с использованием того же волновода, что и в предыдущих исследованиях [5, 8], когда основное внимание уделялось первой моде разряда (рис. 3). Условия для развития насыщенного разряда создавались в прямоугольном волноводе сечением 23×5 мм² из латуни Л96, свернутом в незамкнутое кольцо 7 диаметром около 100 мм. Однородное магнитное поле соленоида b было наложено перпендикулярно плоскости волноводного кольца. Через разрыв в кольце был выполнен подвод и отвод СВЧ излучения с помощью волноводов и уголков. Разряд возникает на обеих широких стенках кольцевого волновода, охватывая поверхность площадью около 50 см². Масштаб осцилляций электронов, согласно [2], не превышает 0.5 мм, так что кривизна волновода не влияет на развитие разряда. По мере дрейфа электронов в скрещенных полях вдоль кольца осуществлялось до нескольких сотен циклов соударения электронов с поверхностью. Предполагалось, что в подводящих волноводах интенсивность поглощения будет незначительна из-за малого числа циклов размножения электронов и неоднородности СВЧ поля в направлении поперек волновода.

Для откачки волновода, помещенного в вакуумную камеру, в его узких стенках по всей длине были просверлены отверстия диаметром 1,5 мм. С целью обезгаживания на трубе был намотан нагреватель, способный обеспечить нагрев до 600°C. Вакуум в объеме 5·10⁻⁷ мм рт. ст. создавался с помощью криосорбционного насоса.

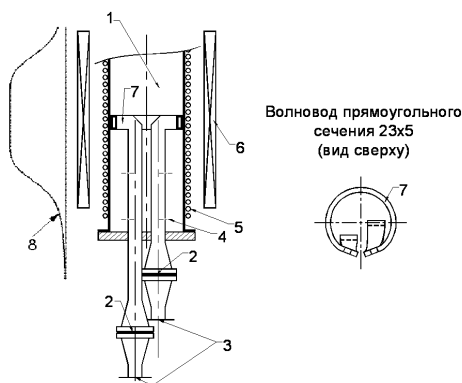


Рис. 3

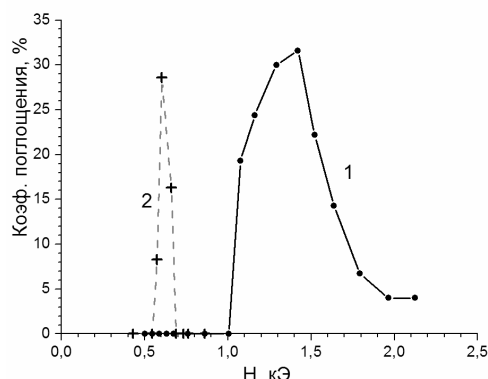


Рис. 4

Рис. 3. Схема эксперимента: 1 – вакуумная камера; 2 – СВЧ окно; 3 – входной и выходной волноводные фланцы; 4 – отверстия для откачки волновода; 5 – нагреватель; 6 – импульсный соленоид; 7 – свернутый в кольцо волновод; 8 – распределение магнитного поля
Рис. 4. Коэффициент поглощения волны в волноводе в зависимости от магнитного поля H : 1 – разрядная поверхность очищена от адсорбированных молекул; 2 – зона второй моды в условиях, когда разрядная поверхность покрыта адсорбированными молекулами.

3. Экспериментальное исследование разряда в прямоугольном волноводе

Исследование разряда в волноводе проводилось при мощности СВЧ источника в диапазоне 80-160 кВт на частоте 9.13 ГГц. По оценкам, сделанным на основании результатов предыдущих экспериментов [8], максимальный коэффициент вторичной эмиссии σ равен 1.6 для используемого материала разрядной поверхности. Исследования проводились при температуре 400°C. Была получена зависимость коэффициента поглощения волны от магнитного поля (рис. 4, кривая 1), не отличающаяся от итогов предыдущих экспериментов [8] и демонстрирующая зону первой моды мультипактора в скрещенных полях (соответствующая осциллограмма – на рис. 6,а). Как и ранее, поглощения излучения в зоне действия более высоких мод разряда не было обнаружено.

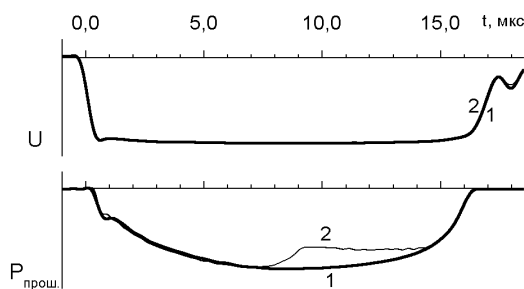


Рис. 5

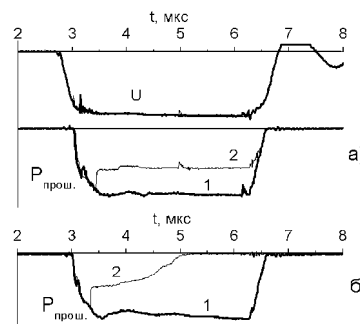


Рис. 6

Рис. 5. Типичные осциллограммы при наблюдении второй моды разряда в волноводе при комнатной температуре. U – напряжение питания магнетрона; $P_{\text{прош.}}$ – мощность прошедшей волны. 1 – осциллограмма в отсутствие разряда ($P_{\text{прош.}}$ равна падающей мощности); 2 – осциллограмма с разрядом.

Рис. 6. Типичные осциллограммы при наблюдении первой моды разряда в нагретом волноводе (а) и при комнатной температуре (б). U – напряжение питания магнетрона; $P_{\text{прош.}}$ – мощность прошедшей волны. 1 – осциллограмма в отсутствие разряда; 2 – осциллограмма с разрядом.

Для повышения чувствительности методики обнаружения разряда предполагалось использовать тот факт, что небольшие по величине разрядные токи второй моды способны десорбировать с поверхности стенки волновода молекулы присутствующих при комнатной температуре адсорбированных слоев, ионизовать эти молекулы и, в конечном итоге, привести к образованию поглощающей СВЧ излучение плазменной среды [1, 9, 11]. Параметры, при которых это явление должно наблюдаться, свидетельствовали бы о том, что оно вызвано именно второй модой мультипактора.

В процессе исследований, выполненных при комнатной температуре, было установлено, что в области значений магнитных полей, соответствующих условиям развития второй моды разряда, происходит заметное ухудшение прохождения излучения (рис. 4, кривая 2 и рис. 5). Одновременно возникал сигнал в канале отраженной волны, что говорит о появлении сильно ионизированной плазмы, отражающей СВЧ излучение. Для сравнения, в условиях нагретого волновода на первой моде разряда, когда создается весьма интенсивный, но чисто электронный разряд, никакого отраженного сигнала не отмечалось. При комнатной температуре (рис. 6,б), как и в более раннем эксперименте [9], этот разряд вначале вызывал быстрое поглощение излучения, действуя как чисто электронный разряд, а затем благодаря десорбции и ионизации молекул со стенки волновода постепенно трансформировался в плазменный разряд. В процессе своего развития этот разряд полностью перекрывал сечение волновода, в результате чего практически 100% мощности отражалось. В то же время разряд на второй моде, по-видимому, вследствие меньшей интенсивности не был способен перекрыть сечение волновода полностью. Результаты проведенного эксперимента, по-видимому, подтверждают описанный выше сценарий возникновения плазмы и указывают на ее роль в выявлении второй моды мультипакторного разряда.

Непосредственно зарегистрировать чисто электронный разряд на второй моде можно, по-видимому, с помощью более чувствительной методики измерений, применяющей, например, гальванически изолированные электроды в стенке волновода [3].

4. Обсуждение

Результаты эксперимента и численного моделирования, в принципе, подтверждают возможность существования второй моды мультипактора в волноводе с плотностью тока разряда существенно ниже, чем у первой моды. В то же время в резонаторе [7] и первая, и вторая мода разряда проявляют себя приблизительно одинаково: разряд перестраивает резонатор, и происходит отражение примерно половины падающей мощности излучения. То есть, разряд на второй моде в волноводе проявляет себя значительно слабее, чем в резонаторе. Отличие этих двух случаев в следующем. В волноводе регистрация излучения ведется по поглощенной мощности излучения (активные потери, заключающиеся в поглощении энергии бомбардирующих электронов в стенке волновода), которая, как было показано, невелика. Тогда как в резонаторе объемный заряд мультипактора, проявляя реактивные свойства, осуществляет перестройку резонатора. Поскольку сдвиг резонансной частоты посредством второй моды разряда сравним со сдвигом для первой моды, можно предположить, что реактивное воздействие пространственного заряда в этих двух случаях также сравнимо, несмотря на то, что поверхностная плотность тока разряда на второй моде меньше, чем у первой моды. Можно перечислить факторы, по-видимому, способные выровнять эту разницу. Во-первых, электроны второй моды разряда находятся над поверхностью вдвое дольше (два циклотронных периода, так что их объемный заряд вдвое больше при заданном токе) и их подъем над поверхностью выше, что по-другому распределяет объемный заряд в резонаторе. Во-вторых, как показало численное моделирование, в разряде существуют и могут накапливаться так называемые долгоживущие электроны, являющиеся продуктом вытеснения участвующих в разряде электронов из благоприятной для размножения резонансной фазы. В-третьих, существуют и другие нерезонансные электроны (возникающие при бомбардировке поверхности упруго и неупруго отраженные электроны), которые также могут накапливаться в зоне разряда со своим, дополнительным, пространственным зарядом. Перечисленные факторы могут объяснить выравнивание реакции резонаторов с разрядом на первой и на второй моде мультипактора, а также резонаторов, изготовленных из материалов с существенно различными коэффициентами вторичной эмиссии [7].

Работа поддержана грантами РФФИ №№ 15-02-08016 и 15-02-09130.

Литература

1. Сливков И.Н. Процессы при высоком напряжении в вакууме. М.: Энергоатомиздат, 1986. 256 с.
2. Браун С. Элементарные процессы в плазме газового разряда. М.: Госатомиздат, 1961.
3. Ганичев Д.А. и др. // ЖТФ. 1965. Т.35, №5. С.813.
4. Бляхман Л.Г. и др. // Изв. вузов. Радиофизика. 2000. Т.43, №11. С.1004.
5. Вихарев А.А. и др. // Известия вузов. Радиофизика. 2011. Т.54, №12. С.908.
6. Вихарев А.А. и др. // Известия вузов. Радиофизика. 2014. Т.57, №7. С.580.
7. Иляков Е.В. и др. // «Вакуумная наука и техника». Материалы XXII научно-технической конференции, 26 сентября – 4 октября 2015 г., Феодосия. С.41.
8. Иляков Е.В., Кулагин И.С. // Известия вузов. Радиофизика. 2011. Т.54, №10. С.758.
9. Иляков Е.В. и др. // Известия вузов. Радиофизика. 2009. Т.52, №12. С.979.
10. Tarakanov V.P. User's Manual for Code KARAT. Springfield, VA: Berkeley Res. Assoc., 1992.
11. Александров А.Ф. и др. // Релятивистская высокочастотная электроника: Сб. научн. тр. Горький: ИПФ АН СССР, 1983. Вып. 3. С. 219.

Определение степени проникновения фонового газа в сильнонедорасширенную сверхзвуковую струю методом электронно-пучковой спектроскопии

К.А.Дубровин, А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С.Яскин
Новосибирск, Новосибирский государственный университет, ул.Пирогова, 2
e-mail: akdubr@gmail.com

В процессе изучения струй аргона за сверхзвуковыми соплами при истечении в разреженное пространство в условиях развитой конденсации было обнаружено резкое изменение структуры, формы и состава струи. В данной работе получены и проанализированы спектры излучения аргона в кластированных сверхзвуковых струях, а также определена степень проникновения фонового газа с помощью спектрального анализа излучения частиц потока.

Degree determination of the background gas penetration into a highly imperfectly expanded supersonic jet by electron-beam spectroscopy. K.A.Dubrovin, A.E.Zarvin, V.V.Kalyada, A.S.Yaskin. In the process of studying argon jets behind supersonic nozzles after expiration into a rarefied space under conditions of developed condensation, a sharp change in the structure, shape, and composition of the jet was observed. The emission spectra of argon in clusters of supersonic jets were obtained and analyzed. The degree of background gas penetration by spectral analysis of the radiation of stream particles was determined.

1. Введение

Образующиеся в процессе конденсации газа в условиях адиабатической изоляции ассоциаты получили название «кластеры» [1]. Газы обладают разной степенью конденсации в сверхзвуковых струях. Кластеры, в свою очередь, обладают разными физическими и химическими свойствами, вследствие чего кластированный поток также обладает уникальными свойствами, собственным составом и структурой.

Вопрос проникновения фонового газа внутрь сформированной сверхзвуковой струи исследуется уже давно [2,3], в том числе с помощью молекулярно-пучковой масс-спектрометрии [4]. Учитывая тот факт, что процесс конденсации вносит значительные

изменения в структуру кластированного потока, представляет интерес изучить его более подробно. В данной работе будет использоваться спектральный анализ излучения потока при электронно-пучковой ионизации.

Отличительной особенностью потоков, содержащих кластеры больших размеров, является образование так называемого «следа»: начиная примерно с середины первой «бочки» наблюдается расширяющийся слабо светящийся поток, также имеющий форму «бочки», но значительно, в несколько раз, превышающий размеры типичной сверхзвуковой веретенообразной струи – первой «бочки». Это явление отчётливо наблюдается при фотографировании свечения потока при ионизации электронным пучком. На рис.1 приведен пример визуализации струи аргона, истекающей из сверхзвукового сопла, электронным пучком. Для наглядности размытые скачки уплотнения первичной бочки, а также более широкого «следа» оконтурены сплошными белыми линиями. В данном режиме электронный пучок находил в области перекрестия боковых ударных скачков. Однако, причины такого излучения до сих пор установлены не были. Высказывались различные варианты объяснения данного явления: поток ионизованных кластеров с люминесценцией долгоживущих состояний, поток возбуждённых кластеров с внутрикластерным энергообменом с передачей энергии отдельным атомам, вылетающим из кластера и др. Однако, вполне вероятным является возможность столкновения возбуждённых кластеров с нейтральными частицами фона. Поэтому представляет интерес изучение возможности и условий проникновения фонового газа в сверхзвуковую струю с кластерами.

Для кластеризации сверхзвукового потока необходимо подавать газ при достаточно высоких давлениях торможения (в настоящей работе $P_0 = 0.4$ МПа). Однако, в связи с ограничениями откачных вакуумных систем, для эксперимента было использовано сверхзвуковое сопло малого сечения, что привело к уменьшению физических размеров струи. С целью увеличения этого размера возникла необходимость создания более высокого вакуума в камере расширения. При увеличении отношения давления торможения $P_{0к}$ фоновому давлению P_h и, соответственно, уменьшению числа Рейнольдса Re_L , боковые скачки ударных волн получаются размытыми, а фоновый газ начинает проникать внутрь струи. Очевидно, кластеры больших размеров в этих условиях без затруднения преодолевают зону смешения, образуя «след».

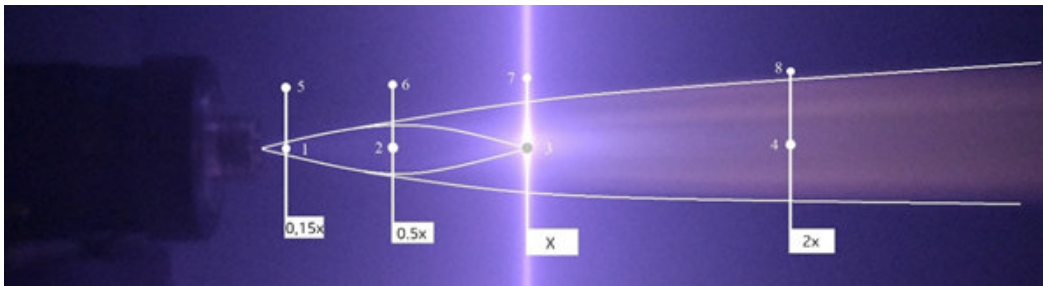


Рис.1. Визуализация струи аргона электронным пучком с обозначением локальных точек измерений.

2. Описание экспериментальной установки и методики измерений

Работа выполнена на газодинамическом стенде ЛЕММПУС-2, устройство которого подробно описано в [5]. Оптическая система, используемая для достижения поставленных задач, позволяет регистрировать спектры излучения потока непосредственно в месте ионизации потока (рис.2). Сверхзвуковое сопло (1), расположено на координатном механизме (2) внутри камеры расширения (3), в которой в данной работе поддерживалось постоянное фоновое давление $P_h = 2,6$ Па. Вакуумная камера оснащена системой натекания, обеспечивающей изменение состава фонового газа за счёт добавления к остаточному давлению рабочего газа струи любого иного газа. Контроль за процентным соотношением газа в фоне осуществлялся с помощью масс-спектрометра. Электронный источник (4) обеспечивал хорошо сфокусированный электронный пучок с энергией электронов до 10 кэВ при токе до 100 мА, позволяющий ионизировать газовый поток в выбранном участке струи. Вакуумная камера оборудована кварцевым оптическим окном (5), через которое производилось наблюдение за

процессом излучения. За оптическим окном на рельсе установлена короткофокусная кварцевая линза (6), фокусирующая изображение исследуемого участка струи на щель спектрометра (7). Юстировка оптического тракта производилась с помощью координатного механизма спектрометра (8).

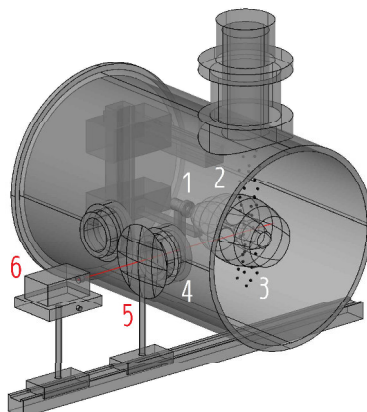


Рис.2. Схематический рисунок оптической схемы измерений.

Для проведения спектральных измерений выбраны несколько локальных областей в газовом потоке, изображенных на рис. 1 белыми точками. Струя газа за сверхзвуковым соплом образует первую «бочку» с веретенообразной структурой, замыкаемой сходящимися боковыми ударными волнами в X-образную конфигурацию. Расстояние между выходным срезом сопла и X-образной конфигурацией обозначим за $1x$. Измерения в данной работе проводились на расстояниях $0,15x$, $0,5x$, $1x$ и $2x$.

Локальная область (1) находится вблизи сопла, где плотность газового потока высока. Следует отметить, что возможность нагрева сопла электронным пучком практически исключена, т.к. ширина пучка значительно меньше расстояния до сопла. В этой области, предположительно, можно пренебречь проникновением фонового газа внутрь потока. Область (2) позволит оценить степень проникновения фонового газа внутрь первичной струи. Область (3) расположена в перекрестии боковых ударных волн, где происходит максимальная фрагментация кластеров, а область (4) – в «следе».

Для оценки проникновения фонового газа на ось струи аргона в фоновый газ подмешивались азот или кислород. Спектры, зарегистрированные на разных расстояниях от сопла, анализировались на наличие известных линий азота и кислорода (рис.3). Здесь, а также на последующих рисунках для наглядности сравнения спектры сдвинуты друг относительно друга по оси длин волн на 2 нм в сторону. Для выявления особенностей на спектрах была произведена их нормировка на интенсивный пик аргона, свободный от излучения примесей.

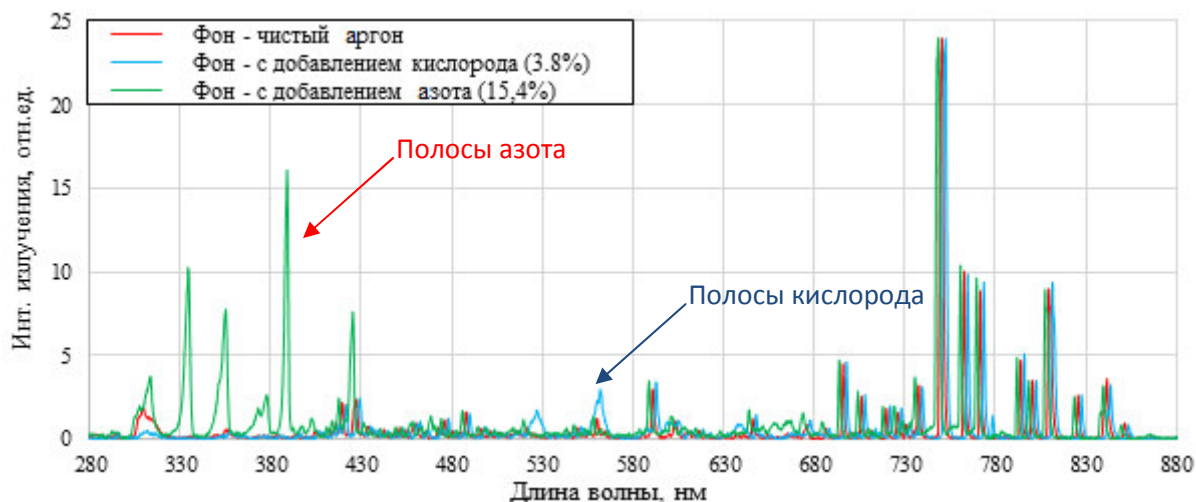


Рис.3. Сравнение спектров фонового газа при добавлении различных примесей.

Интенсивные полосы вблизи 521 и 559 нм, отсутствующие в спектре чистого аргона, проявляются при добавлении в фоновый газ кислорода. При добавлении азота в фоновый газ проявляются характерные полосы вблизи 336, 357, 391 и 427 нм. Регистрация вклада фоновой примеси в излучение потока позволила оценить величину проникновения.

3. Анализ экспериментальных данных

В работе исследовано взаимодействие кластированных сверхзвуковых струй с фоновым газом в предположении, что кластеры по длине струи и за пределами первой бочки имеют разный размер и по-разному могут влиять на процесс проникновения фоновых газов [5-7].

На рис.4 приведено сравнение спектров излучения сверхзвукового газового потока в фоновом газе с различными примесями на расстоянии 0,15х от сопла. Можно заметить, что полосы азота и кислорода в данных спектрах не наблюдаются. Следовательно, проникновение фоновых газов на 0,15х пренебрежимо мало.

При сравнении спектров излучения на расстоянии 0,5х от сопла (рис.5) в струе аргона с добавлением в фоновый газ примеси и при её отсутствии, обнаружены две полосы (на 336 и 357нм) азота. Несмотря на то, что интенсивность этих полос в сравнении с линиями аргона увеличилась в два раза, данный прирост можно считать незначительным, т.к. он ничтожно мал в сравнении с сильными линиями аргона, не приведенными на данном участке спектра.

Следовательно, проникновение фоновых газов в данную часть струи, по-видимому, несущественно. Аналогичная картина наблюдается и в точке пересечения боковых ударных волн.

Однако, в отличие от первой «бочки», в области распространения «следа» плотность потока значительно ниже. Следовательно, фоновый газ способен проникать внутрь «следа», участвуя в процессах излучения потока.

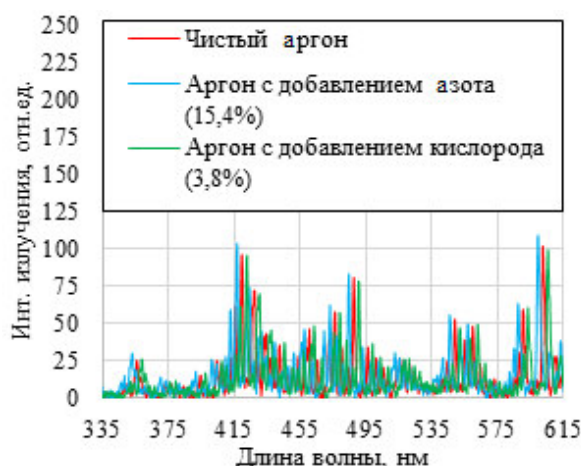


Рис.4. Сравнение спектров излучения газового потока на расстоянии 0,15х.

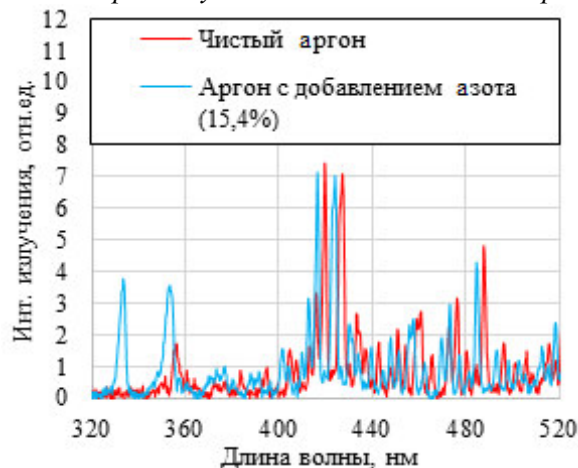


Рис.5. Сравнение спектров излучения газового потока на расстоянии 0,5х.

Для количественной оценки проникновения была проведена серия экспериментов, в ходе которых примесь добавлялась не фоновый газ, а в истекающий из сверхзвукового сопла. Для сопоставления данных экспериментов с предыдущими в истекающий из сопла газ была добавлена примесь в том же процентном соотношении (для азота - 15,4-84,6%, для кислорода – 3,8-96,2%).

При добавлении примесей азота и кислорода в истекающий газ можно сделать несколько допущений. Во-первых, примесные газы не оказывают существенного влияния на конденсацию аргона, поскольку конденсируются значительно хуже аргона. Это означает, что в такой струе рождаются только аргоновые кластеры больших размеров. Во-вторых, малые примеси не меняют газодинамику истечения одноатомного газа. В ходе проведения эксперимента было установлено, что размеры струй в обоих случаях совпадали, что подтверждает данное предположение. В-третьих, состав смеси газов в фоне одинаков в обоих вариантах режимов течений: при истечении смеси аргона с азотом или кислородом, и при истечении чистого аргона в смесь аргона с азотом или кислородом. Данный факт подтверждают показания масс-спектрометра, фиксирующего процентное отношение фонового газа на протяжении всего эксперимента. И, наконец, в-четвертых, процентный состав примеси в струе сохраняется на всём протяжении струи. Это предположение можно допустить только в случае пренебрежения процессами разделения частиц по массам. Однако, исходя из того, что основное разделение идёт между кластерами и мономерами, то между мономерами аргона и азота или кислорода это процесс является второго порядка малости.

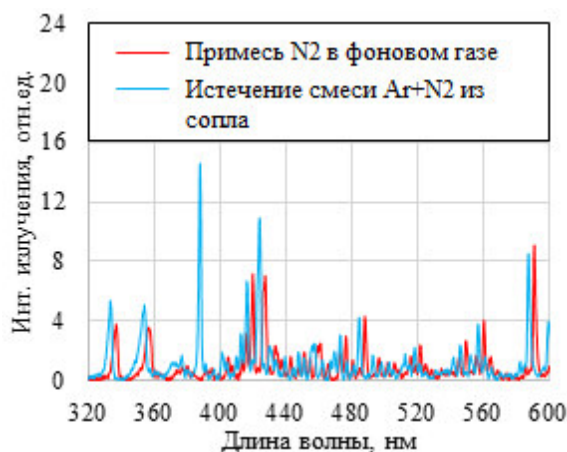


Рис. 6. Сравнение спектров излучения газового потока с примесью N_2 на расстоянии $0,5x$.

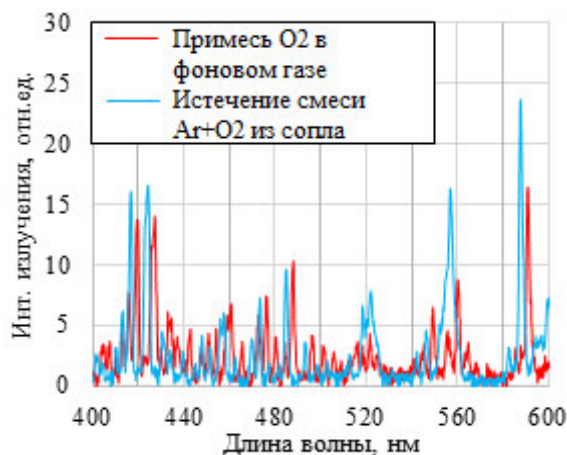


Рис. 7. Сравнение спектров излучения газового потока с примесью O_2 на расстоянии $1x$.

В рамках приведённых допущений были выполнены измерения с истекающей примесью вместе с рабочим газом из сопла. При сравнении спектров излучения потока смеси со спектрами, представленными на рис.4-5, установлено, что излучение примеси азота в спектре при истечении смеси из сопла не только усиливается на полосах, обнаруженных при рассмотрении проникновения фонового газа, но и обнаруживается на других длинах волн (например, в полосе 391 нм) (рис. 6). Это означает, что данные процессы не являются аналогичными, и что энергообмен в потоке смеси происходит иным образом.

При добавлении в истекающую смесь кислорода, спектр струи меняется более существенно (рис. 7): несмотря на малую долю в аргоне по сравнению с азотом, не только зарегистрированы более интенсивные полосы 560 и 591 нм, но и обнаружено изменение интенсивностей отдельных линий аргона.

Обнаруженные при этих сравнениях особенности не только подтверждают факт отличия излучения статичного фонового газа от излучения потока, но и иллюстрируют влияние примеси на излучение разреженной струи.

4. Выводы

На основании полученных данных можно сделать некоторые выводы относительно вида и структуры кластированной струи, а также относительно излучения потока. В ходе проведения эксперимента было обнаружено отличие в излучении примесей при добавлении в статичный фоновый газ и при истечении примеси из сверхзвукового сопла. Также было детектировано малое проникновение фонового газа внутрь первой бочки. Стоит отметить, что в условиях развитой конденсации и образования кластеров больших размером, можно констатировать факт меньшего проникновения фонового газа в кластированный поток в сравнении с мономерным [2.3]. Однако, причины и механизмы, вызывающие интенсивное излучение в «следе» в присутствии кластеров большого размера по-прежнему требуют более детальных исследований.

5. Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации по Программе развития конкурентоспособности "5-100" и договора № Ф-340-16.

Литература

1. Сидоров Л.Н. «Молекулы, ионы и кластеры в газовой фазе» // СОЖ, ХИМИЯ. 2000.
2. Кисляков Н.И., Ребров А.К., Шарафутдинов Р.Г. Диффузионные процессы в зоне смешения сверхзвуковой струи низкой плотности // ПМТФ. 1973. Вып.1. С.121-127.
3. Кисляков Н.И., Ребров А.К., Шарафутдинов Р.Г. О структуре высоконапорных струй низкой плотности за сверхзвуковым соплом // ПМТФ. 1975. Вып.2. С.42-52.
4. Зарвин А.Е., Каляда В.В., Коробейщиков Н.Г., Ходаков М.Д. Особенности масс-спектрометрии метановых и метансодержащих кластеров в сверхзвуковых молекулярных пучках // Наноинженерия. 2014, № 1 (31), с. 3-6.
5. Zarvin A.E., Kalyada V.V., Madirbaev V.Zh., Korobeishchikov N.G., Khodakov M.D., Yaskin A.S., Khudozhnikov V.E., Gimelshein S.F. Condensable Supersonic Jet Facility for Analyses of Transient Low-Temperature Gas Kinetics and Plasma Chemistry of Hydrocarbons // IEEE Transactions on Plasma Science. 2017. V. 45. Issue 5. P. 819-827.

Измерение вращательной температуры азота в кластированной сверхзвуковой струе

Т.С. Яковлева, С.В. Автаева, В.В. Каляда, А.Е. Зарвин
Новосибирск, Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2
e-mail: Jade_95@mail.ru

В работе исследуются распределения вращательной температуры сверхзвуковых кластированных струй молекулярного азота, истекающих в затопленное пространство. Сверхзвуковые струи формируются соплами с критическими сечениями 0.17 и 0.215 мм. Струя активируется электронным пучком с энергией 10 кэВ, рабочий диапазон токов 30-40 мА. В результате измерений получены распределения вращательной температуры в продольном и в поперечном направлениях. Получена зависимость от давления в форкамере сопла.

Rotational temperature measurement in the supersonic cluster gas jet of the molecular nitrogen. T.S. Yakovleva, S.V. Avtaeva, V.V. Kalyada, A.E. Zarvin. The distributions of the rotational temperature of the supersonic jets with clusters formation of molecular nitrogen flowing into the flooded space are investigated. Supersonic jets are formed by nozzles with critical cross-sections of 0.17 and 0.215 mm. The jet is activated by an electron beam with the energy of 10 keV, the operating range of currents is 30-40 mA. Rotational temperature distributions in the longitudinal and transverse directions are obtained. The pressure dependence in the nozzle chamber is obtained.

Введение

В настоящее время сверхзвуковые струи применяются для обработки поверхностей [1-2] (полировка, чистка, травление), в плазмохимии, в проектировании ракетных двигателей и т.д. Таким образом изучение характеристик сверхзвуковых кластированных струй, в том числе температуры, от которой зависит процесс конденсации, актуально в связи с широким спектром их технологического применения.

Сверхзвуковая струя представляет собой многоблочную структуру, образованную системой ударных волн, формируемых в ходе истечения газа. На расстоянии, определяемом параметрами сопла, сортом газа (определяющими значение коэффициента k), соотношением давлений в форкамере сопла (P_0) и фона (P_h) и диаметром критического сечения сопла (d^*), располагается точка х-образности (в некоторых случаях – диск Маха), в которой испытывают скачок термодинамические параметры газа: температура, плотность, давление [2-3]:

$$X_M = k \sqrt{\frac{P_0}{P_h}} d^*$$

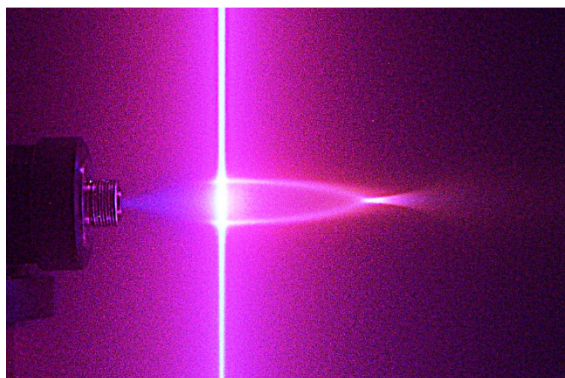


Рис. 1. Фотография сверхзвуковой струи, визуализированной электронным пучком, для сопла с диаметром критического сечения $d^*=0.215$ мм. Давление в форкамере сопла 0.6 МПа.

Процесс истечения газа из сопла является адиабатическим, в результате чего газ охлаждается до низких температур, при которых начинается конденсация и формирование

кластеров различных размеров. В работе для оценки наличия кластеров использовался параметр, предложенный Хагеной [4]:

$$Г^* = \frac{P_0 [\text{мбар}] d_{eq}^{0.85} [\text{мкм}]}{T_0^{2.29} [\text{К}]} K_{ch},$$

где K_{ch} – коэффициент, зависящий от сорта газа, для азота согласно [5] $K_{ch}=528$; T_0 – температура в форкамере сопла; d_{eq} – эквивалентный диаметр сопла [5].

Методика

Для определения вращательной температуры газа использовалась R-ветвь (0-1) полосы 1-ой отрицательной системы молекулярного азота. Этой системе соответствует переход из возбуждённого состояния молекулярного иона азота $N_2^+(B^2\Sigma_u)$ в основное состояние молекулярного иона $N_2^+(X^2\Sigma_g)$. Для разрешения тонкой вращательной структуры спектра полоса регистрировалась с щелью спектрометра 30 или 50 мкм. Диапазон токов 30-40 мА выбран исходя из влияния вторичных эффектов на процесс возбуждения. Были проведены измерения интенсивностей вращательных линий в зависимости от тока пучка. Полученные данные показали, что, начиная с 50 мА, интенсивность в зависимости от тока ведет себя нелинейным образом. Также известно, что зависимость между интенсивностью спектральных линий и током пучка сохраняется линейной вплоть до плотностей газа, равных $n=10^{16} \text{ см}^{-3}$ [6]. В данной работе плотности не превышали 10^{15} см^{-3} .

По методике, разработанной Мюнцем [7], устанавливалась связь между интенсивностями вращательных линий в возбужденном состоянии молекулярного иона с интенсивностями в основном состоянии молекулы азота. Таким образом, если заселенность уровней подчиняется статистике Больцмана и не происходит заметного отклонения от равновесного распределения, зависимость логарифма интенсивности вращательной линии от энергии линейная [7]. По наклону получаемых прямых определялась вращательная температура газа. Температура основного состояния молекулы азота определялась методом последовательных приближений.

Оборудование

Эксперименты проводились на газодинамическом комплексе ЛЭМПУС-2, разработанном в отделе прикладной физики физического факультета Новосибирского государственного университета [8]. Комплекс представляет из себя многомодульную структуру, каждый модуль которой имеет свою откачную систему. На установке откачка осуществляется форвакуумными, турбомолекулярными и криогенными насосами. Для регистрации спектров использовался спектрометр ДФС-452. Излучение подводилось к щели спектрометра с помощью световода. Исследования проводились при различных давлениях в форкамере сопла (0.1 – 0.6 МПа). Параметры экспериментов и используемых сопел представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1. Характеристики используемых сопел.

Сопло	Длина (l), мм	Критическое сечение (d^*), мм	Выходное сечение (D), мм
Сверхзвуковое I	8.2	0.17	2.4
Сверхзвуковое II	17.5	0.215	3.5

Таблица 2. Параметры экспериментов, n_h – плотность фонового газа.

Сверхзвуковое I					Сверхзвуковое II				
P_0 , МПа	P , Па	$n_h, 10^{14} \text{с}^{-3}$	Γ^*		P_0 , МПа	P , Па	$n_h, 10^{14} \text{см}^{-3}$	*	
0.1	0 .35	0.84	35	5	0.2	0 .93	2.25		199
0.2	0 .66	1.6	71	0	0.4	3 .87	9.34		397
0.4	1 .4	3.54	14	21	0.4	3 .08	7.44		
0.6	3 .59	8.66	21	31	0.4	3 .01	7.28		

Результаты и выводы

Проведены измерения вращательной температуры азота в продольном (в зависимости от расстояния от среза сопла) и поперечном направлениях. Как можно видеть из рис. 2, вращательная температура падает с увеличением расстояния до сопла, однако с точек $x/d_* \sim 75$ начинается значительный рост температуры вплоть до $x/d_* \sim 350$, соответствующего смыканию боковых скачков уплотнения («точка х-образности»). При дальнейшем продвижении от среза сопла струя вновь начинает расширяться, формируя вторую бочку с соответствующим падением температуры.

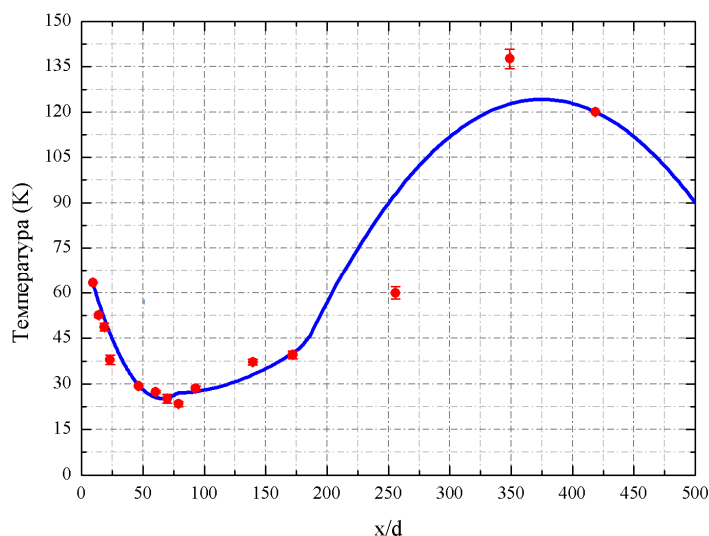


Рис. 2. Распределение вращательной температуры вдоль оси струи для сверхзвукового сопла I ($d_* = 0.215$ мм). Давление в форкамере сопла $P_0 = 0.4$ МПа, давление фона $P_h = 3$ Па.

При истечении газа из сопла на температуру в струе оказывает влияние фоновый газ, проникая через размытые боковые скачки уплотнения. Характеристическим параметром в данном случае является число $Re_L = Re_* / (P_0/P_h)$ [9]. Re_* число Рейнольдса, рассчитанное в точке критического сечения сопла. При данных условиях $Re_L \sim 35$, что соответствует режиму течения, в котором фоновый газ проникает внутрь струи.

Пример изучения распределения температуры газа вдоль оси струи в зависимости от давления в форкамере сопла, т.е. от условий конденсации, приведен на рис. 3. Эксперименты были проведены при четырех давлениях: 0.1, 0.2, 0.4 и 0.6 МПа, использовалось сверхзвуковое сопло I с диаметром критического сечения $d_* = 0.17$ мм. Полученные зависимости представлены на рис. 3. Приведенные распределения вращательной температуры газа вдоль

струи для давлений 0.2-0.6 МПа имеют схожий вид, также наблюдается рост температуры с увеличением давления в форкамере сопла.

При давлении в форкамере сопла равном 0.6 МПа могут образовываться кластеры большего размера, в отличие от более низких давлений. Кроме того, с ростом давления в форкамере сопла увеличивается доля конденсированных молекул, что увеличивает температуру газа. Как видно на графике, с ростом давления температура газа в струе возрастает. При давлениях в форкамере сопла равных 0.4 и 0.2 МПа в струе азота имеет место ранняя стадия конденсации, при которой доля выделяющегося при конденсации тепла незначительна. Поэтому в этих режимах уровень температуры определяется газодинамическим расширением и проникновением тёплого газа из окружающего пространства (согласно оценкам, число Рейнольдса в этих режимах находится в пределах от 9 до 20). В то же время при давлении 0,6 МПа, несмотря на меньшее проникновение фонового газа в струю, температура существенно выше, что свидетельствует о более интенсивной конденсации.

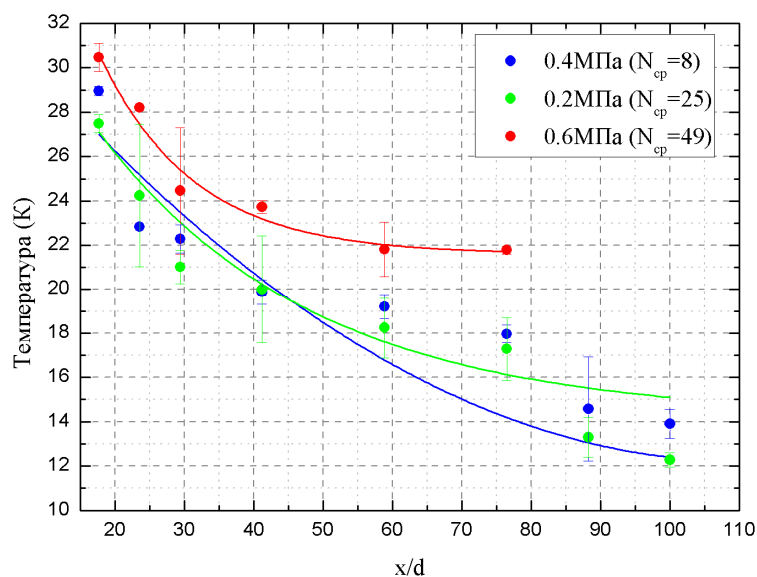


Рис. 3. Распределение вращательной температуры молекул азота вдоль струи. Измерения проведены для четырех различных давлений в форкамере сопла. В скобках указан средний размер кластеров, оцененный по формуле Хагены.

Таким образом, измерения вращательной температуры с помощью электронно-пучковой спектроскопии позволяет получать информацию о температуре в сверхзвуковых потоках конденсирующихся газов при истечении из сверхзвуковых сопел, т.е. в условиях, когда различие между поступательной и вращательной температурами можно пренебречь, а заселённость вращательных уровней не отличается от Больцмановской.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации по Программе развития конкурентоспособности "5-100" и договора № Ф-340-16.

Литература

1. Коробейщиков Н.Г., Николаев И.В., Роечко М.А., Каляда В.В. Сверхгладкая полировка поверхности ионно-кластерным пучком аргона // Передовые материалы – 2016: синтез, обработка и свойства наноструктур: материалы Российско-Японской международной конференции. 30 октября – 3 ноября, 2016 / НГУ, Новосибирск, с. 105, 2016.
2. Ashkenas H., Sherman F.S. // Rarefield Gas Dynamics. 4th International Symposium. Academic Press, vol. 2, 1966.

3. Franquet E., Perrier V., Gibout S., Bruel P. Free underexpanded jets in a quiescent medium: A review // Progress in Aerospace Science, pp.25-53, 2015.
4. Hagen O. F. Nucleation and Growth of Clusters in Expanding Nozzle Flows // Surface Science, vol. 106, issues 1–3, pp. 101-116, 1981.
5. Smith R.A., Ditmire T., and Tisch J. W. G. Characterization of a cryogenically cooled high-pressure gas jet for laser/cluster interaction experiments // Review of scientific instruments, vol.69, 1998.
6. Mohamed A.K., Bonnet J., Larigaldie S., Pot T., Soutade J., Diop B. Electron beam fluorescence in hypersonic facilities // Optical diagnostics of flows. Aerospace Lab, Issue 1, 2009.
7. Muntz E.P. Static Temperature Measurements in a Flowing Gas // The physics of fluids, vol.5, No. 1, pp. 80-90, 1962.
8. Zarvin A.E., Kalyada V.V., Madirbaev V.Zh., Korobeishchikov N.G., Khodakov M.D., Yaskin A.S., Khudozhnikov V.E., Gimelshein S.F. Condensable supersonic jet facility for analyses of transient low-temperature gas kinetics and plasma chemistry of hydrocarbons // IEEE Transactions on Plasma Science, vol. 45, Issue 5, pp. 819-827, 2017.
9. Н.И.Кисляков, А.К.Ребров, Р.Г.Шарафутдинов. Диффузионные процессы в зоне смешения сверхзвуковой струи низкой плотности // Прикладная Механика и Техническая Физика, No.1, с. 121-127, 1973.

Экспериментальное моделирование сильно недорасширенных сверхзвуковых струй на компактных лабораторных газодинамических установках

А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, А.С.Яскин

Новосибирск, Новосибирский государственный университет, ул.Пирогова, 2

e-mail: zarvin@phys.nsu.ru

Рассмотрена возможность экспериментального моделирования истечения сверхзвуковых струй из сопел космических аппаратов в условиях вариации давлений разреженной среды и разных составов газовых атмосфер на компактных малотоннажных экспериментальных установках со сравнительно низкой производительностью вакуумных откачных систем. Изложен опыт Новосибирского государственного университета по использованию различных вариантов моделирования газодинамических струй на подобных установках и предложены пути решения возникающих проблем.

Experimental modeling of highly under-expanded supersonic jets on compact laboratory gas-dynamic installations. A.E. Zarvin, V.V. Kalyada, A.S. Yaskin. The possibility of experimental simulation of supersonic jets outflow from spacecraft nozzles under the conditions of rarefied medium pressure variations and different compositions of gas atmospheres in compact low-tonnage experimental installations with a comparatively low capacity of vacuum pumping systems are considered. The experience of the Novosibirsk State University in the use of various variants of simulation of gas-dynamic jets at similar facilities is expounded. A way to solve emerging problems is suggested.

Экспериментальное моделирование истечения сверхзвуковых струй из сопел космических аппаратов в условиях разных давлений окружающей разреженной среды и разных составов газовых атмосфер является неременным атрибутом подготовки к натурным испытаниям и полётам. В этих целях широко используются крупные аэрогазодинамические установки и комплексы, сформировавшиеся ещё во второй половине прошлого столетия [1-5]. Однако сложность эксплуатации таких комплексов, необходимость больших капитальных вложений для их модернизации и оснащения современными вакуумными откачными системами и средствами диагностики, высокая стоимость каждого экспериментального пуска

приводит к поиску более простых и дешёвых вариантов экспериментальных исследований интересных процессов.

Первым, наиболее очевидным и логичным путём решения проблемы является переход на импульсный режим истечения газового потока из сопла [6-21]. Преимущества импульсных потоков по сравнению со стационарными очевидны: возможность получения расходов газа, температур, плотностей и скоростей потоков и пучков, труднодостижимых в стационарных условиях, возможность использовать откачные вакуумные системы умеренной производительности, высокая эффективность использования дорогостоящих рабочих газов. Возможности перевода сверхзвуковой свободной струи газа в импульсный режим течения и формирования импульсного молекулярного пучка впервые были продемонстрированы в работе [6]. Переход к импульсному истечению широко используется во всём мире при формировании сверхзвуковых молекулярных пучков [22-24], в физике плазмы [25-26], экспериментах по столкновительному рассеянию пучков [7,27], изучению релаксационных процессов в свободных струях [28-29], молекулярной спектроскопии [30-31], взаимодействию молекул с поверхностью [32-33], получению и исследованию свойств молекулярных агрегатов с водородными и Ван-дер-Ваальсовыми связями [34-37], экспериментов с мощными импульсными лазерами [38-39], технологическим процессам взаимодействия сверхзвуковых потоков с поверхностью (напыление тонких плёнок, модификация поверхности: полировка, имплантация) [40-44] и др.

Известны работы по использованию импульсного процесса в исследованиях струйных течений [16]. Однако для моделирования процессов стационарного истечения сверхзвуковых струй необходимо обеспечение квазистационарных условий, т.е. условий, при которых длительность истечения ΔT будет достаточной для формирования стационарной струи, а скорости получения информации от диагностической аппаратуры достаточно для измерения параметров в квазистационарном ядре такого импульсного потока.

Для формирования импульсного сверхзвукового потока широко используются клапаны различных модификаций с временами $\Delta T \sim 10^{-1} - 10^1$ секунд. Поскольку время установления равновесного истечения из сопла не превышает нескольких микросекунд [45], времени свободного истечения достаточно для регистрации интересующих параметров. Однако какого бы размера ни был вакуумный объём, в который истекает газ, при ограниченных скоростях вакуумной откачки давление фонового газа в такой камере неизбежно повышается, что приводит к нежелательному изменению условий истечения. Следовательно, необходимым шагом является повышение скорости срабатывания клапана, запирающего истечение из сопла, а также миниатюризация размеров сопла.

Быстродействующие импульсные газовые клапаны серийно выпускаются рядом фирм. Однако, эти клапаны, как правило, работают в узком диапазоне характеристик и формируют газовые импульсы треугольной формы и малой длительности (10-100 мкс).

В Новосибирском государственном университете разработаны импульсные газоструйные устройства, обеспечивающие возможность достижения больших (до 20 граммов в секунду) мгновенных расходов сырья. Прежде всего, это электромагнитный клапан с набором звуковых и сверхзвуковых сопел, системой энергопитания и управления, обеспечивающий истечение газа из форкамеры в течение регулируемого промежутка времени (от 150 мкс до 3 мс), с высокой скважностью (не менее 100), частотой импульсов от 1 до 10 Гц и возможностью регулирования давления торможения в широких пределах, от единиц Па до 2 МПа. Сформированные с помощью этого устройства импульсы имеют трапециевидную форму с квазистационарным ядром большой протяженности (~ 1 мс). Конструкция клапана описана в [46].

Однако, как показано в работе [47], скорость движения переднего фронта газового импульса существенно ниже предельной скорости стационарного истечения газа. С увеличением давления торможения возрастает удельный расход газа из сопла, что приводит на фиксированных расстояниях от сопла к ускорению переднего фронта газовых импульсов и соответствующему уширению импульса. В целом движение переднего фронта импульса определяется соотношением между импульсом истекающего газа и вытесняемого фонового. По мере продвижения газового импульса от источника всё большая доля истекающего газа переходит в замыкающую волну разрежения. В результате при увеличении расстояния от источника, а также при росте давления в окружающем пространстве длительность

(протяжённость) области стационарного течения уменьшается [48]. Таким образом, моделирование непрерывных струй импульсным истечением имеет существенные ограничения.

Другой способ использования экспериментальных стендов со сравнительно невысокими скоростями вакуумной откачки – миниатюризация сопел [49-50] при режимах с непрерывным истечением в течение более длительных промежутков времени – от десятков секунд до минут и часов непрерывной работы. В работах [51-52] сформулирована система параметров подобия газодинамических и геометрических параметров течения струй газа, истекающих из сверхзвуковых сопел в вакуум и в затопленное пространство с сильным недорасширением. Установлены простые зависимости для определения плотности и динамического давления в поле течения струи, позволяющие воспроизводить в модельных экспериментах значения относительного импульса и характерного угла расширения струи натурального двигателя ориентации космического аппарата, основанная на результатах комплексного исследования влияния неравновесных процессов на истечение газовых струй в вакуум [51]. Представлена методология воспроизведения в модельных экспериментах условий истечения струй ракетных двигателей с использованием струй диоксида углерода с тождественными значениями характерного угла расширения и пересчета их результатов на натурные условия истечения струй [52].

Таким образом, использование более эффективных средств вакуумной откачки: турбомолекулярных и гелиевых криогенных насосов – а также новых технологий изготовления микросопел позволяет вернуться к непрерывному истечению при моделировании космических систем. Однако миниатюризация сверхзвуковых струй требует более тщательного обеспечения локальности измерений существующими средствами диагностики. В настоящей работе рассматриваются различные способы получения информации о параметрах сверхзвуковых струй. Основное внимание уделено использованию электронно-пучковых методов: получение изображений струй по свечению, возбуждённому электронным пучком, оптической спектроскопии струй, использованию сканнера для качественных и количественных измерений продольных и поперечных полей плотности.

В качестве примера на рис. 1 приведен вид продольного сечения сверхзвуковой струи диоксида углерода с относительным импульсом газа на срезе сверхзвукового сопла порядка единицы в условиях истечения в глубокий вакуум (рис. 1,а) и в затопленное пространство (рис. 1,б).

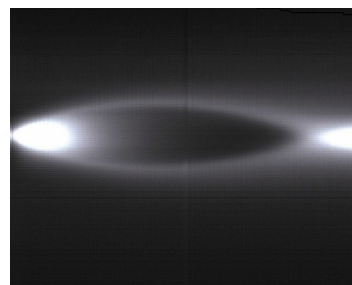
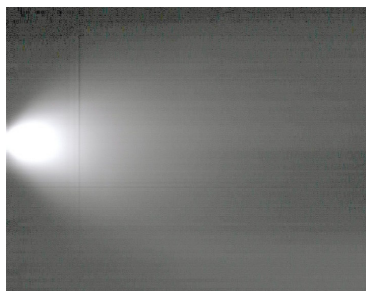


Рис. 1,а. $P_0 = 0,7 \text{ МПа}$; $P_h = 0,3 \text{ Па}$

Рис. 1,б. $P_0 = 0,7 \text{ МПа}$; $P_h = 3 \text{ Па}$

Сверхзвуковое сопло, диаметр критического сечения $d^* = 0,26 \text{ мм}$, длина диффузора $L = 3,6 \text{ мм}$, диаметр выходного сечения $D_a = 1,6 \text{ мм}$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации по Программе развития конкурентоспособности "5-100" и договора № Ф-340-16.

Литература

1. Бочкарев А.А., Великанов Е.Г., Ребров А.К., Шарафутдинов Р.Г., Ярыгин В.Н. Газодинамические установки низкой плотности // В сб. "Экспериментальные методы в динамике разреженных газов". Новосибирск. Изд-во ИТФ СО АН. 1974, с. 6-23.
2. Приходько В.Г., Храмов Г.А., Ярыгин В.Н. Крупномасштабная криогенно-вакуумная установка для исследования газодинамических процессов // Приборы и техника эксперимента. 1996, № 2, с. 162–164.

3. Герасимов Ю.И., Крылов А.Н., Ярыгин И.В., Приходько В.Г., Ярыгин В.Н. Моделирование в вакуумных камерах процессов внешнего загрязнения Международной космической станции струями двигателей ориентации // Химическая физика. 2006, т.25 (11), с. 35–47.
4. Ярыгин В.Н., Герасимов Ю.И., Крылов А.Н., Мишина Л.В., Приходько В.Г., Ярыгин И.В. Газодинамика космических кораблей и орбитальных станций (обзор) // Теплофизика и аэромеханика. 2011, т. 18 (3), с. 345-372.
5. <http://www.math.spbu.ru/GAM/gdl.html>
6. Bier K., Hagena O. Optimum conditions for generating supersonic molecular beam // In: Rarefied Gas Dynamics. Adv. Appl. Mech.: Proc. 4-th Internat. Symp., N.Y.-London, Acad. Press. 1966, v. 2, p. 260-278.
7. Gentry W.R. Pulsed molecular beam experiments // Rarefied Gas Dynamics: Proc. 14-th Internat. Symp., Tokyo. 1984, v. II, p. 793 - 807.
8. Hagena O.F. Pulsed valve for supersonic nozzle experiments at cryogenic temperatures // Review of Scientific Instruments. 1991, v. 62(4), p. 2038-2039.
9. Atkinson D.B., Smith M.A. Design and characterization of pulsed uniform supersonic expansions for chemical applications // Review of Scientific Instruments. 1995, v. 66(9), p. 4434-4446.
10. Bobylev V.B., Burdakov A.V., Lokonov K.V. Electromagnetic gas valve with a flat Laval nozzle // Instruments and Experimental Techniques. 1996, v. 39(1), p. 137-138.
11. Lee S., Hoobler R.J., Leone S.R. A pulsed Laval nozzle apparatus with laser ionization mass spectroscopy for direct measurements of rate coefficients at low temperatures with condensable gases // Review of Scientific Instruments. 2000, v. 71(4), p. 1816-1823.
12. Malakhovskii A.V. Time evolution of pulsed supersonic jets of argon clusters // Journal of Physics D: Applied Physics. 2000, v. 33, p. 556-563.
13. Makarov G.N. Pressure-shock-controlled pulsed molecular beams // Technical Physics. 2002, v. 47(12), p. 1495-1500.
14. Spangenberg T., Kohler S., Hansmann B., Wachsmuth U., Abel B., Smith M.A. Low-temperature reactions of OH radicals with propene and isoprene in pulsed Laval nozzle expansions // The Journal of Physical Chemistry A. 2004, v. 108(37), p. 7527-7534.
15. Zarvin A.E., Korobeishchikov N.G., Madirbaev V.Zh., Gartvich G.G., Kalyada V.V., Sharafutdinov R.G. A method for studying clusterization processes in a free impulse jet // Instruments and Experimental Techniques. 2005, v. 48(6), p. 817-825.
16. Голуб В.В., Баженова Т.В. Импульсные сверхзвуковые струйные течения // Объединенный институт высоких температур РАН. 2008. М.: Наука, 2008. 279 с.
17. Taylor S.E., Goddard A., Blitz M.A., Cleary P.A., Heard D.E. Pulsed Laval nozzle study of the kinetics of OH with unsaturated hydrocarbons at very low temperatures // Physical Chemistry Chemical Physics (PCCP). 2008, v. 10(3), p. 422-437.
18. Zarvin A.E., Korobeishchikov N.G., Kalyada V.V., Madirbaev V.Zh. Formation of mixed clusters in a pulsed helium - oxygen - isoprene supersonic jet // The European Physical Journal D (EPJ D). 2008, v. 49(1), p. 101-110.
19. Soorkia S., Liu C.-L., Savee J.D., Ferrell S.J., Leone S.R., Wilson K.R. Airfoil sampling of a pulsed Laval beam with tunable vacuum ultraviolet synchrotron ionization quadrupole mass spectrometry: Application to low-temperature kinetics and product detection // Review of Scientific Instruments. 2011, v. 82, 124102.
20. Yan B., Claus P.F.H., van Oorschot B.G.M., Gerritsen L., Eppink A.T.J.B., van de Meerakker S.Y.T., Parker D.H. A new high intensity and short-pulse molecular beam valve // Review of Scientific Instruments. 2013, v. 84(2), 023102.
21. Christen W. Stationary flow conditions in pulsed supersonic beams // The Journal of Chemical Physics. 2013, v. 139(15), 154202.
22. Even U. Pulsed supersonic beams from high pressure source: simulation results and experimental measurements // Advances in Chemistry. 2014, v. 2014, Article ID 636042. 11 pages.
23. Hagena O.-F., Henkes W. Die Bestimmung des effektiven Ionisationsquerschnitts in kondensierten Molekularstrahlen // Zeitschrift für Naturforschung. 1965, v. 20a(7), p. 1344-1348.
24. Anderson J.B., Andres R.P., Fenn J.B. Supersonic nozzle beams // Advances in Chemical Physics. Vol 10: Molecular Beams / Ed. I. Prigogine. 1966. John Wiley & Sons, Inc. P. 275-318.
25. Kuswa G., Stallings C., Stamm A. Improved fast opening gas puff valve // Review of Scientific Instruments. 1970, v. 41(9), p. 1362-1363.

26. Inutake M., Kuriki K. Fast ionization gauge studies of quasisteady gas injection into vacuum // Review of Scientific Instruments. 1972, v. 43(11). P. 1670-1674.
27. Hall G., Lin K., McAuliffe M. J. et al. State-to-state vibrational excitation of I₂ in collisions with He // The Journal of Chemical Physics. 1984, v. 74(12-1), P. 5577-5585.
28. Alagia M., Balucani N., Casavecchia P. et al. Reactive scattering of atoms and radicals // Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions. 1995, v. 91, p. 575-596.
29. Zacharias H., Loy M.M. T., Roland P.A. et al. Rotational and electronic relaxation in pulsed supersonic beams of NO seeded in He and Ar // The Journal of Chemical Physics. 1984, v. 81(7), P. 3148–3157.
30. Levy D. H., Wharton L., Smalley R. E. Chemical and biochemical applications of lasers / Ed. by C. B. Moore. N. Y.; L.: Acad. Press, 1977. Vol. 11. P. 1□41.
31. Rettner C. T., Marinero E. E., Zare R. N. et al. Pulsed free jets: novel nonlinear media for generation of vacuum ultraviolet and extreme ultraviolet radiation // The Journal of Physical Chemistry. 1984, v. 88(10), p. 4459–4465.
32. Eldridge B. N., Yu M. L. Compact pulsed molecular beam system for real-time reactive scattering from solid surfaces // Review of Scientific Instruments. 1987, v. 58(6), p. 1014–1026.
33. Atomic and molecular beam methods / Ed. By G. Scoles. N.Y., Oxford: Oxford University Press. 1988.
34. Hagen O.F., Obert W. Cluster formation in expanding supersonic jets: effect of pressure, temperature, nozzle size and test gas // The Journal of Chemical Physics. 1972, v. 56(5), p. 1793-1802.
35. Rohlffing E.A., Cox D.M., Kaldor A. Production and characterization of supersonic carbon cluster beams // The Journal of Chemical Physics. 1984, v. 81(7), p. 3322–3330.
36. O'Keefe A., Sherer J.J., Cooksy A.L. et al. Cavity ring down dye laser spectroscopy of jet-cooled metal clusters: Cu₂ and Cu₃ // Chemical Physics Letter. 1990, v. 172, p. 215-218.
37. Korobeishchikov N.G., Zarvin A.E., Madirbaev V.Zh., Sharafutdinov R.G. Condensation of argon, monosilane and their mixtures in a pulse free jet // Plasma Chemistry and Plasma Processing. 2005, v. 25(4), p. 319-349.
38. Hosokai T., Kinoshita K., Watanabe T. et al. Supersonic gas jet target for generation of relativistic electrons with 12TW-50fs laser pulse // Proceedings of EPAC 2002, Paris, 2003, pp. 981-983.
39. Semushin S., Malka V. High density gas jet nozzle design for laser target production // Review of Scientific Instruments. 2001, v. 72(7), p. 2961-2965.
40. Roca i Cabarrocas P., Gay P., Hadjadj A. Experimental evidence for nanoparticle deposition in continuous argon-silane plasmas: Effects of silicon nanoparticles on film properties // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. 1996, v. 14(2), p. 655-659.
41. Yamada I., Matsuo J., Toyoda N., Kirkpatrick A. Materials processing by gas cluster ion beams // Materials Science and Engineering: R: Reports // 2001, v. 34 (6), p. 231–295.
42. Khodorkovski M.A., Murashov S.V., Artamonova T.O., Golod Yu.A., Shakhmin A.L., Varentsov V.L., Rakcheeva L. P. Gasdynamic parameters of a supersonic molecular beam seeded by fullerene molecules // Technical Physic. 2003, v. 48(5), p. 523–526.
43. Andreev A.A., Chernysh V.S., Ermakov Yu.A., Ieshkin A.E. Design and investigation of gas cluster ion accelerator // Vacuum. 2013, v. 91(1), p. 47-53.
44. Yamada I. Historical milestones and future prospects of cluster ion beam technology // Applied Surface Science, 2014, v. 310, p. 77–88.
45. Чекмарев С.Ф. Импульсные течения газа в сверхзвуковых соплах и струях // Новосибирск, ИТ СО АН. 1990. 342 с.
46. Gartvich G.G., Dudnikov V.G., Zarvin A.E., Kalyada V.V., Madirbaev V.Zh. Space-time characteristics of a supersonic-jet flow formed with a pulsed electromagnetic valve // Instruments and Experimental Techniques. 1997, v. 40(2), p. 271-273.
47. Коробейщиков Н.Г., Зарвин А.Е., Мадирбаев В.Ж. Газодинамика импульсных сверхзвуковых недорасширенных струй: пространственно - временные характеристики // Журнал технической физики. 2004, т. 74(8), с. 21-29.
48. Коробейщиков Н.Г., Зарвин А.Е. Импульсные сверхзвуковые струи: применение, проблемы, решения // Вестник НГУ: Серия «Физика». 2006, т. 1(2), с. 29-47.
49. Анискин В.М., Маслов А.А., Миронов С.Г. Влияние размера сопла на дальнобойность сверхзвуковой микроструи // Письма в журнал технической физики. 2011, т. 37 (22), с. 10-15.

50. Анискин В.М., Маслов А.А., Миронов С.Г., Цырюльников И.С.1,2, Тимофеев И.В. Экспериментальное исследование структуры сверхзвуковых плоских недорасширенных микроструй // Письма в журнал технической физики. 2015, т. 41 (10), с. 97-103.
51. Герасимов Ю.И., Ярыгин В.Н. Истечение струй идеального и реальных газов из осесимметричных сопел. Вопросы подобия. 1. Истечение струй в вакуум // Физико-химическая кинетика в газовой динамике: электронный журнал. 2012, т.13 (1), с. 1-22. www.chemphys.edu.ru/pdf/2012-07-13-001.pdf.
52. Герасимов Ю.И., Ярыгин В.Н. Истечение струй идеального и реальных газов из осесимметричных сопел. Вопросы подобия. 2. Истечение в затопленное пространство // Физико-химическая кинетика в газовой динамике: электронный журнал. 2012, т. 13 (2), с. 1-26. www.chemphys.edu.ru/pdf/2012-11-22-001.pdf.

Деструктивная ионизация малых кластеров азота в сверхзвуковом разреженном потоке

С.Т. Чиненов, А.Е. Зарвин, В.В. Каляда, А.С. Яскин
Новосибирск, Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2
e-mail: s.chinenov@g.nsu.ru

Исследована фрагментация кластеров аргона электронным ударом. Кластеры формировались при истечении газа через сверхзвуковое сопло в вакуум. Продукты ионизации регистрировались масс-спектрометром Hiden EPIC-1000. Получены масс-спектры ионизированных кластеров, зависящие от среднего размера нейтральных частиц. Обнаружены особенности функций распределения ионов по размерам.

Destructive ionization of small nitrogen clusters in supersonic rarefied flow. S.T. Chinenov, A.E. Zarvin, V.V. Kalyada, A.S. Yaskin. The fragmentation of argon clusters by electron impact was investigated. Clusters were formed in free jet when the gas flowed through a supersonic nozzle into the vacuum. The decomposition products were recorded by the mass-spectrometer Hiden EPIC-1000. Mass-spectra of ionized clusters having a dependence on the average size of neutral particles were obtained. Features of ion distribution functions by sizes were noticed.

Введение

Кластером принято считать образование из атомов или молекул, имеющее нелинейную зависимость свойств от числа составляющих частиц. Одной из особенностей газовых кластеров является их интенсивная фрагментация при ионизации. Это связано с большой разницей в природе удержания частиц в нейтральных, осуществляемого за счет сил Ван-дер-Ваальса с малой энергией взаимодействия на больших расстояниях, и ионизированных кластерах, представляющих собой систему, далекую от равновесной, имеющую большую потенциальную энергию, способствующую к фрагментации[1].

Одним из наиболее распространенных способов ионизации сверхзвуковой кластерной струи является использование электронного пучка. В работе [2] установлено, что с увеличением размера кластера увеличивается вероятность его фрагментации вследствие электронного удара. Этот факт расходится с распространенным мнением о том, что развал кластеров должен уменьшаться с увеличением размера кластеров, поскольку с ростом частицы увеличивается количество доступных степеней свободы, следовательно, можно проще ассимилировать добавочную энергию внутри частицы. Также в этой работе были получены зависимости развала кластеров инертных газов от энергии налетающих электронов, которые авторы сравнили с моделью проникновения заряженной частицы в твердое тело, т.е. наличием максимума с дальнейшим уменьшением фрагментации при росте энергии электронов. Эти и другие работы были сосредоточены на изучении формирования кластеров благородных газов разного размера при расширении свободной струи. Для исследования кластеры сначала ионизируются либо

электронным, либо фотонным ударом, затем полученный спектр заряженных кластеров измеряется масс-спектрометром. Однако ионизация нейтрального потока в масс-спектрометре существенно искажает начальный состав кластированного потока. В настоящее время широко признано, что на спектр ионизированных кластеров в значительной степени влияет релаксация положительного молекулярного иона внутри кластера. Молекулярный ион образуется за счет локализации положительной дырки, созданной ионизацией кластера [3,4]. При этом малые кластеры с большой вероятностью фрагментируют до димеров или мономеров [5].

Целью настоящей работы являлось исследование фрагментации кластеров молекулярного азота, расширяющегося из сверхзвукового сопла в разреженную среду в условиях кластерообразования в сверхзвуковом потоке. Использовались два варианта ионизации кластеров для масс-спектрометрии: собственным ионизационным блоком квадрупольного масс-спектрометра и ионизацией непосредственно сверхзвуковой струи высоковольтным (10кВ) электронным пучком с транспортом слабоионизованного потока на входную коллимирующую диафрагму масс-спектрометра с отключенным собственным блоком ионизации.

Экспериментальное оборудование и методика измерений

Работа выполнена на экспериментальном комплексе ЛЭМПУС-2 [6]. Регистрация потоков осуществлялась квадрупольным масс-спектрометром HidenEPIC 1000 с диапазоном от 1 до 1000 а.е.м. Внешним ионизатором служил источник электронов с полым катодом.

Функциональная схема экспериментов приведена на рис. 1. Формирование кластеров осуществлялось за счет адиабатического расширения газа из форкамеры (4) через сверхзвуковое сопло ($d^* = 0,21$ мм, $D_a = 3,5$ мм, $L = 17,5$ мм – диаметры критического и выходного сечений, длина сопла, соответственно) в камеру расширения (1), далее с помощью скиммера (5) вырезается молекулярный пучок, который через коллимирующую диафрагму (6) достигал масс-спектрометра (7). Внутренний и наружный углы скиммера составляли 40° и 50° , соответственно. Диаметр отверстия коллимирующей диафрагмы 3 мм. Сверхзвуковая струя азота (8) пересекалась высоковольтным (10 кВ) электронным лучом (9), сфокусированным в узкий шнур диаметром около 1,2 мм на ось струи. Расстояние между скиммером и электронным лучом фиксировано и составило 24 мм. Форкамера с соплом закреплена на трёхкомпонентном координатном устройстве и могла перемещаться относительно неподвижного скиммера и электронного луча. В настоящей работе расстояние между соплом и лучом было зафиксировано и составило 45 мм. При указанных параметрах размер струи составлял около 100 мм. Следовательно, ионизация струи происходила примерно на половине длины первой бочки, т.е. в условиях, когда процесс кластерообразования практически завершился, в то время как проникновением фонового газ на ось струи можно было пренебречь [7]. Давление в послескиммерной секции варьировалось в пределах от 1 до 10 мПа, в секции детектора – от 0,01 до 0,1 мПа, поэтому процессами рассеяния частиц в этих секциях на остаточном газ можно было пренебречь, а фоновая компонента в сигналах масс-спектрометра не превышала 0,01% от полезного сигнала.

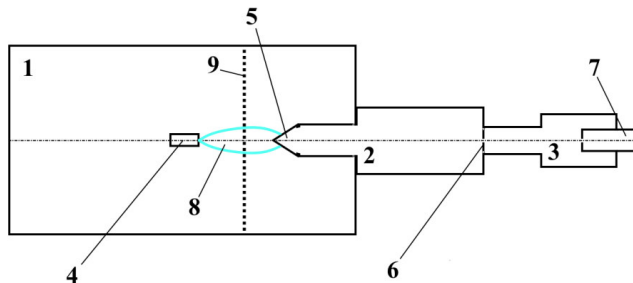


Рис. 1. Схема экспериментов. 1,2,3 – секции расширения, послескиммерная и детекторная, соответственно; 4 – форкамера сопла; 5 – скиммер; 6 – коллимирующая диафрагма; 7 – масс-спектрометр; 8 – истекающая струя газа; 9 – электронный пучок

Давление в форкамере сопла 0,1 – 0,6 МПа, в камере расширения 0,1 – 10 Па, в послескimmerной секции 1 – 10 мПа, в детекторной секции 10 – 100 мкПа.

Регистрировались обзорные масс-спектры нейтрального сверхзвукового потока при включенном собственном блоке ионизации масс-спектрометра с энергией электронов 70 эВ, а также ионы, достигающие масс-спектрометра после ионизации сверхзвуковой струи электронным лучом с энергией 10 кэВ при выключенном собственном ионизационном блоке масс-спектрометра. Эксперименты проводились при вариации расстояния сопло – электронный пучок на нескольких давлениях в форкамере сопла, т.е. при разном среднем значении размера кластеров.

Предварительно был выполнен цикл методических экспериментов по оптимизации транспорта слабоионизованной плазмы из сверхзвуковой струи до входной апертуры масс-спектрометра, найдены и использованы оптимальные потенциалы на скиммере, коллиматоре и входном отверстии масс-спектрометра.

Анализ экспериментальных данных

Пример результата сравнения обзорных масс-спектров в сверхзвуковом потоке при давлении в форкамере сопла (давлении торможения) 0,4 МПа и температуре торможения 297 К приведен на рис. 2: А – с ионизацией в масс-спектрометре; Б – с ионизацией в струе.

Из сравнения спектров видно принципиальное различие двух вариантов измерений. Амплитудные значения масс ионов (m/e) на уровне 10^1 относительных единиц носят флуктуационный характер и не могут рассматриваться как достоверные в обоих случаях измерений. При ионизации в масс-спектрометре пик мономера азота N_2^+ ($m/e = 28$) почти на три порядка величины превосходит пик димера $(N_2)_2^+$ ($m/e = 56$) и еще на 1 – 2 порядка – группу гексамеров – додекамеров (m/e от 168 до 336 а.е.м.). Таким образом, традиционная масс-спектрометрия, несмотря на значительный диапазон чувствительности, превышающий 6 порядков величины по амплитуде сигналов, показывает преобладающее наличие мономеров при незначительном присутствии димеров, а также очень слабые сигналы других олигомеров. Массовые пики больших кластеров недостоверны, хотя среднее значение числа молекул азота в кластере (средний размер кластеров, N_{cl}), согласно оценкам по формулам О.Хагены [8], в данном режиме должно составлять не менее 25.

Иной результат дают измерения амплитуд ионов, дошедших до детектора масс-спектрометра (с отключенным блоком ионизации) из сверхзвуковой струи после ионизации электронным лучом в камере расширения. Амплитуды кластеров гексамеров – ундекамеров более чем на 2 порядка превышают амплитуду мономеров и почти на 2 порядка – амплитуду димеров. Обращают на себя внимание аномально большие амплитуды пиков $(N_2)_m N^+$, где m – целые числа, в особенности – при значениях m от 1 до 6. Надёжно регистрируются спадающие по амплитуде значения массовых пиков вплоть до 20 (эйкосимеров). Однако и в этом варианте измерений регистрация пиков масс порядка 25 (пентакосамеров) не представляется достоверной. Качественно аналогичные результаты получены и при других газодинамических параметрах струй.

Можно предположить несколько причин столь существенного отличия в двух вариантах измерений. Естественно обращает на себя внимание различие в наших экспериментах энергии ионизирующих электронов. Как показали измерения других авторов (например, [2,9]), с ростом энергии электронов вероятность деструкции кластеров уменьшается. Возможна дополнительная ионизация кластеров вследствие особенностей конструкции детекторов квадрупольных масс-спектрометров. Хорошо известно, что многократно ионизованные кластеры распадаются преимущественно на мономеры. Входная апертура использованного нами масс-спектрометра Hiden EPIC 1000 в 1,5 раза превышает размер выходного отверстия, что при недостаточной фокусировке пучка частиц может привести к торможению и испарению нейтральных кластеров внутри детектора масс-спектрометра с последующей ионизацией мономеров. Эту особенность масс-спектрометров авторы обнаружили ранее при использовании отечественного квадрупольного масс-спектрометра МС-7303 и использовали в импульсных режимах измерений [10].

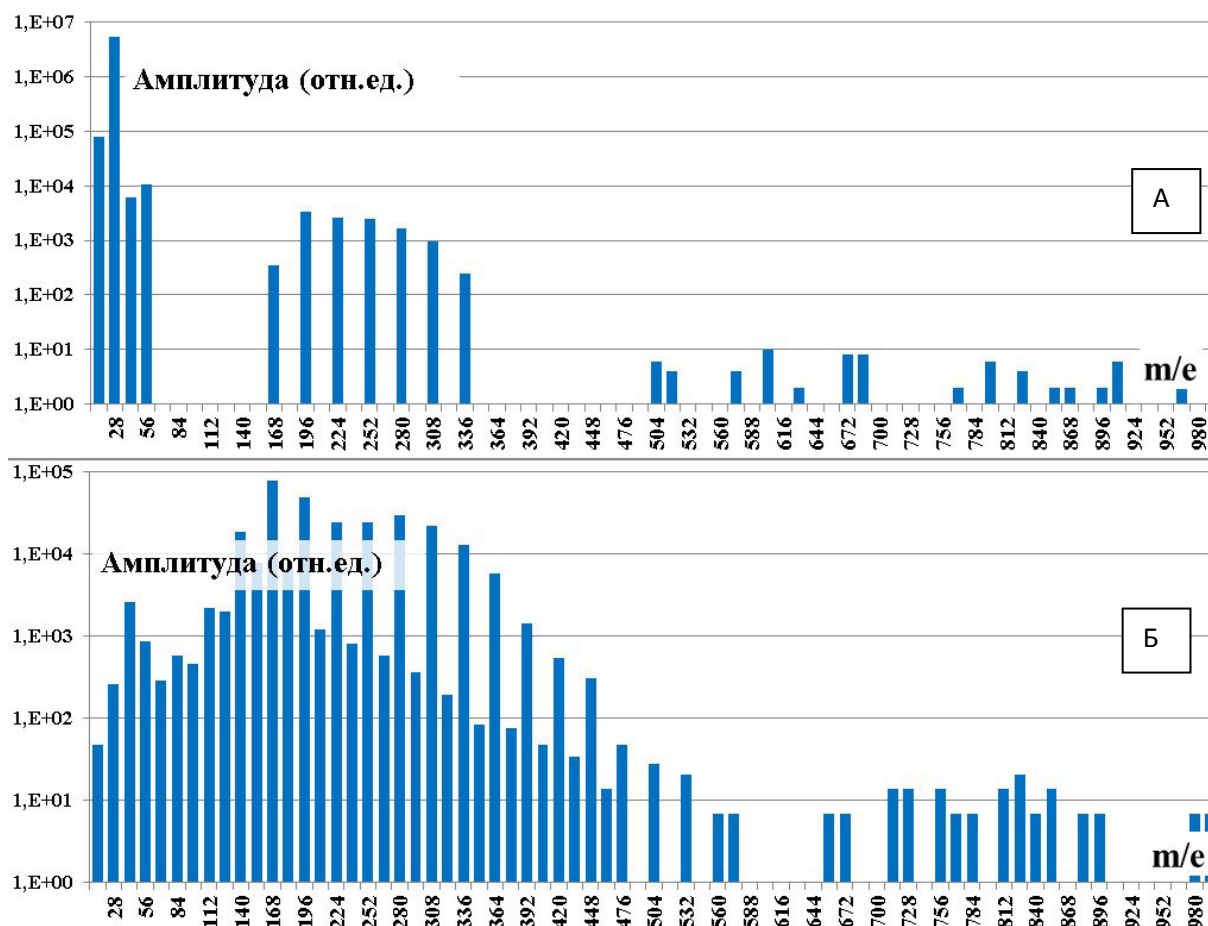


Рис. 2 (А,Б). Масс-спектры кластеров аргона, ионизированных электронами с энергиями 70 эВ и 10 кэВ, соответственно.

Результаты измерений функции распределения ионизированных кластеров по размерам при различных давлениях в форкамере сопла(P_0), от 0,15 до 0,6 МПа, приведены на рис. 3. Здесь же приведены значения средних размеров кластеров ($\langle N \rangle$), оцененные по формулам О.Хагены для соответствующих давлений P_0 .

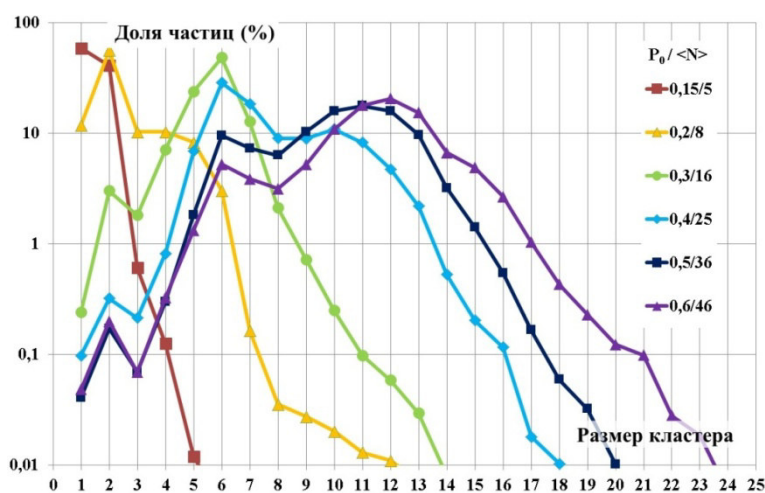


Рис. 3. Процентное содержание кластеров азота, ионизированных в камере расширения, при различных P_0 и $\langle N \rangle$.

Как и в измерениях в аргоне [1], кластеры молекулярного азота со средним размером, равным 5, с вероятностью около 99% распадаются на мономеры и димеры. При среднем

размере кластеров, равном 8, с вероятностью 56% распадаются на димеры, и с вероятностью от 12 до 10% - на мономеры, тримеры и тетрамеры, соответственно. При среднем размере кластеров, равном 16, основной пик регистрируемых ионов – гексамер (48%). Присутствуют также пики пентамеров (24%), гептамеров (13%) при незначительной доле других кластерных ионов. При этом доля ионов димеров составляет не более 3%, а мономеров – пренебрежительно мала.

При дальнейшем росте среднего размера кластеров приведенная тенденция сохраняется. Обращает на себя внимание устойчивый максимум ионов гексамеров, хотя при среднем размере кластеров 36 и 46 обнаруживается новый регистрируемый максимум - с размером 12 частиц (додекамеры) в кластерном ионе. Сигнал ионов димеров также везде значительно больше сигнала мономеров и тримеров, что подтверждает выводы модели, предложенной Хаберлэндом [3] и экспериментально подтвержденной для кластеров аргона в ряде работ [3,5] о предпочтении димера в качестве основного продукта процессов фрагментации более крупных кластеров.

Таким образом, ионизация малых кластеров непосредственно в сверхзвуковом потоке с последующим транспортом ионов на входную апертуру масс-спектрометра обеспечивает получение достоверной информации о деструктивной ионизации кластеров.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации по Программе развития конкурентоспособности "5-100" и договора № Ф-340-16.

Литература

1. D. Bonhommeau, N. Halberstadt, A. Viel Fragmentation dynamics of argon clusters ($\text{Ar}(n)$, $n = 2$ to 11) following electron-impact ionization: modeling and comparison with experiment // *The Journal of Chemical Physics*. May 2006, v. 124, issue 18, 184505.
2. U. Buck, S. Schutte. Strong fragmentation of large rare gas clusters by high energy electron impact // *International Journal of Mass Spectrometry*. October 2002, v. 220, issue 2, pp. 183–192.
3. P. J. M. van der Burgt and J. W. McConkey. Detection of neutral metastable fragments from electron-impact on argon clusters // *The Journal of Chemical Physics*. 1995, v. 102, issue 21, 8414.
4. H. Haberland. A model for the processes happening in a rare-gas cluster after ionization // *Surface Science*. 3 June 1985, v. 156, part 1, pp. 305-312.
5. U. Buck and H. Meyer. Electron bombardment fragmentation of Ar van der Waals clusters by scattering Analysis // *The Journal of Chemical Physics*. 1986, v. 84, issue 9, 4854
6. A.E.Zarvin., V.V.Kalyada, V.Zh.Madirbaev, N.G.Korobeishchikov, M.D.Khodakov, A.S.Yaskin, V.E.Khudozhnikov, S.F. Gimelshein. Condensable Supersonic Jet Facility for Analyses of Transient Low-Temperature Gas Kinetics and Plasma Chemistry of Hydrocarbons // *IEEE Transactions on Plasma Science*. 2017, v. 45, issue 5, pp. 819-827.
7. Н.И. Кисляков, А.К. Ребров, Р.Г. Шарафутдинов. Диффузионные процессы в зоне смешения сверхзвуковой струи низкой плотности // *Журнал прикладной механики и технической физики*, 1973, № 1, с. 121-127.
8. O.F. Hagena. Nucleation and Growth of Clusters in Expanding Nozzle Flows // *Surface Science*. May 1981, v. 106, issues 1–3, pp. 101-116.
9. P. Zhang, X. Ma, et al. An experimental investigation of the dissociative ionization process of argon cluster ions induced by electron impact // *IOP Publishing Journal of Physics: Conference Series*. 2014, v. 488, section 5, 052032.
10. А.Е.Зарвин, Н.Г.Коробейщиков, В.Ж.Мадирбаев, Р.Г.Шарафутдинов. Влияние конденсации на параметры импульсных сверхзвуковых потоков // *Письма в Журнал технической физики*, 2000, т. 26, вып. 22, с. 21-25.

Сверхтекучий гелий как физический вакуум: возбуждения, их генерация и измерение

В.Б.Ефимов

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московской обл.
e-mail: efimov@issp.ac.ru

Сверхтекучий гелий является одним из наиболее привлекательных объектов для исследований и к настоящему времени является одним из наиболее изученных веществ в природе. Степень очистки гелия-4 от изотопических примесей достигает величин $< 10^{-11}$ %, что определяется только чувствительностью измерительной аппаратуры и является рекордным по чистоте. Самой замечательной особенностью гелия является его способность оставаться в жидком состоянии до абсолютного нуля температуры, когда количество возбуждений вымерзает экспоненциально (для ротонов) и степенным образом (для фононов) при понижении температуры – что является интересной модельной средой имеющей свойства физического вакуума.

Superfluid helium as physical vacuum: excitations, their generation and measurement.
Efimov V.B. Superfluid helium is one of the most attractive objects for study and is now one of the best studied substances. The degree of He-4 cleaning from isotopic admixtures is about $< 10^{-11}$ %, which is determined only by sensitivity of the measurement device. The most remarkable feature of helium is its ability to remain in liquid state to the absolute zero of temperature. It is a good model environment for physical vacuum simulation.

Под вакуумом понимается пространство свободное от вещества. В технике и прикладной физике под вакуумом понимают среду, состоящую из газа при давлении значительно ниже атмосферного. При этом вакуум характеризуется соотношением между длиной свободного пробега молекул газа λ и характерным размером сосуда d . При этом различают низкий вакуум, когда $\lambda \ll d$ и высокий вакуум $\lambda \gg d$, что для характерных размеров сосуда в несколько см составляет плотность молекул газа 10^{16} молекул на см^3 и 10^{11} на см^3 . Под физическим вакуумом (вакуумное состояние) в квантовой физике понимают низшее (основное) энергетическое состояние квантованного поля, обладающее нулевым импульсом, моментом импульса и другими квантовыми числами. При этом такое состояние не обязательно соответствует пустоте: поле в низшем состоянии может быть, например полем квазичастиц в твердом теле.

В этом смысле сверхтекучий гелий-4, в котором переход к сверхтекучести связан образованием конденсата Бозе-Энштейна, при котором большое число атомов оказываются в своих минимально возможных квантовых состояниях и квантовые эффекты начинают проявляться на макроскопическом уровне. Одно из наиболее ярких проявлений из таких явлений является существование сверхтекучего гелия в жидком состоянии при нулевых температурах при давлении меньше 25 атм. Двухжидкостная гидродинамика сверхтекучего гелия основана на специфическом энергетическом спектре элементарных возбуждений квазичастиц с линейной зависимостью в начальной части спектра для импульса вблизи нуля и локального минимума для больших волновых чисел k ($k_0 = 1.99 \cdot 10^{10} \text{ м}^{-1}$, $E_0 = 8.6 \text{ К}$). Возбуждения линейной части спектра принято называть фононами, а в области, близкой к k – ротонами.

При высокой температуре $T > 1 \text{ К}$ свойства сверхтекучего гелия определяются в основном поведением ротоновых возбуждений, тогда как при охлаждении ниже 0.6 К фононы остаются доминирующим типом возбуждений. При этой температуре концентрация ротонов падает в $5 \cdot 10^3$ раз по сравнению с $T = 1.5 \text{ К}$ становясь бесконечно малой при температурах ниже 0.1 К . Возбуждения в фононной части спектра квантовых осцилляторов описывается соотношением Планка и с учетом того, что Дебаевскую температуру для сверхтекучего гелия можно оценить как $\sim 13 \text{ К}$, концентрация фононов при базовой температуре рефрижиратора растворения ($\sim 10 \text{ мК}$) составит 10^{13} фононов/ см^3 . Таким образом при низкотемпературных экспериментах в милликельвинной области температур можно считать физическим

вакуумом, возбуждения в котором можно рождасть контролируемо, изучать динамику их движения, процессы их распада.

Процесс получения температур ниже 1 К связаны так же с гелием-3 и гелием-4. Это откачка паров жидкого гелия, адиабатическое растворение He-3 в He-4, охлаждение при росте давления вдоль кривой плавления He-3. Охлаждение достигается так же путем адиабатического размагничивания парамагнитных солей и спинов ядер металлов после предварительного охлаждения жидким гелием.

Одним из способов получения информации о степени возбуждения в жидком гелии используют колеблющиеся в жидкости твёрдые тела, добротность которых как осцилляторов будет определяться как степенью совершенства изготовления такого осциллятора, так и количеством возбуждений в сверхтекучем гелии. Пример таких осцилляторов приведен на рис. 1.

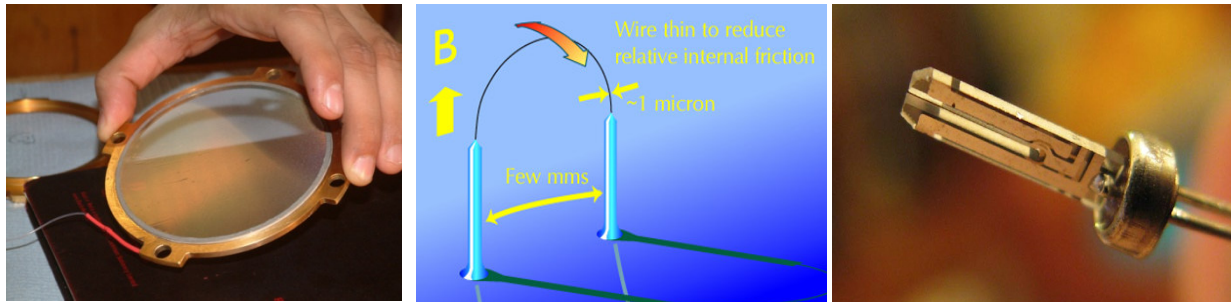


Рис. 1. Примеры резонансных систем, используемых для изучения и генерации возбуждений в сверхтекучем гелии при низких температурах. Слева: сетчатая пластина, возбуждаемая электрическим полем в двустороннем конденсаторе. Сетка служит центральной пластиной конденсатора, одна внешняя пластина при приложении постоянного электрического поля порядка 1 кВ и небольшого переменного создает движущую силу, вторая пластина с другой стороны регистрирует амплитуду колебаний сетки в резонансных условиях. В центре: проволочный сверхпроводящий резонатор, колеблющийся при протекании переменного тока в магнитном поле. Справа: кварцевый камертон (“tuning fork”), применяемый в электронных наручных часах.

Добротность таких осцилляторов при низких температурах может достигать нескольких сотен тысяч в вакууме, в жидком гелии эта величина несколько меньше, резонансные частоты в сверхтекучем гелии немного уменьшаются в силу дополнительной присоединённой массы жидкости. Существенное влияние на добротность колеблющегося в сверхтекучем гелии тела как резонансной системы и, соответственно, на ширину резонансного пика оказывают влияние тепловые возбуждения в системе (рис.2)

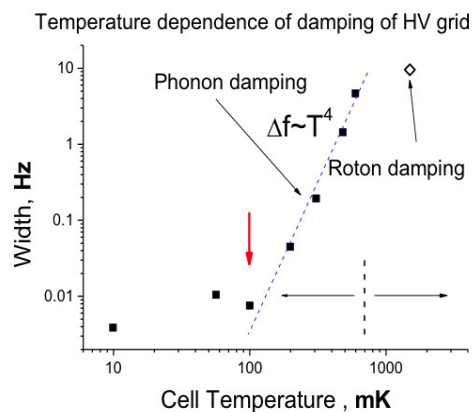


Рис.2. Температурная зависимость ширины резонанса вибрирующей сетки в сверхтекучем гелии при малых амплитудах колебаний. При температурах выше 1 К поглощение энергии колебаний сетки на ротонах, ниже 100 мК – добротность определяется механическими потерями в самой сетке, в промежуточной области - рассеянием на тепловых фононах.

Стоит отметить, что наряду с указанными выше тепловыми возбуждениями в сверхтекучем гелии существует особый вид возбуждений, который связан с квантовыми особенностями сверхтекучей компоненты – квантованием вихревого движения с моментом движения кратно кванту циркуляции $\oint v_s \cdot dr = n \kappa$, где $\kappa = \frac{2\pi\hbar}{M}$ и $M=4$ для ^4He и $M=6$ для ^3He (спаривание двух фермионов для образования одного бозона). Радиус кора вихря составляет $a_0 \approx 1 \text{ \AA}$ для ^4He и $a_0 \sim 800 \text{ \AA}$ для ^3He . Квантовые вихри всегда существуют в сверхтекучем гелии, концентрация которых так же зависит от температуры. Квантовые вихри могут генерироваться любыми движущимися в гелии предметами при достижении ими критических скоростей. Для генерации одиночных вихревых колец после распада турбулентного состояния достаточно скоростей в 1 cm/s (первая критическая скорость). Переход в турбулентное состояние определяется изменением зависимости силы сопротивления движению от скорости с линейной ($F \sim v$) к квадратичной ($F \sim v^2$) (рис.3) и происходит при скоростях $\sim 15 \text{ cm/s}$ (вторая критическая скорость). Стоит отметить, что наблюдать первую критическую скорость удается лишь при достаточной концентрации остаточных вихрей, что связано с их пинингом на осциллирующей системе. Температурой определяются и характерные времена распада неравновесной вихревой структуры.

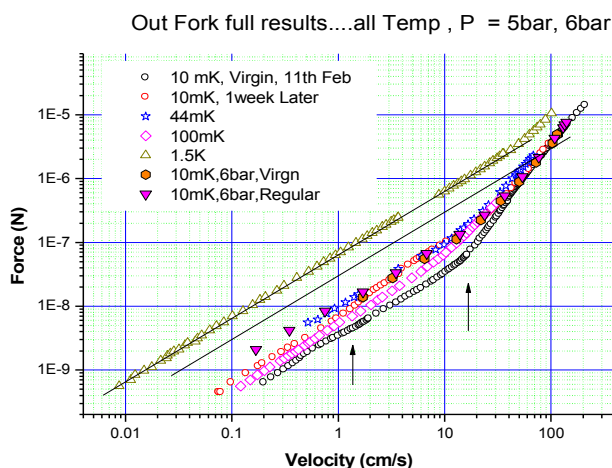


Рис. 3. Зависимость скорости движения кварцевого камертона от приложенной к нему силы в сверхтекучем гелии при разных температурах. Стрелками обозначены первая и вторая критическая скорости. Различие в генерации вихревой системы в зависимости от предыстории сверхтекучей турбулентности.

Описанные выше резонансные системы оказались очень чувствительными не только к тепловым возбуждениям сверхтекучего гелия, но и к неравновесным вихревым возбуждениям, генерируемым контролируемым образом. Так при проведении экспериментов при базовой температуре рефрижератора ($T=10 \text{ mK}$) генерируемые одним кварцевым камертоном (генератор, со скоростью движения выше 15 cm/s) вихри регистрировались другим камертоном (детектор, с малой амплитудой колебаний, ниже первой критической скорости) на расстоянии в 1 cm . При этом генерация генератором турбулентного состояния приводило к резкому уменьшению отклика детектора на возбуждения, что свидетельствует об экранировке движения вихрей при турбулентности их взаимодействии и реконекции.

Таким образом экспериментальные исследования показали, что сверхтекучий гелий при нулевых температурах может служить примером физического вакуума, тепловые возбуждения в котором исчезающе малы. Неравновесные возбуждения в сверхтекучем гелии в виде квантовых вихрей можно генерировать и изучать с помощью механических осцилляторов, добротность которых (таких как кварцевые камертоны, колеблющиеся мембраны) могут достигать величин в несколько сотен тысяч.

Работа была поддержана грантом РФФ 14-22-00259.

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА. РАСЧЕТ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ВАКУУМНЫХ СИСТЕМ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Источники погрешностей при измерениях степени негерметичности на установке УФКГ

С.А. Бушин, С.С. Галкин

Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики
им. Н.Л.Духова», ул.Суццевская, д. 22, e-mail:vniiia4@vniia.ru

В работе представлены результаты экспериментальных работ по выявлению источников погрешностей, связанных, в частности с эффектом памяти по рабочему (пробному) газу на поверхностях элементов вакуумной системы, влияющих на точностные показатели оценки степени негерметичности у миниатюрных разрядников.

Sources of errors in measurements of the leakage degree at the installation of the final tightness check. S.A. Bushin, S.S.Galkin. The paper presents the results of experimental work to identify sources of errors associated with the effect of memory for working (test) gas on the surfaces of the vacuum system elements, affecting the accuracy of the evaluation of the leakage degree in miniature arresters.

Многообразие номенклатуры выпускаемых электровакуумных приборов (ЭВП), в том числе газонаполненных, обуславливает необходимость в решении задач, связанных с контролем сравнительно большого количества параметров, определяющих их работоспособность. Одной из таких задач в процессе изготовления приборов является проведение масс-спектрометрических исследований при контроле герметичности. Это особенно важно для приборов специального назначения, к которым предъявляются достаточно высокие требования по вакуумной плотности и точности оценок показателя негерметичности. Наложение чрезвычайно жестких требований вызвано необходимостью выпуска продукции высокого качества и степени надежности. При финишном контроле герметичности, проводимом на опытном образце масс-спектрометрической установки УФКГ [1] для газонаполненных металлокерамических разрядников, выпускаемых во ФГУП ВНИИА им. Н.Л. Духова, отличающихся своей миниатюрностью и сравнительно малыми вместимостями, особенно важное значение имеет точность измерений и достоверность получаемых результатов, связанные напрямую с разработанной методикой проведения данных исследований. Методика, в основе которой лежит метод неразрушающего контроля проникающими веществами по ГОСТ 18353, применяемый совместно со способом накопления включает определенную последовательность этапов.

Первым этапом при контроле герметичности является подготовка объекта к испытаниям. При этом прибор заключается в технологическую оправку (ложемент) в виде цанги и помещается в специальный объем-приемник известной величины – камеру накопления. Полость камеры и прибор подвергаются откачке до давления заданного значения с помощью комбинированных высоковакуумных откачных средств. На втором этапе с определенной экспозицией производится накопление порции рабочего газа-неона (при наличии течи) в объеме камеры. По прошествии заданного интервала времени, в случае группового анализа в режиме "экспресс-анализ", синхронно открываются управляемые запорно-регулируемые элементы, ограничивающие вместимости камер, и одновременно происходит перепуск (экспансия) накопленных газовых порций в измерительный объем с размещенными датчиками газоанализатора и широкодиапазонного вакуумметра, где фиксируется приращение аплитуд ионного тока на соответствующих массовых числах с регистрацией общего давления. Количество газа, накапливаемое за 30 мин в объеме $1,28 \text{ см}^3 \pm 0,043 \text{ см}^3$ (свободный объем

камеры накопления с прибором) при значении потока утечки, равного заданной норме герметичности, характеризуется средним значением давления $1,7 \cdot 10^{-4}$ Па, что соответствует $5,77 \cdot 10^{10}$ молекул. Используя масс-спектрометрические средства (QMG 220 PrismaPlus) с источником ионов с электронным ударом, производится измерение содержания неона в накопленной пробе, характеризуемого однозарядным ионом $^{20}\text{Ne}^+$ (основная линия в масс-спектре рабочего газа), в течение 90 с. На данном временном отрезке производится около 163 ± 2 записей отсчета пика на 20 М/е, а также интенсивностей линий его изотопов $^{21}\text{Ne}^+$, $^{22}\text{Ne}^+$ совместно с пиком двухзарядного иона $^{10}\text{Ne}^{++}$. Третий этап включает повторение масс-спектрометрических измерений накопленных порций с одинаковыми экспозициями, но в уже с раздельным перепуском. Не вдаваясь в детальное описание методики измерений, поскольку более подробно основные ее положения изложены в работах [2,3], следует отметить, что каждый цикл измерений осуществлялся по схеме: калибровочная (эталонная) проба, фоновая проба, рабочая проба. Четвертый этап согласно методике включает в себя интерпретацию обработанных результатов измерений. При наличии утечки $> 1,0 \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с запускается программный проект по оценке так называемых "больших" течей с использованием корреляционно-регрессионного анализа (см. ниже). Пятый этап является подготовительным и включает опрессовку рабочим газом приборов, заложенных в накопительные камеры, с последующим повторением этапов три и четыре. Здесь надо отметить, что данный этап является методическим приёмом, применяемым при наличии течей в газонаполненных приборах, находившихся сравнительно долгое время на вылежке, особенно для приборов имеющих сравнительно большие утечки. Процедура опрессовки вызвана необходимостью восстановления начального уровня давления рабочего газа в объёмах внутренних полостей приборов к моменту их отпайки (завершения диффузионной сварки) и снятия с вакуумного поста, для повышения точности измерений показателя степени негерметичности. В случае с вакуумными разрядниками опрессовка неоном (используемым в качестве пробного газа) является обязательной процедурой, при этом для всех типов приборов устанавливаемое давление в течение заданного временного интервала не превышало значения в 1 атм, чтобы не исказить результаты контроля.

Каждому из обозначенных этапов соответствуют свои "индивидуальные" погрешности, для обнаружения которых рассматриваются разнообразные возможные источники возникновения (существования) отклонений с введением некоторых изменений в условия и процедуры испытаний. В результатах измерений могут содержаться погрешности, обусловленные, например, как самой измеряемой величиной, так и методикой выполнения экспериментов. В этой связи наиболее подробно следует остановиться на результатах измерений по определению содержания неона после проведения вышеотмеченного пятого этапа. Интерес вызывает не то количество газа, которое он занимает в объёме свободной полости, а то количественное содержание, которое характеризует его присутствие на поверхностях оболочек приборов и стенок вакуумных объёмов за счет адсорбционных и других побочных явлений. Такие данные необходимы для сведения методических погрешностей к минимальным значениям, что ведет к обеспечению точности и правильности измерений, отражающих, как известно, близость результатов к истинному их значению и к нулю систематических ошибок измеряемой величины, соответственно.

Для исследований были подобраны разрядники из числа технологического отхода, в конструктивном исполнении со штенгелем и без него (вакуумные разрядники), изготовленные с неодинаковыми условиями ведения техмаршрута и в разное время. Из них было сформировано несколько выборок, приблизительно одинаковых по количеству, но с разными видами дефектов: в группы входили приборы с однотипными видами брака¹. Оболочки разрядников двух групп (со штенгелем и без) были подвергнуты технологической процедуре ультразвуковой очистки. Стоит отметить, что основным преимуществом такого вида обработки является возможность качественной очистки контролируемой поверхности от разнообразных

¹ Бр.С – вид дефекта, относится к параметру несоответствия по емкости, Бр.Р_{ог} – брак по остаточному давлению, Бр.Q_н – дефект по давлению от натекания.

загрязнений. Причём в результате воздействия ультразвуковых колебаний на поверхность вакуумноплотной керамики возникает звукокапиллярный эффект (капиллярной полости), при котором увеличивается глубина проникновения рабочих водных растворов в тупиковые капиллярные каналы. С одной стороны, достигается уменьшение наличия различного рода загрязнений, с другой стороны, значительно изменяется физическая поверхность стохастической структуры наружной оболочки за счёт "открытия" пор. При этом повышается концентрация молекул (атомов) на границе раздела сред при взаимодействии с внешней атмосферой: на поверхности взаимодействия частиц не уравновешены, поэтому поверхность твердого тела притягивает молекулы из соседней газовой фазы.

Одним из критериев достоверности результатов может служить статистическая обработка экспериментальных данных с оценкой возможных величин погрешностей [4]. Предположительно, можно считать, что содержание неона на поверхностях приборов и вакуумных стенок объёмов камер накопления описывается нормальным распределением со средними выборочными значениями и стандартным отклонением σ . В процессе измерений непосредственно определялась концентрация молекул по отношению к отдельному прибору при различных экспозициях выдержки пребывания прибора (группы) в опрессованном состоянии. Для сравнения оценивались как дисперсия эталонной порции (камера в конструктивном исполнении с имитатором прибора из нержавеющей стали при наличии разрезной цанги совместно с вытеснителем объёма), так и фоновая проба (прибор без опрессовки неона находится в объёме камеры, зажатый в цанговом патроне), а также рабочая проба (навеска) – прибор в цанге с вытеснителем объёма после проведения опрессовки в среде неона. Для статистического анализа использовались односторонний и двухсторонний критерии Фишера с вероятностью ошибочного отклонения 0,05 (5 % уровень значимости), а также критерий Кохрана [5]. Как показали результаты, дисперсии обработанных и необработанных ультразвуком поверхностей отличаются значимо и каждое исследование приборов, различаемых только по технологии обработки поверхностей, характеризуется своей величиной содержания неона. Случайные вариации степени откачки вакуумной системы и её сорбционной памяти на результаты измерений накладывают существенный "отпечаток", т.е. дисперсии определяются не погрешностями измерительной аппаратуры, а степенью откачки вакуумной системы и её памятью по рабочему газу. При этом, начиная с экспозиции более 15-17 ч пребывания в среде неона при опрессовке, дальнейшее увеличение её продолжительности практически не сказывается на показателях присутствия рабочего (пробного) газа на поверхности оболочек разрядников.

Количественная оценка содержания неона построена на основе геометрических размеров и процедуры измерения концентрации неона, "высвобождаемого" с контролируемой оболочки. При этом методика определения количества выделяемого газа-неона, может вносить некоторую погрешность в результаты анализов. При оценке газосодержания неона нужно учитывать, что его выделение с поверхности(ей) начинается с того момента, когда давление в объёме с размещённым в камере накопления прибором начинает нелинейно падать в результате проведения откачки. Это обстоятельство необходимо брать в расчёт при определении исходного(искомого) значения общей составляющей парциального давления неона.

Согласно методике определения концентрации неона в свободном объёме, по достижению заданного давления перекрывают объём замкнутой оболочки с прибором и в течение заданного времени создают порцию контролируемой среды, содержащей компонент рабочего (пробного) газа, с её последующим перепусканием в объединённый объём. Последний состоит из замкнутой оболочки с прибором и вакуумного коллектора с масс-спектрометром. Данные объёмы имеют селективную откачку: откачиваются все газы, кроме идентифицируемого. Производят соответствующие измерения концентрации неона на основе полученных масс-спектрограмм. Далее последовательно проводят серию повторяемых измерений концентрации с заданной временной экспозицией, производя между измерениями откачку объёма с масс-спектрометром (датчиком масс-спектрометра), с последующей математической обработкой результатов и установлением зависимости показателя степени негерметичности во времени ($Q = F(t) = A \cdot \exp^{-Bt}$), с последующей экстраполяцией полученной зависимости на определённый экспозиционный промежуток, начало которого отнесено на нулевой момент ($t=0$) – момент после опрессовки рабочим (пробным) газа, по полученному

значению которого судят о количественном содержании неона [6]. Для получения достоверных результатов при измерениях $^{20}\text{Ne}^+$ необходимо, чтобы разница между точечным значением измеряемого количества Q_i выделенного неона от его генерального среднего \bar{Q} не превышала $2 \cdot \bar{\sigma}$ ($\bar{\sigma}$ – генеральное среднее квадратическое отклонение) при назначенной доверительной вероятности 0,95 (95 %).

Количества выделяемого $^{20}\text{Ne}^+$ у приборов (герметичных) могут отличаться на несколько порядков, что обусловлено неравномерным распределением неона по поверхностям. Здесь следует отметить, что равномерность распределения неона в отобранной пробе зависит от величины пористости анализируемой оболочки и её физической поверхности. Очищенная ультразвуком в процессе производства внешняя поверхность прибора имеет гораздо более разветвленную физическую поверхность, в отличие от её геометрической площади, при этом велика вероятность наличия на ней микрополостей и раковин, которые могут являться источниками достаточно интенсивного поступления в вакуумный объём рабочего газа после проведения опрессовки. К тому же наличие у прибора со штенгелем на хвостовике капли компаунда, имеющей воздушные микропузырьки с их локальным распространением по объёму пластификата, частично высвобождаемые при вакуумировании и заполняемые при опрессовке неона, также может серьёзным образом искажать получаемые результаты.

Точечные оценки значений выделяемых потоков через 10...15 мин после проведенной опрессовки показали, что уровень интегрального потока с поверхности достигает значений приблизительно до $(1...3) \cdot 10^{-9}$ Па·м³/с. Спустя 5...8 часов после высоковакуумной откачки, уровень потока "спадает" до значений приблизительно $(0,5...2) \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с. Возврат к начальным фоновым показателям (до опрессовки), установленным на значении не более $1,2 \cdot 10^{-12}$ Па·м³/с (по неону), достигается в течение приблизительно от 1,5 до 3-х суток с общим временем откачки за одну рабочую смену 3...5 ч.

Следует отметить, что после проведения опрессовки и эвакуации остатков рабочего (пробного) газа, поток поверхностного натекания в камерах увеличивался в результате сорбционно-десорбционных процессов, протекающих как на внешней поверхности оболочки изделия, так и на поверхностях конструктивных элементов камер накопления.

На основании вышеизложенного можно заключить, что результаты проверки приборов на герметичность могут содержать погрешности, искажающие результаты измерений в целом. Поэтому, как это и предусмотрено методикой финишного контроля герметичности, данная процедура должна производиться сразу же после наполнения прибора неона без проведения каких-либо сопроводительных операций, включая заливку хвостовика штенгеля прибора компаундом, т.е. сразу же после снятия его с вакуумного поста. В отношении вакуумных разрядников, подвергаемых опрессовке пробным газом, необходимо отметить, что результаты контроля могут считаться достоверными только после достижения соответствующих фоновых показателей у контрольного (герметичного) прибора, используемого, согласно разработанной методике, в качестве меры фонового содержания пробного газа, проходящего совместно с контролируруемыми приборами весь исследовательский цикл.

Литература

1. С.А. Бушин, С.С. Галкин. Результаты опытной эксплуатации вакуумной автоматизированной установки контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 23 (вып.1), Санкт-Петербург, 2014. - с.39-41.
2. С.А. Бушин. Методика высокочувствительного контроля герметичности газонаполненных разрядников по истечению неона //Вакуумная техника и технология, Санкт-Петербург, 2012. - т.22, № 2. - с.98, 99.
3. С.А. Бушин. Неразрушающий контроль герметичности малогабаритных газонаполненных приборов //Сборник трудов XXI Всероссийской конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике. Москва, 2017. - с.275-288.
4. Н.Н. Аруев, Б.С. Болтенков. Погрешности измерения изотопов гелия//ЖТФ, №12, т.82, вып.8, - с.134-139.

5. Е.И. Пустыльник. Статистические методы анализа и обработки наблюдений. М.: Наука, 1968. с.288.
6. Патент на изобретение РФ, МКИ G 01 M 3/02, 3/26. Способ контроля герметичности изделий /С.А. Бушин, В.В. Багрова. ФГУП ВНИИА.- №2589941; Заявл. 05.03.15; Оpubл. 10.07.16. Бюл.19.

Исследование платформы для активной виброизоляции вакуумного оборудования

В.П. Михайлов, Д.К. Товмаченко, Тун Лин Аунг, А.А. Копылов
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, д. 5
e-mail: mikhailov@bmstu.ru

В работе приведены результаты экспериментальных исследований платформы для активной виброизоляции вакуумного оборудования, в которой используются активные демпферы на основе магнитоэологических (МР) эластомеров. Платформа может быть также использована как привод точного позиционирования. Свойства МР эластомера используются для регулирования параметров точности и динамики активных демпферов. Для решения этих задач была экспериментально исследована работа активных демпферов при резонансе в пассивном и полупассивном режимах.

Research of platform for active vibration isolation of vacuum equipment. V.P.Mikhailov, D.K.Tovmachenko, Tun Lin Aung, A.A.Kopylov. The paper presents the results of experimental research of platform for active vibration control of vacuum equipment, which uses active dampers based on magnetorheological (MR) elastomers. The platform can be used also as actuator for precise positioning. The properties of the MR elastomer are used to control precision and dynamics parameters of the active damper. The active damper at resonance in passive and semi-active modes was experimentally investigated.

Для современного нанотехнологического и исследовательского оборудования, в том числе вакуумного (установок микро- и нанолитографии, оборудования нанолокальной ионной и электронной обработки, сканирующих электронных микроскопов, сканирующих зондовых микроскопов и др.), требуется защита от неблагоприятных вибрационных воздействий [1-4]. Колебания высокой частоты успешно изолируются при помощи систем пассивной виброзащиты. Гораздо более опасными являются вызванные резонансными явлениями низкочастотные колебания, для устранения которых используются системы активной виброзащиты.

В работе приведены результаты экспериментальных исследований активных демпферов на основе магнитоэологических эластомеров, которые используются в платформе для активной виброизоляции [5-7]. Платформа содержит нижнюю и верхнюю плиты, четыре активных демпфера и четыре узла упругой подвески с массовым корректором, расположенных равномерно по периметру платформы (рис. 1). Узел упругой подвески представляет собой горизонтальный маятник с регулируемой несущей пружиной и массовым корректором. Масса маятника представляет собой эквивалент одной четверти массы виброизолируемого объекта. Узлы упругой подвески позволяют настраивать платформу для активной виброизоляции на требуемую массу объекта при помощи регулируемой несущей пружины и резонансную частоту при помощи массового корректора. Активный демпфер содержит мембрану из МР эластомера с подвижным жестким центром, корпус, электромагнитную катушку, сердечник, основание. Сердечник образует с жестким центром воздушный зазор. Демпфер работает следующим образом: при подаче управляющего тока в электромагнитную катушку в электромагнитной системе возникает замкнутое магнитное поле. В мембране формируется радиальное магнитное

поле с индукцией, величина которой имеет максимум вблизи жесткого центра. Под действием этой магнитной индукции мембрана с жестким центром перемещается в осевом направлении в пределах воздушного зазора. Платформа для активной виброизоляции может быть также использована как привод точного позиционирования для работы в следящем режиме или режиме стабилизации положения. Свойства МР эластомера используются для регулирования параметров точности, динамики и амплитудно-частотных характеристик активного демпфера. Для решения этих задач была экспериментально исследована работа активных демпферов при резонансе в пассивном и полуактивном режимах.

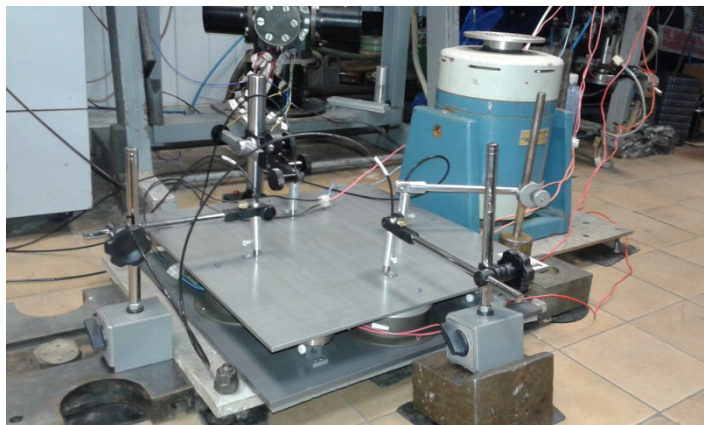


Рис. 1. Фотография экспериментального образца платформы для активной виброизоляции.

Схема экспериментального стенда показана на рис. 2. Частота и амплитуда вибраций основания задавались с помощью генератора сигналов и вибратора напольного 12 МВЭ 2/50-010. Частота вибраций изменялась в диапазоне от 10 до 200 Гц, амплитуда виброперемещений составляла около 300 мкм. Сигналы перемещений активного демпфера и основания определялись при помощи двух бесконтактных ёмкостных датчиков измерительной системы CAPA NCDT 6200 с погрешностью измерения 0,04 мкм и диапазоном 1 мм, подавались на АЦП USB 6009 и управляющий компьютер. Фотографии стенда и измерительной системы для определения коэффициента передачи амплитуды колебаний активного демпфера показаны на рис. 3

Коэффициент передачи амплитуды виброперемещений (КПАВ) является основным параметром активного демпфера и определяется отношением амплитуды колебания положения виброизолируемого объекта к амплитуде колебания положения основания.

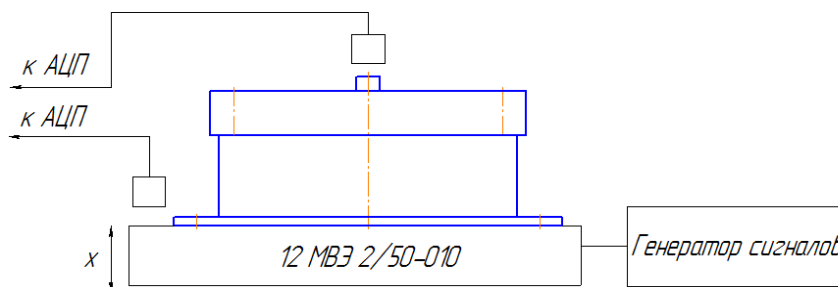


Рис. 2. Схема стенда для определения коэффициента передачи амплитуды колебаний активного демпфера.

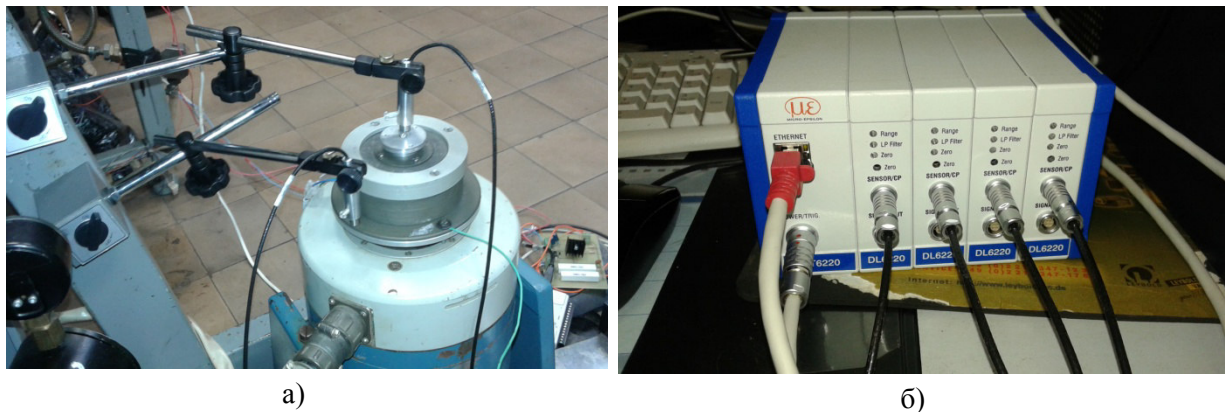
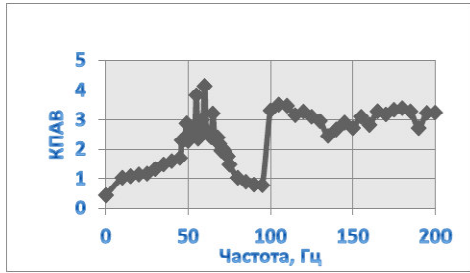


Рис. 3. Фотографии: а) стенда для определения коэффициента передачи амплитуды колебаний активного демпфера; б) измерительной системы SARA NCDT 6200.

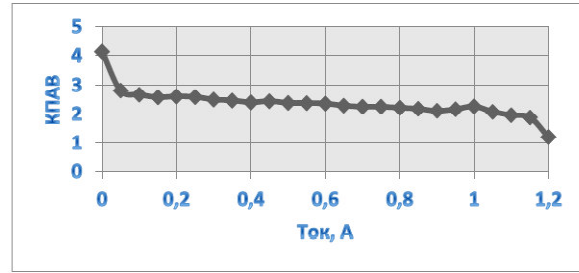
Для исследования работы активных демпферов при резонансе были проведены измерения амплитуд виброперемещений виброизолируемого объекта и основания на разных частотах при нулевом управляющем токе. На основе полученных данных для четырех активных демпферов платформы построены графики зависимости КПАВ от частоты вибраций, создаваемых генератором сигналов в диапазоне от 10 до 200 Гц с шагом 5 Гц (рис. 4 а,в,д,ж). Резонансные частоты для демпферов составляют, соответственно, 60 Гц; 57 Гц; 51 Гц и 51 Гц.

Следующим этапом исследования стало выявление эффективности снижения КПАВ при резонансных частотах демпферов за счёт подачи управляющего сигнала на демпфер в диапазоне от 0 до 1,2 А с шагом 0,05 А. На основе полученных данных для четырех активных демпферов построены графики зависимости КПАВ от величины управляющего тока (рис. 4 б, г, е, з). Из графиков на рис. 4 видно, что эффективное снижение коэффициента передачи амплитуды виброперемещений активных демпферов в 1,5 – 5,5 раз, происходит, соответственно, при подаче управляющих токов 1,2 А; 1 А; 0,6 А и 1,2 А.

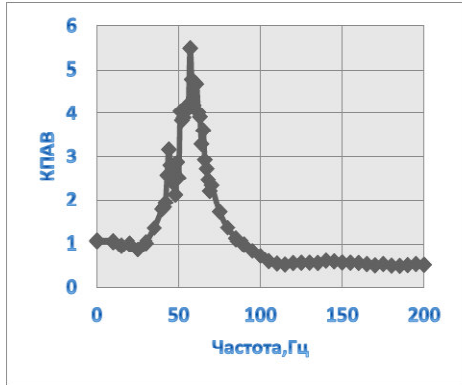
Дальнейшее уменьшение коэффициента передачи достигается за счет полностью замкнутого управления активным демпфером, при котором он работает как привод точного позиционирования. Для этого было проведено динамическое моделирование работы активного демпфера [8]. Была разработана структурная схема системы автоматического регулирования активного демпфера для режима активной виброизоляции в низкочастотном диапазоне при одновременном воздействии синусоидальных вибраций и ступенчатом управляющем сигнале при пошаговом перемещении демпфера на 5 мкм. Параметры воздействия: амплитуда колебаний основания демпфера 5 мкм, частота колебаний 4 Гц. В структурной схеме для обеспечения устойчивости и уменьшения времени переходных процессов использован ПИД регулятор. Был получен переходный процесс системы автоматического регулирования активного демпфера. Время переходного процесса для погрешности позиционирования 0,25 мкм составляет 0,6 с. Коэффициент передачи амплитуды виброперемещений активного демпфера при этом составляет 0,02, что удовлетворяет требованиям к системам активной виброизоляции.



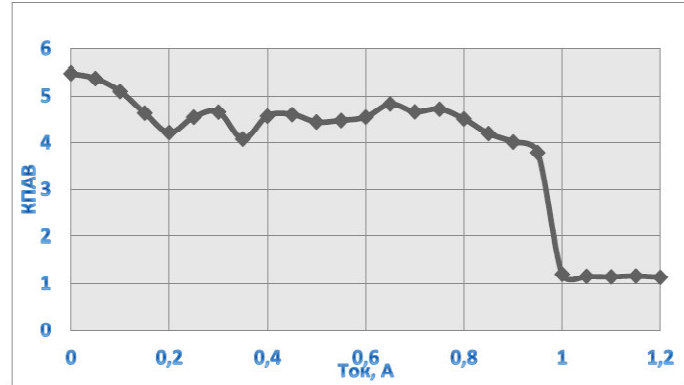
а)



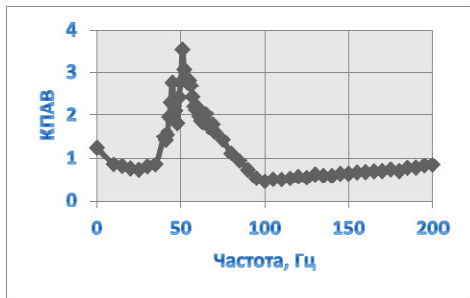
б)



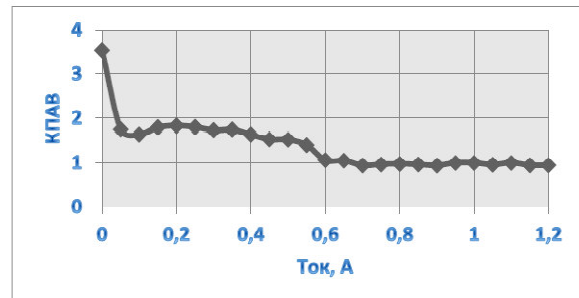
в)



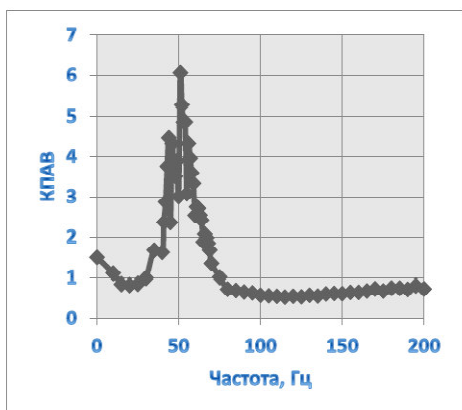
г)



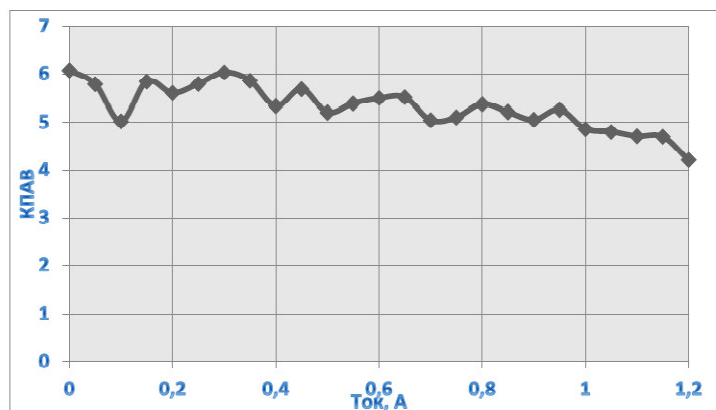
д)



е)



ж)



з)

Рис. 4. Зависимости коэффициента передачи амплитуды виброперемещений (КПАВ) активного демпфера от частоты колебаний при нулевом управляющем токе (а, в, д, ж) и величины управляющего тока при резонансных частотах (б, г, е, з).

Проведенные исследования показали, что для каждого активного демпфера необходимо проводить предварительное тестирование для определения резонансных частот, индивидуальных амплитудно-частотных характеристик и диапазонов управляющих сигналов для использования полученных данных в процессе управления активной виброизолирующей платформой.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации при выполнении НИР в рамках базовой части государственного задания в сфере научной деятельности по заданию №9.8503.2017/БЧ.

Литература

1. Оборудование ТМС для подавления вибраций. Режим доступа: <http://sernia.ru> (дата обращения 17.05.2017).
2. Active Vibration Isolation. Accurion. Режим доступа: <http://www.accurion.com> (дата обращения 15.05.2017).
3. Vibration Isolation Products. Minus K® Technology, Inc. Режим доступа: <http://www.minusk.com> (дата обращения 15.05.2017).
4. Нанoeлектроника / В.Е. Борисенко, А.И. Воробьева, Е.А. Уткина. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 223 с.
5. V.P.Mikhailov, A.M.Bazinenkov. A Vibration-Control Platform on the Basis of Magnetorheological Elastomers. Instruments and Experimental Techniques, 2016, Vol. 59, No. 1, pp. 131–135.
6. Mikhailov V.P., Bazinenkov A.M. Active vibration isolation platform on base of magnetorheological elastomers. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 431 (2017) pp. 266–268.
7. В.П. Михайлов, А.С. Селиваненко, А.М. Базиненков. Платформы для активной виброизоляции на основе магнитореологических эластомеров. Вестник машиностроения. 2015, №4, 2015, С.28-31.
8. В.П. Михайлов, А.М. Базиненков, Д.К. Товмаченко, А.А. Копылов, А.Э. Янчелик. Платформа для активной виброизоляции прецизионного вакуумного оборудования. Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», 2016, С.100 – 105.

Вакуумный ввод поступательного перемещения на основе тонкостенной резиновой оболочки

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

Вакуумный ввод поступательного перемещения герметизируется при помощи тонкостенной резиновой оболочки (ТРО). Длина перемещения вакуумного ввода в два раза превышает длину резиновой оболочки. Преимуществом ТРО является также незначительная сила сопротивления перемещению, меньшая, чем у сальффона, что позволяет сократить погрешность позиционирования. Однако ТРО является самым ненадежным элементом вакуумного ввода, что является основанием для проведения исследований её долговечности. Теория и экспериментальные результаты позволили получить уравнение для расчета долговечности ТРО при действии вакуумной среды или повышенной разности давлений. Рассчитан также поток газа через трещину в ТРО.

Vacuum linear motion feedthrough on base of thin wall rubber sealing element.
V.P.Mikhailov, E.A.Deulin. The vacuum linear motion feedthrough is based on thin wall rubber sealing element (TRE). The length of this movement is two times more than the rubber wall length. The main advantage of device is negligible resistance force that is less than the mentioned one in sealing bellows that leads to positioning error decreasing. Nevertheless, the thin wall rubber sealing element of the feedthrough is the main unreliable element which is the reason of this element longevity research. The theory and experimental results help to create equation for TRE longevity calculation.

Схемы вариантов вакуумных приводов поступательного перемещения на основе ТРО приведены в табл. 1. В этой таблице даны основные параметры привода: минимальное давление в вакуумной камере P , постоянная времени привода T , определяющая его быстродействие и погрешность позиционирования δ . В табл. 1 также перечислены достоинства и недостатки каждого варианта привода. На схеме 1 представлен вакуумный электромеханический 2-координатный привод на шаговых двигателях для установки электронной литографии [1]. Движение от шагового двигателя 1 через зубчатую передачу и передачу винт-гайка передается на нижнюю и верхнюю каретки координатного стола, расположенного в вакууме. Герметизация осуществляется при помощи ТРО 2. На схеме 2 показан вакуумный 1-координатный привод пневматического или гидравлического типа [1]. Привод содержит пневмо- или гидроцилиндр 1, каретку 2, герметизатор – ТРО 3, закрепленную на пневмо- или гидроцилиндре 1 и штоке 4 при помощи резиновых уплотнений 5 и металлических колец 6. Привод работает следующим образом. В пневмо- или гидроцилиндр 1 подается газ или жидкость, под действием которых возникает осевая сила, действующая на шток 4 и перемещающая каретку 2. При возвратно-поступательном движении штока 4 ТРО 3 перекачивается со штока 4 на пневмо- или гидроцилиндр 1 и обратно, создавая только упругие силы сопротивления. В этом случае полностью отсутствуют силы трения скольжения штока и пневмо- или гидроцилиндра, что позволяет обеспечить высокую точность и плавность перемещения. На схеме 3 приведен вакуумный 1-координатный магнитореологический (МР) привод с диапазоном перемещения по одной координате до 300 мм [1]. В качестве рабочей среды в модуле используется МР жидкость на основе микрочастиц карбонильного железа и вакуумного масла. Основными элементами привода являются МР-распределитель 4, насос 5 и тонкостенные резиновые оболочки (ТРО), герметизирующие направляющие 2 и два гидроцилиндра 3. МР распределитель 4 состоит из четырех МР дросселей, содержащих электромагнитные катушки К1-К4 и магнитопроводы с рабочими зазорами, через которые протекает рабочая среда. Перемещаемый объект 1, направляющие 2 со штоком и гидроцилиндры 3 находятся в вакуумной камере, остальные элементы в атмосфере. В случае полного закрытия МР дросселей, рабочая среда перетекает в сливной бак через предохранительный клапан 6. Привод работает следующим образом. Рабочая среда при

помощи насоса 5 подается из сливного бака через МР-распределитель в гидроцилиндры 3. Изменяя величину электрического тока в катушках К1-К4 можно регулировать напряженность магнитного поля в рабочих зазорах МР-дресселей и, соответственно, динамическую вязкость рабочей среды, протекающей через них. Таким образом, можно менять давление в гидроцилиндрах 3 и осевую силу, действующую на шток. Поступательное перемещение по оси Z передается от гидроцилиндров 3 через шток к каретке координатного стола, на которой закреплен перемещаемый объект 1. В процессе перемещения штока по оси Z в направляющих 2 ТРО перекачивается со штока на гидроцилиндры 3 и обратно, обеспечивая полную герметичность соединения. На схеме 4 приведен вакуумный пневматический или гидравлический 2-координатный привод с использованием ТРО 1, имеющих малые упругие силы сопротивления. Вакуумный 5-координатный привод (схема 5) позволяет перемещать объекты по одной длинноходовой координате Z (в диапазоне до 300 мм), двум координатам X и Y (в диапазоне до 200 мкм) и двум угловым координатам вокруг осей X и Y [1]. Привод содержит гидравлический насос 1, неподвижный корпус 2 и подвижный цилиндрический шток 3, герметизированный с двух сторон при помощи ТРО 4. Модуль представляет собой гидростатическую направляющую цилиндрического типа с четырьмя камерами высокого давления в корпусе 2, образующими опорный элемент направляющей. Для обеспечения устойчивости подвижного штока направляющая содержит два опорных элемента, расположенных вдоль оси Z. На входе камер высокого давления расположены МР-дрессели с электромагнитными катушками К1-К4, на выходе МР-дрессели с катушками К6, К7 (К5, К8 – не показаны). Модуль работает следующим образом. Рабочая среда – МР-жидкость подается при помощи насоса 1 из сливного бака через входные МР-дрессели с катушками К1-К4 в камеры высокого давления. Протекая через радиальные рабочие зазоры между подвижным цилиндрическим штоком и магнитопроводами выходных МР-дресселей с катушками К5-К8, рабочая жидкость попадает в сливной бак. Изменяя электрический ток в катушках МР-дресселей, можно регулировать давление в камерах модуля. При этом подвижный шток «всплывает» в корпусе 2 и может перемещаться вдоль осей X и Y, совершать поворот вокруг осей X и Y, а также при помощи дополнительного длинноходового привода (на схеме не показан) перемещаться вдоль оси Z. Герметизирующий элемент (ТРО) представляет собой оболочку цилиндрической формы с внутренним диаметром 20 мм и толщиной 0,3-0,4 мм из вакуумноплотной резины ИРП-1345. Схема ТРО для расчета напряженного состояния показана на рис. 1. Из теории надежности известно [3], что упругое усталостное разрушение герметизирующих элементов привода (ТРО, сильфонов, волновых оболочек и др.) может быть описано уравнением Велера:

$$\sigma_a + m \cdot \lg N = c, \quad (1)$$

где σ_a - амплитуда действующих переменных напряжений;
 N – средняя долговечность герметизирующего элемента в циклах;
 m, c – константы, зависящие от материала и вида нагружения.

Для определения амплитуды действующих переменных напряжений σ_a рассмотрим напряженное состояние в оболочке (см. рис. 1). Найдем напряжения, возникающие в цилиндрической части ТРО. Окружное напряжение определяется как:

$$\sigma_{\theta} = \frac{pD}{2h}, \quad (2)$$

меридиональное (осевое) напряжение и прогиб W оболочки:

$$\sigma_{m1} = \frac{p \cdot [(D + 2W)^2 - D^2]}{8Dh},$$
$$W = \frac{pD^2}{2Eh} \cdot \left(1 - \frac{\mu}{2}\right), \quad (3)$$

где p – избыточное давление в рабочей камере ($p=0.1$ МПа);
 D – диаметр штока ($D=20$ мм);
 h – толщина ТРО ($h=0,4$ мм);
 E – модуль упругости резины ($E=6$ МПа);
 μ – коэффициент Пуассона для резины ($\mu=0.5$).

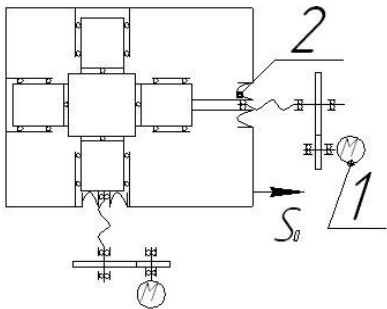
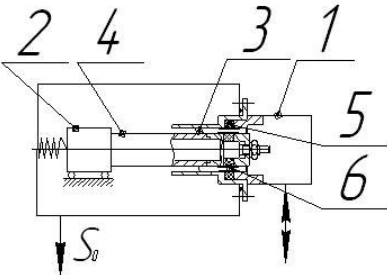
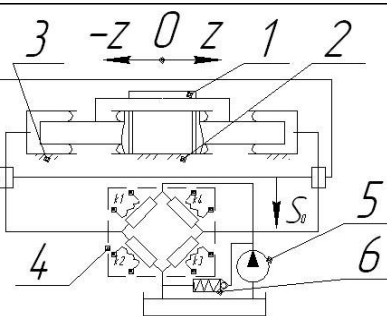
Максимальное напряжение σ_{tl} достигается при таком давлении p , когда прогиб ТРО равен зазору между втулкой и штоком ($W = 3$ мм). Из формулы 3 это давление равно $p = 0,046$ МПа, а окружное напряжение соответственно $\sigma_{tl} = 1,15$ МПа. Окружное напряжение достигает этого значения и с ростом давления больше не увеличивается, т.к. оболочка не имеет возможности больше расширяться. Меридиональное (осевое) напряжение линейно увеличиваются при росте давления и для $p = 10^5$ Па имеет значение $\sigma_{ml} = 0,43$ МПа. Определим напряжения в тороидальной части ТРО:

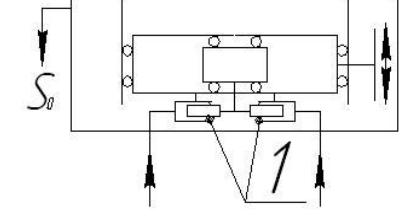
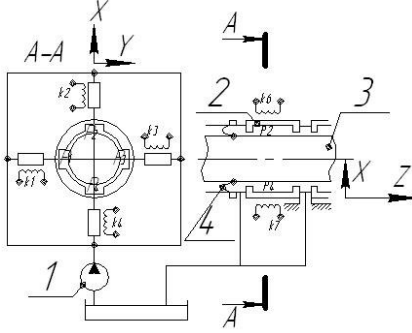
$$\sigma_t = \frac{pR}{2h},$$

$$\sigma_m = \frac{p \cdot R}{2h} \cdot \frac{2a + R \cdot \sin \varphi}{a + R \cdot \sin \varphi}, \quad (4)$$

где R – радиус изгиба оболочки;
 a – расстояние от оси штока до центра окружности изгиба ТРО;
 φ – текущее значение центрального угла в окружности изгиба.

Таблица 1. Схемы вариантов вакуумных приводов поступательного перемещения

Тип привода	№ схемы	Принципиальная схема	Основные параметры			Особенности привода
			Р, Па	Т, с	δ , мкм	
Электро-механический привод	1		10^{-5}	10^{-1}	0,5	2-координатный привод для микролитографии. Достоинство – обеспечение ВВ. Недостатки – длинная кинематическая цепь, невысокие точность и быстродействие.
Пневмо- или гидро-привод	2		10^{-5}	10^{-1} 10^{-3}	10^{-2}	1-координатный пневмо- или гидропривод для ВВ оборудования. Достоинства – обеспечение ВВ, короткая кинематическая цепь, высокие диапазон перемещений, точность и быстродействие. Недостаток – невысокая прочность ТРО.
	3		10^{-5}	10^{-3}	10^{-1}	1-координатный МР привод для ВВ оборудования. Достоинства – обеспечение ВВ, короткая кинематическая цепь, высокие точность и быстродействие. Недостаток – невысокая прочность ТРО.

4		10^{-5}	10^{-1}	10^{-1}	2-координатный пневмо- или гидропривод. Достоинства – обеспечение ВВ, короткая кинематическая цепь, высокие точность и быстродействие. Недостаток – невысокая прочность ТРО.
5		10^{-5}	10^{-3}	10^{-2}	5-координатный привод для ВВ оборудования. Достоинства – обеспечение ВВ, короткая кинематическая цепь, высокие диапазон перемещений, точность и быстродействие, возможность многокоординатных перемещений. Недостаток – невысокая прочность ТРО.

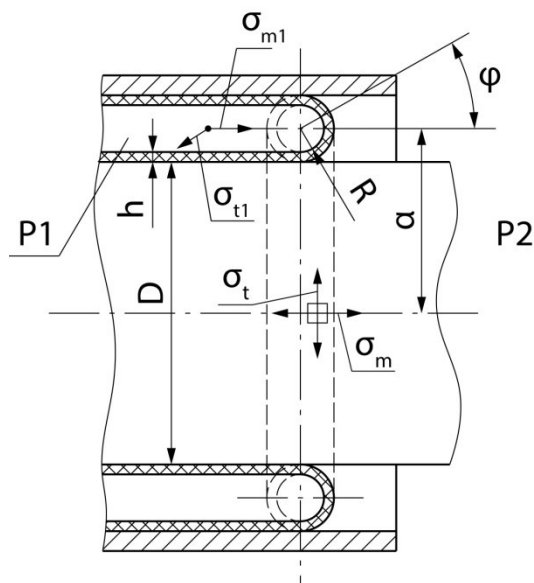


Рис. 1. Схема напряженного состояния ТРО.

Напряжение σ_t имеет значение $\sigma_t = 0,21$ МПа, а напряжение σ_m максимально при $\varphi=90^\circ$ и равно $\sigma_m=0,43$ МПа. Для расчета долговечности оболочки в качестве σ_a принимается максимальное из найденных действующих переменных напряжений (в нашем случае $\sigma_a = \sigma_{t1} = 1,15$ МПа). Для построения модели упругого усталостного разрушения ТРО необходимо в уравнении 1 Велера определить константу m . Для этого были проведены экспериментальные исследования долговечности шести образцов ТРО при давлении $P_1 = 0,2$ МПа, $P_2 = 0,1$ МПа.

Для нормального распределения средняя долговечность N с вероятностью 0,95 равна $N = (2,18 \pm 1,28) \cdot 10^6$ циклов. При $\sigma_a = \sigma_b$, где: σ_b – предел прочности резины на растяжение (для резины ИРП-1345 $\sigma_b=30$ МПа), средняя долговечность $N=1$, т.е. ТРО разрушится при первом цикле нагружения. Таким образом, из уравнения 1 следует, что $c=\sigma_b=30$ МПа. С учетом уравнения 1 и экспериментально определённой средней долговечности $N = 2,18 \cdot 10^6$ циклов при $\sigma_a=1,15$ МПа равна константа $m = 4,55$ МПа. Тогда средняя долговечность N работы ТРО согласно уравнению 1 будет зависеть от амплитуды действующих переменных напряжений и определяться следующим уравнением:

$$N = 10^{\frac{\sigma_b - \sigma_a}{4,55}} \quad (5)$$

После появления в оболочке трещины был проведен анализ динамики упругого усталостного разрушения ТРО и построены графики зависимости давления в рабочей камере от времени (рис. 2). Было определено, что, если трещина прижата к штоку, давление в камере практически не падает. Когда трещина открыта, происходит утечка газа из рабочей камеры. При возвратно-поступательных перемещениях штока трещина периодически открывается, что приводит к периодическому уменьшению давления в рабочей камере (время, через которое давление в камере уменьшается, совпадает с периодом возвратно-поступательных перемещений). Используя значения давлений в рабочей камере при полностью открытой трещине в начальный и конечный момент времени, мы можем определить ее проводимость.

Поток натекания газа через трещину из рабочей камеры в атмосферу:

$$Q_n = \frac{G_1 - G_t}{t}, \quad (6)$$

где $G_{1,t}$ – количество газа в начальный и конечный моменты времени;
 t – время наблюдения (в нашем эксперименте $t = 65$ с).

Количество газа в начальный и конечный момент времени можно определить, как:

$$G_{1,t} = P_{1,t} \cdot V, \quad (7)$$

где $P_{1,t}$ – абсолютное давление в рабочей камере в начальный и конечный моменты времени (в нашем случае $P_1 = 0,2$ МПа, P_t – определяется).

V – объем камеры ($V = 3,31 \cdot 10^{-3}$ м³).

Проводимость трещины равна:

$$U = \frac{Q_n}{P_{cp}} = \frac{G_1 - G_t}{t \cdot P_{cp}} = \frac{V(P_1 - P_t)}{t \cdot P_{cp}}, \quad (8)$$

где P_{cp} – среднее абсолютное давление в трещине за время t , когда трещина открыта.

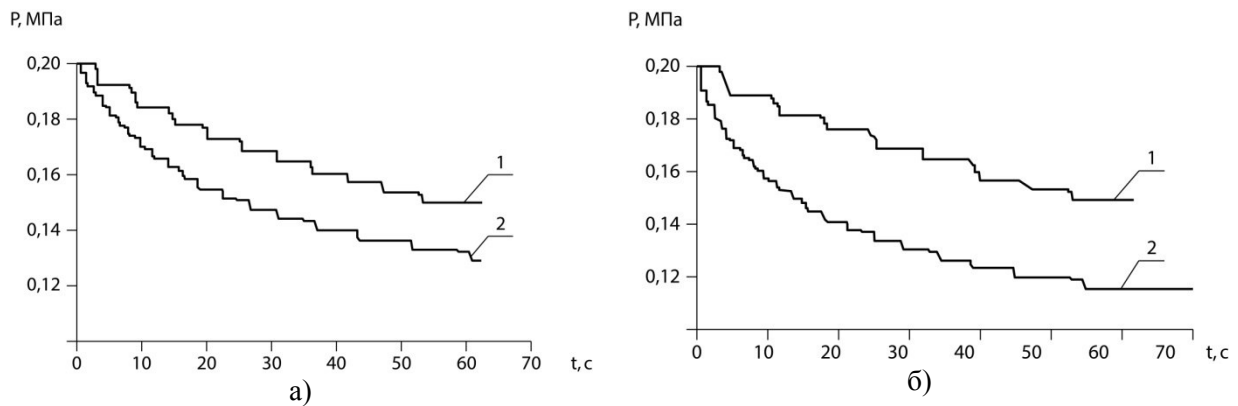


Рис. 2. Графики давления в камере: а) при появлении трещины в ТРО; б) после 2000 циклов возвратно-поступательных перемещений с трещиной в ТРО (1 – давление в камере при возвратно-поступательных перемещениях с циклом 8 с; 2 – давление в камере при открытой трещине).

Рассчитав проводимость трещины в вязкостном режиме течения газа, оценим ее эквивалентный диаметр:

$$d = \sqrt[4]{\frac{U \cdot h}{1360 \cdot P_{cp}}}, \quad (9)$$

где h – толщина ТРО ($h = 3,5 \cdot 10^{-4}$ м).

Таким образом, снимая через определенное количество циклов показания с датчика давления при открытой трещине (рис. 2, кривые 2) можно проследить динамику развития трещины. Результаты расчета эквивалентного диаметра трещины приведены в табл. 2.

Таблица 2. Результаты расчета эквивалентного диаметра трещины в ТРО

Кол-во циклов после появления трещины	P_t , МПа	Q_{it} , м ³ Па/с	U_t , м ³ /с	d , м
0	0,127	3,72	$2,84 \cdot 10^{-5}$	$8,64 \cdot 10^{-5}$
2000	0,108	4,68	$3,69 \cdot 10^{-5}$	$9,3 \cdot 10^{-5}$

Экспериментальные исследования показали, что усталостное разрушение ТРО и развитие трещины происходит постепенно, что дает ряд преимуществ при использовании ТРО в качестве герметизирующих элементов в вакуумном или другом технологическом оборудовании [1]: при обнаружении трещины необходимо отвести шток в такое положение, чтобы трещина была закрыта, после чего удалить изделия из рабочей камеры; если требования к вакууму или чистой газовой среде невысоки, то ТРО позволяет отработать определенное количество циклов для того, чтобы закончить технологический процесс.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации при выполнении НИР в рамках базовой части государственного задания в сфере научной деятельности по заданию №9.8503.2017/БЧ. Авторы выражают благодарность студенту МГТУ им. Н.Э. Баумана Яковлеву В.С. за помощь в подготовке этого доклада.

Литература

1. Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms: FMIA Volume 91/ Series Editor R. Moreau, Springer, 2010.–234 p.
2. Патент № 2037702. Мембранный узел. Зарегистр. в Гос. реестре изобретений 19.06.1995 / В.В. Анисимов, Е.А. Деулин, В.Г. Докукин и др. - // Б.И. – 1995. - № 17.
3. Вейбулл В. Усталостные испытания и анализ их результатов. – М.: Машиностроение, 1964. – 275 с.

Основные направления и дальнейшее развитие деятельности в области измерений давления во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Р.А. Тетерук

Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», пр. Московский, 19
e-mail: r.a.teteruk@vniim.ru

В статье описывается научно-техническая деятельность, проводимая во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в области измерений давления, а также перспективы дальнейших исследований и разработок в данной области.

The main directions and further development of activities in the field of pressure measurements in D.I. Mendeleev Institute for Metrology. R.A. Teteruk. The article describes the scientific and technical activities carried out at D.I. Mendeleev Institute for Metrology in the field of pressure measurements as well as prospects for further research and development in this field.

В январе 2017 года во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» сформирован новый отдел государственных эталонов в области измерений давления. Целью создания отдела стало объединение двух подразделений института, осуществлявших деятельность в сходных областях, а именно в области измерений абсолютного и избыточного давления.

Тем не менее, необходимо отметить, что история отдела берет начало еще в 1906 г. в Главной Палате мер и весов, где по инициативе Д.И.Менделеева была создана манометрическая лаборатория, которая до 1925 года являлась единственным метрологическим и поверочным центром России в области измерений давления. Деятельность лаборатории развивалась, множество эталонов были созданы во ВНИИМ впервые и были уникальны по своим характеристикам для своего времени.

В 70-х годах 20-го века перед метрологической наукой были поставлены качественно новые требования к отечественной эталонной базе. В связи с чем коллективом отдела давления и вакуума были созданы все основные государственные первичные эталоны единицы давления, которые после доработок и совершенствований применяются и сегодня.

В настоящее время в отделе содержатся четыре государственных первичных эталона единицы давления.

1. ГПЭ единицы давления-паскаля в диапазоне 0,02-10 МПа — ГЭТ 23-2010.
2. ГПЭ единицы давления для области абсолютного давления $1 \cdot 10^{-1}$ - $7 \cdot 10^5$ Па — ГЭТ 101-2011.
3. ГПСЭ единицы давления для области низких абсолютных давлений (вакуума) в диапазоне $1 \cdot 10^{-6}$ - 10^3 Па — ГЭТ 49-2016.
4. ГПСЭ единицы давления для разности давлений от 0,1 до $4 \cdot 10^4$ Па — ГЭТ 95-75. С 2017 года начаты работы по его совершенствованию.

Наличие эталонной базы позволяет отделу обеспечивать единство измерений и осуществлять метрологическое обеспечение наиболее технологичных отраслей российской промышленности. Космическая отрасль, военно-промышленный комплекс, металлургия, производство электроники, атомная и пищевая промышленность – вот лишь основные из них.

В ходе своей работы отдел решает следующие задачи.

1. Применение и активное хранение государственных, вторичных и рабочих эталонов единицы давления для области постоянных давлений.
2. Проведение фундаментальных, поисковых и прикладных исследований, с целью разработки методов и средств измерений в области измерений давления для создания новых и постоянного совершенствования действующих государственных, вторичных и рабочих эталонов единицы давления.
3. Выполнение головной роли в стране по обеспечению единства измерений давления в соответствии с областью аккредитации.

4. Проведение метрологических работ и научных исследований, обеспечивающих выполнение головной роли ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в закрепленных за отделом видах измерений. Проведение научно-технической политики в стране в области создания средств измерений давления нового поколения.

5. Передача единиц величин от государственных, вторичных и рабочих эталонов единицы давления НИО 231 подчиненным эталонам и средствам измерений, согласно поверочным схемам и области аккредитации.

6. Осуществление научно-технических разработок с целью создания новых прецизионных средств измерений в области измерений давления.

7. Проведение международных работ по закрепленным за отделом видам измерений. Участие в деятельности международных метрологических организаций.

8. Участие в международных сличениях эталонов (в том числе ключевых, двусторонних, пилотных, дополнительных), проводимых как под эгидой ССRI и BIPM, так и в рамках COOMET, EUROMET, APMР и других региональных организаций.

9. Участие в межлабораторных сличительных испытаниях (МСИ).

10. Выполнение научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ в соответствии с тематическим планом.

11. Разработка, совершенствование и экспертиза нормативных документов по обеспечению единства измерений в области закрепленных за отделом видам измерений.

12. Проведение испытаний эталонных и рабочих средств измерений давления с целью утверждения типа; сертификации, поверки, калибровки, градуировки и метрологических исследований. Проведение метрологической экспертизы документации и объектов.

13. Проведение работ по оснащению государственных метрологических служб и метрологических служб юридических лиц эталонами единицы давления.

14. Составление комплексных программ метрологического обеспечения в области измерений, закрепленных за отделом.

В рамках проведения НИОКР в настоящее время в отделе осуществляются следующие работы:

- разработка датчиков давления и вакуумметров по технологии микроэлектромеханических систем (МЭМС);
- создание установок для поверки мер потока;
- создание и совершенствование вакуумметрических эталонных установок;
- создание генераторов потока газа в вакууме.

Остановимся несколько подробнее на каждой из этих работ.

Анализ проведенных в отделе испытаний средств измерений на утверждение типа с 2010 года показал, что в настоящее время отечественная промышленность не производит вакуумметры, в то время как спрос на данную категорию средств измерений неуклонно растет. На рынке присутствуют в многочисленных вариантах только зарубежные образцы. В связи с этим, а также благодаря накопленному заделу в области создания чувствительных элементов давления с использованием технологий МЭМС в отделе был создан первый опытный образец вакуумметра с датчиком вакуума, основанном на резонансном принципе измерений (рис. 1).



Рис. 1. Вакуумметр, созданный по технологии МЭМС.

В настоящее время начата ОКР по созданию на базе него носимого прецизионного эталонного вакуумметра, полностью производимо в Российской Федерации, включая производство чувствительных элементов. Кроме того, планируется также организовать серийное производство этих вакуумметров, что позволит получить промышленно выпускаемые отечественные приборы, не уступающие по метрологическим характеристикам зарубежным аналогам, но со значительно меньшей стоимостью и габаритными размерами.

Другим направлением разработок является создание и совершенствование вакуумметрических эталонных установок и установок для поверки мер потока газа в вакууме. В настоящее время такие установки уже применяются на многих предприятиях, таких как АО «ИСС» имени академика М.Ф. Решетнёва», ОАО «ГРЦ имени В.П.Макеева», ФБУ «Ростест-Москва» и ряде других. Установки имеют следующие метрологические характеристики:

- диапазон измерений от 10^{-5} до 10^3 Па;
- пределы допускаемой относительной погрешности измерений $\pm(15-10)\%$.

Ввиду того, что за последние годы значительно возросла потребность в поверке мер потока газа в вакууме, а также фактически отсутствием метрологического обеспечения в данной области, в нашем отделе активно ведутся работы по созданию элементов государственного первичного эталона потока газа в вакууме. Предполагается, что в ближайшем будущем будет разработан как указанный эталон, так и соответствующая государственная поверочная схема.

Кроме того, в 2017 году была разработана и изготовлена установка вакуумная потокометрическая эталонная, которая по итогам испытаний имеет следующие метрологические характеристики:

- диапазон измерений потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с;
- пределы допускаемой относительной погрешности измерений в диапазоне от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-9}$ Па·м³/с включительно $\pm(15-5 \cdot 10^9 \cdot Q_{изм})\%$, в диапазоне свыше $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с $\pm(10-5 \cdot 10^5 \cdot Q_{изм})\%$.

В рамках международной деятельности проводятся совместные работы с национальными метрологическими институтами Чехии, Турции, Германии.

Основные направления развития деятельности:

- создание государственного первичного эталона потока газа в вакууме и ГПС;
- расширение сотрудничества с предприятиями промышленности;
- обеспечение лидерства Российской Федерации в мире в области методов и средств измерения давления;
- разработка приборов и метрологического обеспечения к ним в рамках импортозамещения, в том числе преобразователей, выполненные по технологии МЭМС, отечественных течеискателей, отечественных грузопоршневых манометров высокого класса точности.

Развитие эталонной базы единицы потока газа в вакууме в РФ

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

В статье рассматривается состояние эталонной базы единицы потока газа в вакууме, а также приведены результаты разработки и исследований установки вакуумной потокометрической эталонной для поверки и калибровки мер потока.

The development of standard base units of gas flow in vacuum in the Russian Federation. D.M. Fomin, V.N. Gorobey, A.A. Chernyshenko. The article discusses the state of the standard base unit of the gas flow in vacuum. The results of works on creation and investigations of standard vacuum flowmeter installation are viewed. The installation is designed for calibration of leak rates.

На фоне активного роста промышленности в РФ, в последние годы наблюдается повышенный интерес промышленных предприятий и научных организаций к средствам неразрушающего контроля и в частности к средствам измерений молекулярных потоков газа в вакууме. Данный вид средств измерений позволяет существенно повысить качество производимой продукции за счет контроля на герметичность выпускаемой продукции.

Основными средствами измерений молекулярных потоков газа в вакууме являются течеискатели масс-спектрометрические гелиевые (далее по тексту – течеискатели) и меры потока. Течеискатель является высокочувствительным компаратором, предназначенным для сравнения величины неизвестного потока (например, от испытываемого объекта) с известным потоком (в частности от меры потока газа). [1] На данный момент в РФ в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений Росстандарта РФ в качестве средств измерений утверждено 7 типов серийно-производимых течеискателей (из них 2 типа отечественного производства) и 2 типа мер потока (из них 1 тип отечественного производства). [2] Одним из главных вопросов при эксплуатации этих средств измерений является метрологическое обеспечение.

На данный момент в РФ не существует первичного государственного эталона единицы потока газа в вакууме. Однако существует государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006, который получает размер единицы низкого абсолютного давления от ГЭТ 49-80. Проведены международные сличения эталонов единицы потока газа в вакууме с участием ГВЭТ 49-2-2006 в рамках проекта КОOMET 295/RU/2002 и ключевые международные сличения ССМ.Р-К12, результаты которых подтвердили соответствие метрологических характеристик эталона международному уровню.

Рабочий эталон реализует несколько методов измерений потока газа в вакууме, также для него разработана локальная поверочная схема для передачи размера единицы нижестоящим средствам измерений, в том числе течеискателям и мерам потока. Согласно данной поверочной схеме должны существовать эталонные установки для передачи размера единицы рабочим средствам измерений.

На предприятиях РФ, на данный момент по нашим данным, существуют четыре эталонные установки для поверки и калибровки мер потока. Две из них разработаны и созданы еще в СССР и технически и морально устарели. В Таблице 1 приведены название, диапазон измерений и методы измерений установок. Установки основаны на методе сравнения поверяемой (калибруемой) меры потока с известной эталонной мерой потока при помощи масс-спектрометра. Данный метод имеет ряд существенных недостатков, основными из них являются: неабсолютность метода, т.е. нет возможности калибровать эталонную меру потока непосредственно на установке и эталонным мерам потока необходимо получать единицу от вышестоящих эталонов; зависимость от рода газа, данным методом на текущий момент можно измерить лишь меры потока, наполненные гелием (He4). К преимуществам метода можно отнести достаточно высокую точность и возможность измерять с достаточно высокой точностью очень маленькие меры потока до $1 \cdot 10^{-11}$ Па·м³/с.

Таблица 1. Эталонные установки для поверки и калибровки мер потока.

№	Название установки	Диапазон измеряемых потоков, Па·м ³ /с	Метод измерения
1	ИГТК Измеритель гелиевых течей контрольных	$1 \cdot 10^{-11} - 1 \cdot 10^{-8}$	Сравнение с известным потоком при помощи масс-спектрометра.
2	УПВ1-И Установка потокометрическая вакуумная	$3 \cdot 10^{-11} - 2 \cdot 10^{-8}$	
3	УПВ Установка потокометрическая вакуумная	$1 \cdot 10^{-10} - 1 \cdot 10^{-8}$	
4	Установка воспроизведения микропотоков газов в вакууме	$9 \cdot 10^{-11} - 9 \cdot 10^{-5}$	

В 2017 году в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» была разработана и изготовлена Установка вакуумная потокометрическая эталонная УВПЭ (далее по тексту установка), предназначенная для воспроизведения и точных измерений единицы потока газа в вакууме в диапазоне от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с.

Установка реализует два принципа измерений:

- принцип накопления, основанный на измерении эталонными вакуумметрами изменений абсолютного давления во времени в измерительном объеме установки;
- принцип компарирования, основанный на сравнении при помощи масс-спектрометрического компаратора измеряемого потока газа (гелия) от поверяемой (калибруемой) течи с известным потоком газа (гелия) от эталонной меры потока.

На рис. 1 представлена схема установки.

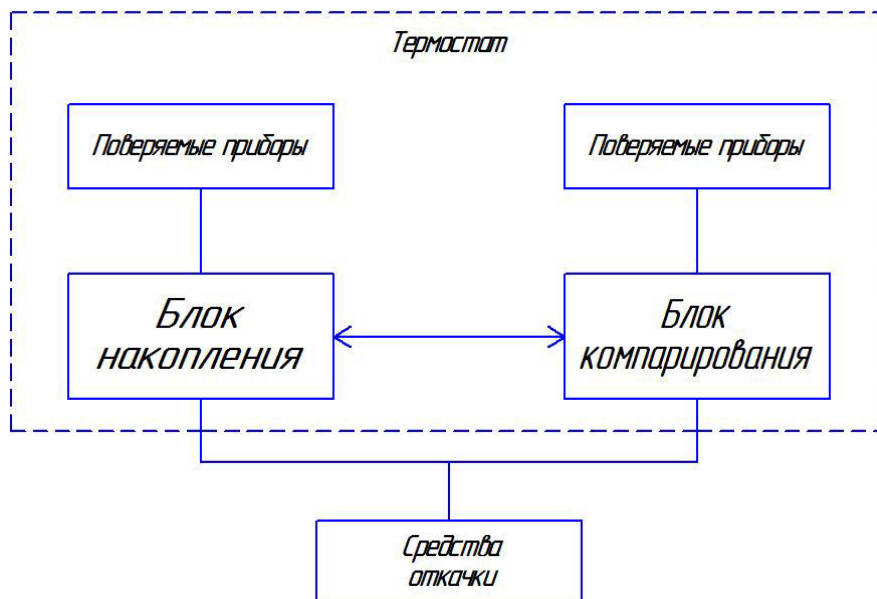


Рис. 1. Схема установки.

Принцип накопления, реализованный в установке, имеет ряд существенных преимуществ: простота реализации, независимость от рода газа, независимость от режима течения. На рис. 2 представлена принципиальная вакуумная схема измерения методом накопления.

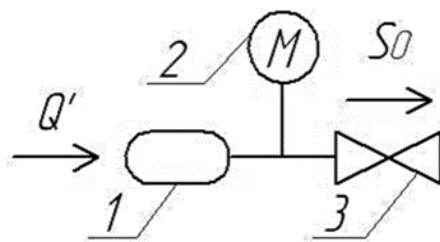


Рис. 2. Принципиальная вакуумная схема измерения методом накопления.

При измерении потока методом накопления часть вакуумной системы с источником газовыделения 1, вакуумметром 2 отсоединяется от насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы с известным объемом вследствие газовыделения увеличивается давление. [3] Поток определяется на основании уравнения

$$Q' = \frac{\Delta p V}{\Delta \tau}, \quad (1)$$

где $\Delta p = p_1 - p_0$ – изменение давления за время измерения в отсоединенной части вакуумной системы;

V – объем отсоединенной части вакуумной системы;

$\Delta \tau = \tau_1 - \tau_0$ – интервал времени измерения.

Установка представляет собой вакуумную систему с измерительным и сравнительным объемом, к которым присоединены два эталонных вакуумметра, масс-спектрометрический компаратор (далее по тексту компаратор), эталонные меры потока, являющиеся основными метрологическими узлами установки и обеспечивающие диапазон ее измерений. Конструктивно установка выполнена в общем металлическом передвижном корпусе. Управление установкой осуществляется с помощью органов управления, расположенных на панели ее корпуса. Эталонные и поверяемые (калибруемые) приборы помещены в термостат. На рис. 3 представлен внешний вид установки.



Рис. 3. Внешний вид установки.

Установка прошла процедуру испытаний с целью утверждения типа в качестве эталона (средства измерений). В процессе испытаний заявленные метрологические характеристики были подтверждены.

По итогам испытаний установка имеет следующие метрологические характеристики:

- диапазон измерений потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с;
- пределы допускаемой относительной погрешности измерений в диапазоне от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-9}$ Па·м³/с включительно $\pm(15 \cdot 5 \cdot 10^9 \cdot Q_{изм}) \%$, в диапазоне свыше $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с $\pm(10 \cdot 5 \cdot 10^5 \cdot Q_{изм}) \%$.

Созданная современная установка позволит метрологических службам промышленных и научных предприятий проводить самостоятельно поверку (калибровку) мер потока. В заключении, стоит отметить, что несмотря на создание и внедрение эталонных установок в области измерений потока газа в вакууме для полноценного развития эталонной базы единицы потока газа в вакууме необходимо в ближайшие годы создать национальный первичный эталон, а также государственную поверочную схему.

Литература

1. Фомин Д.М. Метрологическое обеспечение течеискателей масс-спектрометрических гелиевых // «Вакуумная техника, материалы и технология». Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М. 2015. pp. 66-69.
2. // РОССТАНДАРТ федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: [сайт]. URL: <http://www.fundmetrology.ru/> (дата обращения: 12.май.2017).
3. Чернышенко А.А. Теоретико-прикладные положения поверки средств измерений потока газа в вакууме. СПб: «Студия «НП-Принт», 2014. 136 с.

Результаты сличений мембранно-ёмкостного преобразователя с электростатической автокомпенсацией

Е.К. Израйлов
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»,
190005, Санкт-Петербург, Московский пр.,19.,
e-mail: E.K.Izrailov@mail.ru

В работе приведены результаты сличений мембранно-ёмкостного преобразователя с электростатической автокомпенсацией (МЕПК), входящего в состав первичного эталона единицы низкого абсолютного давления. Сличения МЕПК (без активной термостабилизации и динамического режима напуска газа в его измерительную камеру) были проведены с высокоточными вакуумметрами Baratron 698 и Baratron 690 в диапазоне давлений ~ 0,1 – 13 Па. Погрешность сличений МЕПК с перечисленными средствами измерений давления в указанном диапазоне не превысила 4%.

The results of comparisons of membrane capacitive transducer with electrostatic compensation. E.K. Izrailov. The paper presents the results of comparisons membrane capacitive transducer with electrostatic compensation (MCTC) that is a part of primary standard unit of low absolute pressure. Comparisons of MCTC (without active thermal stabilization and dynamic mode of gas inlet into measuring chamber) were conducted with high precision vacuum gauges (Baratron 698 and Baratron 690) in the pressure range of 0,1 – 13 Pa. The accuracy of comparisons of MCTC with the aforementioned means of pressure measurement in the specified range did not exceed 4 %.

Воспроизведение единицы давления и передача ее с необходимой точностью эталонным и высокоточным рабочим приборам представляет основную проблему метрологии в области измерений вакуума.

Требования к средствам вакуумных измерений в последнее время непрерывно возрастают в связи с автоматизацией технологических процессов в электронной промышленности, повышением требований к качеству электронных приборов и развитием целого ряда новых исследований, что приводит к необходимости совершенствования.

Поэтому разработка прецизионных методов и средств измерений низкого абсолютного давления в диапазоне 10^{-4} - 10^4 Па является актуальной задачей. Это важно еще и потому, что все существующие мембранно-емкостные вакуумметры отечественной и зарубежной промышленности требуют при измерениях калибровку.

Для воспроизведения единицы низкого абсолютного давления был выбран мембранно-емкостной метод. С этой целью во ФГУП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева был разработан мембранно-емкостной преобразователь с электростатической автокомпенсацией (МЕПК), работающий в диапазоне 10^{-3} ÷ 40 Па [1].

Преимущества МЕПК уже неоднократно были освещены в работах [1,2]. Эталон на основе МЕПК для области абсолютных давлений в диапазоне 10^{-3} ÷ 10^3 Па был введен в действие в 1980 г. [3] одновременно с рабочими эталонами, которые возглавили ряд ведомственных поверочных схем в области вакуумметрии.

С начала 2000-х годов во ФГУП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева начались разработки модернизированного эталона единицы абсолютного давления на новой технической базе. В результате модернизированный эталон был утвержден в декабре 2016 г.

Модернизация эталона для области абсолютных давлений в диапазоне 10^{-3} ÷ 10^3 Па проводилась как в области экспериментальной техники, так и в области теоретических исследований.

В результате проведения теоретических исследований для точного определения метрологических характеристик мембран МЕПК была развита **обобщенная (строгая) теория** мембранно-емкостного датчика на основании решения задачи о прогибе мембраны с учетом одновременно трех факторов:

- сопротивления изгибу,
- силы натяжения и
- деформации растяжения срединной плоскости вследствие изгиба [2].

Созданная теория позволяет рассчитывать оптимальные параметры МЕМ с заданными метрологическими характеристиками мембран в процессе конструирования.

Сущность метода измерения МЕПК, как известно [2], состоит в том, что давление, вызывающее прогиб мембраны, компенсируется электрическим воздействием, приводящим ее в исходное положение.

Принципиальная схема преобразователя манометра приведена на рис. 1.

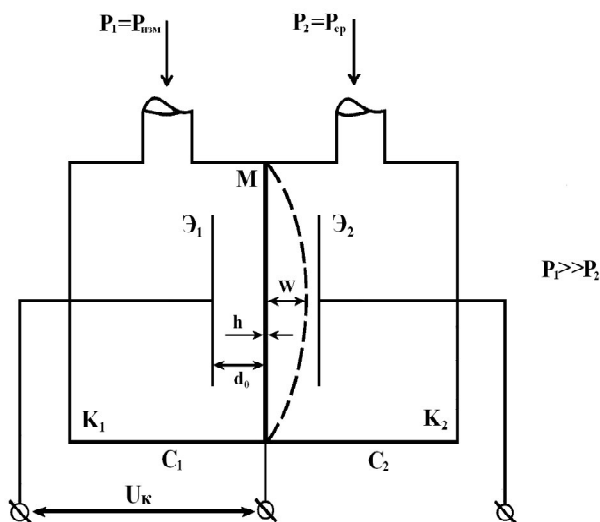


Рис. 1. Принципиальная схема мембранно-емкостного преобразователя с электростатической автокомпенсацией (МЕПК), где: p_1 – измеряемое давление в камере измерения K_1 , $p_2 = p_0$ – остаточное давление в сравнительной камере K_2 , M – круглый мембранный электрод толщиной h , \mathcal{E}_1 и \mathcal{E}_2 – измерительный и вспомогательный электроды, C_1 и C_2 – емкости электродов относительно мембраны M , d_0 – начальный зазор в измерительном конденсаторе, W – прогиб мембраны под действием давления p_1 , U_k – напряжение компенсации.

Уравнение измерения преобразователя компенсационного типа имеет вид:

$$p_1 = KU_k^2 + p_0, \quad (1)$$

где p_0 – давление в сравнительной камере пренебрежимо малое по сравнению с измеряемым; K – расчетная постоянная преобразователя (датчика давлений).

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

$$K = \frac{\varepsilon_0}{2d_0^2} \left(\frac{R_{эл}}{R_m} \right)^2 \quad \text{или} \quad K = \frac{1}{2\varepsilon_0\pi^2} \left(\frac{C_1}{R_m \cdot R_{эл}} \right)^2, \quad (2)$$

где ε_0 – электрическая постоянная; $R_{эл}$ и R_m – радиусы электрода и мембраны соответственно.

Подчеркнем, что достоинство такого метода измерения давления состоит в том, что сила, создаваемая электростатическим полем может быть рассчитана по измеренным величинам: напряжения компенсации и геометрическим параметрам преобразователя, входящих в формулы (2). Это дает возможность создать *манометр измерения абсолютного давления*, не требующий градуировки [2].

Из (2) видно, что погрешность определения K в основном зависит от точности измерения емкости измерительного конденсатора, так как другие составляющие постоянны. Исходя из модельных представлений МЕРК можно также представить расчет коэффициента K по формуле

$$K = K_0 \cdot K_1, \quad (3)$$

где $K_0 := \frac{\varepsilon_0}{2 \cdot d_0^2}$, а $K_1 := \frac{4 \cdot \ln(R_{эл}/R_m) - 1}{1 - 2 \cdot R_m^2/R_{эл}^2}$ – учитывает разницу радиусов соответствующих

электродов.

При выбранных параметрах МЕРК: $d_0 = 97$ мкм, $D_{эл} \approx 41,455$ мм, $D_m \approx 46,049$ мм в результате расчетов была получена постоянная $K=4,553 \cdot 10^{-4}$ Па/В² при $K_0 = 4,705169 \cdot 10^{-4}$ Па/В² и $K_1 = 9,676751 \cdot 10^{-1}$.

Герметичность МЕРК является необходимым условием его работоспособности и достижения требуемых параметров. Однако проверка герметичности различных узлов МЕРК с помощью стандартных гелиевых течеискателей для данной конструкции не совсем удобна в связи со сложной конфигурацией его вакуумных соединений. Такой метод позволил обнаружить негерметичность МЕРК в целом, но трудно применим для определения конкретных, локальных мест вакуумных течей.

С целью уменьшения влияния натекания в измерительную камеру МЕРК в отличие от обычно используемого в экспериментальной практике напуска газа в статическом режиме, впервые была использована методика напуска газа в динамическом режиме.

Преимущество последней состоит в том, что она позволяет исключить с допустимой погрешностью влияние процессов гажения отдельных частей измерительной линии камеры МЕРК, а также влияние микронатеканий, искажающих измеряемое давление. Для уменьшения погрешности напуска при изменении температуры окружающей среды натекатель помещался в пассивный термостат из пенопласта.

При динамическом режиме напуска газа для улучшения метрологических характеристик МЕРК была создана дополнительная система высоковакуумной откачки, состоящая из турбомолекулярного насоса (ТМН) с эффективной скоростью откачки ~ 70 л/с,

приведенная в работе [4] и позволяющая поддерживать величину давления в его измерительной камере в диапазоне измерений $13,0 \pm 0,01$ Па.

Систему регулирования измеряемого давления в измерительной камере МЕРК можно создать разными способами напуска газа в динамическом режиме:

- с помощью регулируемой вручную диафрагмы и ТМН или
- с помощью натекателя с пьезострикционным приводом и ТМН.

Первая система содержит [4] специальный регулируемый малогабаритный прецизионный клапан, выполняющий функцию регулируемой диафрагмы.

Вторая система, которая была исследована, состоит из натекателя с пьезострикционным приводом и блоком питания. Работа такого натекателя газа основана на перемещении блока микроперемещений по резьбе, создавая противоусилие через шток. Изменяя величину напряжения на блоке, можно в широких пределах изменять сечение перепускного отверстия, а, следовательно, и величину напуска газа.

Использование пьезострикционной керамики, сжатие (или удлинение) которой прямо пропорционально приложенному электрическому напряжению, позволяет практически безынерционно управлять напуском и с высокой точностью дистанционно устанавливать заданное давление в системе как в ручном режиме, так и в автоматическом (в устройствах, имеющих обратную связь).

В ручном режиме работы напряжение, приложенное к пьезострикционному приводу, стабилизировано электронным стабилизатором, что позволяет осуществлять дозированный напуск газов в объем измерительной системы в диапазоне измеряемых давлений: $2,66 \cdot 10^{-6}$ - **13,3 Па**. Нестабильность напуска газов с атмосферного давления за 10 минут при изменении температуры окружающего воздуха $\pm 1^{\circ}\text{C}$ не более $\pm 1,5\%$.

Упрощенная схема подключения системы напуска с пьезострикционным приводом, предназначенная для стабилизации давления в измерительном объеме МЕРК, и принцип её действия, приведены на рис. 2.

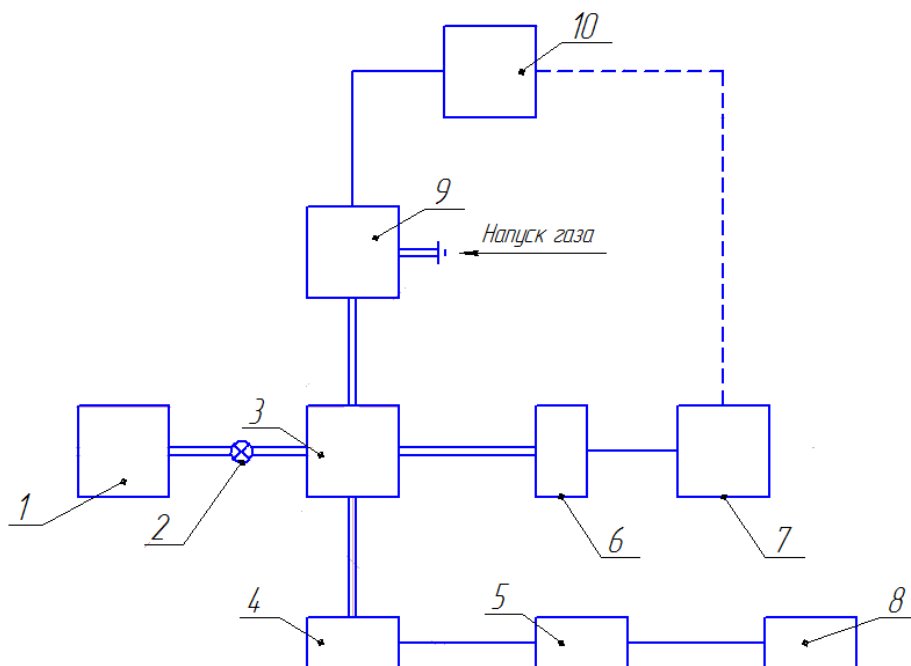


Рис. 2. Схема подключения системы напуска газа, где 1-ТМН; 2-электромагнитный клапан; 3- измерительный объем; 4-баратрон; 5- контроллер; 6- датчик АІGX; 7- контроллер АІGX; 8- персональный компьютер; 9- пьезострикционный натекатель газа; 10- блок питания натекателя.

На рис. 3 приведен график зависимости давления напуска газа в измерительный объем МЕРК от напряжения на пьезострикционном датчике при работе в динамическом режиме напуска.

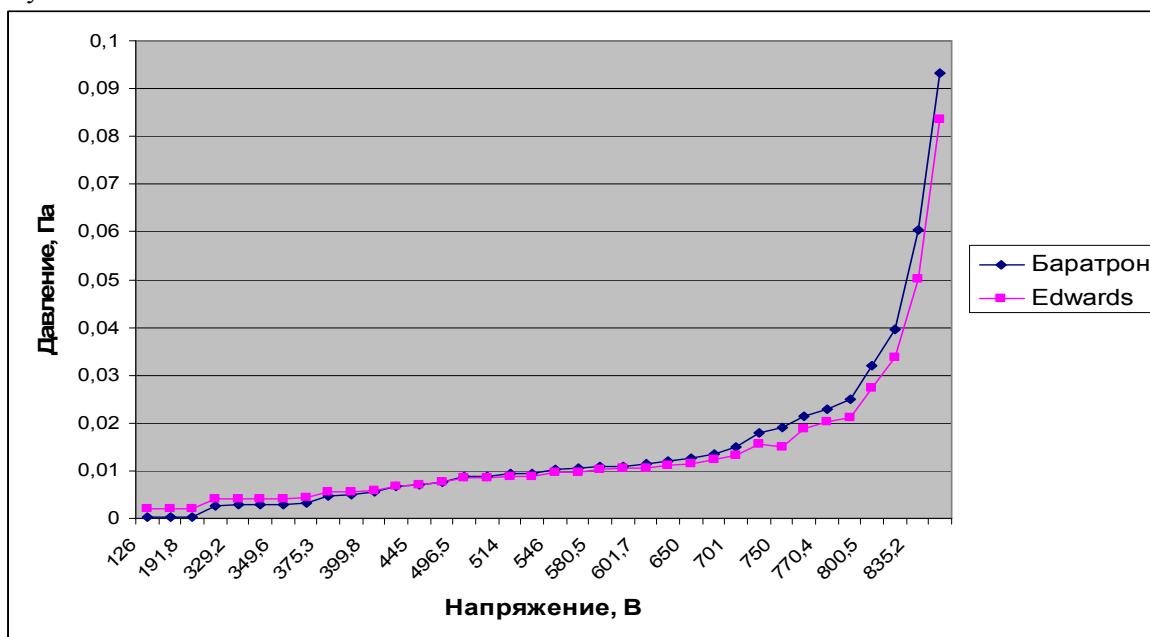


Рис. 3. График зависимости давления в измерительном объеме от напряжения на пьезострикционном датчике системы напуска газа

В таблице 1 приведены результаты сличений МЕРК с высокоточными вакуумметрами типа Баратрон 690 А и Баратрон 698 в диапазоне давлений до 13 Па при расчетной постоянной МЕРК, равной $4,553 \cdot 10^{-4}$ Па/В².

Таблица 1 - Результаты сличений МЕРК (ГЭТ 49-80) с Баратронами 690А и 698, декабрь 2016г.

№	P, Па			w, %	
	МЕРК	690	698	690	698
1	0.105	0.104	0.105	0.9	0.2
2	0.297	0.304	0.304	2.2	2.1
3	0.684	0.705	0.702	3.2	2.7
4	0.971	1.003	0.997	3.3	2.7
5	2.902	2.992	2.972	3.1	2.4
6	6.793	6.955	6.908	2.4	1.7
7	9.900	10.102	10.034	2.0	1.4
8	12.750	12.984	12.897	1.8	1.1
1	0.106	0.106	0.106	0.2	0.7
2	0.295	0.303	0.303	2.7	2.5
3	0.689	0.713	0.709	3.5	3.0
4	0.976	1.011	1.005	3.6	3.1
5	2.942	3.037	3.017	3.2	2.6
6	6.834	7.001	6.955	2.4	1.8
7	9.932	10.140	10.026	2.1	0.9
8	13.287	13.532	13.440	1.8	1.2
1	0.108	0.111	0.110	2.9	2.1
2	0.291	0.303	0.302	4.1	3.8
3	0.685	0.715	0.711	4.2	3.8
4	0.953	0.993	0.988	4.2	3.7
5	2.885	2.986	2.967	3.5	2.8
6	6.879	7.057	7.011	2.6	1.9
7	9.877	10.093	10.026	2.2	1.5
8	12.805	13.053	12.966	1.9	1.3

В таблице 1 представлены три серии сличений в 8 диапазонах измеряемых давлений (0,1÷13 Па). Начальные рабочие параметры аппаратуры при сличениях были: давление в камерах МЕРК $\sim 5,0 \cdot 10^{-4}$ Па, напряжение баланса моста по синфазной составляющей сигнала соответствовало току индикаторного прибора, равного нулю, а по квадратурной составляющей - 20В, которое вычиталось из напряжения компенсации. Сличения были предварительными, так как проводились на новом вакуумном стенде, на котором не было достигнуто в камерах МЕРК необходимого предельного давления $\leq 3,0 \cdot 10^{-5}$ Па. Полное время измерений - 15 минут (снятие 30 показаний и вычисление их среднего значения в каждой точке диапазона) в трех сериях при непрерывном режиме напуска газа.

Были также проведены дополнительные исследования МЕРК в области давлений до 30 Па. На рис. 4 построен график расхождения результатов измерений, отраженных в таблице 1, из которого можно отметить уменьшение расхождений сличений с ростом давления, связанных со снижением влияния натеканий в измерительный объем МЕРК по мере возрастания измеряемого давления.

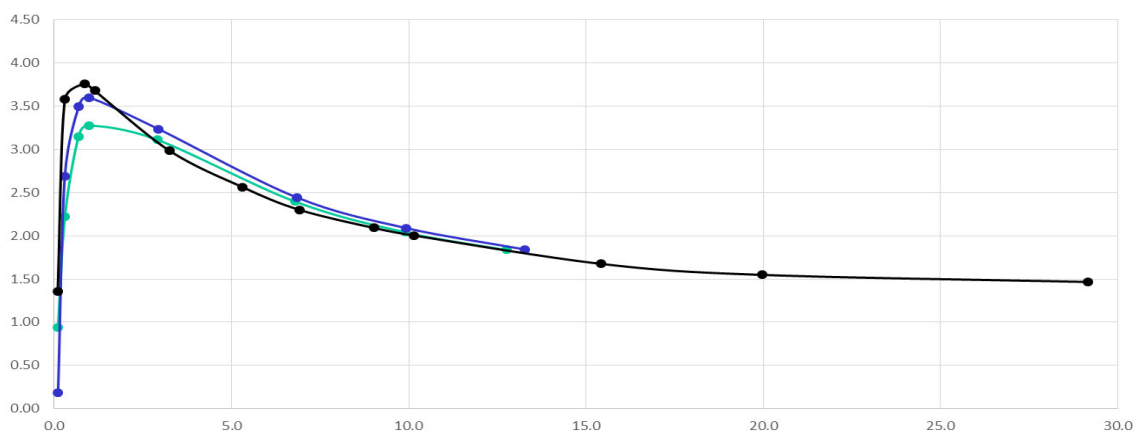


Рис. 4. Расхождение показаний МЕРК с Баратроном в диапазоне давлений до 30 Па

Следует отметить, что предварительные сличения проводились без активного термостатирования МЕРК и использования режима напуска газа в измерительную камеру в динамическом режиме. Результаты предварительных сличений показали совпадение измерений МЕРК с Баратронами в пределах $\leq 4\%$. Однако, при активном термостатировании МЕРК, использовании динамического режима напуска газа с помощью натекателя с пьезострикционным приводом и достижении необходимого предельного давления $\leq 3,0 \cdot 10^{-5}$ Па расхождение сличений будут значительно снижены.

Литература

1. Горобей В.Н., Израилов Е.К. Эталонный мембранно-емкостный манометр низких абсолютных давлений. // Измерительная техника. – 2011. – №4. – С.70-73.
2. Горобей В.Н., Израилов Е.К. Мембранно-емкостный метод воспроизведения единиц абсолютного давления. // Доклад на XX научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», –2013.– С.34 - 39.
3. Государственный эталон единицы давления для области абсолютных давлений $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^3$ Па. Доклад Государственному комитету СССР по стандартам. – Л., 1980.- С.38.
4. Горобей В.Н., Израилов Е.К. Абсолютный мембранно-емкостный вакуумметр с динамическим режимом напуска газа. // Доклад на XXIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», –2016.– С.42 - 47.

Особенности изготовления и свойства титан-ванадиевых газопоглотителей

*Н.П. Зубков, П.Н. Зубков, **А.В. Касимцев, *А.В. Спицын, И.Б. Рассолова, Ю.В. Талызин
АО «НПП» «Исток» им. Шокина, г.Фрязино.
*РНЦ «Курчатовский институт», Москва.
**ОАО Метсинтез г.Тула.*

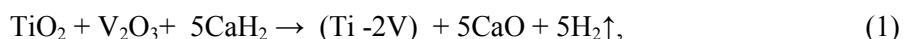
Разработана технология изготовления нераспыляемых геттеров из порошков сплава титан-ванадий (TiV30%) получаемых гидридно-кальциевым методом. Проведены экспериментальные исследования температуры активации, сорбционной емкости, скорости сорбции и прочности геттеров. Показано, что активация геттеров начинается с 300°C, а полная активация достигается при температуре 420-430°C за 30 минут. Установлены оптимальные соотношения для прочности, пористости и температура спекания геттеров. Измерены сорбционная емкость и скорость сорбции по водороду, азоту и угарному газу, соотношение а/б – фаз в порошке и спеченных геттерах.

Features of production and properties of titanium-vanadium getters. N.P.Zubkov, P.N.Zubkov, A.V.Kasimtsev, A.V. Spitsyn, I.B.Rassolova, Yu.V.Talyzin. A technology has been developed for manufacturing non-evaporable getters from titanium-vanadium alloy powders (TiV30%) obtained by a hybrid-calcium method. Experimental studies of the activation temperature, sorption capacity, sorption rate and the strength of the getters have been carried out. It is shown that the activation of getters begins at 300°C and full activation is achieved at temperature of 420-430°C during 30 minutes. The optimal ratios for strength, porosity and sintering temperature of the getters have been established. Sorption capacity and sorption rate in nitrogen and carbon monoxide, the ratio of a/b phases in the powder and sintered getters were measured.

Нераспыляемые газопоглотители находят широкое применение для поддержания высокого вакуума в приборах на протяжении всего срока эксплуатации без затрат энергии. Газопоглотители на основе порошков титана и сплава цирконий-алюминий («Циаль»), не всегда удовлетворяют разработчиков вследствие высокой температуры активации: 700°C для титановых и 900°C для циалевых [1]. Для снижения температуры активации особый интерес вызывают двойные и тройные сплавы таких металлов как барий, титан, цирконий, ванадий, ниобий, хром, скандий и другие [2]. Этот интерес обусловлен сорбционными характеристиками сплава (ZrAl16%), скорость поглощения азота для которого в 2,5 раза выше, чем для (ZrAl10%) [3]. В связи с этим целесообразно более детально изучить свойства геттеров из порошков сплава (TiV30%), который может активироваться при температуре 500°C [4]. Важно также определить фазовый состав как порошка сплава (TiV30%), полученного по гидридно-кальциевой технологии, так и спеченных геттеров, так как именно бета фаза обеспечивает высокие сорбционные характеристики. Однако, после отжига газопоглотителей соотношение альфа и бета фаз может измениться.

1. Получение, гранулометрический и фазовый состав порошков сплава TiV 30%

Порошки сплава (TiV30%), получали гидридно - кальциевым методом. При этом методе удельная поверхность порошков получается больше, чем при вакуумной плавке и последующем дроблении слитков. Последовательность операций при гидридно - кальциевом методе получения порошков заключается в приготовлении шихты, состоящей из смеси гидрида кальция, оксидов металлов титана и ванадия, нагреве шихты и выдержке при температуре порядка 1000÷1200°C. Схему получения порошкового сплава TiV можно представить следующей реакцией [5]:



где (Ti-2V) – представляет собой порошок сплава титан-ванадий. Оксид кальция из продуктов реакции удаляют мокрым выщелачиванием в результате обработки водой и соляной кислотой. Готовый продукт(порошок сплава TiV30%) подвергают сушке и рассеву.

Измерения гранулометрического состава полученного порошка сплава TiV30% проводили на лазерном анализаторе частиц «FritschParticleSizer «analysette 22», а измерения удельной поверхности на приборе NOVA 3000 по методу BET. Результаты измерений показывают, что основной состав порошка состоит до 90% из частиц 20÷100 мкм и до 5% из частиц 6÷12 мкм. Среднеарифметический размер частиц 60-70 мкм. На рис. 1 представлено изображение частиц порошка, полученное на растровом электронном микроскопе JSM 6480, а на рис.2 поверхность спеченного геттера.

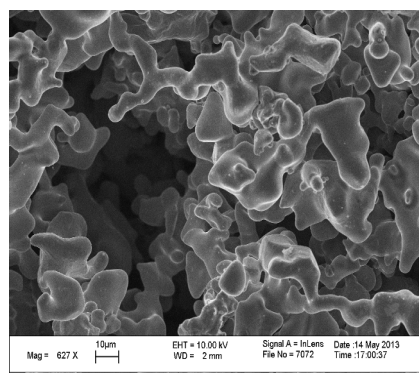
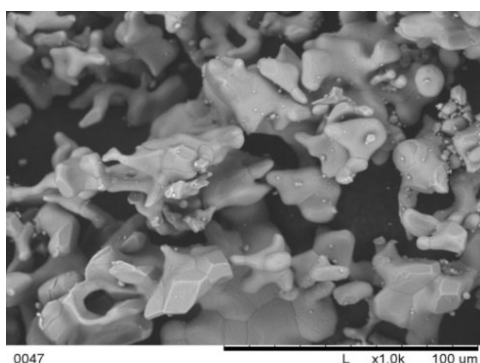


Рис. 1. Частицы порошка сплава TiV30%. Рис. 2. Поверхность спеченного геттера.

На рис.1 видно, что в порошке присутствует крупная фракция порядка 40-100 мкм и мелкая – 1мкм., частички порошка имеют развитую поверхность. Измеренная удельная поверхность порошка сплава TiV30% составила(2,2 - 2,4) м²/Г. Полученные значения удельной поверхности в 2-4 раза больше, чем удельная поверхность порошков, получаемых при дроблении слитков металла механическим способом. Ниже показан фазовый состав порошкового сплава TiV30%.

Рентгеноструктурный анализ порошкового гидридно-кальциевого сплава Ti-30V.

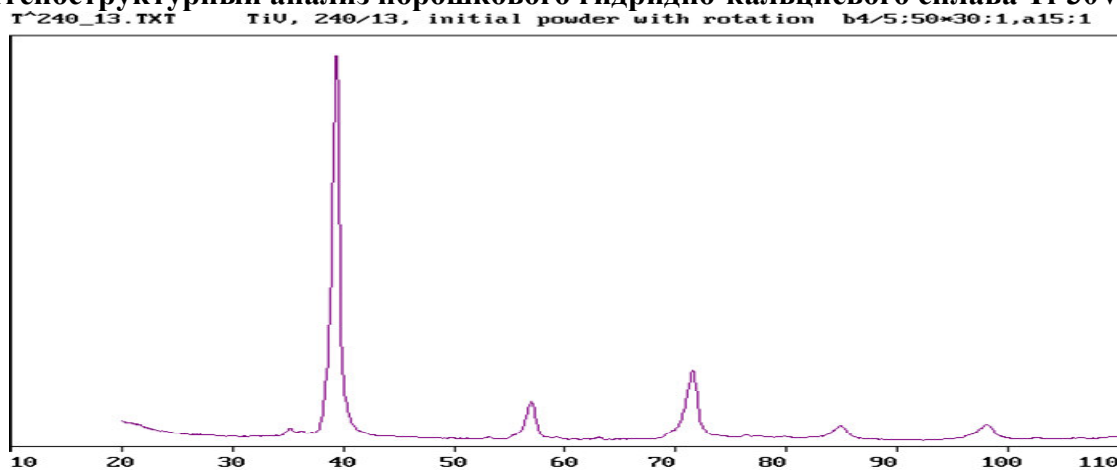


Рис. Рентгенограмма опытного образца порошкового сплава титан-ванадий.

Таблица. Состав идентифицированных фаз порошкового сплава титан-ванадий

Фаза	стр.тип	об. %	периоды, нм.
beta-Ti (V) (bcc, type A2)	cI2/1	85	a = 0,3230
beta-Ti (type A2)	cI2/1	10	a = 0,3292
alpha-Ti (type A3)	hP2/1	5	a = 0,2938 c = 0,4662
Ti (C,N) (type B1)	cF8/2	следы (менее 1 %)	---

Рентгеноструктурный анализ порошкового гидридно-кальциевого сплава TiV30% подтверждает преобладание бета фазы до 95 % по сравнению альфа фазой (около 5 %).

Требуемые размеры и форма геттеров определяется пресформой. Образцы № 032 представляли собой шайбу диаметром 40 мм и толщиной 4 мм, а образцы № 065-Ø2 X2 мм. Порошок сплава TiV30% засыпался в пресс-форму, затем уплотнялся с помощью пуансона при давлениях 1- 120кг/см². Спрессованные образцы подвергались отжигу в вакууме на СВЧ установке при температурах 900-1100°C в течение 0,5-8 час.

Открытая пористость готовых газопоглотителей распределяется вблизи 30÷40%. Это хорошо видно на рис 2. Измерения объемной пористости геттеров проводили в соответствии с методикой, изложенной в ОСТ.11.ОД.0359.008-76. Результаты измерения объемной пористости газопоглотителей, усредненные на четырех образцах, представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты измерения объемной пористости газопоглотителей.

№ п/п	Образец	Пористость, %	Усилие прессовки, Н/м ² ·10 ⁵	Температура спекания, °С
1	№ 320	55,0	1	990
2	№320	52,8	9,6	990
3	№320	49,1	120	990
4	№065 (<71 мкм)	56,4	1	990
5	№065 (>71 мкм)	73,8	1	990
6	№320	39,7	120	1100

Анализ полученных результатов показывает, что газопоглотители из TiV30% имеют разброс пористости от 55% до 73,8%, если порошок в оснастке уплотняется с нагрузкой $1 \frac{\text{кГс}}{\text{см}^2}$. Если

порошок уплотняется (прессуется) в оснастке с нагрузкой (9.6 или 120) $\frac{\text{кГс}}{\text{см}^2}$ пористость

распределяется в диапазоне (39,7÷49.1)%. При изменении усилия прессования в 100 раз пористость изменяется только на 11% , как следует из 1 и 3 строк таблицы. Объемная пористость газопоглотителя, изготовленного из порошка с размером фракции менее 71 мкм (56,4% -строка 4) меньше, чем пористость газопоглотителя изготовленного из фракции порошка более 71 мкм(73,8% -строка 5). Эти данные показывают, что при оптимальной температуре спекания газопоглотителей объемная пористость в большей степени определяется гранулометрическим составом порошка. Если температуру спекания образцов поднимать больше оптимальной, пористость снижается до 40% и менее, появляются участки с металлическим блеском. Такая пористость снижает эффективность газопоглотителей по сорбции газов в десятки раз. Однако, при температуре спекания ниже оптимальной порошок спекается слабо и по прочности газопоглотители будут непригодны для эксплуатации. Удельная поверхность спеченных геттеров уменьшается с увеличением температуры спекания: для образца в строке 1 таблицы удельная поверхность равна 1.8 м²/г, а для образца в строке 6 - 1.1 м²/г. Это значит, что при высоких температурах спекания уменьшается доля частиц мелкой фракции. Чем больше удельная поверхность геттера, тем лучше, так как сорбционная емкость пропорциональна удельной поверхности геттера.

Рентгеноструктурный анализ спеченного геттера из порошкового сплава TiV30% практически совпадает с фазовым составом порошка. Это доказывает, что выбранная технология спекания порошкового сплава не изменяет его фазовый состав.

2. Механическая прочность геттеров

Механическую прочность газопоглотителей измеряли на изгиб согласно ГОСТ 8747-88. Результаты измерений прочности геттеров представлены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты измерений прочности геттеров.

№ п/п	Усилие разлома кГс	Площадь, см ²	Прочность, Н/м ² · 10 ⁵	Образец	Усилие прессов Н/м ² · 10 ⁵	T, °C
1	29,0	0,3	96	№ 320	120	990
2	25,6	0,33	72,7	№ 320	9,6	990
3	16,2	0,3	54,0	№ 320	120	940
4	9,9	0,33	30	№320	1,5	990
5	16,7	0,54	31,0	№065 (<71 мкм)	1	990
6	2,6	0,54	4,8	№ 065 (>71 мкм)	1	990

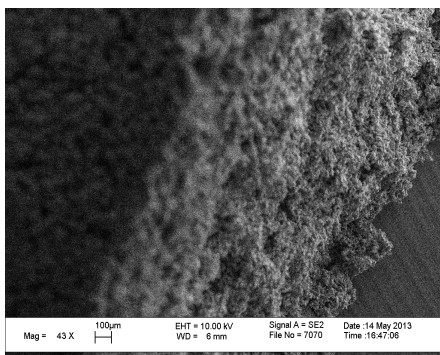


Рис. 3. Поверхность разлома.

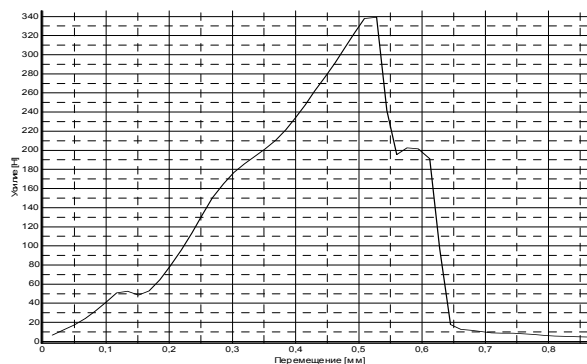


Рис. 4. Диаграмма разрушения образца.

На рис. 3 показано фото поверхности разлома геттера при испытаниях на изгиб. Хорошо видно, что поверхность имеет развитую структуру. На рис. 4 изображена типичная диаграмма разрушения образцов на излом, полученная на разрывной машине И1140М. Такой характер разрушения соответствует хрупким материалам.

Средняя прочность на излом для образцов № 320 строка 1 (таблица 3) равнялась $96,7 \cdot 10^5$ Н/м² при температуре 990°С. При том же усилии прессования $120 \cdot 10^5$ Н/м², но температуре спекания 940°С прочность снизилась до $54 \cdot 10^5$ Н/м². Прочность образцов уменьшается до $30 \cdot 10^5$ Н/м² при усилиях прессования $1,5 \cdot 10^5$ Н/м² строка 4. Температура отжига при этом оставалась одна и та же-990°С. Из сравнения прочности образцов геттеров, изготовленных из порошка прошедшего сито с ячейками 70 мкм - строка 5 и оставшегося на сите - строка 6 видно, что прочность образцов из порошка с гранулометрическим составом менее 70мкм существенно выше, чем для фракции более 70мкм.

Таким образом, изменяя гранулометрический состав порошка, усилие прессования и температуру спекания можно получать требуемые пористость, удельную поверхность и прочность геттеров. Например, при массе геттеров 0.2÷7г., при параметрах изготовления образцов согласно строке 2 таблица 2 и вибрациях до 100g запас по прочности геттеров будет более сто крат. Такие значения позволяют оптимизировать конструктивные особенности крепления геттеров в приборах.

3. Сорбционные свойства и температуры активации геттеров

Измерение сорбционных свойств газопоглотителя проводилось на установке «АтлаН» в РНЦ «Курчатовский институт». Установка представляет собой прогреваемую вакуумную камеру с безмасляной системой откачки насосами ТМН-400 и НОРД-400. Предельный вакуум установки $2 \cdot 10^{-8}$ мм рт.ст. Температура нагрева образца до 1000°С. Напуск газа в установку

осуществлялся с помощью калиброванного импульсного пьезоклапана. Измерение давления осуществлялось ионизационными вакуумметрами ПМИ-27 (основная камера), ионизационным вакуумметром AIGX, вакуумметром Пираньи APGX и деформационным вакуумметром ASG, показывающим абсолютное давление (калиброванный объем пьезоклапана). Анализ спектров проводили масс-спектрометром MX-7304a.

Эксперименты с напуском газов проводили следующим образом. Калиброванный объем установки откачивался до $5 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст., затем он наполнялся газом при давлении 150 мм рт.ст. Из калиброванного объема в рабочий объем камеры газ проходил через капилляр, который открывался с помощью пьезоклапана. Время срабатывания пьезоклапана 1 мс. Такая схема позволяет точно регулировать расход газа. Все уплотнения в камере – металлические стандарта ДУ и CF.

Сорбционные свойства и температуру активации геттеров измеряли следующим образом. Образец нагревался в рабочей камере (при давлении 10^{-7} мм.рт.ст.) до 200°C и выдерживался при этой температуре 30 мин. Затем образец охлаждался до комнатной температуры за время (1,5÷2) часа. После остывания образца в камеру напускался газ водород до давления $1,5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст. и следили за изменением давления газа в камере. Если давление не изменялось, значит, газопоглотитель не активировался и поэтому не поглощает газ. Процедуру измерения активации повторяли для других температур 300°C ; 400°C ; 500°C ; 600°C , 700°C . Минимальная температура прогрева газопоглотителя, после которой он начинал поглощать газ с максимальной скоростью (при комнатной температуре) принималась за температуру активации. Примеры изменения давления в камере приведены на рис.5. для водорода, а на рис.6 для угарного газа.

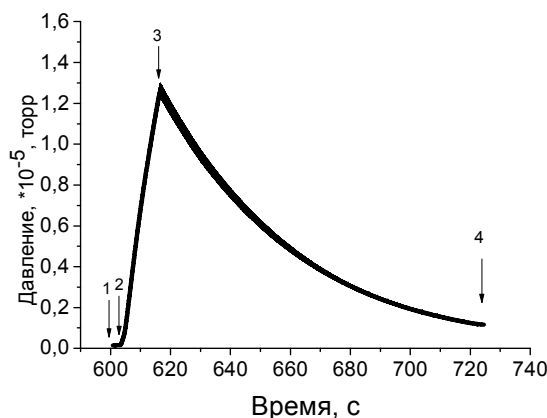


Рис. 5. Кривая откачки активированным геттером. 2-3 –напуск водорода в камеру, 3-4 – откачка водорода геттером.

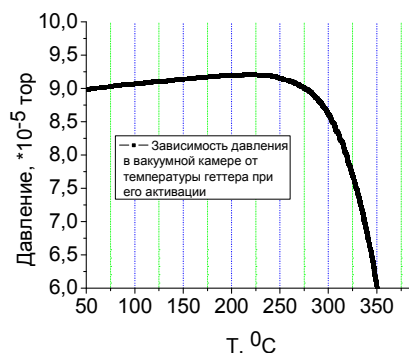


Рис. 6. Зависимость давления CO в вакуумной камере (без вакуумной откачки) от температуры геттера. Скорость нагрева геттера – 1 K/s .

Образцы для испытаний представляли собой шайбы толщиной (2.5 и 4) мм с внешним диаметром или 5.5 мм или $\varnothing 40$ мм. Измерения проводили по водороду, угарному газу и азоту. Начало активации образца регистрировалось при 300°C , но окончательная активация наступала при $T=410^{\circ}\text{C}$ и с последующим увеличением температуры сорбционные характеристики практически не менялись. Скорость сорбции H_2 для активации при 300°C составила 2,5 л/с, а для активации при 410°C - 21 л/с.

Сорбционная ёмкость по водороду для температур активации 300°C и 400°C отличаются почти на порядок: $10^6 \text{ Па}\cdot\text{см}^3$ и $1,62\cdot 10^7 \text{ Па}\cdot\text{см}^3$ (рис.7). Скорость сорбции и сорбционная ёмкость по угарному газу представлены на рис.8 и 9. С увеличением времени активации (при температуре 410°C) от 0,5 часа до 16 часов начальные скорости сорбции составляют соответственно 8 л/с и 16 л/с, а затем по мере увеличения давления выравниваются до уровня ~ 8 л/с.

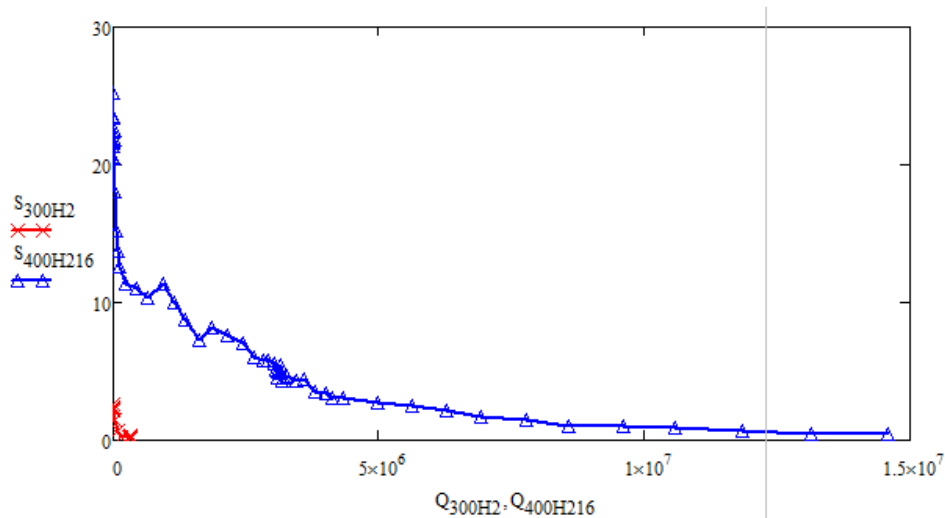


Рис.7. График скорости откачки H_2 от поглощенной дозы для различных температур активации образца: 300°C , 410° (16ч).

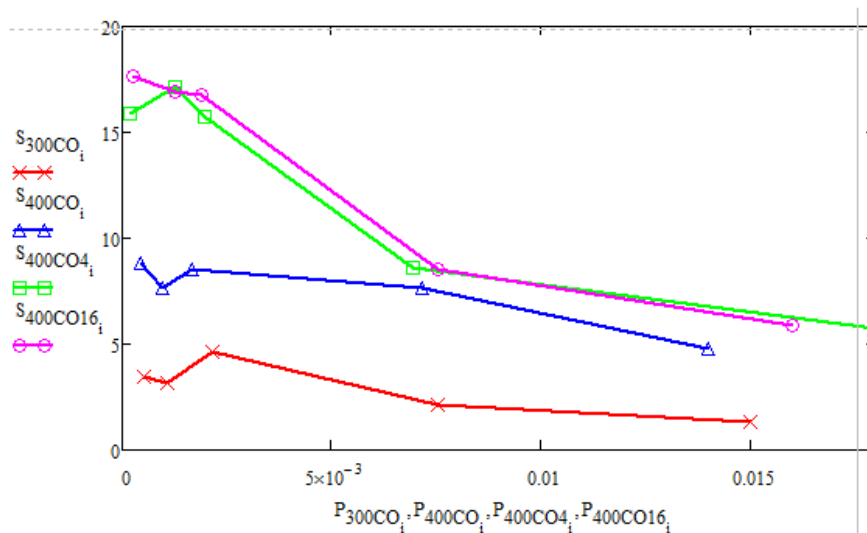


Рис.8. График скорости откачки при различных давлениях, для различных температур активации образца и времени активации: 300°C , 410° (0,5ч, 4ч, 16ч) по CO .

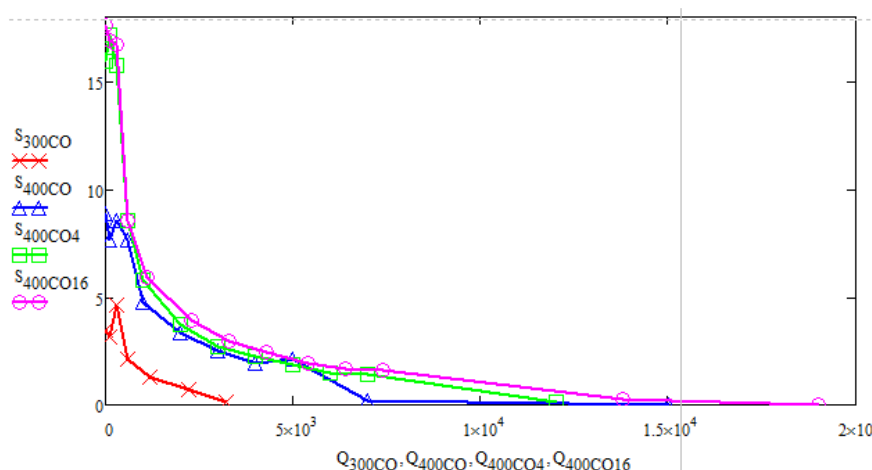


Рис.9. График скорости откачки от поглощенной дозы для различных температур активации образца и времени активации: 300^oC, 410^o(0,5ч, 4ч, 16ч) по СО.

При длительности активации 30 мин., 4 час и 16 час (для температуры 410^oC) сорбционная ёмкость поСО составила $1,6 \cdot 10^4$ Па·см³, $1,9 \cdot 10^4$ Па·см³, $2 \cdot 10^4$ Па·см³ соответственно.

В таблице 3 представлены результаты измерения скорости сорбции и сорбционной ёмкости, приведённые к площади поверхности и объёму исследованных образцов.

Таблица 3. Результаты измерения скорости сорбции и сорбционной ёмкости

Температура активации, ^o C	Скорость откачки H ₂ при 7×10^{-4} Па, л/с	Удельная скорость откачки H ₂ при 7×10^{-4} Па, л/с·см ²	Удельная сорбционная ёмкость по H ₂ Па·см ³ /см ² , 10 ³	Скорость (л/с) откачки СО при 7×10^{-4} Па (сорбционная ёмкость Па·см ³ /см ² , 10 ⁵)
(Ø2.5) 420	0,65	0,81	65,2	0,2 (27.)
(Ø40) 410	25,2	1,0	47,6	0,85 (23)

Проведены измерения удельной сорбционной ёмкости и скорости сорбции по азоту при комнатной температуре (температура активации образца 410^oC), которые равны $1,5$ л·Па/см³ и $0,15$ л·Па/с·см² соответственно.

Температуры активации для исследованных образцов стабильно располагаются в области (390÷410)^oC. Таким образом, можно считать, что температура активации не превышает (410+20)^oC. Время активации при этой температуре составляет 30 мин. Увеличение времени активации до 4х часов приводит к незначительному улучшению сорбционных характеристик. При увеличении времени активации до 16 часов дальнейшего улучшения сорбционных характеристик практически не наблюдается. Скорость сорбции и сорбционная ёмкость исследованных газопоглотителей соответствует известным образцам циаелевых и титановых геттеров [5]. порошка сплава (TiV30%), полученного по гидридно-кальциевой технологии, так и спеченных гетеров, так как именно бета фаза обеспечивает высокие сорбционные характеристики.

Если рабочая температура активированных (при 410^oC) газопоглотителей поднимается до 200^oC, то сорбционная ёмкость и скорость сорбции также возрастают, что указывает на возрастание роли диффузионной составляющей сорбции.

Заключение. Рентгеноструктурный анализ показал, что порошки сплаваTiV30%, получаемые по гидридно-кальциевой технологии на 95% состоят из бета фазы. Последующая

термообработка (спекание) геттеров при температуре до 1000°C в течении 0.5:4 часа не изменяет фазовый состав сплава. Измерение сорбционной емкости и скорости сорбции геттеров из TiV₃₀ изготовленных по разработанной технологии и показало, что они имеют сравнимые значения с характеристиками для геттеров, изготовленных из сплава циаля. Прочность газопоглотителей из сплава TiV30%, возрастает с увеличением усилия прессования, температуры спекания для составом порошка менее 71 мкм. Методика измерения прочности образцов на излом целесообразнее методики прочности на разрыв, так как более информативная и не требует склеивания образцов со штатными держателями разрывной машины (грибками), сушки, чистки грибков после испытаний. Температура спекания геттеров должна быть оптимальной (940-1000°C): при больших температурах увеличивается прочность, но снижается удельная внутренняя поверхность и соответственно сорбционная емкость. Температура активации для разработанных геттеров – 420-430°C, а время активации – 30-60 минут. Увеличение времени активации до 16 часов незначительно увеличивает сорбционную емкость, что указывает на стабильность фазового состава получаемых геттеров.

Литература

1. Попов В.Ф. Нераспыляемые газопоглотители. М.: Энергия, 1975.
2. Коган Я.Д., Калачев Б.А., Левинский Ю.В. и др. Константы взаимодействия металлов с газами. Спр., М.: Металлургия, 1987. – 280 с.
3. Каменская Е.А., Демина Т.И., Карпухин Е.П. и др. Влияние фазового состава на сорбционную способность сплавов циркония и алюминия. Электронная техника. Серия 1. Электроника СВЧ №11, 1972г., С.88-93.
4. Петров В.С., Быков Д.В., Кокова А.А. Сравнение свойств геттерных сплавов на основе титана. Ж. Вакуумная техника и технология №5, №3, 2005, С.247-249.
5. Касимцев А.В., Левинский Ю.В. Гидридно-кальциевые порошки металлов, интерметаллидов, тугоплавких соединения и композиционных материалов. – М.: МИТХТ, 2012. – 248 с.

Диагностика отказов вакуумных механизмов

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

Целью системы диагностики отказов вакуумных механизмов является оценка состояния механизма и прогнозирование времени отказа. Параметрами, которые могут быть использованы для диагностики, являются: частота колебаний механизма, амплитуда вибрации, колебания остаточного давления.

Vacuum Mechanism Failure Diagnosis. E.A. Deulin, V.P. Mikhailov. The aim of the vacuum mechanisms fatigue prediction system is estimation of the mechanism state and its failure moment prediction. The parameters that may be used for diagnosis are: mechanism vibration frequency, vibration amplitude, residual pressure variation.

Представленный метод диагностики отказов механических элементов вакуумного оборудования [1], основан на частотном анализе потока газовыделения, при использовании которого мы сталкиваемся с трудностью обнаружения потоков газовыделения в рабочей камере из различных элементов механизма и трудностью расшифровки получаемых сигналов. Это объясняется несколькими факторами: 1.Потоки газовыделения из механизмов малы и заметны лишь в СВВ; 2.Происходит уменьшение амплитуды и изменение формы измеряемого потока газовыделения из-за процесса откачки; 3.Характеристики средств измерения и оцифровки

сигнала давления влияют на точность измерения; 4. Колебание базового давления в вакуумной камере. влияет на результаты измерения.

Пример суммирования сигналов потоков газовой выделения из работающего в вакууме механизма и случайного проявления всплесков суммарного давления P как функции времени приведён на рис.1, где наглядно видна сложность расшифровки сигнала рабочего давления в вакуумной камере, наглядно реагирующего на моменты пуска(start) и остановки (stop) но связь этого сигнала с исходным сигналом частоты вращения шарикоподшипника требует использования научных методов и навыков, показанных ниже.

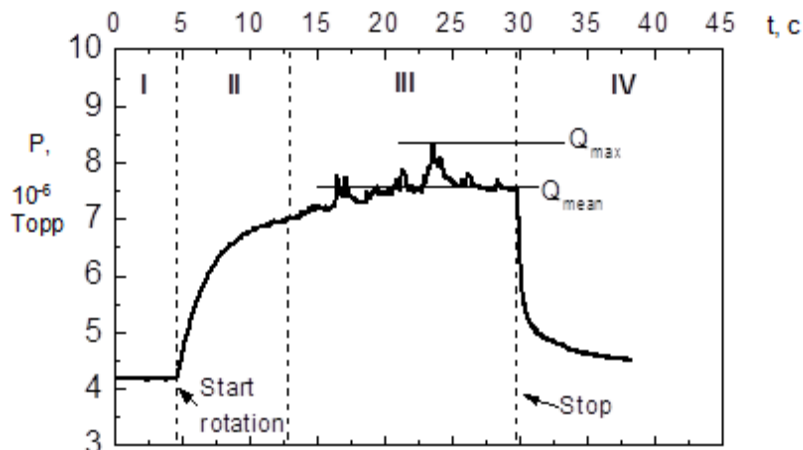


Рис.1. Рабочее давление в вакуумной камере как функция процесса «start-stop» (пуска–остановки) работы привода вакуумного механизма, использующего шарикоподшипники.

Практическая задача диагностирования вакуумного сигнала заключается в теоретическом восстановлении амплитуды и частоты исходного сигнала газовой выделения, знание которых позволяет ставить диагноз «состоянию здоровья» диагностируемого механизма.

Инструментом, удобным для «восстановления» исходного сигнала газового потока, выделяющегося из вакуумного механизма, является прецизионный импульсный вакуумный пьезо - натекатель, преимуществом которого является способность создавать импульсные малые потоки газа, имитирующие импульсы газовой выделения из механизма с частотой до 10^4 Гц и амплитудой газового потока до 10^2 м³Па/с.

Рассмотрим пример решения задачи создания модели диагностики с помощью рассмотренного пьезонатекателя. В нашем примере мы полагаем, что натекатель имитирует пульсирующий поток газовой выделения из вакуумного механизма: зубчатого зацепления, шарикоподшипника или др. На рис.2 (нижний график) показан измеренный исходный сигнал напускаемого в вакуумную камеру потока газа, который генерируется натекателем в форме меандра.

Верхний график на рис. 2. представляет сигнал давления, получаемого в вакуумной камере от импульсов, генерируемых натекателем. Как мы видим, по форме он становится похож на центральную часть диаграммы давления на рис. 1

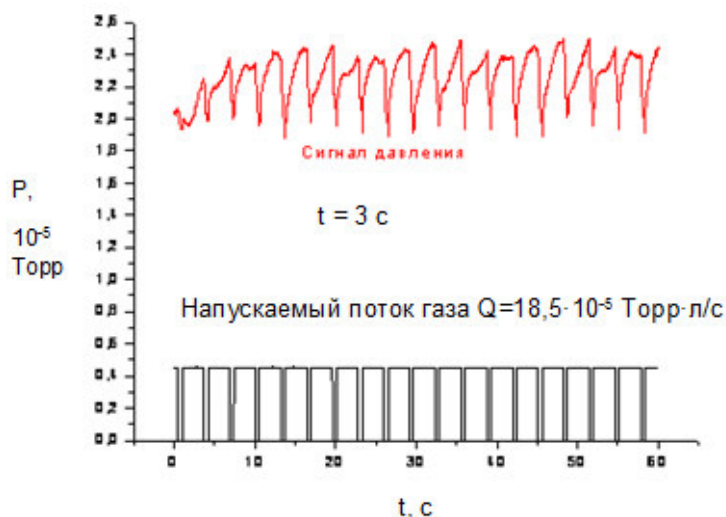


Рис.2. Исходный сигнал напускаемого в камеру потока газа Q , генерируемого натекателем с периодом цикла $T=3$ с (нижний график) и сигнал давления P (верхний график), получаемого и измеряемого в вакуумной камере.

Для сравнения на верхнем графике рис.3. приведен график давления в камере, где периодичность цикла пульсирующего потока газа Q уменьшена с $T=3$ с до $T=1$ с что придаёт диаграмме потока газовыделения форму ещё более близкую к диаграмме давления на рис. 1 с которой мы начали обсуждение поставленной задачи.

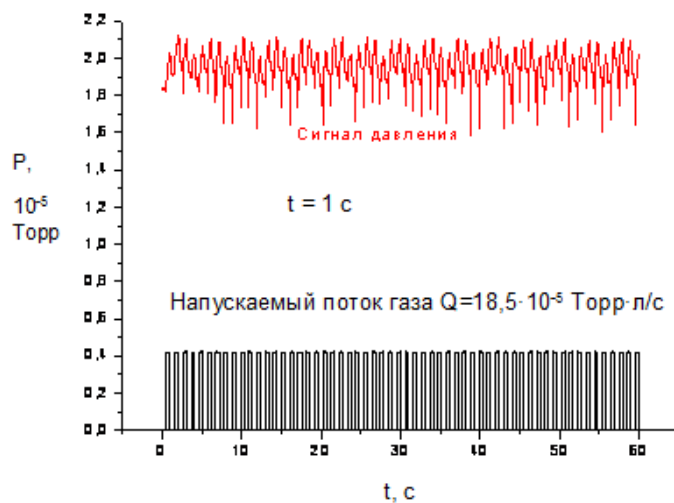


Рис.3. Верхний график - сигнал давления P , получаемого в вакуумной камере, нижний график - исходный сигнал напускаемого в вакуумную камеру потока газа, генерируемого пьезонатекателем с периодом цикла $T=1$ с.

Мы видим, что сопоставление диаграмм изменения давления, получаемых при разных частотах напускаемого в вакуумную камеру потоков газа, генерируемых пьезонатекателем убедительно показывает на возможность решения задачи, стоящей при создании системы диагностики.

Для развития способов решения задачи рассмотрим график на рис. 4, где показана зависимость отношения амплитуд входного и выходного сигналов при изменении частоты входного сигнала газового потока, от 0,1 до 1 Гц, при скорости откачки $1 \text{ м}^3/\text{с}$ и объёме вакуумной камеры $0,5 \text{ м}^3$.

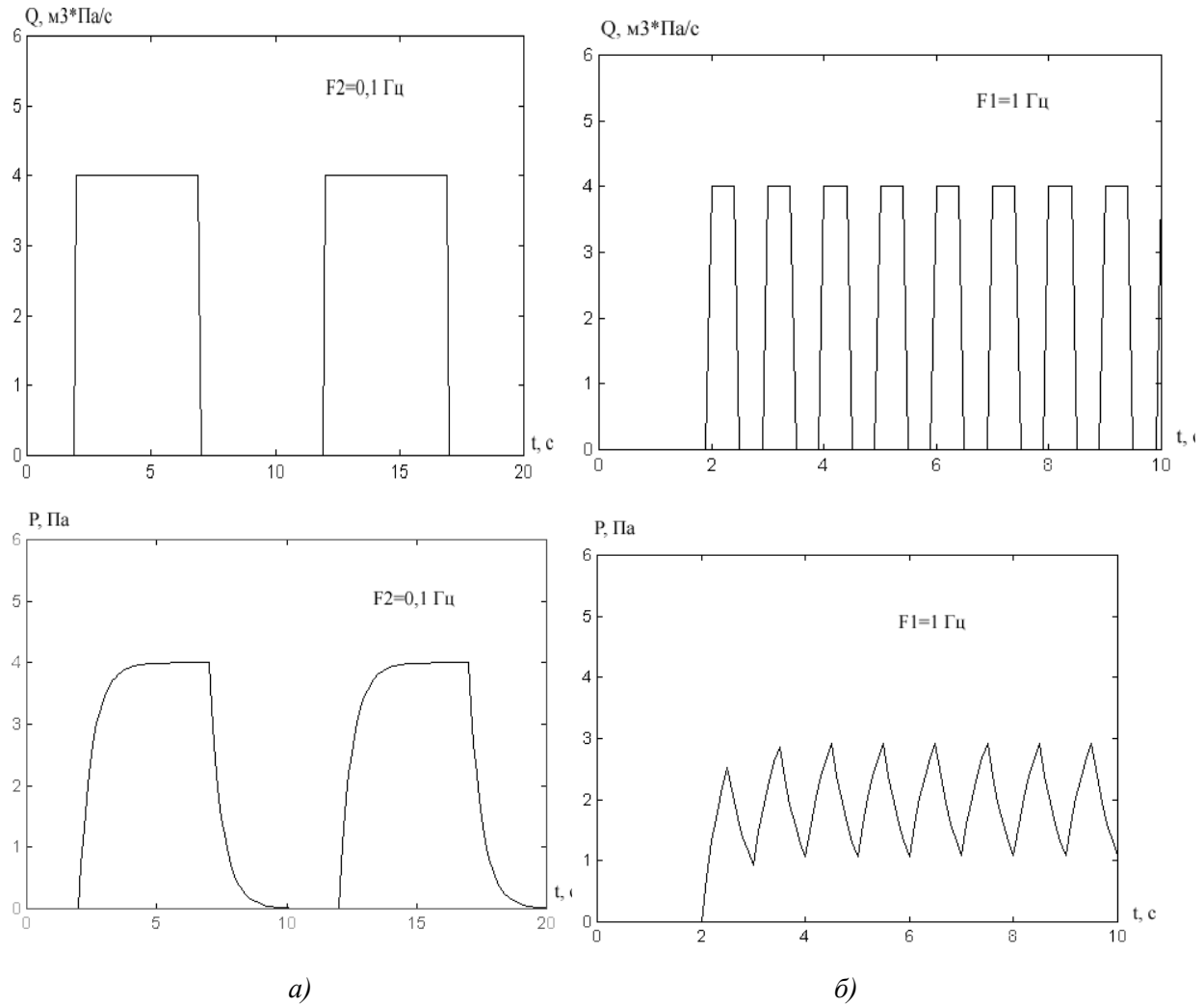


Рис.4. Примеры напускаемых потоков Q и исследуемых сигналов давления P : а) диаграммы при частоте исходного сигнала $F_1=0,1$ Гц, б) при частоте исходного сигнала $F_2=1$ Гц.

Сложность применения частотного анализа для расшифровки сигнала потока в вакуумной камере связана с трудностью выделения спектров потоков газовыделения из различных элементов механизма. Это объясняется тем, что имеет место «смазывание сигнала» – уменьшение амплитуды сигнала давления под влиянием объёма камеры и быстроты откачки. Поток газовыделения Q из вакуумного механизма поступает в вакуумную камеру объёмом V , которая откачивается со скоростью S_0 . Уравнение газового баланса в камере описывается [2]:

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

где Q - суммарный поток в вакуумной камере; P - давление в вакуумной камере; V - объём вакуумной камеры; S_0 - скорость откачки;
которое можно преобразовать в уравнение апериодического звена:

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

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

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

Рассматриваемая нами вакуумная система является динамической системой, которая описывается передаточной функцией для апериодического звена и имеет согласно теории автоматического управления следующий вид:

$$W = \frac{k}{TS + 1}. \quad (3)$$

Из теории газообмена [3] известно также, что процесс механически стимулированной десорбции происходит при выходе поверхностей из контакта, поэтому для системы диагностики важно учитывать тот факт, что выделение газа из пар трения происходит в такт процессу контактирования поверхностей вакуумных механизмов, и поэтому, для моделирования потоков газовой выделения из работающих кинематических пар вакуумных механизмов наиболее близким сигналом является сигнал в форме меандра. Представленная модель диагностики позволяет применять её для всех видов вакуумных систем.

Выводы

1. Показано, что динамика изменения потока газовой выделения и давления связана с процессами в зоне трения контактных поверхностей и характеристиками вакуумной системы.

2. Анализ динамической модели вакуумной системы позволяет по параметрам измерения давления газов восстанавливать поток газовой выделения, являющийся диагностируемым показателем «здоровья» механизма.

Литература

1. Патент РФ №1835065, «Способ диагностики технического состояния циклически нагруженных элементов вакуумного оборудования» БИ №30 от 15.08.1993.
2. Л. Н. Розанов. Вакуумная техника - М.: Высшая школа. 1990 - 320 с.
3. Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms/ Deulin E.A., Mikhailov V.P., Panfilov Y.V., Nevshupa R.A. / Springer edition.- 2012, 234pp.

Расчет быстроты действия безмасляных спиральных вакуумных насосов

А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.А. Райков, В.А. Аляев, Р.Р. Якупов
Казань, ФГБОУ ВО «КНИТУ», ул. К.Маркса, 68
e-mail:burm@kstu.ru

Рассматривается математическая модель безмасляной спиральной машины, работающей в условиях вакуума. Представлены дифференциальные уравнения и основные допущения, используемые в модели. Выделяется четыре вида контрольных объемов. Модель учитывает теплообмен между рабочими элементами насоса, подвижность стенки спирального элемента при расчете перетеканий, а также изменение зазоров за счет тепловых деформаций. Проведено сопоставление расчетных значений быстроты действия насоса с экспериментальными данными, полученными при различных частотах вращения приводного вала.

Calculation of pumping speed of oil free scroll vacuum pumps. A.V. Burmistrov, S.I.Salikeev, A.A. Raykov, V. A. Alyaev. Mathematical model of oil free scroll machine working in vacuum is considered. Differential equations and main assumptions used in the model are presented. Four types of test volumes are presented. The model takes into account heat exchange between working elements of the pump, mobility of the scroll element wall for flow calculation and variation of clearances due to thermal deformations. Comparison of calculated pumping speed with experimental data at different rotation speeds of the driveshaft is carried out.

Опыт создания и эксплуатации безмасляных откачных систем среднего и высокого вакуума показывает, что в XXI веке в качестве форвакуумных насосов и насосов предварительного разрежения в подавляющем большинстве случаев используются механические бесконтактные насосы, а именно спиральные, винтовые, кулачково-зубчатые, а также агрегаты на базе машин типа Рутс.

Насос вакуумный спиральный (НВСп), обладая по сравнению с другими «сухими» вакуумными насосами целым рядом достоинств, такими как: чрезвычайно высокая степень повышения давления, достигаемая за счет малых перетеканий между полостями всасывания, малые потери на всасывании и низкое энергопотребление.

В России производство НВСп началось только в 2016 году и номенклатура выпускаемых насосов требует расширения. Разработка новых НВСп и повышение удельных характеристик существующих возможно лишь на основе надежной математической модели рабочего процесса, позволяющей проводить сравнительную оценку влияния тех или иных факторов, в том числе формы спиралей, зазоров и т.д., на параметры НВСп. Ведущие зарубежные производители, занимающиеся разработкой и производством насосов и компрессоров, не раскрывают расчетные методики, по которым проводится проектирование, выбор и оптимизация рабочих элементов. Поэтому работа, направленная на создание математической модели НВСп, позволяющей прогнозировать откачные параметры при изменении геометрических размеров спиралей, частоты вращения приводного вала, давления, температуры и молекулярной массы газа, является актуальной.

Разработке математических моделей спирального механизма, работающего в режиме спирального компрессора (СК) [1-3].

Основным фактором, определяющим отличия моделей НВСп от моделей СК, является разреженная среда в рабочих полостях и зазорах и, как следствие, необходимость корректировки уравнений, описывающих течение газа в каналах, теплообмен, потери на входе и выходе и т.д.

Рассмотрим основные положения математической модели спирального насоса, схема которого представлена на рис. 1.

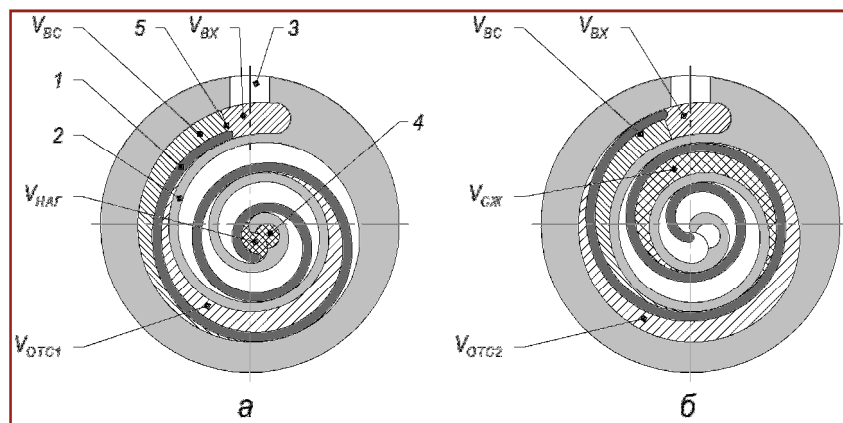


Рис. 1. Схема НВСП. 1 – подвижная спираль, 2 – неподвижная спираль, 3 – патрубок входа, 4 – окно нагнетания; 5 – условная поверхность разделения объемов V_{BX} и V_{BC}

Моделирование рабочего процесса осуществляется методом контрольных объемов. В разрабатываемой математической модели НВСП выделяется четыре вида контрольных объемов: внутренняя полость спирального насоса, объем всасывания, объем сжатия, объем нагнетания.

Внутренняя полость спирального насоса V_{BX} , в которую газ поступает через патрубок всасывания. Выделение данного объема, позволяет учесть подогрев газа, поступающего на всасывание и сопротивление входного тракта.

При орбитальном вращении подвижного спирального элемента между спиральями образуются две замкнутые серповидные полости, газ в которых перемещаются от периферии к центру. Этот процесс начинается с формирования объемов всасывания, рост которых происходит при движении спирали. Выделение этих объемов позволяет моделировать процесс всасывания и учесть сопротивление канала, образованного начальными участками спиралей около плоскости

В момент замыкания полостей полости между вогнутой стороной подвижной спирали и выпуклой стороной неподвижной формируется первый (внутренний) отсеченный объем V_{OTC1} (рис.1а). Через поворот после этого будет образован второй (внешний) отсеченный объем V_{OTC2} (рис.1б). Отметим, что $V_{OTC1} < V_{OTC2}$. Суммарный объем этих полостей определяет геометрическую быстроту действия насоса, т. е.

$$S_T = (V_{OTC1} + V_{OTC2})n, \quad (1)$$

где n – частота вращения приводного вала.

В следующий момент отсеченные полости трансформируются в полости сжатия $V_{CЖ1}$ и $V_{CЖ2}$, которые постепенно уменьшают свой объем при движении к центру.

В конце процесса сжатия происходит объединение парных полостей и внутренней полости в окрестности окна нагнетания с формированием единой полости нагнетания $V_{НАГ}$. Процесс нагнетания, начинающийся в момент отрыва внешней поверхности подвижной спирали от внутренней поверхности неподвижной и сообщения полости с отверстием нагнетания и имеет угловую продолжительность 2π .

В математической модели рабочего процесса НВСП приняты следующие допущения: рабочая среда рассматривается как идеальный газ; изменение параметров газа под влиянием внешних факторов в пределах каждой полости происходит мгновенно; газодинамические потери на трение газа о стенки рабочих полостей не учитываются; параметры газа перед всасывающим и за нагнетательным патрубками постоянны; колебания давления во всасывающем и нагнетательном патрубках в процессе работы насоса не учитываются; неравномерность орбитального движения подвижного спирального элемента под воздействием изменяющегося давления в рабочих полостях насоса пренебрежимо мала.

Для моделирования используется система дифференциальных уравнений, описывающих параметры газа, которая была предложена в работах [4, 5] и с успехом использовалась для объемных машин, работающих в условиях вакуума [6, 7].

Для объема сжатия дифференциальные уравнения, описывающие изменение давления и температуры газа можно записать в виде

$$\begin{aligned} \frac{dP_{CЖ}}{d\varphi} &= \frac{k-1}{\omega \cdot V_{CЖ}} \cdot \left(\begin{aligned} &Q_T + M_{ВХ \rightarrow CЖ} h_{ВХ} - M_{CЖ \rightarrow ВХ} h_{CЖ} + M_{НАГ \rightarrow CЖ} h_{НАГ} - M_{CЖ \rightarrow НАГ} h_{CЖ} + M_{CЖ+2\pi \rightarrow CЖ} h_{CЖ+2\pi} - \\ &- M_{CЖ \rightarrow CЖ+2\pi} h_{CЖ} + M_{CЖ-2\pi \rightarrow CЖ} h_{CЖ-2\pi} - M_{CЖ \rightarrow CЖ-2\pi} h_{CЖ} - \omega \frac{k}{k-1} \cdot P_{CЖ} \frac{dV_{CЖ}}{d\varphi} \end{aligned} \right) \\ \frac{dT_{CЖ}}{d\varphi} &= \frac{(k-1)T_{CЖ}}{\omega P_{CЖ} V_{CЖ}} \cdot \left(\begin{aligned} &Q_T + \frac{k-1}{k} (M_{ВХ \rightarrow CЖ} + M_{НАГ \rightarrow CЖ} + M_{CЖ+2\pi \rightarrow CЖ} - M_{CЖ \rightarrow CЖ+2\pi} + M_{CЖ-2\pi \rightarrow CЖ} - M_{CЖ \rightarrow CЖ-2\pi} - \\ &(M_{CЖ \rightarrow ВХ} - M_{CЖ \rightarrow НАГ}) h_{CЖ} + M_{ВХ \rightarrow CЖ} (h_{ВХ} - h_{CЖ}) + M_{НАГ \rightarrow CЖ} (h_{НАГ} - h_{CЖ}) + \\ &+ M_{CЖ+2\pi \rightarrow CЖ} (h_{CЖ+2\pi} - h_{CЖ}) + M_{CЖ-2\pi \rightarrow CЖ} (h_{CЖ-2\pi} - h_{CЖ}) - \omega \frac{P_{CЖ} dV_{CЖ}}{d\varphi} \end{aligned} \right) \end{aligned} \quad (2)$$

где V – текущий объем рабочей полости, ω – угловая скорость, M – секундные приход и расход газа; h – энтальпия притекающего и утекающего газа; Q_T – тепловой поток за счет охлаждения или подогрева газа; k – показатель адиабаты; φ – угол поворота приводного вала; индексы соответствуют полостям, между которыми происходят перетекания: $НАГ$ – объем нагнетания, $ВХ$ – условия в объеме $V_{ВХ}$, $СЖ$ – объем сжатия, $СЖ + 2\pi$, $СЖ - 2\pi$ – следующий и предыдущий объемы.

За начальный угол $\varphi = 0$ принимается положение роторов за один оборот до образования отсеченной полости. Таким образом, данное уравнение описывает состояние газа в трех последовательно образующихся полостях: V_{BC} при $0 \leq \varphi < 2\pi$, V_{OTC} при $\varphi = 2\pi$ и $V_{CЖ}$ при $2\pi < \varphi < \varphi_{НАГ}$, где $\varphi_{НАГ}$ – угол начала нагнетания.

Массовые расходы за счет перетеканий между полостями существуют в зависимости от углов поворота ротора: $M_{ВХ \leftrightarrow CЖ}$ при $0 \leq \varphi < 2\pi$, $M_{CЖ-2\pi \leftrightarrow CЖ}$ при $2\pi \leq \varphi < \varphi_{НАГ}$, $M_{CЖ+2\pi \leftrightarrow CЖ}$ при $0 \leq \varphi < \varphi_{НАГ} - 2\pi$, $M_{НАГ \rightarrow CЖ}$ при $\varphi_{НАГ} - 2\pi \leq \varphi < \varphi_{НАГ}$

Объемы каждой из полостей рассчитываются как произведение высоты спирали на площадь этой полости, получаемую численным методом с использованием формулы Грина.

Аналогичные системы уравнений записываются для полостей всасывания и нагнетания.

Расчёт ведется методом последовательных приближений. Перед началом расчёта задаются предварительные зависимости давления и температуры в рассматриваемых полостях от угла поворота приводного вала. Для объёма всасывания давление и температура принимаются постоянными и равными параметрам на входе. Для объёма нагнетания параметры также постоянны и равны параметрам на выходе. Для объёма сжатия параметры задаются кусочно-линейной функцией.

При расчёте следующего приближения в систему уравнений в качестве начальных условий подставляются параметры газа, полученные в результате решения на предыдущей итерации. Условием сходимости расчёта является отличие диаграмм давления и температуры предыдущего приближения от диаграмм последующего приближения менее чем на 1Па и 1К соответственно.

Используя значения давлений и температур, полученных в результате решения систем дифференциальных уравнений, находится разность массы газа, попавшего в насос, и перетекшего обратно в откачиваемый объём за один оборот

$$m_{ВХ} = \int_0^{2\pi} (M_{ВХ \rightarrow CЖ} - M_{CЖ \rightarrow ВХ}) \cdot d\varphi. \quad (3)$$

Быстрота действия НВСП рассчитывается согласно выражению

$$S_{ВХ} = \frac{m_{ВХ} R_{Г} T_{ВХ}}{P_{ВХ}} n, \quad (4)$$

где $R_{Г}$ – газовая постоянная.

Основная сложность при моделировании рабочего процесса любой бесконтактной машины – расчет перетеканий газа через щелевые каналы между полостями. Причем как показали численные и натурные эксперименты лишь при давлениях выше 10кПа подвижность стенок каналов можно не учитывать. Поэтому здесь использовались уравнения для каналов переменного сечения с неподвижными стенками, предложенные в работах [6, 8]. А вот при большем разрежении невозможно получить согласие расчета и эксперимента без учета подвижности. Поэтому для давлений ниже 10кПа было проведено моделирование течения газа в каналах с движущимися стенками в программном комплексе ANSYS-FLUENT [9] и получен массив данных, определяющих перетечки для каждого положения поворота приводного вала в ожидаемом диапазоне давлений. Далее при расчете использовались методики расчета проводимости, изложенные в работах [7, 10].

Расход через входной и выходной патрубки определялся по уравнению адиабатного истечения с поправкой, вводимой с помощью коэффициент расхода [11].

Для определения коэффициентов расхода также были проведены численные эксперименты, на основе которых были получены аппроксимирующие зависимости. Как показали расчёты, влияние сопротивления патрубков на характеристики насоса незначительно.

Математическая модель учитывает процесс теплообмена рабочего тела со спиральными элементами. Для этого в критериальных уравнениях конвективного теплообмена между рабочим телом и спиральным элементом, представленных в работе [12], учитывается разрежение газа.

При расчёте теплообмена в щелевых каналах, было принято допущение, что температура газа после щели принимает среднюю температуру стенок. Данное допущение подтверждено численным моделированием в пакете ANSYS-FLUENT, а также натурными экспериментами [13]. Для учёта этого эффекта рассчитывался дополнительный тепловой поток между газом и стенками в зазорах

$$dq = M \cdot c(t_2 - t_1)d\tau, \quad (5)$$

где M – масса газа, перетекающая через зазор, c – теплоёмкость газа, t_1, t_2 – температура газа на входе и выходе из зазора соответственно. Данный тепловой поток распределялся между стенками пропорционально разностям температуры стенки и температуры газа на входе в канал.

Учитывая сложность геометрической формы спиральных элементов, их температура определялась методом конечных элементов, который реализован в программном комплексе «ANSYS». Это позволяло определить температуру в каждой точке спирали [14, 15].

Верификация математической модели проводилась путем сопоставления с экспериментальными данными, полученными при испытаниях безмасляного спирального насоса НВСП-12. Это насос с односторонней однозаходной эвольвентной спиралью производства АО «Вакууммаш» (г.Казань) [16,17]. Расчетные зависимости быстроты действия от давления на входе для различных частот вращения приводного вала в сопоставлении с экспериментом представлены на рис.2.

Результаты расчётов быстроты действия, полученные для семи частот вращения приводного вала, согласуются с экспериментом в пределах 20% (рис.2). Таким образом, разработанная модель рабочего процесса НВСП может быть рекомендована для расчёта откачных характеристик спиральных вакуумных насосов.

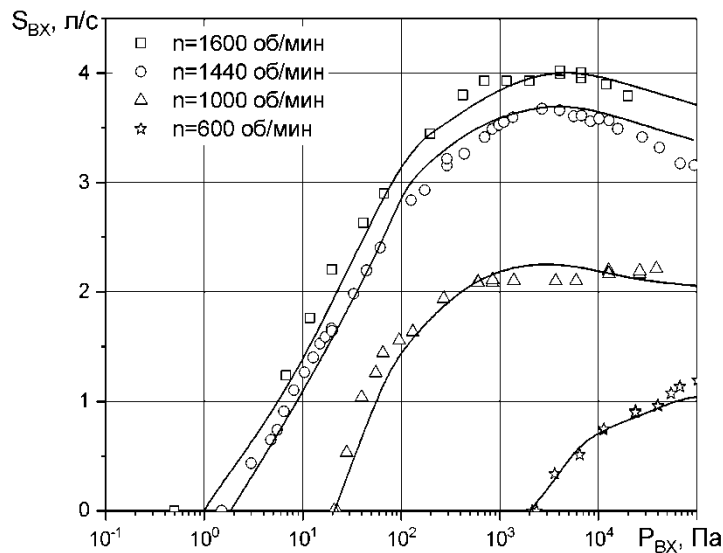


Рис.2. Расчетная и экспериментальная быстрота действия НВСп-12.

Литература

1. Паранин Ю.А. Совершенствование метода расчета рабочего процесса спирального компрессора сухого сжатия с использованием результатов экспериментальных исследований. Автореферат дис. ... кандидата технических наук: 05.04.06 - Казань, 2011. - 254 с.
2. Ибрагимов Е.Р. Повышение эффективности спирального компрессора сухого сжатия. Автореферат дис. ... кандидата технических наук: 05.04.06 - Казань, 2009. - 136 с.
3. Косачевский В.А. Разработка метода расчета и анализ рабочего процесса спиральных компрессоров. Автореф. дис... канд. техн. наук: 05.04.06. – С-Петербургский гос. техн. ун-т. – С-Петербург, 1998. – 188 с.
4. Мамонтов, М. А. Вопросы термодинамики тела переменной массы / М. А. Мамонтов. – Тула: Приокское книжн.изд-во, 1970. – 87 с.
5. Фотин, Б. С. Рабочие процессы поршневых компрессоров: автореф. дис. д – ра техн. наук / Б. С. Фотин. – Л., 1974. – 34с.
6. Саликеев, С.И. Разработка и исследование кулачково-зубчатого вакуумного насоса: дис. канд. техн. наук / С.И. Саликеев; КГТУ. – Казань, 2005. – 144 с.
7. Райков А.А. Рабочий процесс безмасляного кулачково-зубчатого вакуумного насоса: автореф. дисс. канд. техн. наук /05.04.06/ А.А. Райков; КНИТУ.-Казань, 2012.-20 с.
8. Бурмистров А.В. Метод экспресс расчета проводимости щелевых каналов, образованных криволинейными стенками произвольной геометрии / А.В. Бурмистров, Л.З. Шарафиев, С.И. Саликеев, Д.Г. Караблинов, М.Д. Бронштейн // Материалы XII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». М.: МИЭМ, 2005. – С.37-41.
9. Ansys, Inc. license file for Kazan National Research Technology University c/n 657938.
10. Бронштейн, М.Д. Расчет проводимости радиальных каналов с движущимися стенками при моделировании процессов бесконтактных вакуумных насосов / М.Д. Бронштейн, А.А. Райков, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, Р.Р. Якупов // Компрессорная техника и пневматика. – 2017, – № 1. - С. 30-34.
11. Райков, А.А. Потери во входном и выходном трактах безмасляного спирального вакуумного насоса / А.А. Райков, А. В. Бурмистров, С. И. Саликеев, А.Т. Гимальтынов, Р.Р. Якупов // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 2017, № 5(686) – С.45-51.
12. Zeyu Li Theoretical and experimental study of dry scroll vacuum pump / Zeyu Li, Liansheng Li, Yuanyang Zhao, Gaoxuan Bu, Pengcheng Shu // Vacuum. – 2010, №84 – С.415-421.
13. Хамидуллин М. С. Разработка и исследование роторного компрессора внутреннего сжатия на основе геометрического анализа и моделирования процессов в рабочих камерах / М. С. Хамидуллин. – Дисс.канд.техн.наук. - Казань, 1992. -193.

14. Якупов, Р.Р. Расчёт процесса теплообмена в математической модели спирального вакуумного насоса / Р.Р. Якупов, А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Бурмистров // Материалы XVII Международной научно-технической конференции по компрессорной технике, Казань, 2017. – С. 72-78.
15. Райков, А.А. Моделирование тепловых деформаций спиральных элементов безмасляного вакуумного насоса / А. А. Райков, Р. Р. Якупов, С. И. Саликеев, А. В. Бурмистров // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. - 2015, – № 3 (102). - С.92-102.
16. Тюрин, А. В. Экспериментальное исследование влияния частоты вращения и радиального зазора на откачные характеристики безмасляного спирального вакуумного насоса / А. В. Тюрин, С.М. Пузанков, А. В. Бурмистров, В.А. Аляев // Материалы XXIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» с участием зарубежных специалистов под редакцией С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. - 2016. – С. 56-59.
17. Бурмистров, А.В. Исследование характеристик типоразмерного ряда отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, В.А. Аляев, Е.Н. Капустин // Материалы XI Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», М.: НОВЕЛЛА. 2016. – С.12 – 16.

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Анализ погрешности поддержания положения трехкоординатной платформы для активной виброизоляции на основе магнитореологических эластомеров

А.М. Базиненков, И.В. Макеев, А.П. Ротарь, Д.А. Иванова
Москва, МГТУ имени Н.Э. Баумана, 105005, 2-ая Бауманская ул., д.5, стр.1
e-mail: ambazinenkov@bmstu.ru

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

Системы виброизоляции на основе магнитореологических (МР) эластомеров обладают большей эффективностью виброизоляции по сравнению с другими существующими системами за счет совмещения полуактивной и активной виброизоляции в одном устройстве. Однако открытым остается вопрос о повторяемости свойств разных МР эластомеров.

В работе проанализированы погрешности перемещений актуаторов на основе МР эластомеров виброизолирующей платформы, возникающие за счет различия свойств МР эластомеров разных актуаторов.

Analysis of the positioning errors of the three-coordinate active vibration control platform based on magneto-rheological elastomers. A.M. Bazinenkov, I.V. Makeev, A.P. Rotari, D.A. Ivanova. One of the most effective methods of vibration protection is active vibration control. It is widely known that the nanotechnology manufacturing is impossible without the protection of equipment from vibration disturbance. The precise technological and research equipment can operate under atmospheric pressure and under vacuum.

Vibration control systems based on magneto-rheological (MR) elastomers have a higher protection efficiency than other existing systems due to the combination of semi-active and active vibration isolation in one device. However, the task of the repeatability of the properties of different MR elastomers devices remains unsolved.

Here some positioning errors of the vibration isolation platform actuators based on the MR elastomers are analyzed which arise due to the difference in the properties of MR elastomers of different actuators.

Введение

В связи с высокими требованиями, предъявляемыми к микро- и нанотехнологическому оборудованию, необходимо строго отслеживать частоты внешних колебаний, которые могут негативно сказаться на параметрах работы оборудования. Для ультра-прецизионных процессов, таких как нанолитография, прецизионная металлообработка, оптоволоконные системы, сканирующая зондовая микроскопия (атомно-силовая и туннельная), электронная микроскопия и др. необходимо обеспечить виброизоляцию на частотах вибраций в широком диапазоне от 0,5 до 100 Гц при амплитудах вибраций до 200 мкм.

Для защиты оборудования от вибраций наиболее эффективным методом считается виброизоляция, которая делится на пассивную, полуактивную и активную. Например, системы на основе пьезоэлектрических элементов, пневматические, гидравлические системы, а также электромеханические на основе шаговых двигателей и др. В частности, пьезоэлектрические системы имеют небольшой диапазон перемещений (малые амплитуды виброперемещений) и ограниченный спектр поглощаемых частот; пневматические и гидравлические системы имеют высокую стоимость и сложные системы управления; системы на основе шаговых двигателей так же дорогостоящи и имеют низкое быстродействие из-за длинных кинематических цепей.

Магнитореологические (МР) и электрореологические (ЭР) жидкости и эластомеры относятся к типу смарт-материалов, которые способны менять свои свойства под действием внешних магнитных и электрических полей. Использование подобных материалов в системах точного позиционирования и виброизоляции позволяет повысить их точностные характеристики и быстродействие [1,2,4,5].

Платформа виброизоляции на основе МР эластомера

Исследуемая в данной работе система на основе магнитореологических эластомеров значительно проще и дешевле в изготовлении и обслуживании всех вышеперечисленных, содержит меньшее количество сложных механических и электрических элементов [3,7].

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

Пассивная виброизоляция обеспечивается системой с квазиулевым жесткостью (СКНЖ) [6], это система грузов, рычагов и пружинных элементов, предназначенная для уменьшения перегрузки от массы объекта, передаваемой на демпферы. Элементы системы поддерживают платформу в четырех точках симметрично относительно центра подвижной платформы. Данный механизм позволяет не только уменьшать амплитуду внешних воздействий за счет динамической деформации пружинных элементов, но и позволяет рабочей плоскости платформы изолировать объекты большей массы. Без СКНЖ система способна выдерживать виброизолируемый объект массой до 50 Н с заданными характеристиками.

Активная и полуактивная виброизоляция обеспечивается совокупностью четырех демпфирующих элементов (МР демпферов), расположенных симметрично относительно центра платформы и управляемых катушками индуктивности.

Основными элементами демпфирующего элемента (рис. 1) являются: цилиндрический магнитопроводящий корпус, катушка индуктивности с магнитопроводящим сердечником и мембрана из магнитореологического эластомера в который встроена подвижная платформа.

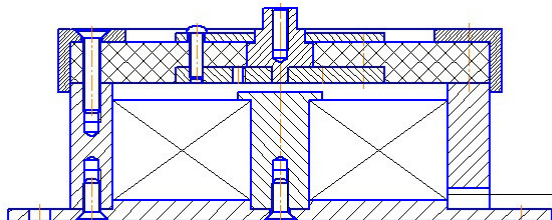


Рис. 1. Схема демпфирующего элемента [7].

МР эластомер способен изменять свои упругие и вязкостные свойства под действием магнитного поля. Эластомер является сплошным упругим материалом, состоящим из металлических частиц размером от 1 до 10 мкм, расположенных в силиконовой матрице. Под воздействием магнитного поля частицы могут перемещаться в направлении магнитного поля, меняя свойства силиконовой матрицы. МР эластомер позволяет гасить колебания как пассивно, за счет демпфирующих свойств силиконовой матрицы, так и активно – за счет изменения упругих свойств эластомера и его перемещения вдоль вертикальной оси демпфера. На основании платформы закреплено четыре демпфирующих элемента с одним эластомером и одной управляющей катушкой индуктивности в каждом элементе соответственно (рис. 2).

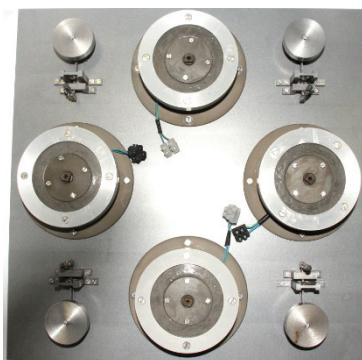


Рис. 2. Виброизолирующая платформа [7].

Каждый из демпфирующих элементов может управляться независимо электрическим током, передаваемым на катушку индуктивности. Притягиваясь к сердечнику катушки, МР эластомер перемещает подвижную пластину платформы на расстояние зависящее от величины силы тока, протекающего через управляющую электромагнитную катушку. Эластомеры, устанавливаемые на демпферы, даже в пределах одной партии могут обладать отличными друг от друга характеристиками, поскольку равномерность распределения металлических частиц в матрице трудно поддается контролю. Соответственно, за счет некоторого отличия свойств эластомеров, каждый перемещается на расстояние, отличное от остальных при одинаковом токе, протекающем через катушки индуктивности.

Таким образом, целью исследования является изучение погрешности положения платформы, связанной с различием свойств эластомера, то есть отклонения подвижной пластины от параллельности горизонтальной плоскости и, как результат работы, определение корректирующего управляющего сигнала подаваемого на катушки индуктивности с целью ее выравнивания.

Исследование характеристик платформы на основе МР эластомеров

Измерения проводились на четырехканальной измерительной системе САРА NCDT 6200 (MicroEpsilon, Германия). Система имеет четыре датчика емкостного типа, которые способны измерить перемещение платформы с разрешением до 10 нм и частотой съема данных до 3,9 кГц.

Результаты эксперимента представляют собой набор значений перемещений платформы над каждым из четырех демпферов. По результатам экспериментов построены графики зависимостей перемещений подвижной части каждого демпфера от управляющего токового сигнала (рис. 3).

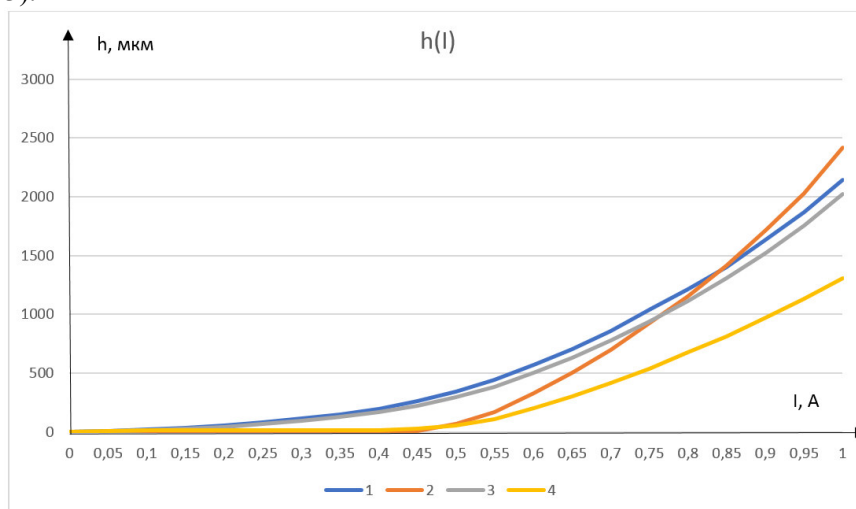


Рис. 3. Зависимость вертикальной координаты подвижной части демпферов от силы тока.

Согласно представленному графику максимальное отклонение перемещения относительно базовой кривой 4 составило 1110,45 мкм, что является недопустимым для данного механизма, соответственно требуется корректировка значений управляющих сигналов для каждого демпфера. Кривая 4 принимается за базовую, так как если принимать другую кривую за базовую, значение корректирующего тока, протекающего через катушку индуктивности, превысит 1 А. Это может привести к перегреву проводника и выходу демпфера из строя. Таким образом были сформированы значения корректирующего сигнала для трех элементов и построен соответствующий график корректирующего сигнала (рис. 4).

Оценка погрешности измерений проводилась методом контурных оценок [8]. При обработке результатов измерений использовалось предположение равномерном распределении результатов измерений. При этом максимальная случайная погрешность измерений не превышает 0,5 мкм, что позволяет говорить о достаточно высокой точности проведенных измерений и достоверности полученных результатов перемещений и корректирующих сигналов.

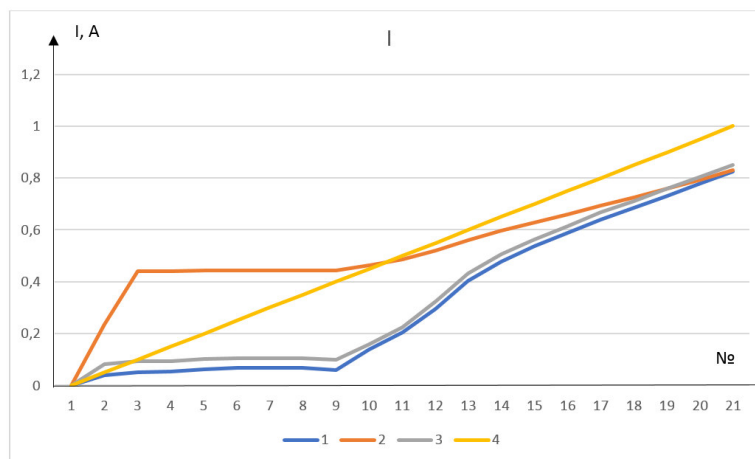


Рис. 4. График корректирующего сигнала.

Выводы

Максимальное отклонение перемещения МР демпферов платформы активной виброизоляции на основе МР эластомеров от принятого базового значения составило 1110,45 мкм. Это отклонение связано с неравномерностью свойств эластомеров разных демпферов из особенностей технологии их изготовления.

Сформированные корректирующие значения управляющего сигнала для каждого из 4-х демпферов позволяют добиться параллельности платформы горизонтальной плоскости.

Анализ погрешностей измерений методом контурных оценок в предположении о равномерном распределении случайной величины показал высокую точность проведенных измерений, что подтверждает высокую достоверность результатов.

Заключение

В результате проведенных экспериментов были замечены несовпадения положений демпфирующих элементов по вертикальной координате при одинаковых управляющих токах. После анализа данных были сформированы значения корректирующего сигнала, которые позволили добиться параллельности платформы горизонтальной плоскости. В дальнейшем, для уменьшения погрешности планируется провести аналогичные исследования, а также выяснить, каким образом корректирующий сигнал влияет на демпфирующие способности платформы.

Литература

1. Mikhailov V., Borin D., Bazinenkov A., Akimov I. Positioning magnetorheological actuator // Journal of Physics: Conference Series. 2009. V.149, № 1. URL <http://iopscience.iop.org/1742-6596/149/1/012075>.

2. Михайлов В.П., Базиненков А.М., Акимов И.Ю. Системы активной виброизоляции реологического типа // Высокие технологии в промышленности России. Материалы XIII Международной научно-технической конференции. Москва, 2007. С. 150-158.
3. Исследование свойств и новое применение магнитных силиконовых композитов / А. И. Горбунов, В. П. Михайлов, Г. В. Степанов и др. // Вестник МГТУ им. Н. Э. Баумана. 2008. № 1 (70). С. 90–107.
4. Системы точного позиционирования и активной виброизоляции для нанотехнологического оборудования / В. П. Михайлов, А. М. Базиненков, И. К. Зобов и др. // Наноинженерия. 2011. № 3. С. 47–57.
5. Магнитореологические устройства активной виброизоляции и позиционирования для прецизионного вакуумного оборудования / В. П. Михайлов, А. М. Базиненков, И. К. Зобов и др. // Вакуумная техника и технология. 2011. Т. 21. № 3. С. 165–169.
6. Виброзащитные системы с квазиулеевой жесткостью / П. М. Алабужев, А. А. Гритчин, Л. И. Ким и др.; Под ред. К. М. Рагульскаса. Л.: Машиностроение, 1986. 96 с.
7. V. P. Mikhailov, A. M. Bazinenkov. A Vibration-Control Platform on the Basis of Magnetorheological Elastomers. *Instruments and Experimental Techniques*, 2016, Vol. 59, No. 1, pp. 131–135.
8. Левин С.Ф. Об основаниях теории измерительных задач: [Электронный ресурс] URL: http://pribory-si.ru/publication/index.php?ELEMENT_ID=5119 (18.06.2017).

Новые вакуумно-плазменные процессы и оборудование для микроэлектроники

В.В. Одинок

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

Рассмотрены актуальные вакуумно-плазменные процессы для микроэлектроники: процессы атомно-слоевого осаждения, плазмохимического травления, формирования мелкощелевой изоляции и очистки поверхности пластин.

***The new vacuum-plasma processes and equipment for microelectronics. V.V. Odinkov.**
Current vacuum-plasma processes for microelectronics: processes of atomic-layer deposition, plasma-chemical etching, formation of shallow trench isolation and surface plate cleaning are considered.*

I. Атомно-слоевое осаждение.

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

Атомно-слоевое осаждение (АСО) позволяет создавать тонкие пленки толщиной в нанометровом диапазоне. Кроме того, сверхтонкие покрытия, полученные атомно-слоевым осаждением, обладают рядом уникальных характеристик: конформность, сплошность, стехиометрия, способствующим их применению в различных отраслях, как например:

- Микроэлектроника (подзатворные диэлектрики с высоким k , металлические слои затворного электрода, затравочные и барьерные слои в технологии сквозных отверстий TSV и т.д.)

- Солнечная энергетика (пассивирующий слой, проводящие оксиды, промежуточные многослойные многокомпонентные структуры и т.д.)
- Производство твердотельных топливных элементов (анодные слои, слои электролита, катодные слои и т.д.)
- Машиностроение (коррозионностойкие покрытия, пары трения и т.д.)
- Медицина (биосовместимые покрытия для имплантов)

Атомно-слоевое осаждение (АСО) реализуется в виде повторно-циклируемой химической реакции последовательно адсорбированных на подложке двух реагентов – прекурсоров, продукт реакции которых формирует пленку диэлектрика либо металла. В АСО фазы сорбции прекурсоров и собственно реакции между прекурсорами перемежаются с продувкой инертным газом и откачкой объема реактора для удаления излишков прекурсоров и газообразных продуктов реакции. Ростовой процесс в каждом цикле самоограничивается толщиной в точности одного монослоя выращиваемой пленки. Схематически фазы атомно-слоевого цикла показаны на рис. 1. На рис. 2 показаны примеры химических процессов, протекающие на поверхности образца при осаждении пленок оксида алюминия Al_2O_3 , оксида титана TiO_2 и оксида цинка ZnO .

Схема процесса

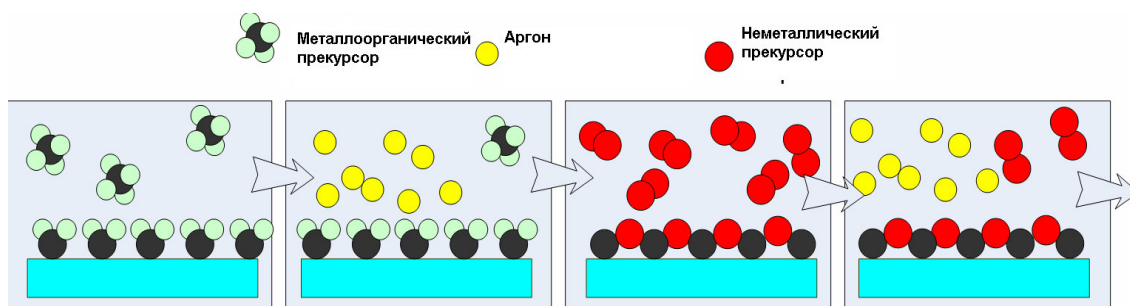


Рис. 1. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих один цикл АСО.

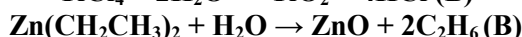
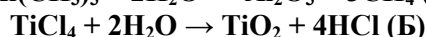
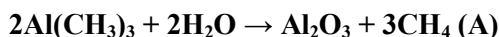


Рис. 2. Химические реакции, протекающие на поверхности образцов при атомно-слоевом осаждении сверхтонких пленок оксида алюминия Al_2O_3 (А), оксида титана TiO_2 (Б) и оксида цинка ZnO (B).

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

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

Сам по себе процесс АСО имеет довольно простой алгоритм работы, но вот оборудование для его реализации должно оснащаться большим количеством надежных узлов,

так как имеет место наличие воспламеняющихся и вредных для здоровья химических реактивов, которые необходимо быстро повторно-циклично подавать в реактор.

На рис. 3 показана схема установки АСО с плазменной активацией и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

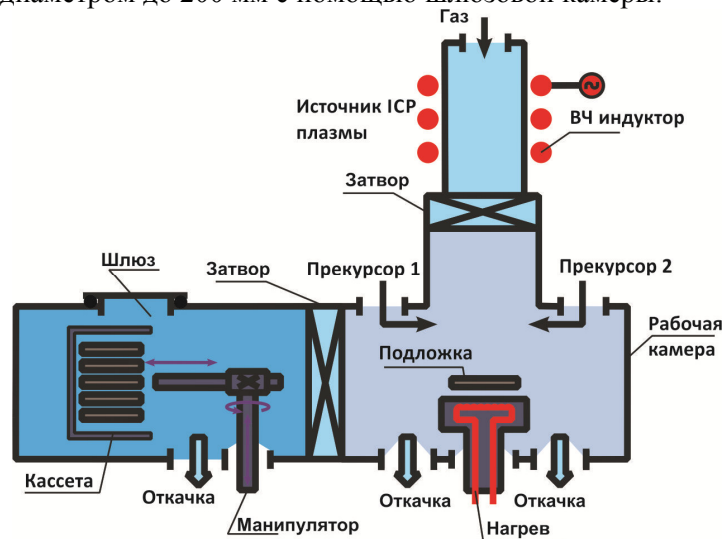


Рис. 3. Схема установки АСО с плазменной активацией и загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

На рис. 4 показана схема подготовки и подачи прекурсоров. Прекурсорами называются химические реактивы, компоненты которых реагируют с компонентами на поверхности образцов, в результате чего образуется один молекулярный слой вещества с образованием летучих соединений, которые затем удаляются продувкой реактора.

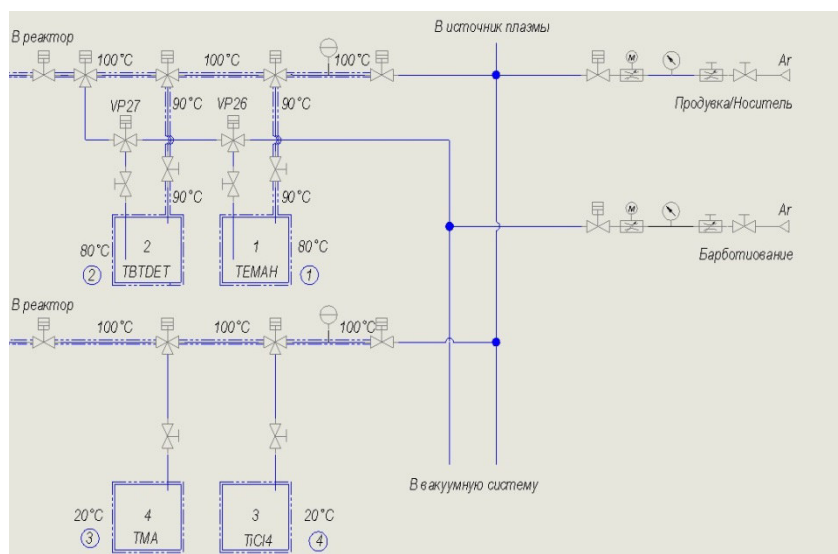


Рис. 4. Схема подготовки и подачи прекурсоров в реактор.

1 – барботер с металлоорганическим прекурсором гафния (ТЕМАН) с низким давлением насыщенных паров, 2 - барботер с металлоорганическим прекурсором тантала (ТВТДЕТ) с низким давлением насыщенных паров, 3 - барботер с металлоорганическим прекурсором алюминия (ТМА) с высоким давлением насыщенных паров, 4 - барботер с металлоорганическим прекурсором титана ($TiCl_4$) с высоким давлением насыщенных паров.

Прекурсоры, в основном металлоорганические соединения, бывают с низким и высоким давлением насыщенных собственных паров. Если давление на поверхности металлоорганической жидкости меньше 133,33 Па, то такой прекурсор называется прекурсором

с низким давлением и для подачи в реактор его необходимо нагревать до температур от 50 до 80 °С. Также для подачи такого прекурсора в реактор необходимо прокачивать инертный газ с определенным расходом через ампулу, в которой этот прекурсор находится. Так как такое пропускание газа имеет название барботирование, то и ампула называется барботером. Если давление на поверхности металлоорганической жидкости больше 133,33 Па, то такой прекурсор называется прекурсором с высоким давлением и для подачи в реактор его необходимо охлаждать до температур от 10 до 20 °С. Пропускание инертного газа (барботирование) через барботер в этом случае не нужно.

II. Глубокое анизотропное травление.

По прогнозам производителей ИС на годы 2020-2025, физические размеры минимальных элементов КМОП будет ниже порога 10 нм. Несмотря на разработку перспективных туннельных транзисторов, становится ясно, что геометрические пределы будут достигнуты в короткие сроки. Поэтому сейчас ведутся активные разработки использования вертикальной оси трехмерного пространства, т.е. возможность укладывать стоки транзисторов друг на друга, и этот 3D подход будет продолжать наращивать количество компонентов на квадратный миллиметр, даже если горизонтальный физический размер больше не будут поддаваться дальнейшему масштабированию.

В наибольшей степени глубокое анизотропное травление актуально для формирования MEMS и TSV структур и для DRAM конденсаторов.

Процесс глубокого анизотропного травления (Bosch-процесс) является двухстадийным и циклическим. На первой стадии (рис. 5) осуществляется быстрое изотропное травление кремния в плазме SF₆ газа, на второй - осаждение полимерной пленки во фторуглеродной плазме. Эти стадии циклически повторяются. На первой стадии следующего цикла под действием ионной бомбардировки Ag происходит быстрое удаление пассивирующей пленки со дна канавки, с последующим удалением кремния. На боковых стенках пассивирующая пленка остается, за счет отсутствия ионной компоненте при ее травлении.

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

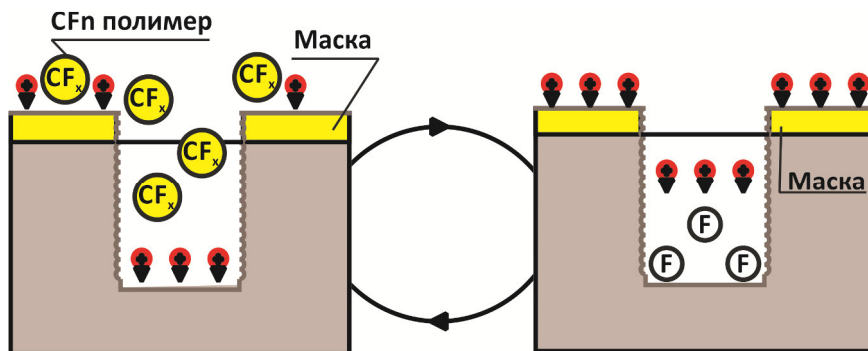


Рис. 5. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих один цикл Bosch процесса.

Глубокое анизотропное травление отверстий диаметром 13 мкм на глубину 112 мкм проводилось при следующем режиме, приведенных в таблице 1. Неравномерность травления по пластине составила ±3,5%.

Таблица 1. Режимы травления отверстий диаметром 13 мкм

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

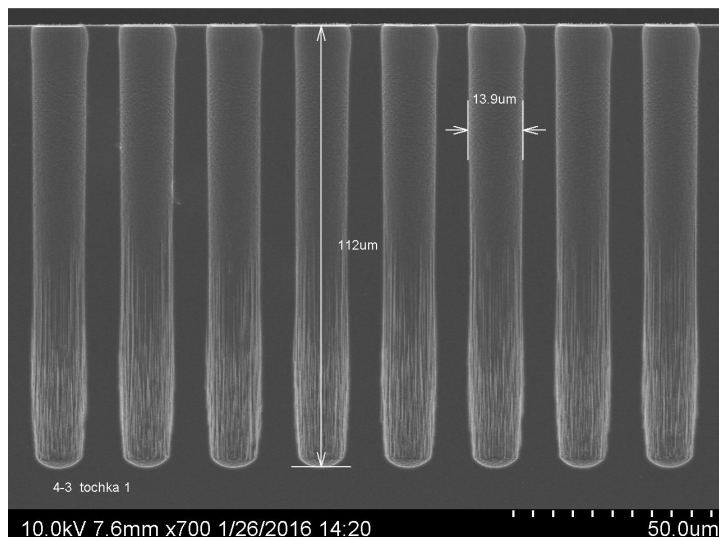


Рис. 6. Травление отверстий диаметром 13 мкм на глубину 112 мкм.

Глубокое анизотропное травление щелей шириной 1,5 мкм при следующих режимах, приведенных в таблице 2. Неравномерность травления по пластине составила $\pm 3,5\%$.

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

Расход, л/ч			Давление, Па	Мощность, Вт		Смещение, В	Кол-во циклов	Время, с	
Ar	SF ₆	C ₄ F ₈		Источника плазмы	Столика			SF ₆	C ₄ F ₈
3,6	6	4	9	600	15	50	60	11	4

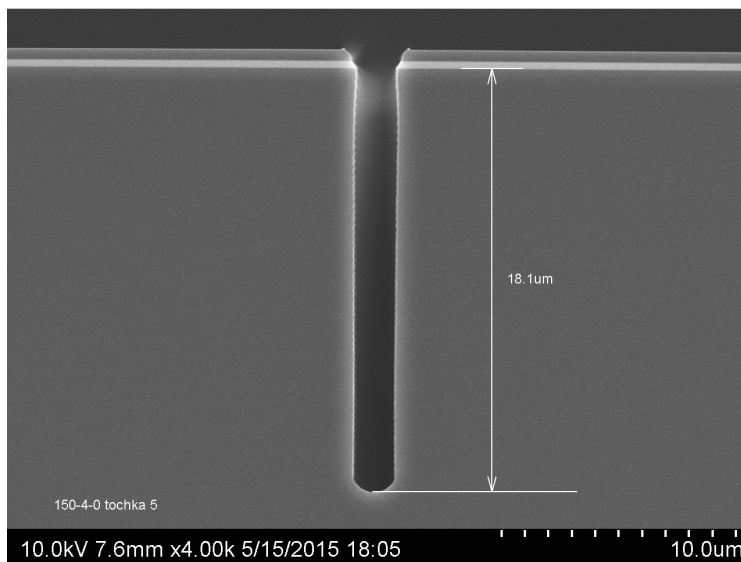


Рис. 7. Травление щелей шириной 1,5 мкм на глубину 18,1 мкм.

На рисунке 8 представлена схема установки глубокого анизотропного травления и поштучной загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью шлюзовой камеры.

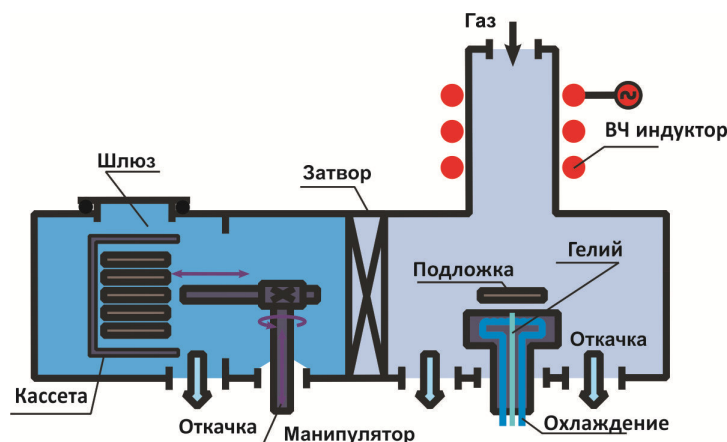


Рис. 8. Схема установки глубокого анизотропного травления и загрузки пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

III. Формирование мелкощелевой изоляции.

В настоящее время с развитием нанотехнологии, плазмохимическое травление является практически единственным инструментом для переноса рисунка ИС в маскирующем слое в материал подложки. Кроме того важным этапом формирования ИС является изготовление изоляции элементов в кремниевой подложке. С момента, как полупроводниковая промышленность достигла критического размера 0,25 мкм, для изоляции элементов применяется технология мелкощелевой изоляции (shallow trench isolation (STI)). С каждым годом полупроводниковая промышленность продолжает уменьшать критические размеры интегральных схем и требования к изоляции элементов становятся все высокими.

Процесс травления кремния с гладкими щелями осуществляется при одновременной подаче в камеру травящего и образующего полимер газа. В результате процессы травления кремния и образования полимера на поверхности пластины происходят одновременно, но за счет напряжения смещения травление идет преимущественно в вертикальном направлении (рис.9).

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

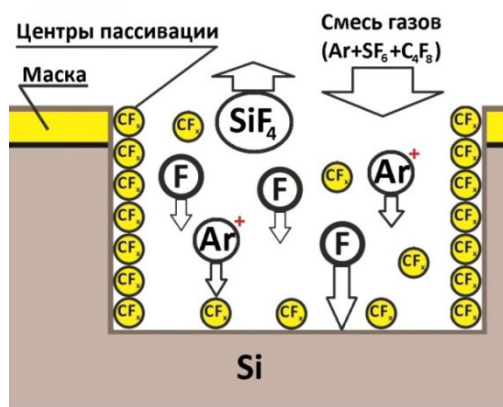


Рис. 9. Схематическое представление поверхностных реакций, формирующих процесс травления с гладкими стенками.

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

Таблица 3. Режимы травления щелей шириной 1,5 мкм.

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

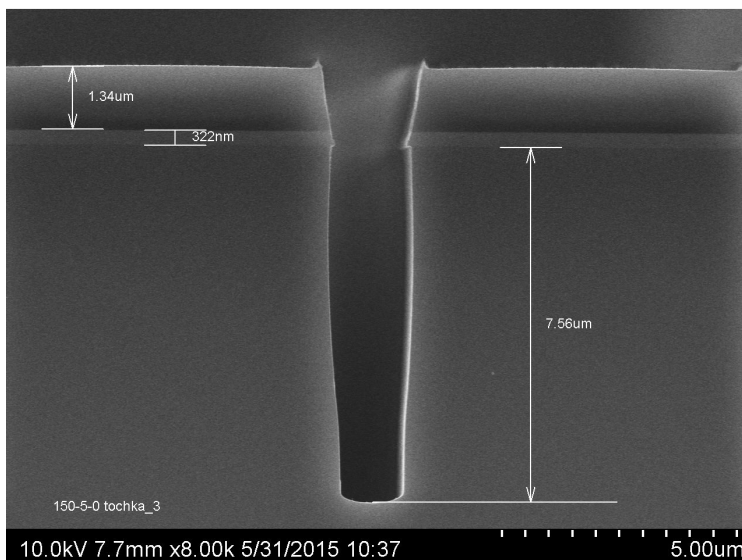


Рис. 10. Травление щелей шириной 1,5 мкм на глубину 7,5 мкм.

На рис. 11 представлена схема установки формирования мелкощелевой изоляции и загрузки пластин диаметром до 200 мм.

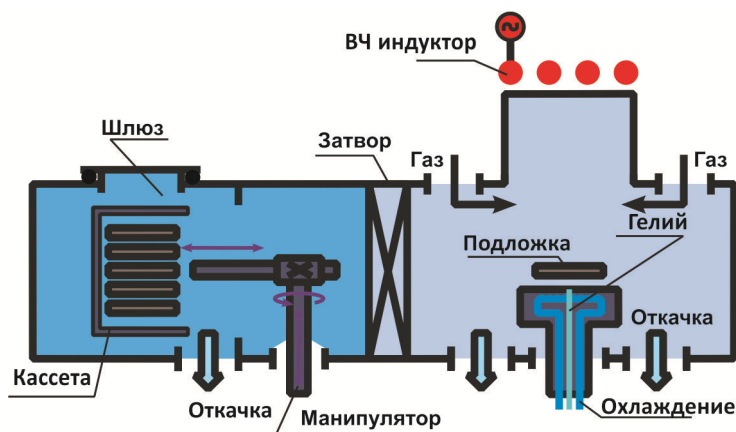


Рис. 11. Схема установки формирования мелкощелевой изоляции и загрузки пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

IV. Очистка поверхности с использованием СВЧ источника плазмы.

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

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

Удаленная плазма изолирует пластину от ионов и электромагнитных полей. Это уменьшает нежелательные эффекты встроенного заряда, которые могут повредить активные

области микросхемы на пластине. Изотропная обработка происходит с химически активными частицами в отсутствие электромагнитных полей.

СВЧ плазма (2,45 ГГц) по сравнению с ВЧплазмой (13,56 МГц) имеет ряд преимуществ. Микроволновая плазма имеет: более высокую концентрацию нейтральных частиц, более высокие скорости удаления фоторезиста и др. загрязнений и более низкую концентрацию ионизированных частиц, что в свою очередь ведет к меньшему повреждению других слоев, вызванному зарядом, более высокой селективностью травления по отношению к нижележащим и проэкспонированным пленкам.

Нагрев пластины происходит до допустимой температуры пластины <270 °С для предотвращения диффузии ионов в диэлектрические или оксидные слои. В процессе очистки радикалы могут включать в себя: F , Cl , O , H и CF_x , где $x = 1, 2$ или 3 .

Процесс удаления фоторезиста протекает следующим образом: радикалы O перемещаются к поверхности пластины, где происходит их адсорбция (рис. 12). Радикалы O вступают в химическую реакцию с атомом C , с образованием молекулы CO_2 и последующей десорбцией молекулы.

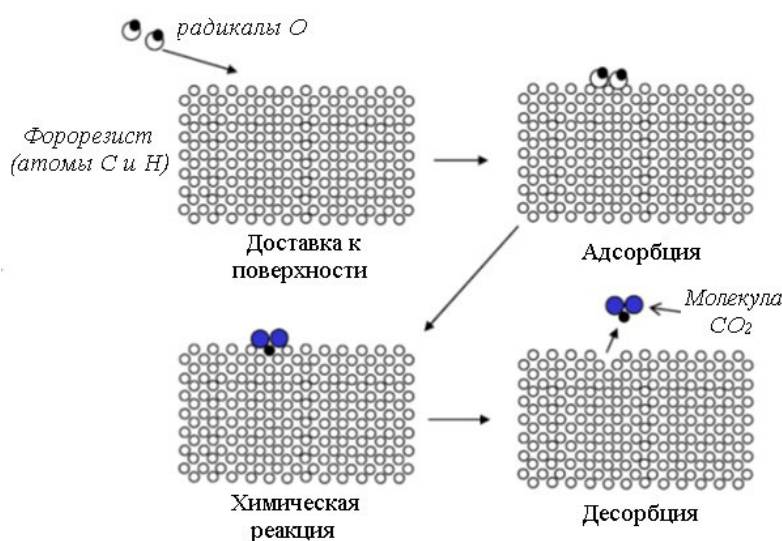


Рис. 12. Схематическое представление последовательности поверхностных реакций, формирующих процесс очистки.

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



Продукты реакции впоследствии удаляются откачной системой установки.

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

Схема установки с источником СВЧ плазмы для проведения процесса удаления фоторезиста или полимерной пленки приведена на рис. 13.

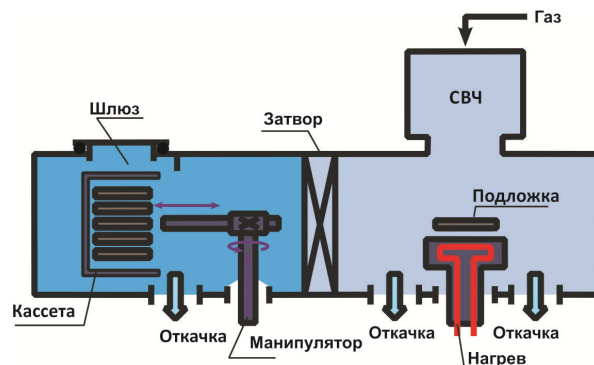


Рис. 13. Схема установки очистки и загрузки пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

Общий вид установок для проведения процессов атомно-слоевого осаждения, плазмохимического травления, формирования микрощелевой изоляции и очистки поверхности пластин приведен на рис. 14.



Рис. 14. Фото четырех видов установок с загрузкой пластин диаметром до 200 мм с помощью кассетного загрузчика.

Литература

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

Реализация удаленного доступа к вакуумному технологическому оборудованию

Ю.В. Панфилов, В.Т. Рябов, Л.Л. Колесник, С.В. Сидорова
МГТУ им Н. Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, д.5
e-mail: panfilov@bmstu.ru

Рассмотрена вакуумная установка для нанесения тонких пленок в вакууме модульного типа с системой автоматического управления, встроенной в систему удаленного доступа. Разработаны методическое обеспечение для подготовки к выполнению лабораторных работ и виртуальный симулятор для овладения умением работы на установке.

Implementation of remote access to the vacuum equipment. Yu.V. Panfilov, V.T. Ryabov, L.L. Kolesnik, S.V. Sidorova. The vacuum installation for deposition of thin films with vacuum modular automatic control device built in the remote access system is viewed. The methodological support for the preparation of laboratory works and virtual simulator for mastering the ability to work with the installation are developed.

Введение

В рамках Государственного контракта «Создание функционирующего в режиме удаленного доступа интерактивного учебно-научного комплекса для выполнения работ по формированию наноструктурированных тонкопленочных покрытий с использованием современного высоковакуумного оборудования модульного типа и его виртуального симулятора» №16.647.12.2018 были разработаны вакуумная установка для нанесения тонких пленок модульного типа с системой автоматического управления, методическое обеспечение для подготовки к выполнению лабораторных работ, система удаленного доступа к установке и виртуальный симулятор, выполняющий роль тренажера для овладения умением работы на установке [1].

Однако, широкого распространения в учебном процессе других вузов разработанный интерактивный учебно-научный комплекс не получил и тому несколько причин:

- отсутствие отраслевого регламента его использования;
- необходимость в дополнительном финансировании работ по совершенствованию комплекса и внедрению его в образовательный процесс;
- ограниченность вариантов лабораторных работ из-за использования пока только одного метода нанесения тонких пленок – резистивного термического испарения.

Вакуумная установка модульного типа для нанесения тонких пленок

Входящая в состав комплекса вакуумная установка УВН-1М (рис. 1, а) оснащена безмасляной системой откачки [2], вакуумной камерой объемом 2 л, быстросъемными фланцами, на одном из которых размещается резистивный испаритель, а на другом – подложкодержатель с диэлектрической подложкой (рис. 1, б).

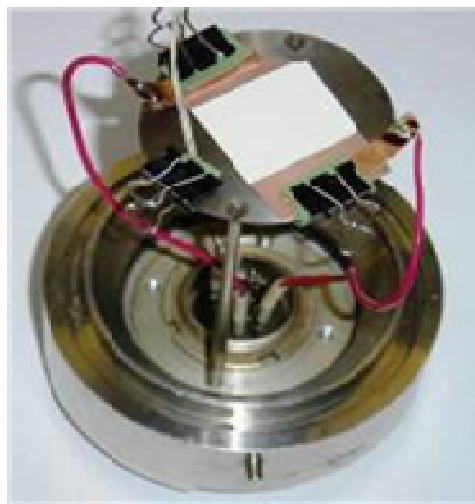
Конструкция технологических модулей подразумевает быструю их замену с одного метода на другой. Предусмотрены такие методы формирования тонких пленок, как термовакuumное испарение, магнетронное распыление, дуговой разряд и плазмо-химическое осаждение.

Перечисленные методы позволяют формировать покрытия из различных материалов, таких как титан, олово, медь, углерод, алюминий, а также нитриды металлов. В зависимости от режимов и типа метода можно получать тонкие пленки различных свойств и структуры. А также с разными физическими характеристиками.

Для реализации любого перечисленного метода нанесения подложка закрепляется на подложкодержателе через проводящие пластины. На подложке предварительно сформированы контактные площадки, к которым через герметичный токоввод подключается пикоамперметр, LCR-станция или другой прибор, измеряющий одну из характеристик тонкой пленки [3]. Система автоматического управления установки подключена к локальной сети с возможностью выхода в Интернет.



а)

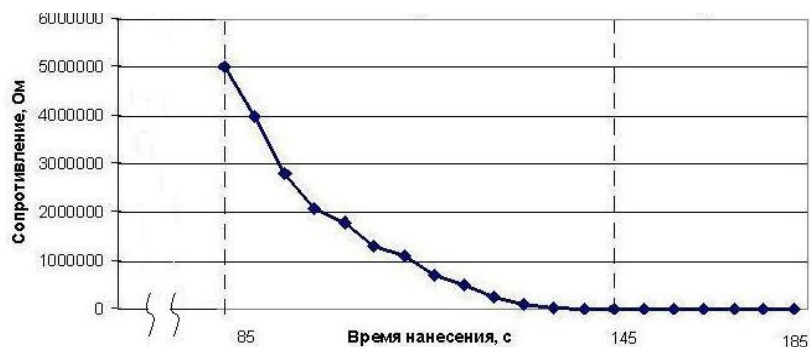


б)

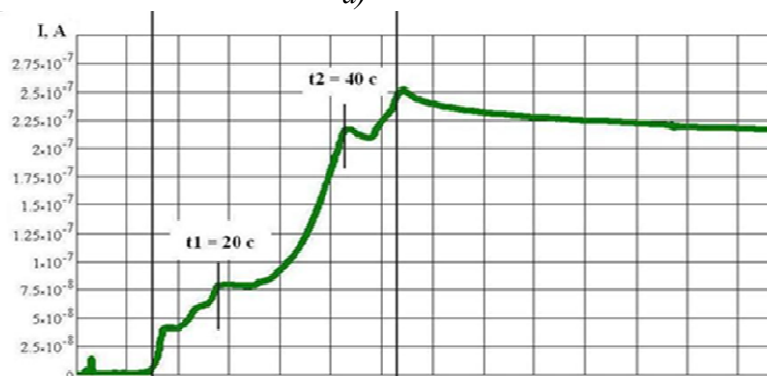
Рис. 1. Внешний вид установки УВН-1М (а) и верхнего фланца (б) с подложкодержателем и установленной на нем подложкой.

Такое решение реализации верхнего фланца позволяет проводить измерение ключевых характеристик наносимых пленок непосредственно во время их формирования.

В качестве примера приведены графики изменения тока (рис. 2, б), протекающего между контактными площадками в зависимости от времени формирования сначала островковой, а затем сплошной пленки [4, 5], а также сопротивления (рис. 2, а) [5, 6].



а)



б)

Рис. 2. График изменения сопротивления (а) и тока (б) между контактными площадками в зависимости от стадии формирования пленки.

Нелинейный характер нарастания тока на втором участке графика (рис. 2, б) свидетельствует об островковом росте тонкой пленки с коалесценцией островков и изменением расстояния между ними. По этому участку можно изучать начальные стадии роста тонких

пленок в зависимости от осаждаемого материала, скорости осаждения и энергии пленкообразующих частиц, которая зависит от метода нанесения тонкой пленки.

Методика проведения лабораторной работы включает в себя изучение теоретических основ технологии тонких пленок и овладение умением управлять установкой с помощью встроенного в систему симулятора. Сдав тест и получив допуск к лабораторной работе, студенты, находясь в компьютерном классе, приступают к выполнению лабораторной работы в режиме удаленного доступа.

Система удаленного доступа к вакуумному технологическому оборудованию

Для обеспечения удаленного доступа к оборудованию была разработана специальная программа – сервер удаленного доступа [7].

Общая схема организации удаленного доступа к оборудованию представлена на рис. 3.

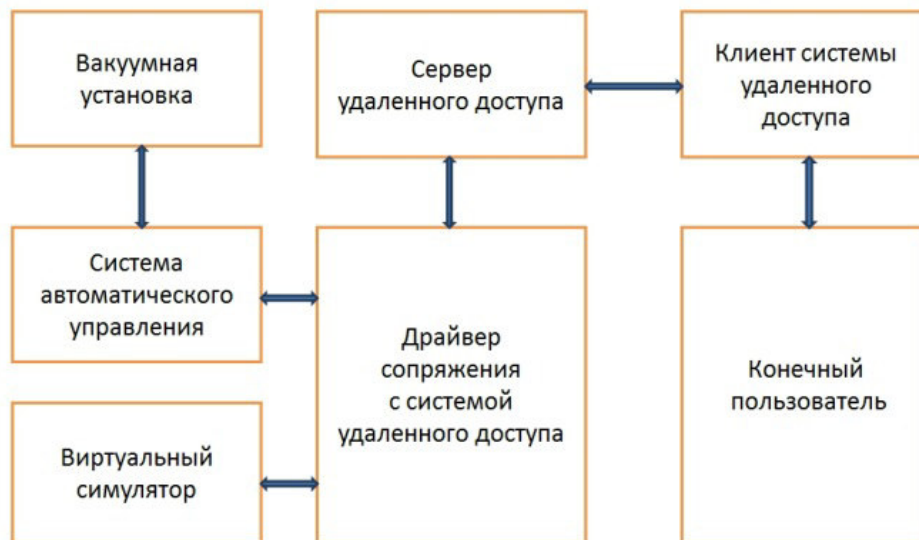


Рис. 3. Общая схема организации удаленного доступа к оборудованию.

Система автоматического управления вакуумной установкой подключается через драйвер сопряжения к системе удаленного доступа. Драйвер сопряжения является промежуточным звеном между оборудованием и сервером удаленного доступа. Он имеет четкую спецификацию описания форматов контролируемых и управляющих сигналов, через которые взаимодействует с системой. Реализация взаимодействия с реальной системой автоматического управления скрыта внутри драйвера. Такое решение позволяет подключать фактически любое технологическое оборудование, оснащенное системой управления, написав к ней драйвер, соответствующий спецификации системы удаленного доступа, без изменения функционала программной части комплекса.

В качестве реальной установки может выступать и виртуальный симулятор оборудования, который также подключается через аналогичный драйвер. Виртуальный симулятор позволяет полностью имитировать работу, создавая у пользователя ощущение, будто он работает с реальным оборудованием. Этот вариант не требует присутствия оператора, позволяет одновременно проводить несколько виртуальных экспериментов и может использоваться для учебных целей.

При работе с оборудованием как в режиме удаленного доступа в реальном масштабе времени, так и в режиме виртуального симулятора реализуются общие методики и алгоритмы за исключением операций, требующих ручных действий на стороне оборудования, например, установки подложки. Для таких операций симулятор просто дает сигнал о готовности оборудования к работе.

К серверу удаленного доступа можно подключить требуемое количество виртуальных симуляторов или установок. Их количество определяется мощностью вычислительных средств и канала передачи данных. Сервер удаленного доступа с одной стороны взаимодействует с оборудованием через драйверы сопряжения, а с другой стороны принимает подключения клиентов из внешней сети.

При реализации данного проекта принята концепция двухуровневого подхода к созданию системы коллективного доступа к ресурсам лаборатории. Первый уровень доступа – доступ к оборудованию виртуальной лаборатории через локальную сеть университета, второй – через сеть Интернет.

Учебно-научный комплекс может работать в трех режимах: в режиме директивного управления, удаленного доступа в реальном масштабе времени и в режиме виртуального симулятора. При работе в режиме директивного управления пользователь находится непосредственно перед установкой, самостоятельно производя все действия. В этом случае алгоритм и методика взаимодействия конечного пользователя с учебно-научным комплексом ничем не отличается от работы с любым другим технологическим оборудованием.

В режиме удаленного доступа в реальном масштабе времени пользователь управляет установкой через локальную вычислительную сеть или Интернет. В этом случае около установки требуется присутствие оператора для выполнения «ручных» операций. Также в случае возникновения внештатных ситуаций или потери связи с пользователем оператор может перевести установку в директивный режим управления.

Если в режиме директивного управления пользователь (при необходимости) имеет возможность провести технологический процесс, используя элементы управления, расположенные непосредственно на блоках питания, то в режиме удаленного управления все действия происходят только через персональный компьютер с установленным программным обеспечением. Любая команда, полученная удаленно, обрабатывается в системе управления, проверяется на предмет корректности действия и передается в соответствующую подсистему установки.

В режиме виртуального симулятора пользователь работает с имитатором установки. Наличие оператора не требуется. Возможно подключение для проведения виртуального эксперимента нескольких пользователей. Прием подключений при работе в режиме удаленного доступа осуществляется без использования веб-сервера, с подключением напрямую к серверу удаленного доступа. Для подключения необходимо использовать специальную программу – тонкий клиент.

Такой вариант подключения позволяет уменьшить время отклика сервера и обеспечивает процесс управления оборудованием наиболее приближенный к реальному режиму управления.

Программный продукт, с которым взаимодействует пользователь, реализует концепцию тонкого клиента. Для работы с комплексом достаточно иметь лишь специальную клиентскую программу.

Заключение

Разработанная методика подходит практически к любым методам нанесения тонких пленок в вакууме, таких как: электронно-лучевое испарение, магнетронное распыление, молекулярно-лучевая эпитаксия, атомно-слоевое осаждение и др. Она может быть реализована на любой лабораторной вакуумной установке для нанесения тонких пленок, имеющей систему автоматического управления.

Так, например, в ОАО НИИТМ (г. Зеленоград) разработана серия малогабаритных вакуумных установок, которые по заверению производителя предназначены, в том числе, для обучения методам нанесения пленок в вакууме (рис. 4) [8].

Для серии малогабаритных вакуумных установок компании ОАО НИИТМ магнетронного (рис. 4, а), термического (рис. 4, б) и плазмо-химического (рис. 4, в) нанесения так же характерна одинаковая вакуумная платформа. Модельный ряд малогабаритных вакуумных установок предполагает возможность смены рабочего модуля с одного типа на другой [6].



Рис. 4. Малогабаритные вакуумные установки ОАО НИИИТМ:
а – МВУ ТМ Магна Т; б – МВУ ТИС; в – МВУ ТМ ИЗОФАЗ CVD.

Однако, эти установки не снабжены методическим обеспечением для проведения практических занятий со студентами, что затрудняет внедрение их в учебный процесс. Кроме того, предлагаемая методика может быть полезна и для исследователей с целью отработки технологии и подбора технологических режимов. Оснащение установок системой удаленного доступа с виртуальным симулятором и поставка совместно с учебно-методическими материалами может существенно расширить круг потенциальных потребителей такого оборудования.

Литература

1. Панфилов Ю. В., Колесник Л. Л., Рябов В. Т., Моисеев К. М., Сидорова С. В. Интерактивный учебно-научный модульный комплекс для выполнения работ по формированию наноструктурированных тонкопленочных покрытий с использованием современного высоковакуумного оборудования и его виртуального симулятора / Интерактивные учебно-научные комплексы для выполнения работ в режиме удаленного доступа: Учебно-методическое издание (сборник–каталог) / Под общ. ред. В. В. Лучинина и А. Г. Савченко; СПбГЭТУ «ЛЭТИ». СПб., 2012. 300 с.
2. Капустин Е. Н., Бурмистров А. В., Саликеев С. И. Этапы разработки типоразмерного ряда безмасляных спиральных вакуумных насосов // Вакуумная техника и технология. 2015. Т. 25. № 2. С. 176–180.
3. Панфилов Ю. В., Рябов В. Т., Сидорова С. В. Нанотехнологическая вакуумная установка модульного типа // Наноинженерия. № 8. 2014. С. 14–18.
4. Панфилов Ю. В., Сидорова С. В. Контроль роста островковых наноструктур в вакууме // Наноинженерия. № 9. 2012. С. 8–11.
5. Сидорова С. В., Панфилов Ю. В. Формирование островковых пленок на установке модульного типа // Матер. IV МНТК Вакуумная техника, материалы и технология. М. 2009. С. 21–24.
6. Сидорова С. В. Расчет технологических режимов и выбор параметров оборудования для формирования островковых тонких пленок в вакууме [Текст]: дис. канд. техн. наук: 05.27.06: защищена 27.10.2016 / Сидорова Светлана Владимировна. М. 2016. 191 с.
7. Колесник Л. Л. Реализация удаленного доступа к технологическому оборудованию на примере создания научно-учебного комплекса для изучения процессов формирования тонкопленочных покрытий // Наноинженерия. 2013. № 12. С. 31–37.
8. Одинокоев В. В., Панфилов Ю. В. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности // Наноинженерия. № 11. 2013. С. 7–18.

Повышение адгезии токопроводящих покрытий на подложках оксида алюминия

Л.Л. Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг, Мьо Мин Латт
Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана,
105005, Москва, 2-я Бауманская улица, д. 5, стр. 1
e-mail: kolesnik@bmstu.ru

В работе представлены результаты исследования использования подслоя титана для повышения адгезии токопроводящих покрытий к подложкам оксида алюминия.

Increasing the adhesion of current-conducting coatings on alumina substrates. L.L.Kolesnik, Myo Kyaw Hlaing, Zaw Phyo Aung, Myo Min Latt. The paper presents the results of the investigation of a titanium sublayer use to increase the adhesion of conductive coatings to alumina substrates.

Для отработки технологии для нанесения тонких пленок в вакууме в 2016 году в Московском Государственном Техническом Университете имени Н.Э. Баумана были проведены работы по модернизации лабораторной установки. Модернизация позволила отработать на установке процесс магнетронного метода нанесения тонкопленочных покрытий на образцы алюмооксидной керамики.

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

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

После проведения установочных работ была проведена серия экспериментов по нанесению покрытий. В качестве материала мишени использовались титан, а в качестве материала подложки использовалась корундовая керамика.

В ходе проведения экспериментов по нанесению покрытий перед началом нанесения проводилась тренировка мишени в течение 5 минут. Признаком окончания тренировки являлся резкий рост тока с его последующей стабилизацией. Одновременно с очисткой происходил нагрев мишени до температуры около 800 градусов Цельсия, после нанесения производилось с горячего катода.

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

Режимы, при которых проводилось нанесение покрытий, приведены в таблице 1.

Образцы были исследованы на показатели адгезии по методу сетчатых надразов и на отрыв. В первом случае образцы царапались в двух направлениях, а во втором от пленки отрывался приклеенный «грибок».

Таблица 1. Режимы нанесения титана при стабилизации мощности.

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

Все образцы показали высокие значения адгезии. По методу сетчатых надрезов максимальный показатель составил 5В, а при проверке усилие отрыва составило от 5,5 до 8 МПа, причем разрушение происходило по клею, которым грибок был приклеен к покрытию. Следовательно, реальные значения адгезии не менее значений, представленных в таблице 2. Для дальнейших измерений адгезии будет использоваться метод отрыва с припаянными грибами, что позволит избежать разрушения соединения грибок-покрытие.

Таблица 2. Результаты измерения адгезии для полученных образцов пленок титана.

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

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

Вторая серия экспериментов была направлена на использование полученных результатов при формировании токопроводящих медных покрытий. Выполнялась проверка возможности использования получаемых слоёв титана в качестве адгезионного подслоя под медной плёнкой.

Медная тонкая пленка осаждалась на подложке методом термического испарения. Адгезионный слой был нанесен с использованием метода магнетронного распыления. Перед нанесением покрытий поверхность подложки Al₂O₃ была очищена в ультразвуковой ванне в течение 10 мин при температуре 25 градусов Цельсия. При ультразвуковой очистке крупные жировые загрязнения удаляются вследствие интенсивного локального перемешивания под действием создаваемых в растворителе ударных волн. Недостатком такой подготовки поверхности является то, что эта обработка в принципе не обеспечивает удаление физически адсорбированной влаги, тем более хемосорбированной [3].

Были получены образцы однослойных покрытий меди и двуслойных покрытий титан-медь. Режимы формирования покрытий представлены в таблицах 3 и 4 соответственно.

Полученные образцы были измерены на значения адгезии с помощью метода отрыва. Сначала медный провод припаяли в центре поверхности образцов, а после с помощью динамометра припаянный провод отрывался с поверхности перпендикулярно ее плоскости. Значение силы отрыва фиксировалось.

Таблица 3. Режимы нанесения однослойного (медного) покрытия.

Номер образца	Покрытие	Способ нанесения покрытия	Давление в камере (Р, мбар)	Мощность (W, кВт)	Время осаждения (t, мин)
1	Cu	Термическое испарение	$1,3 \times 10^{-3}$	0,20	5
2	Cu	Термическое испарение	$1,0 \times 10^{-3}$	0,20	5
3	Cu	Термическое испарение	$8,7 \times 10^{-4}$	0,20	5

Таблица 4. Режимы нанесения двухслойного (Ti+Cu) покрытия.

Номер образца	Покрытие	Способ нанесения	Подача газа (Q, sccm)	Давление в камере (P, мбар)	Мощность (W, кВт)	Время осаждения (t, мин)
1	Ti	Магнетронное распыление	30	$1,2 \times 10^{-2}$	0,38	5
	Cu	Термическое испарение	-	$1,3 \times 10^{-4}$	0,20	5
2	Ti	Магнетронное распыление	30	$1,3 \times 10^{-2}$	0,38	5
	Cu	Термическое испарение	-	$1,0 \times 10^{-4}$	0,20	5

Результаты измерения адгезии для однослойного медного и двухслойных покрытий представлены в таблице 5.

Добавление слоя титана увеличило прочность сцепления токопроводящего медного слоя с подложкой оксида алюминия в 7 раз по сравнению с однослойным медным покрытием, полученным на аналогичной подложке. Это может быть связано с высокой реакционной способностью титана, который активно взаимодействует с подложкой.

Таблица 5. Результаты измерения адгезии для однослойного медного и двухслойного покрытия титан-медь.

Номер образцов	1	2	3	4	5	6	7
Мощность термического испарения (кВт)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Мощность магнетронного распыления (Вт)				380	380	380	380
Площадь припаянного провода (мм ²)	36	36	36	16	14	49	70
Померенное значение адгезии однослойного покрытия (Н)	<5	<5	<5				
Померенное значение адгезии двуслойного покрытия (Н)				40	40	45	46

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

Литература

1. Колесник Л.Л., Жулева Т.С., Предтеченский П.О., Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг Обработка технологии металлизации алюмооксидной керамики для элементов электровакуумных приборов и устройств силовой электроники // Вакуумная техника и технологии – 2017: Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. / под. Ред. д-ра техн. наук А.А. Лисенкова. – Спб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. с. 208-210.
2. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by P.M. Martin. - 3rd ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. ISBN 978-0-8155-2031-3
3. А. Г. Лучкин, Г. С. Лучкин, Очистка поверхности подложек для нанесения покрытий вакуумно-плазменными методами.

Построение агентной имитационной модели анализа процессов управления потоками полуфабрикатов в многокластерных установках

И.Н. Куликов, Л.Л. Колесник

*Москва, Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, 105005,
Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
e-mail: kulik1998@gmail.com, kolesnik@bmstu.ru*

В статье представлена имитационная модель многокластерного технологического комплекса (МТК), построенная на основе одного из трех основных подходов – агентного моделирования. Данный подход позволяет строить модели многокластерных комплексов практически любой сложности.

Construction of the agent imitation model for the analysis of the management processes of streams of semi-finished products in multicluster installations. I.N. Kulikov, L.L. Kolesnik. The article presents an imitation model of a multicluster technological complex built on the basis of agent modelling. This approach allows one to build models of complicated multicluster constructions.

Одним из самых массовых производств на сегодняшний день является полупроводниковое производство, оборудование для которого из года в год становится все более технологичным. Для осуществления операций в едином вакуумном цикле все чаще используется многокластерное вакуумное оборудование. Для создания такого сложного единого комплекса требуется решение задач, связанных с взаимодействием технологических модулей между собой с целью обеспечения необходимых качественных характеристик технологического процесса. Для решения таких целей целесообразно использовать методы, основанные на системных представлениях многокластерного оборудования и его имитационном моделировании.

Многокластерный технологический комплекс (МТК) – это установка, осуществляющая выполнение технологических процессов в дискретно-непрерывном режиме. Для анализа таких сложных систем недостаточно традиционных методов и моделей, ввиду того, что при введении новых факторов или изменения системной динамики зачастую требуется полностью перестраивать аналитическую модель.

Использование же многократного моделирования при процессе генерации новых вариантов компоновок существенно упрощает задачу анализа каждой конкретной компоновки по отдельности и задачу анализа полученных компоновок в совокупности.

К преимуществам имитационных моделей можно отнести [□]:

- динамический характер отображения системы;
- возможность учета случайных факторов и сложных зависимостей;
- сравнительную простоту введения модификаций в модель;
- возможность исследования системы на множестве модельных реализаций ее функционирования, т.е. проведения статистических экспериментов;
- практически неограниченные возможности детализации модели в зависимости от объема знаний исследователя;
- возможность получения характеристик и оценок в терминах разработчиков и технических заданий на проектируемую систему.

Недостатком имитационных моделей является процесс многократного моделирования, однако существующие программно-аппаратные комплексы позволяют избежать сложных процессов перестроения модели, потому что в имитационной модели МТК представляется в виде совокупности структурных элементов, каждый из которых может быть либо добавлен, либо исключен из системы, но логика функционирования при этом не меняется. Учитывая, что логические связи полностью определены в виде условий, то они полностью задают переходы между отдельными элементами МТК, создавая тем самым имитацию материальных и информационных потоков. Имитация имеет своей основной целью моделирование динамики МТК, т.е. изменение состояния системы во времени.

На сегодняшний день сформировались и наиболее широко применяются три основных подхода: дискретно-событийное моделирование, модели системной динамики и агентное моделирование. Возможности и недостатки этих подходов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Подходы к имитационному моделированию МТК.

Системная динамика	- моделирование непрерывных динамических систем; - производственные процессы представляются в терминах накопителей, потоков между этими накопителями и информации, которая определяет величину этих потоков; 1. описывается дифференциальными уравнениями	2. абстрагируется от отдельных объектов и событий и предполагает “агрегатный” взгляд на процессы, концентрируясь на политиках, управляющих этими процессами
Дискретно-событийное моделирование	3. концепция заявок (транзактов), ресурсов и потоковых диаграмм, определяющих потоки заявок и использование ресурсов; 4. наиболее полно отвечает объектно-ориентированной технологии моделирования; 5. универсальность и открытость при построении моделей различных систем	6. моделирование непрерывных систем требует расширения математического аппарата
Агентное моделирование	7. автономность различных частей моделирующей программы (агентов), совместно функционирующих в распределенной системе, где одновременно протекает множество взаимосвязанных процессов; 8. определяет поведение на индивидуальном уровне, а глобальное поведение возникает как результат деятельности многих агентов	9. необходимо создавать агентные модели под каждую конкретную задачу; 10. представляемая модель управляется рядом эвристик, которые не всегда можно доказать формально, но и предположить вплоть до этапа имитационного прогона

В разработанной имитационной модели с помощью класса активных объектов реализованы входной буфер, выходной буфер, кластер, линейный транспорт, что позволяет

использовать в модели любое число экземпляров этих классов по числу элементов, участвующих в МТК.

Кроме того, в модели созданы простые классы: модуль, пластина, транспорт, робот, операция.

Класс «модуль» используется для моделирования процессных модулей кластера и характеризуется типом, состоянием занятости и указателем на объект пластины, которая в этом модуле обрабатывается в текущий момент времени.

Тип процессных модулей также представлен классом, что позволяет расширять их состав при необходимости.

Базовый состав модулей определяется следующим набором технологических операций: фотолитография, нанесение покрытий, осаждение, диффузия, окисление, термообработка, травление, очистка, анализ. При этом предполагается наличие в составе МТК процессных модулей одного типа.

Класс «пластина» служит для моделирования потока полуфабрикатов в МТК и характеризуется типом пластины, уникальным идентификатором, массивом, содержащим последовательность операций и времен обработки, номером кластера, в котором находится пластина, текущей операцией в технологическом процессе обработки, параметрами для сбора статистики по времени нахождения в системе.

Класс «операция» служит для моделирования технологической операции обработки пластины в МТК и характеризуется типом и продолжительностью.

Классы «транспорт» и «робот» служат для моделирования линейных транспортных модулей и центральных транспортных роботов в кластерах соответственно.

Агент входного буфера (рис. 1) имеет параметры, которые отвечают за накопление информации о количестве пластин каждого типа. Модель, описывающая поведение этого агента включает объекты, которые используются для формирования потоков пластин каждого типа (генерация заявок типа «пластина» через заданный временной интервал, что определяется параметрами вероятностного закона распределения интенсивности поступления пластин каждого типа). После подготовки, пластина ожидает в очереди входного буфера и покидает ее через внешний порт.

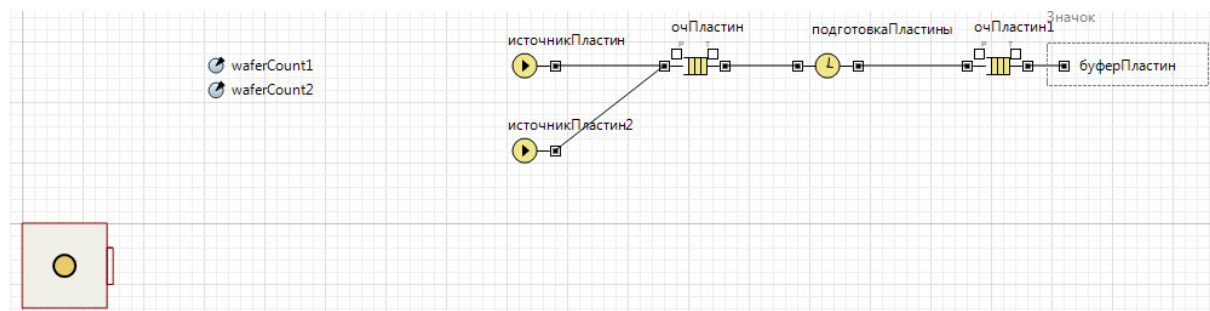


Рис. 1. Описание класса, визуальное представление и модель активного объекта агента входного буфера.

Имитационная модель (рис. 2) агента кластера отражает все основные технологические операции: занятие модуля пластиной; освобождение модуля; перемещение транспортного модуля к процессному модулю для последующего переноса пластины (холостой пробег); перенос пластины транспортным модулем из одного процессного модуля в другой модуль и др.

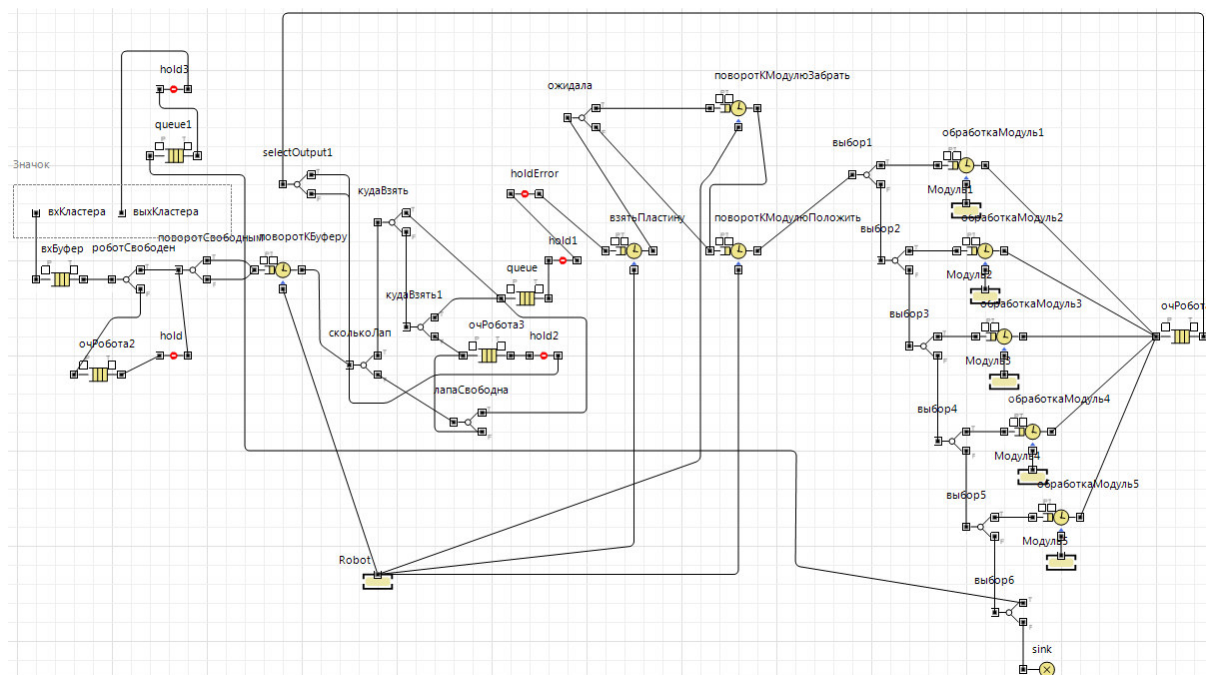


Рис. 2. Модель активного объекта агента кластера.

Заключение

Была разработана компьютерная имитационная модель анализа процессов управления потоками полуфабрикатов и расчета характеристик наноэлектронных производств на основе агентного моделирования. Имитационная модель обеспечивает моделирование МТК различной топологии и реализует разработанные алгоритмы управления потоками полуфабрикатов.

Литература

- Шенон Р.Е. Имитационное моделирование систем. Искусство и наука. М. Мир. 1978. – 418 с.
- Технология системного моделирования / Под ред. С.В. Емельянова и др. – М.: Машиностроение; Берлин: Техник, 1988. – 520с.
- Советов Б.Я., Яковлев С.А. Моделирование систем -М.: ВИСШ. ШК., 1998. -319с.
- Волчкевич Л.И. Автоматизация производства электронной техники. – М.: Высшая школа, 1988. – 287 с.
- Имитационное моделирование в оперативном управлении производством. / Н.А. Соломатин, Г.В. Беляев, В.Т. Петроченко.- М.: Машиностроение, 1984. – 208 с.
- Ланин В.Л. Формирование токопроводящих контактных соединений в изделиях электроники / В.Л. Ланин, А.П. Достанко, Е.В. Телеш.– Минск: Изд. центр БГУ, 2007. – 574 с.

Технология соединения диэлектрических материалов с металлической арматурой СВЧ-приборов

Р. А. Каракулов, К.С. Косарева, Ю. В. Панфилов, А.В. Шубников
МГТУ им Н. Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, д. 5
e-mail: ruslankarakulov@yandex.ru

В статье описана разработка тонкопленочной структуры для металлизации диэлектрических материалов перед пайкой с медными манжетами, обеспечивающей требуемую термоциклическую надежность спаев. Предложена оптимальная технология нанесения. Представлен план оптимизации толщин слоев покрытия по критерию максимальной адгезии, проведены эксперименты и проанализированы полученные результаты касательно толщин слоев.

The technology of the dielectric materials connection with metal fittings in the microwave devices. R.A. Karakulov, K.S. Kosareva, Y.V. Panfilov, A.V. Shubnikov. The article describes the development of thin film structure for metallization of dielectric materials before soldering with copper cuffs which ensures the desired thermal cycling reliability of the junction. The optimum application technology is presented. The plan for optimization of the coating layers thickness is considered in this article, the experiments on the optimization are performed and the results with regards to the thickness of the layers are analyzed.

Введение

Постоянное развитие СВЧ-техники влечёт за собой увеличение мощности энергии излучения, выводимого из приборов. Этим обусловлено применение материалов с повышенными требованиями к таким характеристикам, как тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg}\delta$), теплопроводность, коэффициент температурного линейного расширения (КТЛР). Поэтому широкое применение получили корундовая (22ХС) и алюмонитридная керамики (AlN), поликристаллический CVD-алмаз; исследуется возможность использования карбида кремния (SiC).

Однако ввиду большой разницы КТЛР между приведёнными материалами и конструкционными металлами СВЧ-приборов, таких как гиротроны, клистроны, ЛБВ существует проблема соединения окон вывода энергии с металлической арматурой и получения вакуумно-плотных, механически прочных, термоциклически надёжных спаев.

Целью данной работы является разработка металлизационной структуры и технологии ее нанесения на диэлектрические материалы с учетом последующей пайки с металлической арматурой.

Разработка металлизационной структуры

В данной работе начато решение частной задачи соединения алмазного диска узла вывода энергии гиротрона с металлической арматурой путём предварительной двухсторонней металлизации алмазного диска трёхслойной тонкопленочной структурой Ti-Cu-Ni кольцевой конфигурации ($\Phi_{\text{вн}} = 86$ мм, $\Phi_{\text{нар}} = 96$ мм) (рис. 1).

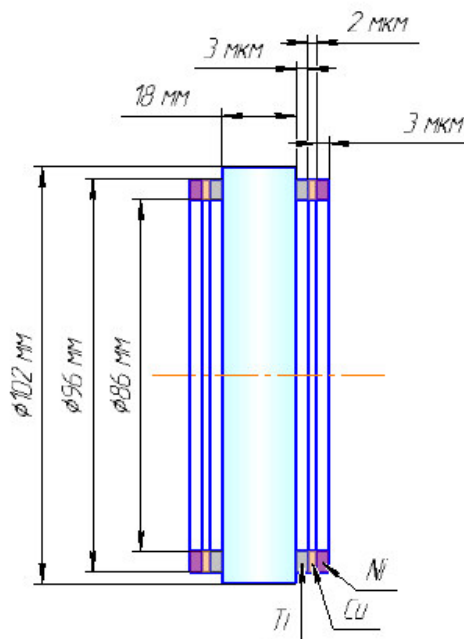


Рис. 1. Область металлизации алмазного диска.

Известно, что наилучшими адгезионными показателями обладает титан (Ti) – это первый слой металлизации. Так как манжеты под пайку медные, то целесообразно использовать припой с близким к меди коэффициентом термического расширения ПСР – 72. Температура пайки данным припоем составляет 780 °С. Наиболее прочные и герметичные соединения при данных температурах образуются между никелем и медно-серебряной эвтектикой (ПСР - 72), т. е. никель (Ni) – заключительный слой металлизации. Для образования монолитной структуры без резких границ целесообразно применить в качестве второго слоя медь (Cu), так как при температуре порядка 860 °С образуется эвтектическое соединение Ti-Cu, а на границе медь-никель твёрдый раствор CuNi. Таким образом, трёхслойная структура металлизации имеет вид Ti-Cu-Ni, считая от поверхности диэлектрика.

Температура перитектического взаимодействия титана с углеродом приблизительно равна 880 °С (при процентном количестве углерода от 2% до 35%). В то же время температура образования эвтектики Ti-Cu (при содержании титана от 8% до 98%) изменяется от 800 °С до 1000 °С. Поэтому при выборе режима термообработки важно учитывать, чтобы титан взаимодействовал и с углеродом, и с медью. Таким образом, назначенная температура отжига должна быть 800 °С при выдержке 30 мин. В качестве среды используется аргон во избежание окисления титана. При термообработке на границе между медью и никелем протекают активные диффузионные процессы. Таким образом, спроектирована трехслойная металлизационная структура Ti-Cu-Ni с рекомендуемыми режимами термообработки.

Оптимизация тонкопленочной структуры

Для исключения образования оксида титана на границе слоёв Ti-Cu решено использовать установку с двумя магнетронами и источником ионов.

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

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

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

Решение проблемы оптимизации толщин покрытия было начато на примере керамики 22ХС. Проведены все эксперименты по металлизации керамического (22ХС) диска, а также операция по отжигу (рис. 2) в рабочей среде аргона при температуре 850 °С в течение 30 минут.



Рис. 2. Диск после отжига.

После этого к отдельным площадкам припаявались медные образцы посредством припоя ПСр-72 (рис. 3). Режимы пайки: подъём температуры до 650 °С за 20 мин, выдержка 10 мин, подъём температуры до 780 °С, выдержка 2 мин.











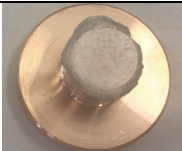





Рис. 3. Диск с припаянными образцами.

Измерения адгезионной прочности проводились методом отрыва с помощью прибора «Elcometer 106». Данный метод основан на измерении минимального разрывного напряжения, необходимого для отделения или разрыва покрытия в направлении, перпендикулярном поверхности с нанесенным материалом [3]. Полученные результаты представлены в таблице 1.

На всех образцах, толщина слоя титана на которых составляла 200 нм, наблюдается отслоение практически всего покрытия, что свидетельствует о большой роли первого адгезионного слоя, а так же о необходимости увеличения толщины этого слоя. Кроме того, образцы с достаточным слоем титана (1000 нм), но с минимальными слоями меди и никеля так же демонстрируют плохую адгезию, хоть она и несколько лучше адгезии образцов, о которых было сказано ранее. Наилучшей адгезией обладает образец №4, а именно, его прочность составила 7,5 МПа; в процессе измерения адгезии вместе с покрытием была оторвана и часть керамического диска. Исходя из полученных результатов, можно сделать вывод о необходимости изменения границ варьирования толщин каждого из слоев. Решено выбрать диапазон варьирования толщин титана и меди от 1000 до 1500 нм, а для никеля оставить его прежним, так как на образцах с наилучшими показателями адгезии слой никеля составлял 200 нм.

Таблица 1 – Результаты проведения ПФЭ.

№	Толщина Ti, нм	Толщина Cu, нм	Толщина Ni, нм	Фото образца	Фото покрытия	Примечание/адгезия
1	200	200	200			Отрыв при установке адгезиметра (покрытие осталось на образце)
2	1000	200	200			Отрыв при незначительном усилии
3	200	1000	200			Разрушение соединения при остывании в камере (после пайки)
4	1000	1000	200			Максимальная прочность/7,5 МПа (частичное разрушение керамики)
5	200	200	1000			Отслоение при незначительной нагрузке/1,25 МПа (покрытие осталось на образце)
6	1000	200	1000	-	-	-
7	200	1000	1000			Разрушение соединения при остывании в камере (после пайки)
8	1000	1000	1000			Отрыв при нагрузке/2 МПа

Выводы и заключение

В рамках данной работы была поставлена проблема получения термоциклически надежного спая дисков из диэлектрических материалов с металлической арматурой СВЧ-приборов. Предложена многослойная тонкопленочная структура Ti-Cu-Ni для операции предварительной металлизации диска. Выбрано оборудование для металлизации и отработаны режимы металлизации и дальнейшего отжига для достижения заявленной цели. Предложен план оптимизации толщин каждого из покрытий по критерию максимальной адгезии и проведены соответствующие эксперименты. Наилучшая адгезия была обнаружена на образце с толщинами 1000, 1000, 200 нм для титана, меди и никеля соответственно. Был сделан вывод о

необходимости увеличения диапазона варьирования титана и меди до 1000-1500 нм. В дальнейшем планируется продолжать эксперименты ПФЭ с целью получения оптимальных значений толщин для данной многослойной тонкопленочной структуры.

Литература

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

Исследование жидкофазного магнетрона с двумя областями плазмы

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

В статье представлен процесс моделирования и сборки магнетрона с двумя областями плазмы с целью повышения магнитной индукции на поверхности мишени в процессе жидкофазного магнетронного распыления. Представлены варианты конструкций и собраны магнитные системы с двумя зонами распыления. Проанализирована причина отсутствия центральной плазмы при запуске и представлены способы устранения этой проблемы.

Investigation of the magnetron with liquid-phase target and two plasma zones. A.A. Khramova, A.R. Matanin, D.D. Vasiliev, K.M. Moiseev. The article briefly describes modelling and assembling magnetron with two plasma fields to increase magnetic induction at the magnetron surface during magnetron sputtering with liquid-phase target process. The construction variants are presented and magnet systems with two sputtering fields are assembled. The reason of central plasma field absence during launching is analyzed and methods to solve this problem by launching are presented.

Введение

Для формирования тонких плёнок из различных материалов в вакууме одним из наиболее распространенных методов является магнетронное распыление [1].

Развитием метода стандартного магнетронного распыления является магнетронное распыление с жидкой мишенью. Расплавленный материал мишени обладает высоким давлением насыщенных паров, что позволяет отключить подачу инертного газа при достижении процессом режима «самораспыления», что снижает концентрацию примесей в формируемом покрытии [1, 2]. К преимуществам данного метода так же относят высокие показатели адгезии из-за наличия ионизированной фазы [3], почти 100% использование материала и низкие энергозатраты от 50 до 100 В/атом на выбивание одного атома распыляемого материала.

Одним из наиболее важных параметров процесса ЖФ магнетронного распыления является мощность разряда. Совокупность напряжения разряда, рабочего давления и индукции магнитного поля должна обеспечивать мощность разряда, необходимую для плавления медных гранул, а затем и перехода процесса в режим «самораспыления» [4]. При недостатке мощности

разряда для плавления медных гранул, простым способом увеличения мощности является повышение давления или напряжения на катоде, но эти параметры ограничены возможностями оборудования. Когда данные параметры достигают предельных значений, повышение мощности разряда обеспечивается повышением магнитной индукции на поверхности магнетрона. Магнитную индукцию можно увеличить заменой магнитов на более сильные по магнитным свойствам либо изменением конструкции магнитной системы. В магнитной системе 2” магнетрона НМСА-52М производства АО «НИИТМ» (рисунок 1, а) установлены сильные по магнитным свойствам магниты IV группы КС 25 ДЦ, поэтому целью данной работы является разработка конструкции магнитной системы 2” магнетрона с большим значением магнитной индукции на поверхности мишени.

Магнитная система с двумя областями плазмы

При сближении магнитов величина индукции магнитного поля между ними увеличивается. Основываясь на этом факте, решено увеличить напряженность магнитного поля посредством сближения внешнего магнита с центральным в существующей магнитной системе (рис. 1, а). При сближении внешнего и внутреннего магнитов, на месте внешнего освобождается пространство, на котором возможно разместить дополнительное магнитное кольцо, которое будет так же располагаться близко к центральному магниту. В результате магнетрон будет иметь две области плазмы (рис. 1, б).

Магнитная система с двумя областями плазмы реализована на цилиндрических магнитах из материала Nd-Fe-B с сильными магнитными характеристиками, что позволяет быстрее изменять конструкцию, по сравнению с изготовлением кольцевых магнитов на заказ.

Диаметры периферийных магнитов подобраны таким образом, чтобы суммарная площадь торцов цилиндров была равна площади торца кольцевого магнита исходной конструкции (рисунок 1, а), а диаметры магнитов промежуточного кольца рассчитаны, как среднее арифметическое между центральным и периферийным диаметрами цилиндров.

Сравнение результатов компьютерного моделирования исходной магнитной системы с магнитной системой с двумя плазмами показало, что максимальная тангенциальная составляющая индукции магнитного поля увеличивается на поверхности магнетрона и составляет 250 мТл по сравнению со 101 мТл (рис. 2, 3).

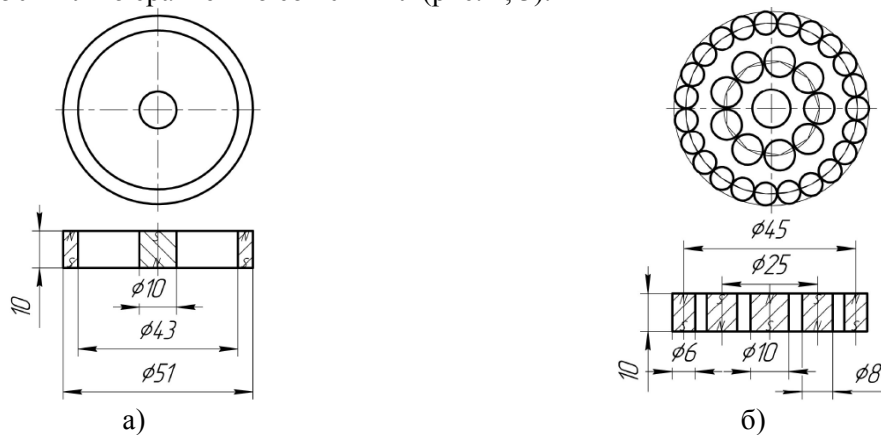


Рис. 1. Конструкции магнитных систем магнетрона НМСА-52М: а) с цилиндрическими и кольцевым магнитами; б) с двумя областями плазмы.

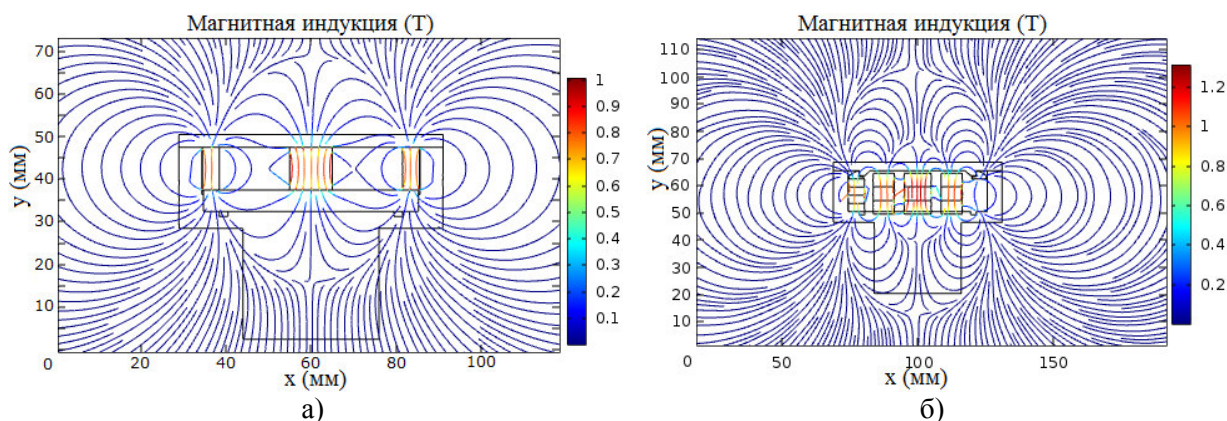


Рис. 2. Распределение магнитного поля: а) исходной магнитной системы с цилиндрическим и кольцевым магнитами; б) магнитной системы с двумя областями плазмы.

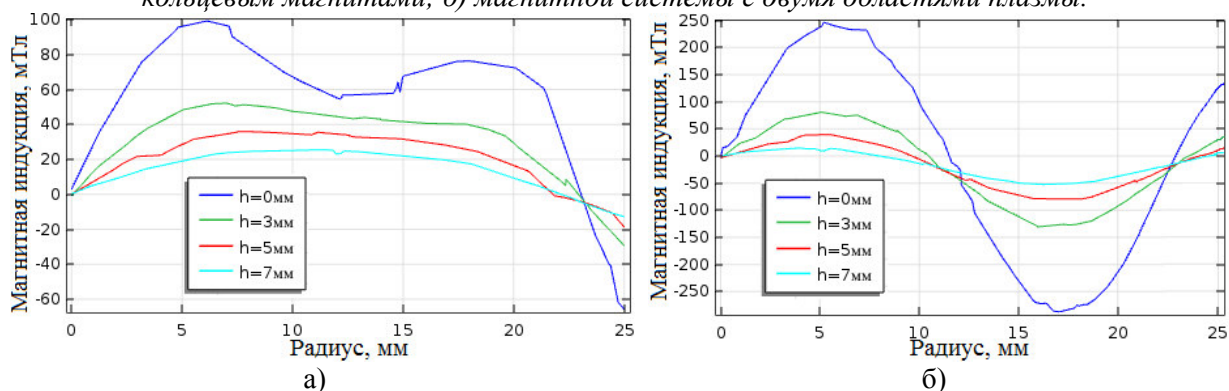


Рис. 3. Зависимость тангенциальной составляющей индукции магнитного поля от расстояния до центра магнетрона: а) имеющейся магнитной системы, б) разработанной магнитной системы.

Для позиционирования магнитов в магнитной системе с двумя областями плазмы разработан сепаратор. Для охлаждения магнитов водой в сепараторе имеются каналы, по которым вода протекает в полость между крышкой магнетрона и сепаратора. Разработана твердотельная модель сепаратора (рисунок 4, а), которая изготовлена при помощи 3D печати (рис. 4, б).

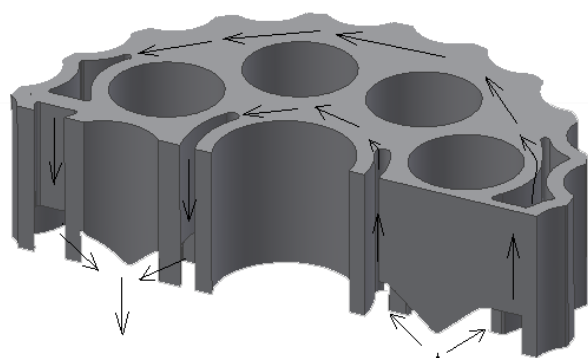


Рис. 4. Сепаратор магнитной системы с двумя областями плазмы: а) разрез 3D модели сепаратора по каналам для охлаждения; б) магнитная система в сборе.

Эксперименты по запуску магнетрона с двумя областями плазмы

В лаборатории «Элионные процессы и нанотехнологии» на установке MBTU-11-1МС реализован метод жидкофазного магнетронного распыления. Магнетрон с магнитной системой с двумя плазмами был собран и получил номер MEL-DP-50-01. В ходе эксперимента по запуску

магнетрона без мишени наблюдалось горение двух областей плазмы. При запуске магнетрона с установленной на крышку магнетрона медной мишенью толщиной 3 мм зажглась только внешняя плазма, образованная средним и периферийным кольцами магнитов (рис. 5, а).

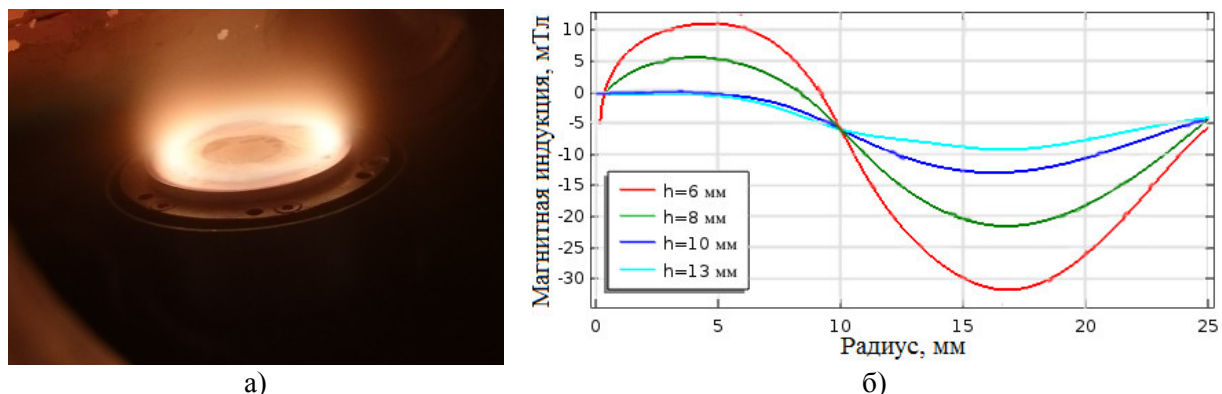


Рис. 5. Магнетрон MEL-DP-50-01: а) запуск магнетрона с медной мишенью; б) зависимость тангенциальной составляющей магнитного поля от радиуса на различных высотах от крышки магнетрона.

Анализ распределения линий магнитной индукции разработанной системы показал, что магнитная система является несбалансированной, а тангенциальная составляющая магнитного поля центральной плазмы полностью исчезает на высоте 10 мм от крышки магнетрона (рис. 5, б).

Повышение линий магнитной индукции центральной области плазмы

Для увеличения высоты, на которой исчезает тангенциальная составляющая магнитного поля в области центральной плазмы, была смоделирована магнитная система с двумя областями плазмы с повышенными линиями магнитной индукции центральной области плазмы.

Магнитная система с повышенными линиями магнитной индукции центральной плазмы отличается тем, что среднее кольцо состоит не из 8-ми цилиндров диаметром 8 мм, как в конструкции магнетрона MEL-DP-50-01, а из 6-ти таких цилиндров. Так же для этой системы был смоделирован и изготовлен сепаратор с отверстиями под охлаждение магнитов (рис. 6, а, б). Собранный магнетрон получил номер MEL-DP-50-02.

В результате высота, на которой исчезает тангенциальная составляющая магнитного поля центральной плазмы, увеличена на 3,9 мм, и составила 13,9 мм (рис. 7, а, б).

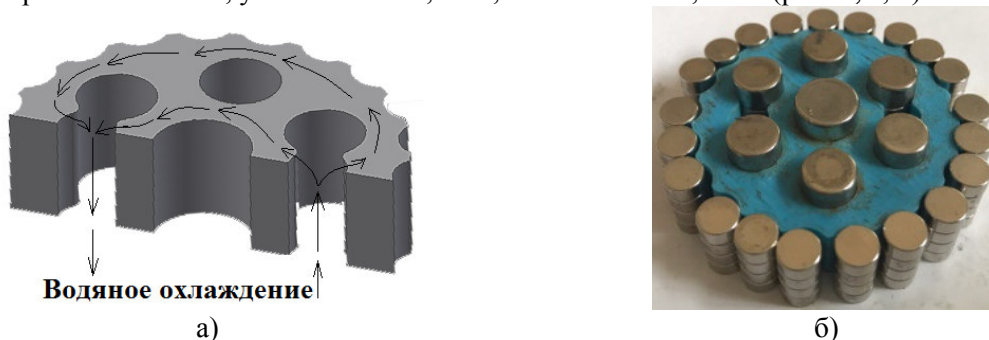


Рис. 6. Сепаратор более сбалансированной магнитной системы с двумя областями плазмы: а) разрез 3D модели по отверстиям для охлаждения; б) магнитная система в сборе.

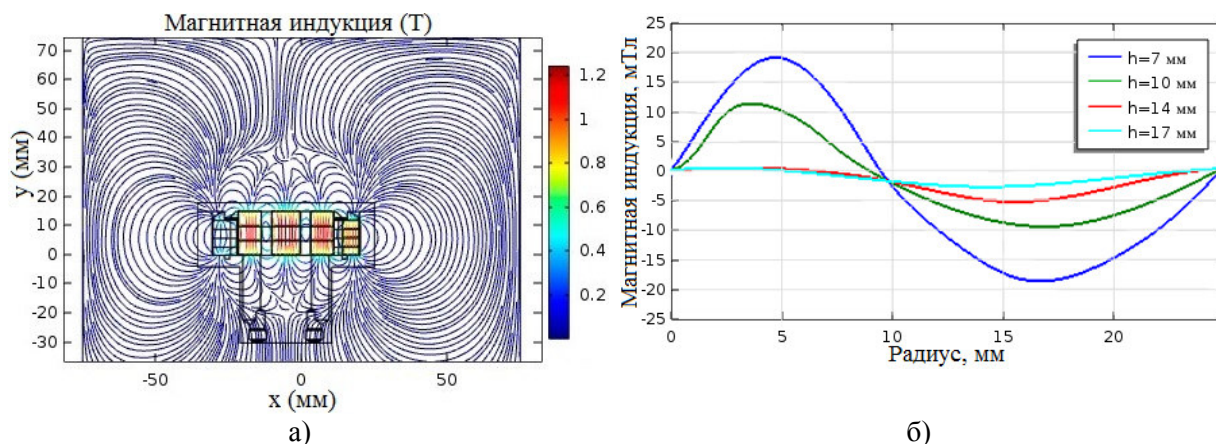


Рис. 7. Магнитная система с двумя областями плазмы с повышенными линиями магнитной индукции центральной области плазмы: а) распределение магнитного поля системы; б) зависимость тангенциальной составляющей магнитного поля от радиуса на различных высотах от крышки магнетрона.

При запуске магнитной системы без мишени обе плазмы загорелись только в начальный момент времени при значении давления процесса 1,147 Па, на блоке питания магнетрона была выставлена мощность разряда 100 Вт, чему соответствовали напряжение разряда 583 В и ионный ток 166 мА (рис. 8, а).

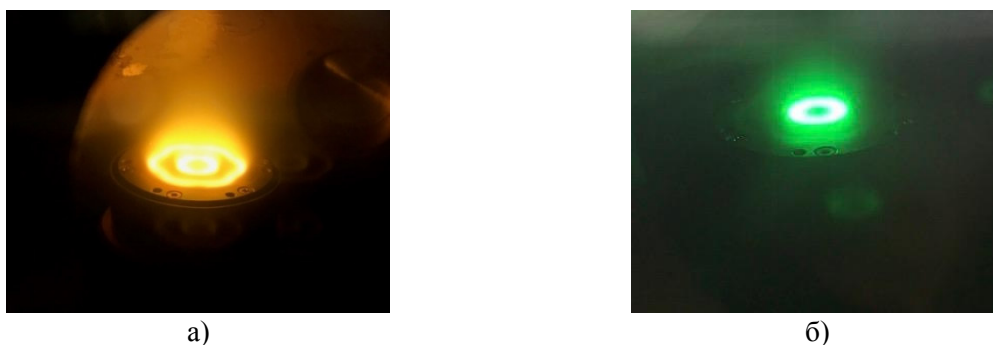


Рис. 8. Запуск магнетрона MEL-DP-50-02 без мишени: а) с двумя областями плазмы; б) с центральной областью плазмы

При наличии мишени толщиной 3 мм центральная плазма не зажигалась, а плазма, образованная периферийным и центральным кольцами магнитов, горела. В связи с таким поведением плазмы сделано предположение, что области плазмы воздействуют друг на друга, и это препятствует стабильной работе центральной плазмы. Для проверки этой гипотезы были проведены эксперименты по запуску центральной и периферийной областей плазм по отдельности без мишени. Периферийная область плазмы вела себя стабильно при различных давлениях процесса от 0,133 до 0,933 Па и напряжениях разряда от 300 до 530 В (рисунок 9).

Центральная область плазмы загорелась только при давлении 1,11 Па и при напряжении разряда 800 В, максимальном для данной установки. При этом ВАХ процесса была очень нестабильна, наблюдалось активное дугообразование (рис. 8, б).

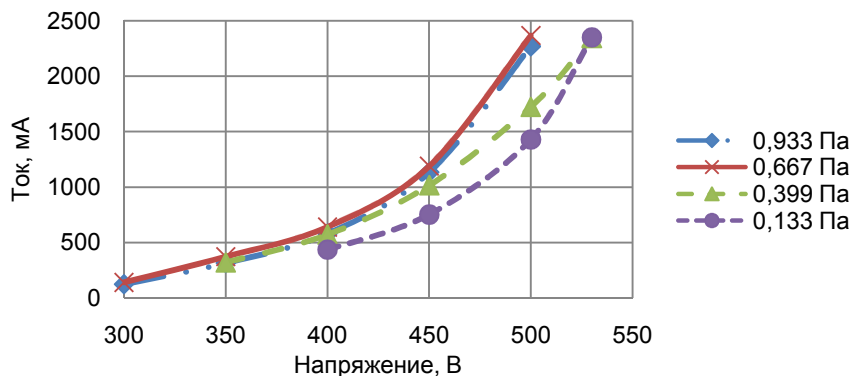


Рис. 9. ВАХ магнетрона с двумя областями плазмы с повышенными линиями магнитной индукции центральной плазмы без мишени.

Центральная плазма ведет себя нестабильно даже при отсутствии периферийной области распыления, значит, гипотеза о влиянии периферийной области плазмы на центральную не подтвердилась и центральная плазма нестабильна сама по себе. Это может быть обусловлено тем, что для образования кольца плазмы электроны, появившиеся из-за вторичной электронной эмиссии, должны двигаться по окружности с центростремительным ускорением, прямо пропорциональным силе Лоренца, которая определяется значением магнитной индукции в каждой точке. Если радиус центральной плазмы оказался очень мал, величина магнитной индукции в этой области должна быть достаточно велика, чтобы удерживать электроны в области плазмы, что не происходит в случае с собранной магнитной системой.

Заключение

В результате проделанной работы была смоделирована и собрана магнитная система магнетрона MEL-DP-50-02 с повышенными значениями магнитной индукции в центральной зоне плазмы, что позволяет увеличить высоту, на которой тангенциальная составляющая для центральной зоны плазмы исчезает, на 3,9 мм. Эта высота составила 13,9 мм. Центральная плазма ведет себя нестабильно при отсутствии периферийной области плазмы. Вариантом устранения данной проблемы является увеличение магнитной индукции в области центральной плазмы или сборка магнитной системы с большим радиусом центральной плазмы.

В дальнейшем планируется моделирование и последующая сборка конструкций магнитных систем с двумя областями плазмы с увеличенным диаметром центральной плазмы и повышенными значениями магнитной индукции центральной плазмы для определения системы с наиболее стабильными показателями процесса.

Литература

1. Осаждение металлических пленок путем распыления из жидкой фазы / Б.С. Данилин [и др.] // Электронная техника. Сер. Микроэлектроника. – 1978. - № 2. – С. 84 – 87.
2. Магнетронный разряд с расплавленным катодом / А.В. Тумаркин [и др.] // Успехи прикладной физики. – 2013. – Т. 1. - № 3. – С. 276-282.
3. Исследование зависимости скорости осаждения меди от мощности при ее нанесении методом жидкофазного магнетронного распыления/ М.В. Макарова // Научно-технические системы и интеллектуальные системы 2017: сборник трудов девятнадцатой Молодежной международной научно-технической конференции (Москва, 19 апреля 2017 г.). – М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2017. – С. 268-271.
4. Духопельников Д.В., Булычев В.С., Воробьев Е.В. Магнетронный разряд с жидкофазным катодом. – «Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XI Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2016. – С. 108-112.

Исследование зависимости плотности пиковой мощности на магнетроне от параметров процесса импульсного магнетронного распыления

М.Ю. Акишин, Е.И. Малеванная, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5
e-mail: akishinm1996@gmail.com

В работе представлены эксперименты по влиянию коэффициента заполнения импульсного сигнала и его частоты на пиковую мощность при импульсном магнетронном распылении вольфрама, проведен полный факторный эксперимент с центральным ротатабельным планом, получена и проанализирована математическая модель.

Research of the influence of pulsed magnetron sputtering process parameters on magnetron peak power density. M.Y. Akishin, E.I. Malevannaya, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. Experiments on the duty ratio influence of a pulse signal and its frequency on the peak power at pulsed magnetron sputtering of tungsten are described, a full factorial experiment with a central rotational plan is carried out, a mathematical model is obtained and analyzed.

Введение

В плазме тлеющего разряда на поверхности катода магнетрона происходит ионизация как рабочего газа аргона, так и распыляемого материала. Вследствие чего напряжение смещения на подложке влияет на энергию осаждаемого материала и позволяет проводить ассистирование растущей пленки ионами аргона из плазмы, что влияет на характеристики получаемого покрытия [1, 2].

При одном и том же напряжении смещения интенсивность взаимодействия ионизированных частиц с подложкой зависит от их концентрации в плазме. Определение этой концентрации является весьма трудоемкой задачей, включающей в себя использование зонда Ленгмюра и снятие вольт-амперной характеристики для каждой точки, в которой проводится измерение. Однако в случае импульсного магнетронного распыления существует корреляция между степенью ионизации плазмы и пиковой мощностью, отнесенной к его площади (плотность пиковой мощности, S_A) [3]. Таким образом, зная напряжение и пиковый ток на магнетроне, можно оценить степень ионизации плазмы. Управлять этими параметрами можно путем варьирования коэффициента заполнения импульсного сигнала и его частоты. Поэтому целью данной работы является определение зависимости пиковой мощности от частоты и коэффициента заполнения импульса.

Эксперимент

Установка ВУП-11М [4] кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана оснащена блоком питания, который позволяет создавать импульсный сигнал с частотой от 1 кГц до 100 кГц и коэффициентом заполнения от 10% до 80%. Исходя предположения, что зависимость имеет нелинейный характер, в качестве метода исследования был выбран полный факторный эксперимент с центральным композиционным ротатабельным планом. Логично предположить, что при независимом уменьшении коэффициента заполнения и увеличении частоты сигнала, плотность пиковой мощности будет расти вследствие увеличения пикового тока. Следовательно, можно сделать вывод об отсутствии локальных экстремумов внутри области варьирования параметров блока питания и для эксперимента брать максимально возможную область. Помимо пределов возможностей используемого блока, область варьирования ограничивается нестабильной работой магнетрона при минимальной коэффициенте заполнения и максимальной частоте. Принимая во внимания вышеописанные суждения, в эксперименте коэффициент заполнения будем варьировать от 17% до 79%, а частоту сигнала – от 8 кГц до 80 кГц. Расположение экспериментальных точек представлено на рис. 1.

Эксперименты проводятся при остаточном давлении $P_{ост} = 5,5 \cdot 10^{-5}$ мбар, рабочем давлении $P_{раб} = 3 \cdot 10^{-3}$ мбар, потоке аргона в камеру $Q_{Ar} = 1,56$ л/час и фиксированной мощности $W = 120$ Вт на магнетроне диаметром 50 мм. Для регистрирования сигнала тока используется измерительный трансформатор тока Talema AC1005, схема подключения которого представлена на рис. 2. Трансформатор дает на выход ток, пропорциональный протекающему току на магнетроне. Сопротивление нагрузки R_n позволяет снимать напряжение, пропорциональное току, с помощью осциллографа Rigol DS1054Z. Одновременно снимается напряжение с магнетрона для сравнение со значением тока.

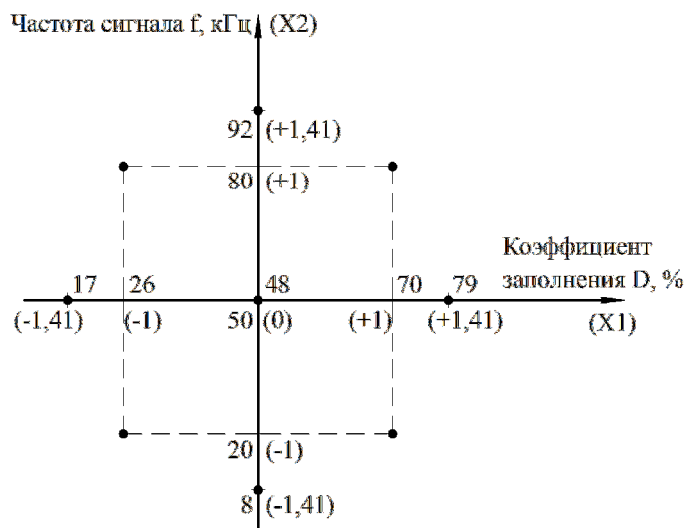


Рис. 1. Расположение экспериментальных точек.

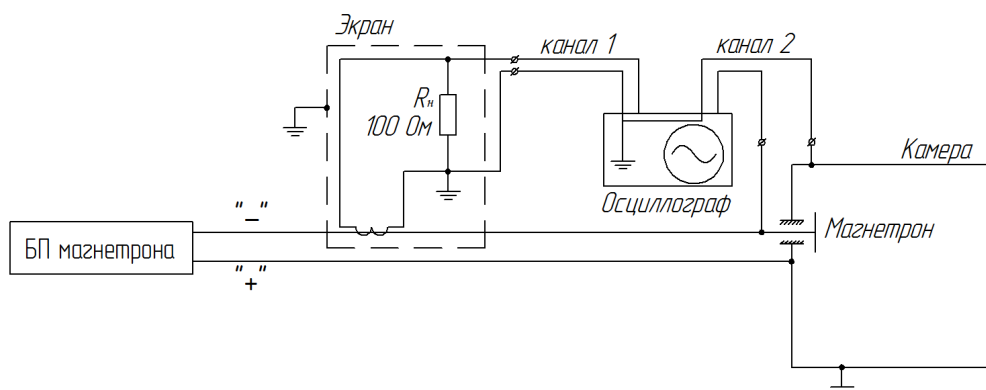


Рис. 2. Схема подключения измерительных приборов.

Методика проведения эксперимента заключается в следующем:

- 1 Магнетрон запускается при значениях коэффициента заполнения и частоты сигнала по плану эксперимента.
- 2 Осциллограф снимает напряжение с резистора R_n и с магнетрона.
- 3 С осциллограммы снимается амплитуда напряжения.
- 4 Полученное значение напряжение пересчитывается в значение тока.

В каждой точке на периферии проводится 3 наблюдения, в центральной точке плана – 15 наблюдений. Для чистоты эксперимента предварительно проведена рандомизация последовательности проведения измерений.

Результаты измерений

Результаты эксперимента представлены в таблице 1. Видео, что наибольшее значение плотности пиковой мощности наблюдается при значениях $D = 17\%$, $f = 50$ кГц и равняется $85,44$ Вт/см²

Таблица 1. Результаты измерений.

Коэффициент заполнения D, %	Частота тока f, кГц	Плотность пиковой мощности S _A , Вт/см ² (среднее значение)
17	50	85,44
26	20	41,41
26	80	55,65
48	8	14,01
48	50	21,72
48	92	25,69
70	20	10,73
70	80	13,91
79	50	10,84

На рис. 3 представлены формы сигналов напряжения на магнетроне и на трансформаторе тока при минимальной и максимальной плотности пиковой мощности. Видно, что при большем коэффициенте заполнения и меньшей частоте ток устанавливается на определенной отметке, в то время как при меньшем коэффициенте заполнения и большей частоте ток не успевает вырасти до необходимого значения, поэтому сигнал имеет треугольную форму.

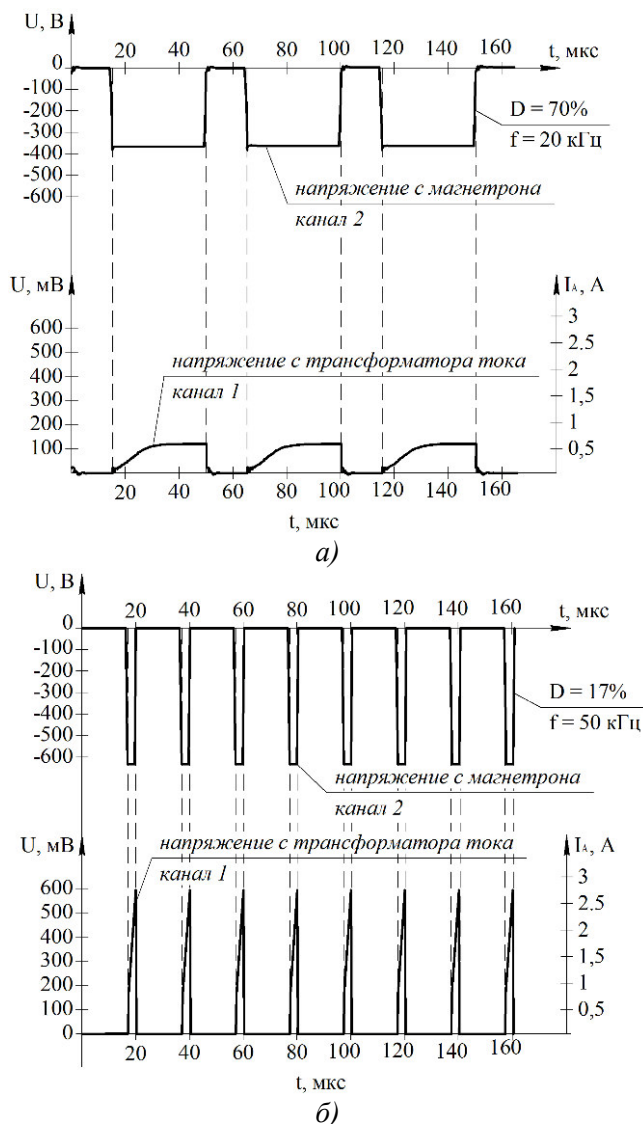


Рис. 3. Вид сигналов тока и напряжения при: а – минимальной пиковой мощности; б – максимальной пиковой мощности.

Проверка полученных результатов на воспроизводимость и адекватность по критериям Кохрена и Стьюдента дает положительный результат, а их обработка позволяет получить зависимость (1):

$$S_A = 106,693 - 3,246 \cdot D + 0,526 \cdot f - 0,004 \cdot D \cdot f + 0,025 \cdot D^2 - 0,002 \cdot f^2, \quad (1)$$

где S_A – плотность пиковой мощности, Вт/см²
 D – коэффициент заполнения импульсного сигнала, %
 f – частота импульсного сигнала, кГц

Полученная математическая модель адекватно описывает изменение плотности пиковой мощности и подтверждает предположение о том, данный параметр растет с увеличением частоты сигнала и уменьшением его коэффициента заполнения. Сравнения коэффициентов уравнения (1) по критерию Стьюдента показало, что наиболее значимым фактором является коэффициент заполнения импульсного сигнала. Наименьшее влияние на плотность пиковой мощности оказывает взаимодействие варьируемых факторов.

Выводы

- 1 Для исследуемой пары «блок питания-магнетрон» максимальная плотность пиковой мощности равна 85,44 Вт/см².
- 2 Плотность пиковой мощности растет с уменьшением коэффициента заполнения импульсного сигнала и увеличением его частоты.
- 3 Коэффициент заполнения импульсного сигнала в диапазоне от 17% до 92% оказывает в 6 раз большее влияние на плотность пиковой мощности, чем частота импульсного сигнала в диапазоне от 8 кГц до 92 кГц.

Заключение

В дальнейшем для перехода к степени ионизации плазмы планируется снимать вольт-амперную характеристику плазмы с помощью зонда Ленгмюра. Данный способ позволит определить концентрацию заряженных частиц в плазме и сопоставить ее с плотностью пиковой мощности.

Литература

- 1 Гусева М.Б. Ионная стимуляция в процессе образования тонких плёнок на поверхности твёрдого тела // Соросовский образовательный журнал. – 1998. – No10. – С. 106-112.
- 2 Manova D., Gerlach J.W., Mändl S. Thin film deposition using energetic ions // Materials. – 2010. – № 3. – P. 4109-4141.
- 3 Study of the plasma parameters in a high-current pulsed magnetron sputtering system / A.N. Odivanova, V.G. Podkovyrov, N.S. Sochugov, K.V. Oskomov. – Plasma Physics Reports. – 2011. – Vol. 37, № 3. – P. 239-243.
- 4 Моисеев К.М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – № 8. – С. 18-21.

СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ

Разработка стенда для формирования пленок искусственного опала

Р.М.Жуков, В.Л. Кулешова, Е.В. Панфилова, Е.П.Прохоров
Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана (НИУ), ул. 2-ая Бауманская д.5
e-mail: Vekuleshova@yandex.ru

Работа посвящена актуальной теме формирования пленок искусственного опала. Наиболее рациональным способом формирования таких структур является вертикальное вытягивание подложки из коллоидного раствора частиц кремнезема, полиметилметакрилата или полистирола. Способ позволяет формировать пленки достаточно большой площади равномерной толщины с заданным рельефом поверхности. Предложены способы повышения качества формируемых пленок путем использования специально разработанного стенда.

Engineering of the facility to form artificial opal films. R.M. Zhukov, V.L. Kuleshova, E.V. Panfilova, E.P. Prokhorov. The work is devoted to the actual topic of the formation of artificial opal films. The most rational way of forming the structures is vertical stretching of the substrate from the colloidal layer of silica, polymethyl-methacrylate or polystyrene particles. The ability to form film of a sufficiently large area of uniform thickness with a view of the surface relief is typical for vertical stretching. Methods to improve the quality of opal films by using a specially designed laboratory facility are proposed.

На начальных этапах развития технологии формирования искусственного опала основное внимание уделялось формированию из него фотоннокристаллических 3D образцов и инвертированных структур. Однако в последующем стало понятно, что не меньший интерес представляют собой пленочные слои, которые после последующего формирования на их поверхности различных тонкопленочных структур можно использовать в оптике, сенсорике, лазерной технике и ряде других областей. В патенте [1] предложена технология изготовления лазера с распределенной обратной связью, в ней используется опаловая матрица, на которую методом магнетронного распыления наносят последовательно подслой диоксида кремния толщиной и слой оксида цинка (рис. 1).

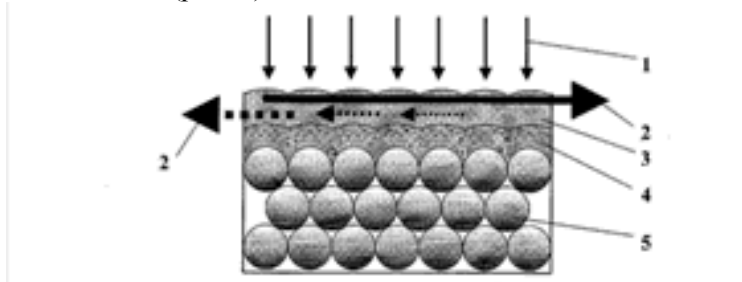


Рис. 1. Лазер с распределенной обратной связью [1]: 1 – УФ-свет, 2- сгенерированное лазерное излучение, 3 – волноводный слой оксида цинка, 4 – диоксид кремния, 5 – опал.

В патенте [2] предложена технология изготовления планарной оптической антенны для оптических интегральных схем, составным элементом которой является двумерная фотоннокристаллическая структура. Авторы работы [3] предложили использовать слой искусственного опала со сформированным на нем методами вакуумного осаждения регулярным массивом наночастиц золота для получения подложек, активных для гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) (рис. 2). В работе [4] предложено использовать опаловую матрицу в качестве подслоя для формирования на нем методом магнетронного распыления

газочувствительного слоя диоксида олова в соответствующем сенсорном устройстве (рис. 3). Авторы работы [5] разработали конструкцию солнечной батареи, одним из основных слоев солнечного элемента которой является фотоннокристаллический слой, расположенный между Si:H слоями (рис. 5).

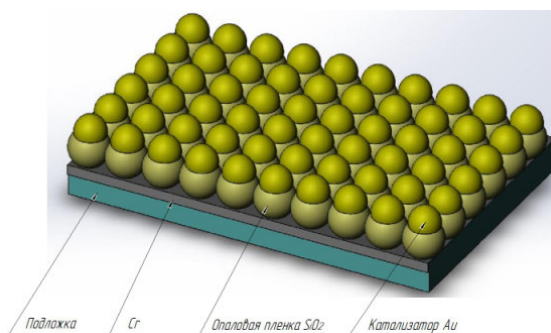


Рис. 2. ГКР-подложка [3].

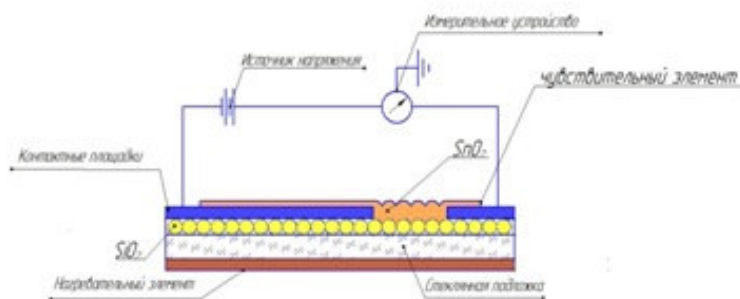


Рис. 3. Газочувствительный элемент [4].

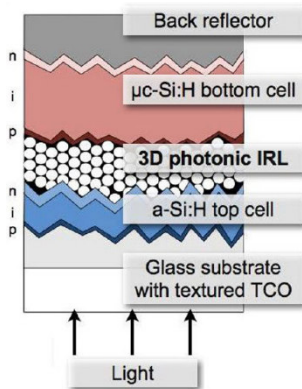


Рис. 4. Солнечный элемент [5].

Для формирования подобных устройств необходимо обеспечить воспроизводимое получение двумерного слоя искусственного опала на поверхности подложки достаточно большой площади. Поскольку для ряда перечисленных выше устройств опаловая матрица играет роль рельефообразующей подложки, желательно иметь возможность варьирования параметрами рельефа. Для решения этих задач был разработан специальный стенд, позволяющий получать опаловые пленки способом вертикального вытягивания подложки из частиц кремнезема, полиметилметакрилата или полистирола. К конструкции стенда предъявлялись следующие требования:

1. Возможность варьирования скоростью вытягивания в интервале от 0,5 мм/мин до 3 мм/мин;
2. Возможность регулировки скорости вытягивания;
3. Компактность конструкции;
4. Наличие системы виброзащиты, минимизирующей внешние воздействия на систему.

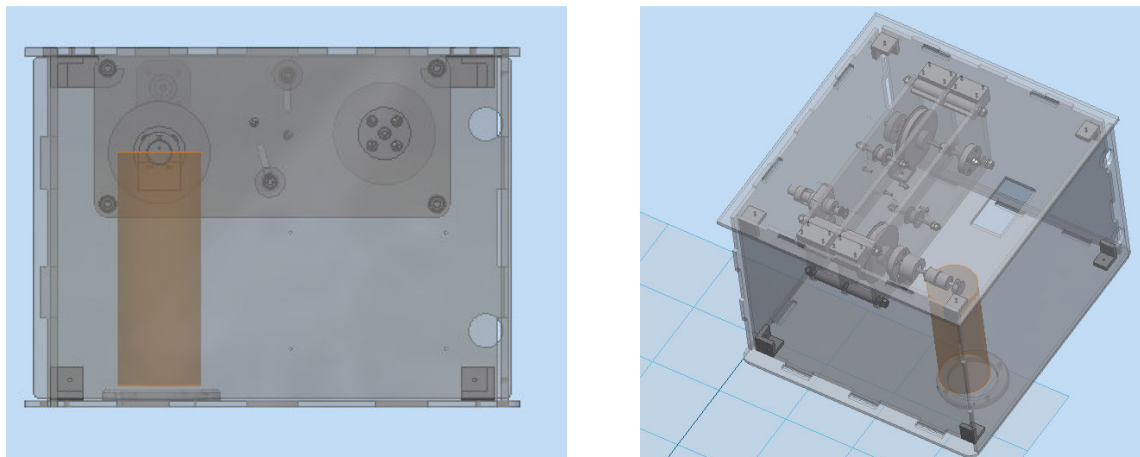


Рис. 5. Общий вид стенда.

Стенд состоит из следующих основных частей: редуктор (рис. 6,7) , система регулировки скорости вытягивания (рис.8) , система виброзащиты (рис. 9).

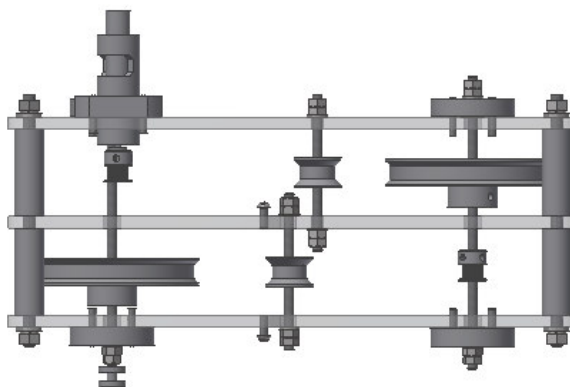


Рис. 6. Модель редуктора. Вид сверху.

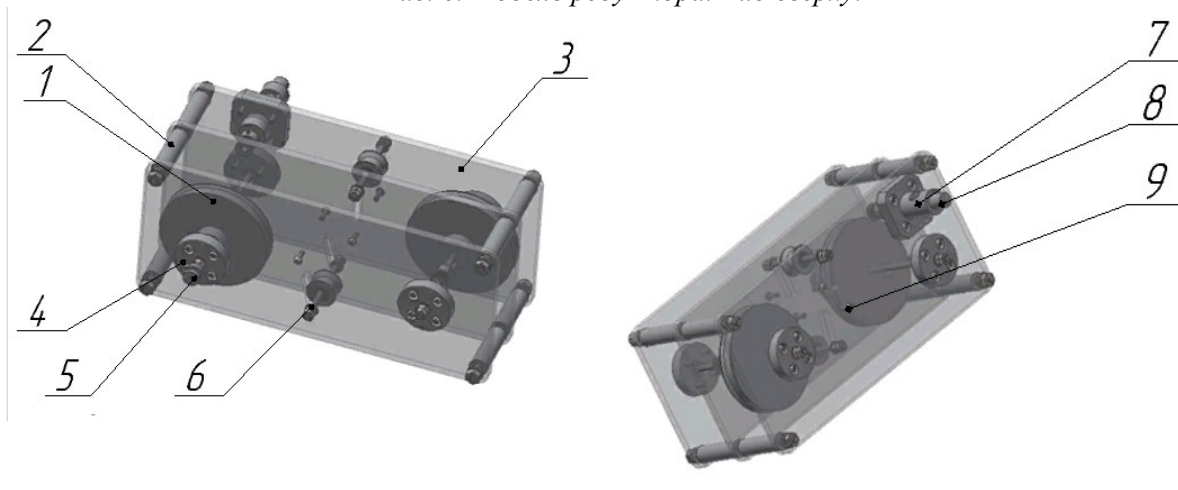


Рис. 7. 3-D модель конструкции редуктора.

Корпус редуктора представляет собой три пластины, выполненные из оргстекла, поз. 3, соединенные между собой шпильками, расположенными в трубках поз. 2. Движение задается от мотор-редуктора поз. 8, который закреплен в стакане поз. 7. На выходном вале мотор – редуктора через втулку крепится малое колесо. Через ремень вращение передается на большое колесо поз. 1. Натяжение ремня осуществляется с помощью вала подтяжки, на котором в жестком корпусе установлены подшипники, поз.6. Натяжение вала осуществляется через дополнительные винты поз. 9. Выходное колесо поз. 5 находится на одном валу с большим

колесом Все детали редуктора, за исключением переходной втулки и выходного колеса, изготовлены методом 3D печати.

Система регулировки скорости вытягивания необходима для изменения параметров формирования опаловых пленок. На выходном валу редуктора размещается энкодер, соединяемый с микроконтроллером. Значение скорости на выходном валу считывается и передается на персональный компьютер (рис.8). В случае несоответствия скорости вращения требуемому значению осуществляется изменение значения питающего напряжения, передаваемого на двигатель редуктора. Регулировка значения питающего напряжения осуществляется с помощью ШИМ – закона от микроконтроллера на двигатель через драйвер.

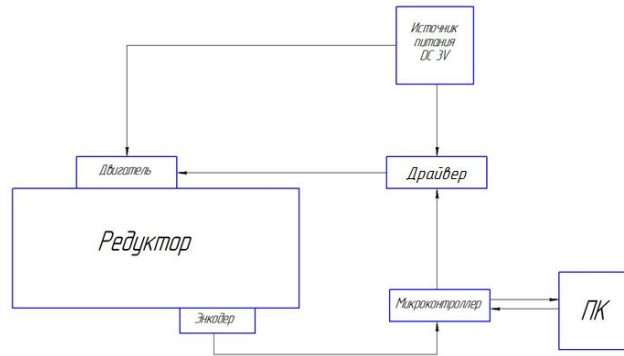


Рис.8. Схема системы регулировки.

Чтобы обеспечить защиту стенда от вибраций была разработана система виброзащиты (рис. 9) состоящая из: коробка (1), 1-ого слоя пенополиуритана (ППУ) (2), массивной пластины (3) и 2-ого слоя ППУ (4).

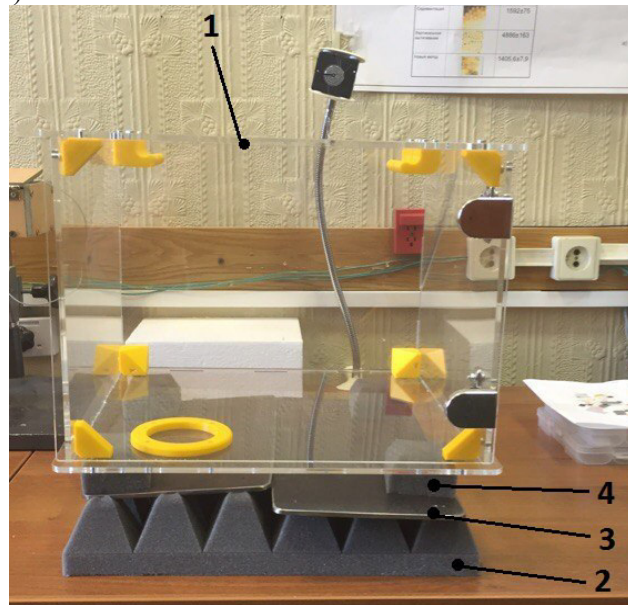


Рис.9. Общий вид виброизолирующей системы.

В качестве демпфирующего материала используется пенополиуритан (ППУ), который имеет структуру пирамидок. Он поглощает энергию вибраций за счет возникновения трения внутри материала. Массивная пластина, расположенная между слоями ППУ, является точкой отсчета корпуса. Все высоко- и средне частотные вибрации гасятся с помощью нижнего слоя ППУ. Для поглощения низкочастотных колебаний используются четыре мягкие опоры, расположенные под корпусом. Сравнение различных вариантов компоновки системы демпфирования подтвердило эффективность предложенного решения (рис. 10).

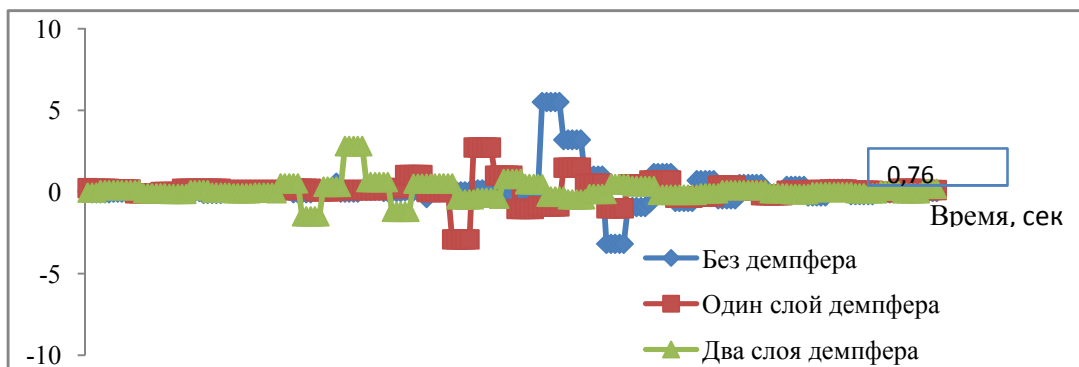


Рис. 10. Результаты экспериментального исследования системы виброзащиты.

Собранный стенд показал свою работоспособность. Так варьирование напряжением приводит к изменению интенсивности отражения - образец, полученный на меньшей скорости вытягивания, имеет большее значение величины отражения спектра. Это обусловлено тем, что при меньшей скорости вытягивания образцы получают образцы с менее развитой поверхностью, как это показано в [4], (рис. 11).

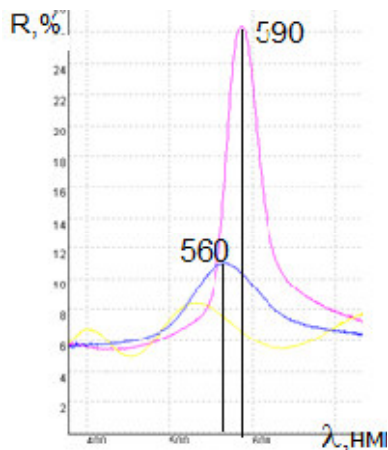


Рис. 11 Спектры отражений опаловых матриц, полученных методом вертикального вытягивания со скоростями вытягивания: $v_1=13$ мкм/с ($\lambda_1=560$ нм), $v_2=25$ мкм/с ($\lambda_2=590$ нм).

В дальнейшем стенд будет использоваться для решения научно-исследовательских задач и в учебном процессе при проведении лабораторных работ.

Литература

1. Баженов А.В. и др. Ультрафиолетовый лазер на основе двумерного фотонного кристалла. Патент № №2378750, от 10.01.10.
2. Вальднер В.О. и др. Устройство оптической антенны для оптических интегральных схем (варианты) и оптическая (фотонная) интегральная схема (варианты). Патент № 2379629, от 07.06.2008.
3. Доброносова А.А., Панфилова Е.В. Исследование образцов опаловых пленок со сформированным на них массивом наночастиц. Вакуумная техника, материалы и технология. Материалы XI Международной научно-технической конференции, М., 2016 – С. 152-157
4. Беседина К.Н. Разработка методов управляемого формирования и исследование тонкопленочных опаловых наноструктур. Дисс. к.т.н. М., 2014 – 153 с.
5. Ralf B. Wehrspohn, Johannes Upping, Thomas Beckers, and Reinhard Carius. 3D photonic crystals for photonmanagement in solar cells. SPIE Newsroom. 0.1117/2.1201111.003878, 2011 – 3p.

Магнетронное нанесение тонких пленок MoS₂ для электроники

*А.И.Беликов, В.Н.Калинин, *С.Д.Карпухин, Ч.З.Пью, А.С.Самарцев*
Москва, МГТУ имени Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
кафедра МТ-11 ("Электронные технологии в машиностроении")
**кафедра МТ-8 ("Материаловедение")*
e-mail: belikov@bmstu.ru

Представлены результаты работ по нанесению тонких пленок дисульфида молибдена методом магнетронного распыления мишени и экспериментальные исследования структурных особенностей пленок, полученных на подложках из кремния и ситалла.

Magnetron sputtering of thin films MoS₂ for electronics. A.I.Belikov, V.N.Kalinin, S.D.Karpukhin, Kyaw Zin Phyoo, A.S.Samartsev. The results of thin films MoS₂ deposition by magnetron sputtering are presented. The structure analysis of thin films MoS₂ on the substrates of silicon and glass-ceramics is given.

ВВЕДЕНИЕ

Поиск новых материалов для перспективных устройств электроники способствовал активизации работ в области получения и исследования текстурированных и поликристаллических тонких пленок на основе дихалькогенидов переходных металлов (ДПМ), обладающих улучшенными электронными свойствами. В частности, проведенные в недавнее время рядом научных коллективов исследования двумерных материалов типа дисульфида молибдена и макетных образцов электронных приборов на их основе продемонстрировали их потенциальные возможности. Например, в пленках MoS₂ толщиной в молекулярный слой возможно достижение величин подвижности носителей заряда от 200 до 500 см²·В⁻¹·с⁻¹, а в полевых транзисторах на их основе была достигнута высокая эффективность переключения, характеризуемая величиной соотношения токов в открытом и закрытом состояниях порядка 10⁸ [1]. Тонкие пленки MoS₂ являются полупроводником с электронным типом проводимости и имеют запрещенную зону шириной от 1.3 до 1.8 эВ, в зависимости от толщины [2]. Ограничения, возникающие вследствие проявления наноэффектов, при дальнейшем уменьшении размеров минимальных элементов интегральных устройств электроники, функционирующей на основе традиционных физических принципов, привели к разработке опытных образцов электронных приборов, в том числе и на основе двумерных материалов. В них, в качестве проводника могут использоваться слои графена, в качестве изолятора – молекулярные листы гексагонального нитрида бора, а в качестве полупроводника – слои дисульфида молибдена. На сегодняшний день уже получены широкий спектр опытных приборов, таких, как логические элементы и полевые транзисторы [1], фототранзисторы [3], транзисторы для гибкой электроники и другие устройства.

В опытных образцах приборов, как правило, используются мономолекулярные листы дисульфида молибдена, полученные «скотч-методом», т.е. механическим отделением слоя от кристалла молибденита. Безусловно, подобная лабораторная технология получения нанотолщинных пленок дисульфидов тугоплавких металлов неприемлема для групповой технологии массового производства на крупноразмерных подложках. Кроме того, поликристаллические тонкие пленки дисульфидов тугоплавких металлов также перспективны и представляют интерес для нанoeлектроники и фотоники. Структурная морфология, количество дефектов и кристаллографическая ориентация наращиваемого материала определяют степень структурного совершенства, оптико-электронные и механические свойства пленок для приборного машиностроения и нанoeлектроники. Поэтому разработка промышленно-ориентированной технологии воспроизводимого формирования текстурированных тонких пленок ДПМ является актуальной задачей. Для получения тонких пленок ДПМ промышленным способом могут использоваться две основные разновидности методов: химического осаждения из паровой фазы (CVD) и физического осаждения в вакууме (PVD) на основе методов ионного распыления, которые позволяют получать пленки MoS₂ с кристаллитами размерами 10-100 мкм [4,5]. PVD-методами получали ДПМ-плёнки таких материалов, как MoS₂ [6], WS₂ [7], WSe₂ [8].

Основным недостатком методов химического осаждения являются высокие температуры процессов. К настоящему времени, было установлено [9], что при нанесении

вакуумными ионно-плазменными методами температура подложки и ее структура влияют на получаемые свойства покрытий на основе MoS₂. При различных температурах T подложки формируются покрытия MoS₂ различной структуры: квазиаморфные (при T<383K) и поликристаллические текстурированные, с преимущественными ориентациями по осям кристаллитов (1010) (при T= 473K-573K и T=773K-923K) и (1120) (при T=673K-773K), перпендикулярным поверхности подложки.

Авторами работы [10] было обнаружено, что пленки начинали расти с ориентацией плоскостей монослоев преимущественно параллельно поверхности подложки. Дифракционный анализ в этих работах показывает, что текстурированные пленки формируются в условиях высокой температуры подложки и низкой скорости осаждения. В работе [11] были проанализированы структурные и электрические свойства тонких пленок дисульфида вольфрама при различных температурах и полученных на разных подложках. Повышение температуры подложки приводит к усилению подвижности осаждающихся атомов, что может быть достигнуто путем частичной ионизации осаждаемой фазы.

В представляемом экспериментальном исследовании в качестве варьируемых факторов были выбраны температура и тип подложки, как наиболее существенные для формирования структуры пленки. Предлагаемая разработка направлена на решение научно-технических задач формирования тонких пленок и слоистых структур MoS₂ на различных подложках. В представляемой работе рассматривается технология получения пленок MoS₂ методом магнетронного осаждения, как возможный метод для крупноразмерных подложек.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Нанесение покрытий осуществлялось с использованием магнетронного распыления мишени дисульфида молибдена на подложки кремния (100) и ситалла при постоянном токе в среде аргона. Для проведения работ по нанесению покрытий использовалась вакуумная технологическая установка, оснащенная автономным источником ионов и сбалансированными магнетронными распылительными системами. Перед нанесением покрытий предварительно выполнялась подготовка поверхности подложек, состоящая из двух этапов. Подложки промывались в ультразвуковой ванне последовательно: в щелочном растворе и в этиловом спирте по две минуты в каждой жидкости, а затем – обрабатывались потоком ионов аргона из автономного источника ионов (АИИ) в едином вакуумном цикле с нанесением, непосредственно перед распылением материала мишени.

Пленки MoS₂ наносили при одинаковых параметрах распыления мишени, на предварительно очищенные подложки кремния и ситалла. В таблице 1 приведены общие параметры процесса нанесения пленок. Варьируемые параметры указаны в таблице 2.

Таблица 1 – Общие параметры процесса нанесения покрытий

Мишень	MoS ₂
Расстояние между подложкой и мишенью	50 мм
Рабочий газ	Ar
Давление	9·10 ⁻³ мбар
Подложка	Si, Ситал
Напряжение разряда, В	650
Сила тока разряда, А	0,1
Время распыления, мин	3

Таблица 2 – Варьируемые параметры процесса нанесения покрытий

Параметр	Образец			
	№ 1. Si	№ 2. Si	№ 3. Ситалл	№ 4. Ситалл
Температура подложки	200 °C	300 °C	200 °C	300 °C

Полученные образцы плёнок MoS₂ на подложках изучали методами оптической микроскопии (оптический микроскоп фирмы Carl Zeiss), растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе "VEGA II" Tescan и атомно-силовой микроскопии (АСМ "Solver-NEXT" компании "NT-MDT"). Образцы покрытий были получены на оборудовании кафедры МТ-11

«Электронные технологии в машиностроении». Аналитические исследования были проведены на оборудовании кафедр МТ-8 «Материаловедение» и МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ имени Н.Э Баумана.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные методом атомно-силовой микроскопии АСМ-профили поверхности исследуемых образцов пленок, сформированных на различных подложках, показаны на рис.1. Определено, что морфология поверхности плёнки сильно зависит от структуры и материала подложки. Сформированная на поверхности подложки кремния пленка состоит из крупноразмерных слоистых образований из множества наслаивающихся друг на друга достаточно крупных зерен (более 20 мкм), каждое из которых, в свою очередь, также состоит из отдельных слоев, наблюдается определенный порядок в расположении структур на поверхности. Пленка на поверхности ситалла менее упорядочена и имеет в своем составе структурные блоки меньшей размерности.

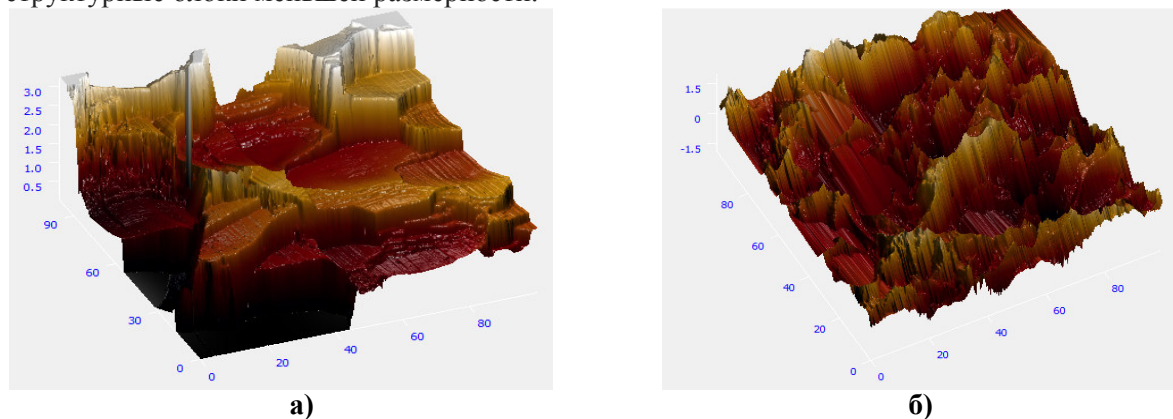


Рис.1. АСМ-изображения пленок MoS_2 , полученных атомно-силовой микроскопией, на подложках $\text{Si}(100)$ (а) и ситалла (б).

При изучении пленок, полученных на кремнии при различных температурах подложки (200 °C и 300 °C), не было выявлено существенного отличия в морфологических особенностях поверхностного строения (рис.2). Наблюдается террасо-подобная слоистая структура с выходом границ плоскостей роста на поры округлой формы. На представленных изображениях, полученных методами РЭМ и АСМ (рис.3б), наблюдаются как слоистые структуры с толщиной плоских образований порядка 30 нм (рис.3в), так и существенно более тонкие, толщиной, ориентировочно, в несколько нанометров (рис.2а), что свидетельствует о послойном механизме роста пленки на кремнии.

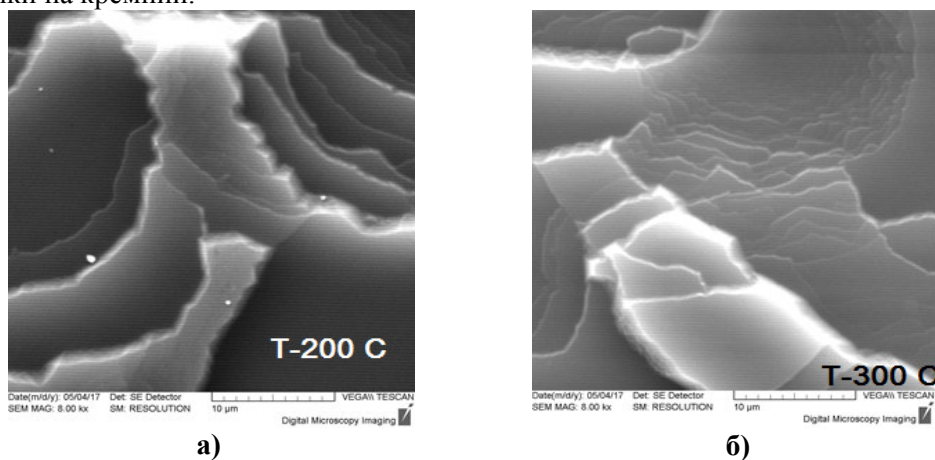


Рис.2. РЭМ-изображения пленок MoS_2 , полученной при различных температурах на подложке кремния: (а) 200 °C и (б) 300 °C.

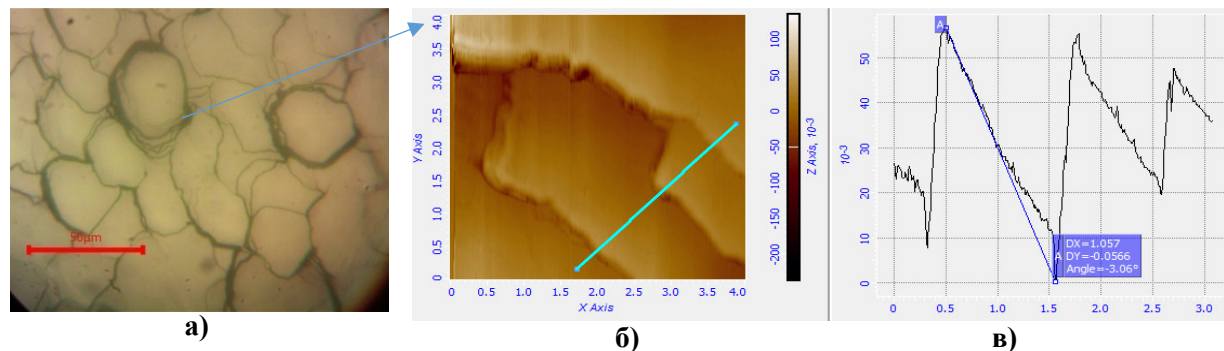


Рис.3. Изображения пленки MoS_2 , полученной на подложке $\text{Si}(100)$ при температуре 200°C . Изображение, полученное на оптическом микроскопе (а). Изображение и профиль поверхности, полученные на атомно-силовом микроскопе: расслоение зерен (б) и профиль ступеньки (в).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, результаты проведенных исследований свидетельствуют о возможной реализации механизма послойного роста дисульфида молибдена на подложках $\text{Si}(100)$ при тех режимах, которые были осуществлены в работе для процесса магнетронного осаждения, с формированием крупнокристаллической структуры на основе планарных зерен с размером в плоскости более $20\ \mu\text{m}$ и толщиной в единицы нанометров. Используемые режимы подогрева подложки (200°C и 300°C) не выявили существенного влияния на формирование морфологии пленок.

Литература

1. B.Radisavljevic , A.Radenovic , J.Brivio , V.Giacometti , A.Kis. Single-layer MoS_2 transistors. – Nature Nanotech. Vol.6, pp.147-150, 2011.
2. Kin Fai Mak, Changgu Lee, James Hone, Jie Shan, Tony F. Heinz. Atomically Thin MoS_2 : A New Direct-Gap Semiconductor. – PHYSICAL REVIEW LETTERS. Vol.105, 136805-pp.1-4, 2010.
3. Z.Yin, H.Li, L.Jiang, Y.Shi, Y.Sun, G.Lu, Q.Zhang, X.Chen, H.Zhang. Single-layer MoS_2 phototransistors. – ACS Nano Vol.6(1), pp.74–80, 2012.
4. Y.C.Lin, W.Zhang, J.K.Huang, K.K.Liu, Y.H.Lee, C.T. Liang, C.W. Chu, L.J. Li, Nanoscale 4 (2012) pp.6637.
5. P.M.Martin. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, William Andrew Publishing, Boston, 2010, pp.1–912.
6. Janguang Tao, Jianwei Chai, Xin Lu, Lai Mun Wong, Ten It Wong, Jisheng Pan, Qihua Xiong, Dongzhi Chi, Shijie Wang. Growth of wafer-scale MoS_2 monolayer by magnetron sputtering. – Nanoscale, 2014.
7. K.Ellmer, R.Mientus, S.Seeger, V.Weiß. Highly (001)-textured WS_{2-x} films prepared by reactive radio frequency magnetron sputtering. – Phys.Stat.Sol. (a)201, No.14 (2004).
8. Farabi Bozheyev, Dennis Friedrich, Man Nie, Mythili Rengachari, Klaus Ellmer. Preparation of highly (001)-oriented photoactive tungsten diselenide (WSe_2) films by an amorphous solid–liquid-crystalline solid (aSLcS) rapid-crystallization process. – Phys. Status Solidi A, 1–7 (2014).
9. Michail V. Nozhenkov. The Ultra-Low Friction of Layer Structures. – Mechanical Engineering Research, Vol. 3, No. 2, 2013.
10. V.Weiss, W.Bohne, J.Röhrich, E.Strub, U.Bloeck, I.Sieber, K.Ellmer, R.Mientus, F.Porsch. Reactive magnetron sputtering of molybdenum sulfide thin films: In situ synchrotron xray diffraction and transmission electron microscopy study.
11. K.Ellmer, C.Stock, K.Diesner, I.Sieber. Deposition of oriented tungsten disulfide (WS_2) films by reactive DC magnetron sputtering from a W-target in $\text{Ar}/\text{H}_2\text{S}$. Journal of Crystal Growth, 182 (1997) pp.389-393.

Наноструктурированные упрочняющие покрытия с неожиданными эффектами

Ю.В. Панфилов
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., 5
e-mail: panfilov@bmstu.ru

Проанализированы публикации по наноструктурированным упрочняющим покрытиям и описаны необычные эффекты, связанные с режимами формирования тонких пленок в вакууме и методами их нанесения.

Nanostructured strengthening coatings with unusual effects. Y.V. Panfilov. A lot of articles on strengthening thin film coatings have been analyzed and unusual effects associated with process formation of nanostructured coatings by different thin film deposition methods are shown.

Анализ публикаций по упрочняющим покрытиям в различных журналах, включая журнал «Упрочняющие технологии и покрытия», показал, что наноструктурированные упрочняющие покрытия занимают достаточно большое место среди средств повышения долговечности деталей машин, стойкости инструмента, антифрикционных и вакуумных характеристик пар трения. В зависимости от метода и режимов нанесения тонкопленочного покрытия меняются упрочняющие эффекты, а, следовательно, и функциональные характеристики покрытия.

Так, магнетронное распыление многокомпонентных мишеней типа TiBSiN, TiBCrN, TiAlCN и др., изготовленных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1], дает возможность получать наноструктурированные упрочняющие покрытия с размером зерен 1 – 4 нм. Эти в основном объясняется то, что такие покрытия обладают уникальными характеристиками: микротвердостью $HV > 50$ ГПа, коррозионной стойкостью < 10 мкм/год в H_2SO_4 , довольно низким коэффициентом трения и т.п.

Нанесение таких покрытий на режущий инструмент дает возможность не только увеличить стойкость резцов, фрез, сверл, метчиков и другого инструмента, но и повысить режимы обработки, например, увеличить величину подачи инструмента и, тем самым, уменьшить время обработки и сократить сроки окупаемости дорогостоящего оборудования (немаловажный фактор при закупке импортных металлорежущих станков).

На рис.1 представлены результаты исследования СВС покрытий, нанесенных на сверла из инструментальной стали Р18 диаметром 4,2 мм, обрабатываемый материала – плита из коррозионно-стойкой стали 12Х18Н10Т толщиной 15 мм [2].

Из графиков на рис. 1 следует, что сверла с покрытиями имеют и более высокую износостойкость (количество просверленных отверстий), и меньшее время сверления плиты толщиной 15 мм из трудно обрабатываемой стали 12Х18Н10Т по сравнению со сверлами без покрытия, а наилучшими характеристиками обладают сверла с покрытиями из TiBSiN. Кроме того, был обнаружен неожиданный эффект, проявившийся в различном виде стружки (рис. 2), причем при сверлении инструментом с покрытием TiBCrN, обладающим наименьшим коэффициентом трения и обеспечивающим наименьшее время сверления (см. рис. 1), стружка имеет наименьшее количество витков – сверло входит в сталь «как в масло».

Еще один неожиданный упрочняющий эффект был обнаружен после осаждения алмазоподобных наноструктурированных тонкопленочных покрытий из сепарированной плазмы дугового разряда с графитовой мишенью [3]. При исследовании фрикционных характеристик покрытий на специальном стенде не удалось довести покрытия до полного износа, т.к. они оказались более твердыми и износостойкими, чем индентор (закаленный шарик). На нижних фотографиях рис.3 видно, что после удаления продуктов износа (фото справа) дорожки трения (фото слева) не осталось, т.к. продукты износа принадлежали индентору.



Рис. 1 Экспериментальная зависимость времени сверления от количества просверленных отверстий и материала покрытия при одинаковой нагрузке на сверло.

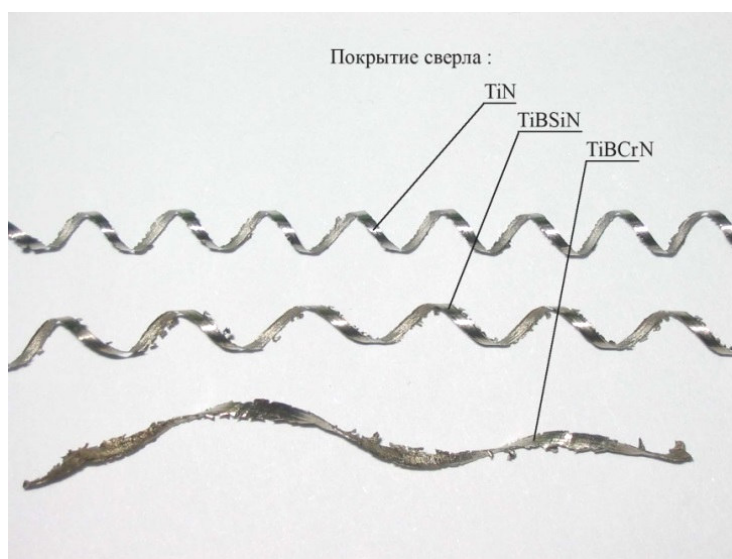


Рис. 2 Вид стружки после сверления инструментом с различными покрытиями.

Нанесение такой пленки на мелкогабаритный инструмент, также, дало неожиданный упрочняющий эффект: сплошная алмазоподобная углеродная пленка повышает не только стойкость инструмента, но и увеличивает изгибную жесткость сверл диаметром 50 – 300 мкм, предназначенных для сверления отверстий в печатных платах (ПП) [3].

Увеличение изгибной жесткости сверл дало возможность повысить точность сверления отверстий в ПП. Причиной изгиба сверла в процессе микрообработки является радиальная сила, обусловленная существенной в масштабах сверла неоднородностью обрабатываемого материала диэлектрического слоя ПП, содержащего армирующие нити из стекловолокна и эпоксидное связующее.

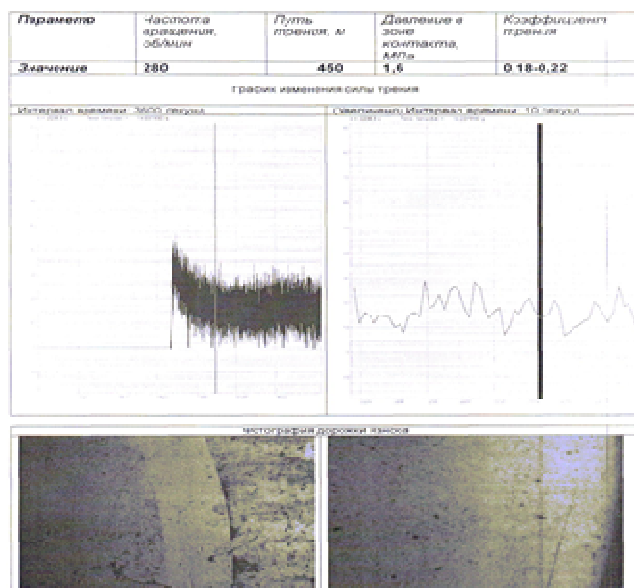


Рис. 3 Результаты исследования фрикционных характеристик углеродного алмазоподобного покрытия.

Полученные результаты продемонстрировали, что изгибная жесткость сверла диаметра 0,105 мм с алмазоподобными покрытиями на 21,6% превысила жесткость сверла без покрытия. За счет крайне малой жесткости микроразмерных сверл наименьших диаметров относительный вклад упрочняющего покрытия может быть весьма значительным (рис. 4).

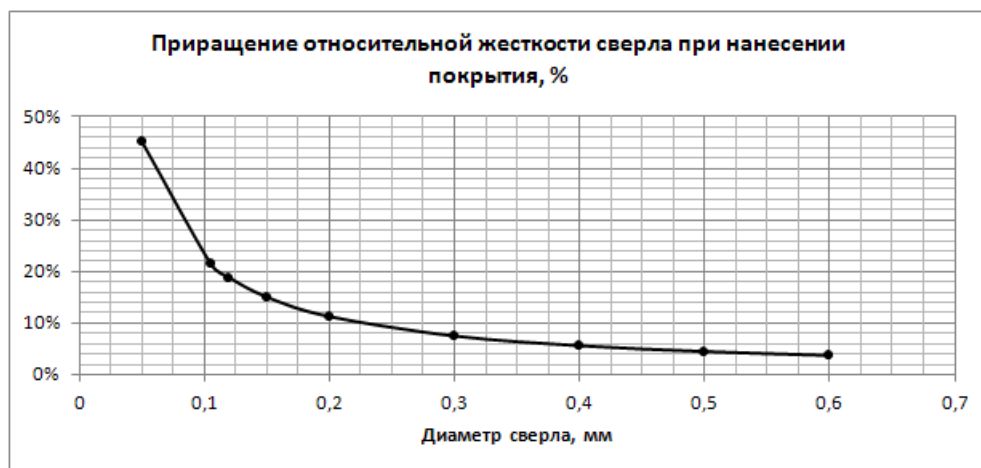


Рис. 4 Относительное приращение изгибной жесткости сверл различного диаметра с упрочняющим покрытием.

Исходя из полученных результатов можно предположить, что при сверлении микроразмерных отверстий в ПП сверлами с упрочняющим покрытием случайная погрешность, обусловленная уводом оси сверла, снизится пропорционально величине относительного приращения изгибной жесткости сверла. В частности, для сверл диаметра, 0,30 мм уменьшение среднеквадратического отклонения величины смещения координаты центра отверстия при сверлении сверлами с покрытием на 28,9% или 6,5 мкм, чем при сверлении обычными сверлами (рис. 5).

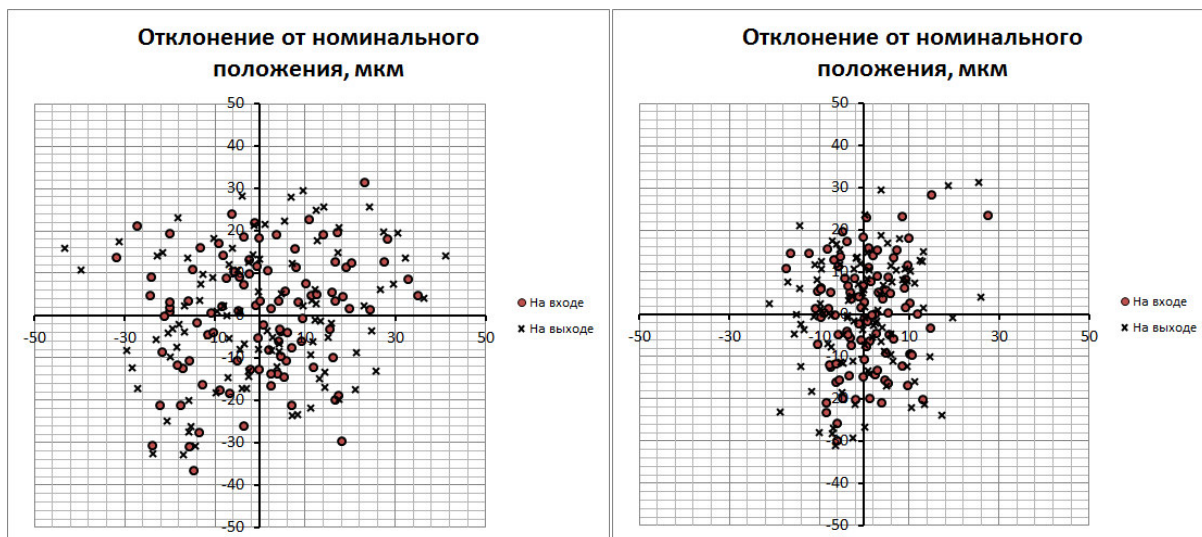


Рис. 5 Величина отклонения координаты центра отверстия от номинального положения диаметр сверла – 0,30 мм: а) сверло без покрытия, б) сверло с покрытием.

Эффект сверхнизкого трения был получен на антифрикционном тонкопленочном покрытии состава MoS_2D_x (где D – легирующий элемент) при нормальных условиях на воздухе путем магнетронного распыления двух мишеней из MoS_2 и Ga [4]. По сравнению с коэффициентами сухого трения скольжения ($f = 0,7 - 0,9$) двух металлических поверхностей и трения скольжения твердых антифрикционных материалов ($f = 0,1 - 0,2$) коэффициент трения скольжения покрытия MoS_2D_x составляет очень маленькую величину $f = 0,001 - 0,0001$.

Разработана модель, объясняющая механизм антифрикционного действия покрытий состава MoS_2D_x , имеющих сверхнизкие коэффициенты трения при триботехнических испытаниях в нормальных условиях на воздухе – легирующий элемент уменьшает трение скольжения между слоями слоистой структуры дисульфида молибдена. На рис.6 приведена зависимость коэффициента трения скольжения от длительности испытаний покрытий MoS_2 (1) и MoS_2D_x (2), нанесенных высокочастотным катодным распылением. Испытания по схеме диск-сфера проводились на воздухе при нормальных условиях.

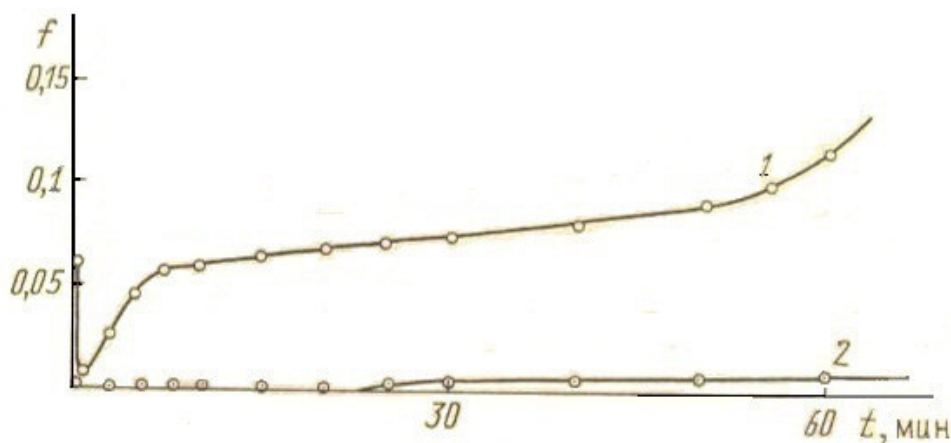


Рис. 6 Зависимость коэффициента трения скольжения от длительности испытаний двух типов покрытий: 1 – MoS_2 , 2 – MoS_2D_x .

Кроме сверхнизкого трения тонкопленочные покрытия из MoS_2 , нанесенные ионно-плазменным методом (ИПН), имеют хорошие вакуумные характеристики [5] – спектр

выделения газов из покрытия, вплоть до температуры 773 К не содержит сернистых соединений по сравнению с твердосмазочным покрытием «Димолит-4» (рис. 7).

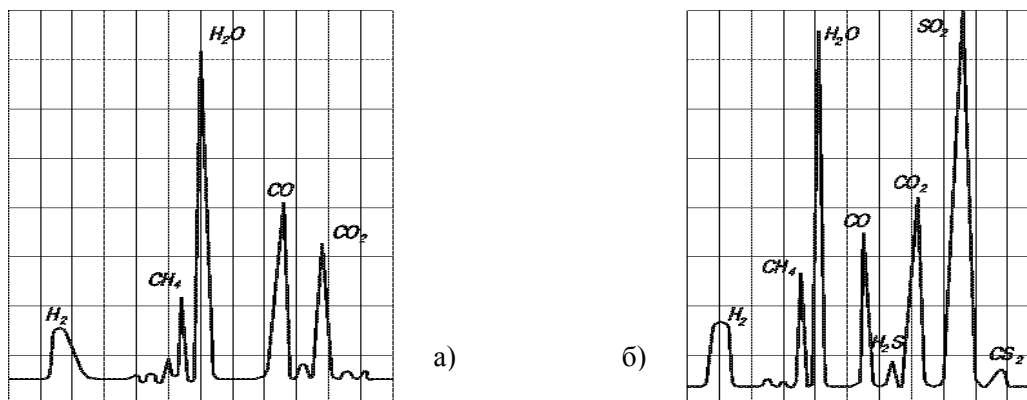


Рис. 7 Спектр газовой выделения покрытий на основе MoS_2 : а) ИПН MoS_2 , $T=773 \text{ K}$, $t=1 \text{ час}$; б) Димолит-4, $T=623 \text{ K}$, $t=1 \text{ час}$.

Заключение

Метод и режимы нанесения тонкопленочного покрытия в вакууме определяют энергомассоперенос материала покрытия, его структурные и функциональные характеристики, а также необычные упрочняющие эффекты, описанные в данной статье. Управляемый энергомассоперенос и наноструктура покрытия обеспечивают одновременно сверхвысокую твердость и пластичность, низкий и сверхнизкий коэффициент трения скольжения, высокую износостойкость и повышенную жесткость малоразмерного инструмента.

Для обработки резанием труднообрабатываемых материалов – специальных сталей и сплавов, титана, керамики, стекла и других материалов – необходимо подбирать или материал упрочняющего покрытия, например, сверхтвердый TiBSiN (HV до 70 ГПа) или твердый и «скользящий» TiBCrN , или структуру покрытия, например, полученный из сепарированной плазмы дугового разряда алмазоподобный углерод.

Для механизмов и устройств сверхточных перемещений рекомендуется использовать покрытие MoS_2D_x с эффектом аномально низкого трения (коэффициент трения скольжения менее 0,001). Причем такие покрытия могут работать как в атмосфере, так и в высоком и сверхвысоком вакууме – при их нагреве до температуры 773 К в спектре газовой выделений отсутствуют сернистые соединения.

Тонкопленочные покрытия, нанесенные на малоразмерные сверла диаметром менее 0,3 мм, увеличивают их изгибную жесткость на 10 – 45 %, что способствует повышению точности обработки печатных плат.

Литература

1. Новые материалы. Колл. авторов. Под научной редакцией Ю.С. Карабасова. – М.: МИСИС. – 2002 – 736 с.
2. Levashov E.A., Shtansky D.V., Panfilov Y.V. Multi-component nanostructure thin film wear-resistant coatings / 7th International Conference on Nanostructured Materials, June 20-24, 2004 Viesbaden/ Germany, P. 35.
3. Литвак Ю.Н., Панфилов Ю.В. Применение упрочняющих покрытий для повышения точности микроразмерного сверления печатных плат / Упрочняющие технологии и покрытия, №1, 2016, С. 3 – 7.
4. Ноженков М.В. О слабых взаимодействиях частиц в твердых телах. Наноинженерия, №3(9), 2012, С.41 – 47.
5. Вакуумная техника: справочник / Под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009, 590 с.

Получение тонких пленок TiN и nACo® на кремнии и исследование их свойств

С.А. Дубинин, Д.А. Баклыков, С.В. Сидорова, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им.Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5
e-mail: serjio047@gmail.com

Статья кратко описывает методы получения покрытий TiN и nACo® и оборудование, позволяющее получить данные покрытия дуговым методом осаждения пленок. Проведены эксперименты по нанесению этих покрытий, измерены значения твердости и толщины пленок для каждого образца и сделаны выводы о влиянии толщины покрытия на твердость.

Obtaining of TiN and nACo® thin films on silicon and investigation of their properties. S.A. Dubinin, D.A. Balykov, S.V. Sidorova, K.M. Moiseev. The article briefly describes methods of forming TiN and nACo® coatings and equipment that allows one to obtain this coating by arc deposition of films. Experiments to obtain these coatings were carried out, the values of hardness and film thickness for each sample were measured and conclusions were drawn about the effect of the thin film thickness on hardness.

Введение

Нитрид титана – покрытие общего назначения, является одним из наиболее распространенных износостойких покрытий в мире. Покрытие TiN увеличивает стойкость инструмента для обработки резанием, давлением в 2–3 раза. Это покрытие применяется также для литейных форм (например, в качестве покрытия тигля для бескислородной плавки металлов) и снижения трения в деталях машин. Помимо этого, нитрид титана применяется в сфере микроэлектроники в качестве диффузионного барьера. Покрытие TiN имеет золотисто-желтый цвет и поэтому широко применяется в декоративных целях.

Нанокompозитная структура nACo® на базе Ti и Al представляет собой нанокристаллические зерна материала покрытия, внедренные в аморфную матрицу. Нанокompозитное покрытие обладает очень высокой твердостью. Уникальность материала заключается в том, что с увеличением твердости одновременно увеличивается и эластичность покрытия, хотя эти два параметра обычно являются взаимно исключающими. В результате покрытие одинаково хорошо работает и при высокопроизводительной обработке, и в обычных условиях.

Обзор методов получения покрытий TiN и nACo®

Существует большое количество методов получения тонких пленок в вакууме. Рассмотрим те методы, с помощью которых возможно получить пленки нитрида титана и нанокompозитные покрытия.

1) Метод осаждения тонких пленок в вакууме ионным распылением. Сущность метода заключается в выбивании (распылении) атомов вещества из поверхностных слоев мишени высокоэнергетичными ионами рабочего газа (обычно инертного Ar). Ионы образуются в газовом разряде при давлении $P_{p.r.} = 10^{-5} \cdot 10^{-2}$ Па и ускоряются до энергии 0,7–5 кэВ вследствие приложения к мишени отрицательного потенциала в 0,7–5 кВ. Распыленные из мишени атомы осаждаются в виде тонкой пленки на поверхности подложки [1].

Достоинствами метода осаждения тонких пленок ионным распылением являются универсальность (можно наносить металлы, сплавы, диэлектрики, магнитные композиции), регулируемая скорость осаждения V_0 и относительно простая конструкция. К недостаткам относятся не высокая чистота осаждаемой пленки (из-за наличия рабочего газа), низкая и нерегулируемая энергия осаждаемых частиц E .

2) Метод осаждения тонких пленок путем испарения вещества взрывом. Сущность метода заключается в осаждении пленок при импульсном воздействии на него лазерного излучения или электронного пучка. Продукты взрыва с большой скоростью (энергия частиц E

составляет 1–10 эВ) переносятся к подложке (детали) и конденсируются на ее поверхности в виде тонкой пленки [1].

Достоинством метода является высокая скорость осаждения V_0 и хорошая адгезия тонкопленочного покрытия, однако его применение ограничено сложностью реализации и большой неравномерностью толщины пленки.

3) Метод осаждения тонких пленок дуговым разрядом. Сущность метода заключается в эрозии вещества в сильноточных дуговых разрядах, образовании ионизированной паровой фазы (20–100 % ионов), переносе ее с большой скоростью (энергия частиц E - до 10 эВ) и конденсации на поверхности подложки [1].

К достоинствам метода осаждения тонких пленок дуговым разрядом в вакууме относятся: практически неограниченная электрическая мощность; высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц $K_{и}$; возможность получения пленок сплавов, окислов, нитритов, карбидов и т.п., причем, как путем использования мишеней из этих материалов, так и реактивным методом; отсутствие необходимости в дополнительном газе для ионизации; скорость осаждения V_0 - максимально возможная (ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации). Недостатками являются наличие в потоке осаждаемого вещества капельной фазы, нерегулируемая энергия частиц E и относительная сложность конструкции дуговых источников.

Исходя из проведенного обзора методов нанесения покрытий в вакууме и требований к ним, делаем вывод, что для наших исследований наиболее подходящим является метод осаждения покрытий дуговым разрядом. Этот метод является наиболее подходящим из-за следующих преимуществ:

- Практически неограниченная электрическая мощность.
- Высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц $K_{и}$.
- Возможность получения пленок сплавов, окислов, нитритов, карбидов и т.п.
- Скорость осаждения V_0 - максимально возможная (ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации).

Однако, этот метод имеет недостатки:

- Наличие в потоке осаждаемого вещества капельной фазы.
- Нерегулируемая энергия частиц E .
- Относительная сложность конструкции дуговых источников.

Данный метод возможно реализовать на установке Platit $\pi 80$. Одним из главных преимуществ данной установки, по заявлению завода-изготовителя и исходя из шероховатости получаемых покрытий, является наименьшая капельная фаза (практически ее отсутствие), что позволяет получать более однородные покрытия данным методом.

Описание установки Platit $\pi 80$

Установка PLATIT $\pi 80$ предназначена для нанесения покрытий при помощи метода дугового испарения, который, в основном, применяется для нанесения упрочняющих и износостойких покрытий на инструментальные и быстрорежущие стали, а также твердые сплавы. Материалы наносимых покрытий: TiN, SuperTiN, UniversAl[®], TiAlN, TiCN, Ti2N, AlTiN, AlTiN, ZrN, CrN, CrTiN, AlCrN, TIALCN, CROMVIC[®], GRADVIC[®], nACo[®], nACRo[®], nACVlc[®] [2].

Установка (рис. 1) представляет собой единую конструкцию, все элементы которой собраны на раме.



Рис. 1. Основные элементы: 1 – вакуумная камера, 2 – катод с крышкой, 3 – компрессор, 4 – подвод воды, 5 – форвакуумный пластинчато-роторный насос, 6 – баллоны с газом (Ar , N_2), 7 – монитор, клавиатура оператора, 8 – вентилятор бокового канала, 9 – кнопка экстренного отключения.

Камера (рис. 2) установки имеет коробчатую форму с фронтальной дверью на петлях. В камере расположена карусель, осуществляющая планетарное вращение образцов. Имеющаяся система нагрева обеспечивает необходимую температуру в процессе нанесения (до $550\text{ }^{\circ}\text{C}$). Осаждение покрытий осуществляется двумя цилиндрическими дуговыми испарителями, оснащенными заслонками. Управление установкой происходит посредством системы управления в полностью автоматическом или ручном режимах.



Рис. 2. Внутренние элементы камеры: 1 – нагреватель, 2 – карусель, 3 – держатель храповиков, 4 – система охлаждения катода, 5 – ударник, 6а – катод 1, 6б – катод 2, 7 – приводы заслонки.

Проведение исследований и обсуждение результатов

Нанесение покрытий производили на кремниевые подложки размером 20x20 мм. Перед каждым таким процессом производилась очистка камеры и образца, необходимая для получения качественного результата. Параметры технологического процесса приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры процесса

Параметр\Материал	nACo®		TiN	
	Толщина пленки, мкм	0,75	1,1	0,125
Загрузка подложек, мин	1			
Создание рабочего вакуума (10 ⁻¹ Па), мин	15			
Рабочая температура внутри камеры, °С	475	475	450	450
Нагрев до рабочей температуры, мин	27	27	25	25
Очистка подложек ионным травлением, мин	5			
Очистка мишеней (катодов), мин	5			
Нанесение покрытия, мин	30	50	15	45
Охлаждение вакуумной камеры(40 °С) , мин	45			
Разгерметизация камеры и выгрузка образца, мин	7			

Измерение твердости проводили на микротвердомере ПМТ-3М методом вдавливания в испытуемый материал алмазного наконечника Виккерса. Однако этот метод имеет ограничения, определяемые толщиной покрытия. Покрытие должно быть не менее чем в 10 раз толще глубины отпечатка. В связи с этим применяли способ определения твердости покрытий согласно патенту [4]. Сущность предлагаемого способа: определяют толщину покрытия, измеряют твердость материала основы по известному методу измерения твердости, измеряют твердость композиции (основы с покрытием), для чего прикладывают нагрузку, продавливают покрытие, измеряют диагональ отпечатка (рис. 3) и рассчитывают твердость. Далее рассчитывают твердость покрытия по формуле:

$$HV_{\text{пок}} = \frac{HV_{\text{ком}} - (1-n)HV_{\text{пок}}}{n}, \text{ где } n = \frac{h_{\text{пок}}}{0,14d}$$

$h_{\text{пок}}$ – толщина покрытия, d – диагональ отпечатка,

$HV_{\text{ком}}, HV_{\text{пок}}, HV_{\text{осн}}$ – соответственно, твердость композиции, покрытия и основы.

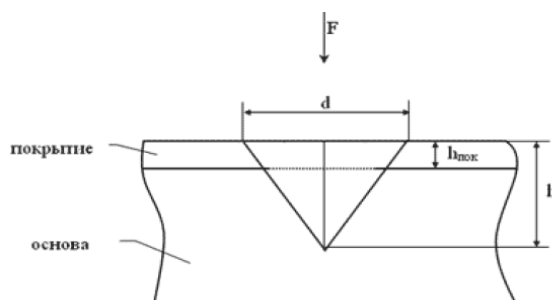


Рис. 3. Схема деформации композиции.

Измерение толщины покрытия проводили с помощью портативного измерителя шероховатости TR220. В таблице 2 приведены средние значения результатов измерений толщины и твердости [5].

Таблица 2. Результаты измерений

Материал	Толщина, мкм	Твердость, HV
nACo®	0,75	1584
nACo®	1,1	2234
TiN	0,125	4810
TiN	1,05	1741

На основании полученных результатов измерений можно сделать вывод о том, что единой зависимости между толщиной пленки и твердостью не обнаружено – она не одинакова для разных материалов, что также подтверждается работой других авторов [3, 4]. Также сделано предположение, что в рамках проведенного эксперимента, помимо погрешности измерения, весомый вклад внес способ определения твердости покрытий по патенту [4].

В ходе данной работы проведен обзор методов получения покрытий TiNi pAlCo®, установки PLATIT π80, реализуемого на ней метода дугового испарения, и некоторых ее особенностей. Нанесены и исследованы покрытия TiN и pAlCo® на подложки из кремния.

В дальнейшем планируется продолжение исследования покрытий различных материалов, получаемых на установке, и поиск подходящих режимов нанесения пленок с точки зрения требований по твердости, шероховатости, адгезии, толщине покрытий.

Литература

1. Панфилов Ю. В. Нанесение тонких пленок в вакууме // Технологии в электронной промышленности. 2007. № 3. С. 76–80.
2. Руководство по эксплуатации Platitπ80, 2003-2011.
3. Быков Ю. А., Карпучин С. Д., Бойченко М. К., Чепцов В. О. Способ определения твердости покрытия: пат. 2222801 Российская Федерация. 2004.
4. Усеинов А., Кравчук К., Масленников И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия Сер. Контроль и измерение. 2013. № 7. С. 48–56.
5. Дубинин С. А., Баклыков Д. А. Формирование тонкопленочных покрытий на установке PLATIT π80. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 4 – 7 апреля, 2017, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2017.– № гос. регистрации 0321701287.– URL: studvesna.ru?go=articles&id=1896 (дата обращения: 30.05.2017).

Получение металлических пленок различной структуры на установке УВН-1М

М.А. Пронин, С.В. Сидорова, Ю.В. Панфилов
МГТУ им Н. Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, д.5
e-mail: mr.mikle2207@mail.ru

Рассмотрены и проанализированы варианты конструкции рабочей вакуумной камеры для лабораторной малогабаритной установки. Проведен обзор получения тонкопленочных покрытий разной структуры и различными методами вакуумного нанесения. Приведены рекомендации по выбору режимов формирования тонкопленочных покрытий различной структуры.

Obtaining of metal films of different structures on the UNV-1M set-up. M.A. Pronin, S.V.Sidorova, Yu.V. Panfilov. The vacuum chambers design options for laboratory equipment are viewed and analyzed. A review of thin-film coatings of different structures and different methods of vacuum application is presented. Recommendations for choosing modes of thin-film coatings formation of various structures are given.

Введение

Тонкопленочное покрытие или тонкая плёнка—слой материала, толщина которого находится в диапазоне от долей нанометра (моноатомного слоя) до нескольких микрометров [1]. Область применения в зависимости от материала тонкой пленки распространяется от микроэлектроники, оптики, машиностроения до биологии, медицины и декоративных целей [2].

Структура тонкопленочного покрытия определяет его свойства, а возможность получать заданную структуру покрытия обеспечит необходимые потребительские свойства: светопотери для лазерных зеркал, прочность для *микроэлектромеханических (МЭМС) устройств*, проводящие свойства для структур с *высокотемпературной сверхпроводимостью (ВТСП-структуры)* и для интегральной электроники [3].

Для получения пленки заданной структуры необходимо знать зависимость структуры пленки от режимов ее нанесения. Однако, существующие модели роста пленки не позволяют получить универсальную зависимость. Необходимо иметь зависимость структуры пленки от параметров технологического процесса, которыми можно варьировать непосредственно во время нанесения пленки. К таким параметрам относятся скорость осаждения пленкообразующих атомов или молекул, их энергия и температура подложки. Температура подложки задает величину поверхностной энергии, а, следовательно, длину диффузии адатомов по поверхности подложки и коэффициент аккомодации частиц. Увеличение температуры подложки способствует очистке ее поверхности за счет десорбции примеси, активизирует процесс осаждения атомов в позициях, сопряженных с кристаллической решеткой подложки, приводит к увеличению поверхностной и объемной диффузии, способствующей сглаживанию несоответствия, которое возникает при росте соседних зародышей [4].

На кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н. Э. Баумана была сконструирована, а затем модернизирована установка вакуумного нанесения типа УВН-1М [1], которая предназначена для исследовательских работ в области технологии нанесения тонких пленок в вакууме.

Лабораторное оборудование для получения тонкопленочных покрытий в вакууме

Вакуумная установка модульного типа, представленная на рис.1, создана по прототипу установки вакуумного нанесения типа УВН-1 [5] и предназначена для исследовательских работ в области технологии нанесения тонких пленок в вакууме.

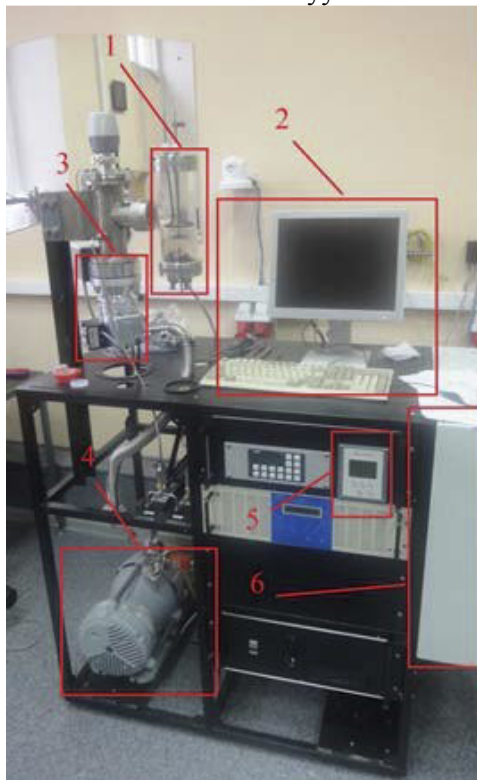


Рис. 1. Общий вид установки: 1 – камера, 2 – центральный контроллер (ПК), 3 – турбомолекулярный насос (EdwardsEXT75D с затвором-бабочкой (VATSer.15)), 4 – спиральный форвакуумный насос (EdwardsnXDS10), 5 – контроллер ТМН, 6 – шкаф энергообеспечения.

Недостатком данной конструкции является то, что возникает необходимость модернизации технологических фланцев под существующие технологические модули; силы, приходящиеся на переходное соединение, будут растягивать соединение и возможно натекание в камеру. Преимуществом данной камеры является большой внутренний объем камеры, что позволит проводить эксперименты с габаритными образцами; дополнительный фланец позволит расширить функционал установки.

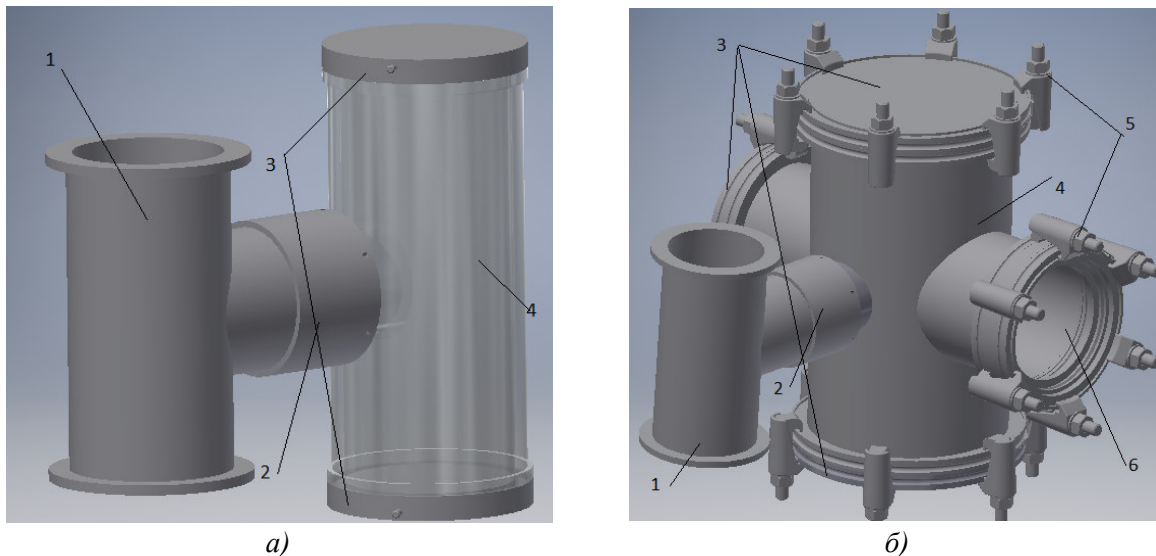


Рис. 2. D-модели Т-образной камеры из кварцевого стекла (а) и камеры в форме «крест» из стали 12Х18Н10Т (б):

1 – промежуточная камера; 2 – переходник; 3 – фланец; 4 – рабочая камера; 5 – трубины; 6 – смотровое окно.

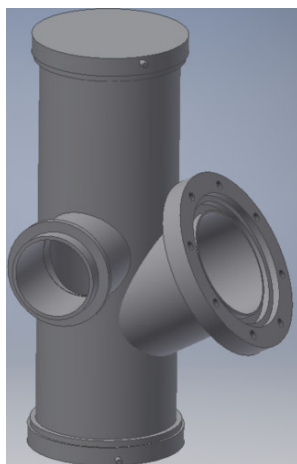


Рис. 3. D-модель Т-образной рабочей камеры из стали 12Х18Н10Т.

Для анализа всех рассмотренных вариантов исполнений камер для установки УВН-1М, в таблице приведены преимущества и недостатки.

На основе проведенного анализа (таблица 1) можно сделать вывод, что вариант камеры из стали 12Х18Н10Т Т-образной формы является более предпочтительным, так как стоимость такой камеры низкая, при этом нет необходимости переделывать технологические модули.

поликристаллическая, аморфная (рентгеноаморфная). Если указана структура пленки, то она стоит первой в подписи, вторым приведен метод нанесения.

На основе данных зависимостей и технических параметров установки можно сделать вывод, что на установке УВН-1М можно получать пленки преимущественно рентгеноаморфной структуры для методов термического испарения и магнетронного распыления. Получение монокристаллической и поликристаллической структуры не представляется возможным, так как нагрев подложки свыше 600 К сложно реализуемо на данной установке. Например, на установке УВН-1М можно получать пленки оксида индий-олова рентгеноаморфной структуры, или аморфно-кристаллическую пленку теллурида висмута.

В дальнейшем планируется составление более подробной карты для возможностей установки УВН-1М и не только, в которой будут отражены дополнительные технологические режимы.

Литература

1. Химическая энциклопедия. — М.: Большая Российская энциклопедия. С. 607–608.
2. Панфилов Ю.В. «Электронные, ионные и плазменные технологии». М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2009.
3. A. C. Zettlemoyer «Structure and Properties of Thin Films. J. Am. Chem. Soc.» 82 (16), pp 4440–4440, 1960.
4. Технология тонких пленок (справочник). Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко, Т. 2. М., «Сов. радио», 1977, 768 с.
5. Сидорова С. В., Чабанов А. А. Вакуумная установка модульного типа для исследования процессов формирования тонкопленочных наноструктур // Сб. трудов 1 Всеросс. школы-семинара студентов, аспирантов и молодых ученых по напр. «Наноинженерия». М.: Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2008. С. 96–100.

Исследование поверхности модифицированных в плазме трековых мембран методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии

*В.А. Алтынов, Л.И. Кравец, *А.Б. Гильман*

Дубна, Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова, 141980 ул. Жолио-Кюри, 6

**Москва, Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова Российской академии наук, 117393 ул. Профсоюзная, 70
e-mail: altynov@cv.jinr.ru*

Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследована химическая структура наноразмерных слоев политетрафторэтилена, осажденных на поверхности трековых мембран из полиэтилентерефталата и полипропилена путем магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования полимера в вакууме.

Investigation of the surface of the track membranes modified by plasma using the X-ray photoelectron spectroscopy. V.A. Altynov, L.I. Kravets, A.B. Gilman. The chemical structure of nanoscale layers of polytetrafluoroethylene films deposited on the surface of track membranes from poly(ethylene terephthalate) and polypropylene by and electron-beam dispersion of the polymer in vacuum has been studied by magnetron sputtering and 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

контактные 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 такими 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. При ионизации основных уровней элементов мягким рентгеновским излучением (AlK α или MgK α) кинетическая энергия выбитых электронов составляет 1 кэВ, а свободный пробег – порядка 10 Å.

В настоящей работе с помощью метода РФЭС исследованы поверхностные свойства и химический состав композитных мембран, образующихся при осаждении на поверхности трековых мембран (ТМ) из полиэтилентерефталата (ПЭТФ) и полипропилена (ПП) наноразмерных пленок полимера, полученных электронно-лучевым диспергированием в вакууме и высокочастотным магнетронным распылением политетрафторэтилена (ПТФЭ).

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 95 нм, изготовленную на основе пленки Лавсан (Россия) толщиной 10.0 мкм по методике, описанной в работе. Для получения мембраны пленку облучали ускоренными на циклотроне ионами криптона (энергия ~ 3 МэВ/нуклон). Флюенс ионов составлял $1.3 \cdot 10^9$ см $^{-2}$. Химическое травление облученной пленки для получения сквозных пор проводили при температуре 75°C в водном растворе гидроксида натрия с концентрацией 1 моль/л, по методике [2]. Для получения ПП ТМ с эффективным диаметром пор 300 нм использовали ПП пленку Toyoufan T2372 производства фирмы “Тогау” (Япония) с номинальной толщиной 10.0 мкм, которую предварительно облучали ускоренными на циклотроне ионами ксенона (энергия ~ 1 МэВ/нуклон) с флюенсом ионов 10^8 см $^{-2}$. Химическое травление облученной пленки для получения сквозных пор проводили при температуре 80°C в водном растворе хромового ангидрида с концентрацией 1000 г/л согласно методике, описанной в [3].

Наноразмерные слои ПТФЭ на поверхность мембран наносили осаждением из активной газовой фазы с помощью методов электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) и ВЧ магнетронного распыления (ВЧ МР) полимера в вакууме. В качестве мишени использовали пластину ПТФЭ толщиной 10 мм и диаметром 35 мм (ОАО “Пластполимер”, Санкт-Петербург). При осаждении пленки ПТФЭ методом ВЧ МР рабочим газом служил аргон, скорость потока которого составляла 100 см 3 /мин. Предварительное вакуумирование рабочей камеры проводили до давления $\sim 10^{-2}$ Па, рабочее давление аргона составляло $6.8 \cdot 10^{-1}$ Па, мощность разряда 50 Вт, и скорость нанесения покрытия из ПТФЭ в этих условиях – 6 нм/мин. Время проведения процесса варьировали. Схема установки и методика нанесения подробно описаны в работе [4]. При осаждении покрытия методом ЭЛД в качестве источника электронов использовали электронно-лучевую пушку с катодом прямого накала, позволяющую формировать пучки с плотностью тока 5–100 А/м 2 , энергией частиц 0.5–2 кэВ и площадью сечения $(5–10) \cdot 10^{-4}$ м 2 . Начальное давление остаточных газов в вакуумной камере составляло $\sim 10^{-3}$ Па, температура поверхности подложки ~ 300 К, ток эмиссии 60 мА, энергия электронов – 1.2 кэВ. Скорость осаждения покрытия ПТФЭ составляла 10 нм/мин, время проведения процесса диспергирования варьировали. Схема установки и методика обработки подробно описаны нами в [5].

Контактные свойства 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 $\pm 1^\circ$).

Исследование химической структуры поверхностного слоя исходной ТМ и наноразмерных полимерных покрытий, осажденных плазмохимическими методами, проводили методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Спектры 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) [6]. Атомные концентрации элементов рассчитывали по стандартным формулам с использованием площадей фотоэлектронных пиков и коэффициентов элементной чувствительности.

Исследование поверхностных свойств исходных трековых мембран показало, что ПЭТФ ТМ характеризуется средним уровнем гидрофильности – краевой угол смачивания по воде составляет 65° . Для исходной ПП ТМ $\theta = 120^{\circ}$, т.е. эта мембрана обладает гидрофобными свойствами.

Для получения детальной информации о химической структуре поверхности исходных мембран были проведены исследования методом РФЭС. Анализ спектра поверхностного слоя ПЭТФ ТМ показывает присутствие пиков, связанных с атомами углерода и кислорода, концентрация которых составляет 74.5 и 25.5% соответственно (табл. 1).

Таблица 1. Данные РФЭС исходных трековых мембран.

Мембрана	Содержание атомов, ат. %				
	C	O	N	Cr	F
ПЭТФ ТМ	74.5	25.5	—	—	—
ПП ТМ	93.2	5.7	0.8	0.3	—

Спектр C1s поверхностного слоя ПП ТМ имеет более сложный характер – кроме атомов углерода и кислорода, регистрируется незначительное количество атомов азота и хрома (табл.1). Наличие атомов кислорода в составе исходной ПП ТМ обусловлено, по-видимому, химическим окислением поверхностного слоя полимера за счет использования при изготовлении травления сильным окислителем – раствором, содержащим соединения шестивалентного хрома. Присутствие атомов хрома также связано с химическим травлением, приводящим к хемосорбции соединений хрома на поверхности мембраны. Наличие атомов азота обусловлено присутствием антиоксидантов (в частности, пространственно-затрудненных аминов) в составе пленки ПП, из которой получают трековую мембрану.

Для установления природы функциональных групп на поверхности исходных мембран были подробно исследованы спектры атомов углерода. Разложение спектра C1s ПЭТФ ТМ на компоненты показывает, что он имеет сложный характер, связанный с присутствием в поверхностном слое мембраны связей C–C и C–H (284.6 эВ), концентрация которых составляет 66.0%, а также кислородсодержащих функциональных групп: C–O (286.3 эВ) с концентрацией 18.3% и O=C–O (288.7 эВ) с концентрацией 15.7% (рис. 1а). Разложение спектра C1s ПП ТМ показывает, что он также имеет сложный характер (рис. 1б), связанный с присутствием в поверхностном слое мембраны связей C–C и C–H (284.5 эВ), концентрация которых составляет 98.4%, и 1.6% кислородсодержащих функциональных групп O–C–O и C–OH (286.9 эВ). Значительная концентрация кислородсодержащих функциональных групп в поверхностном слое ПЭТФ ТМ по сравнению с ПП ТМ обуславливает гидрофильность ее поверхности.

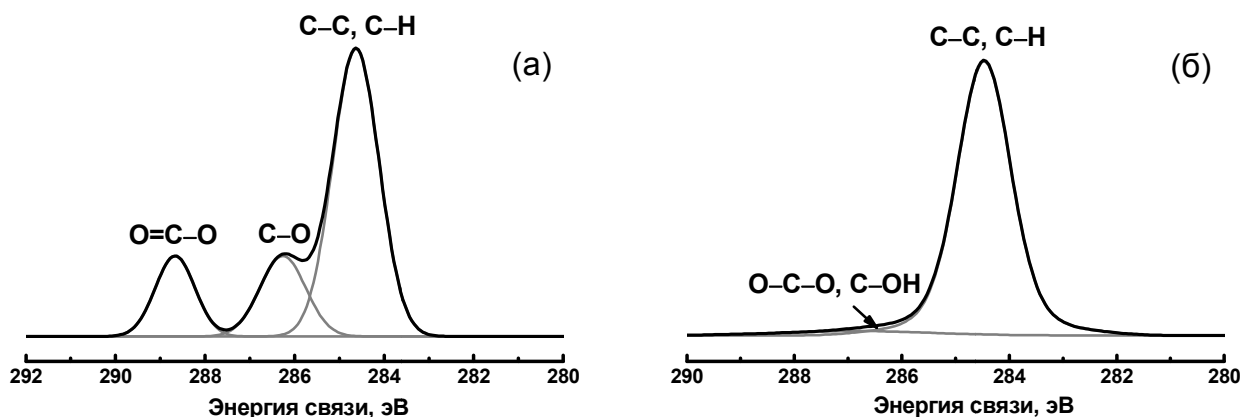


Рис. 1 Спектры РФЭС атомов C1s исходных ПЭТФ ТМ (а) и ПП ТМ ((б)).

Таблица 2. Данные РФЭС по элементному составу пленок ПТФЭ

Образец	Содержание атомов, ат. %			
	F	C	O	N
Исходный ПТФЭ	68.4	31.6	—	—
Пленка, полученная ВЧ МР ПТФЭ	47.8	47.5	3.6	1.1
Пленка, полученная ЭЛД ПТФЭ	64.5	35.5	—	—

Исследование поверхностных свойств композитных мембран, полученных осаждением на поверхность ПЭТФ ТМ пленки ПТФЭ методом ВЧ МР, показывает, что в этом процессе происходит существенная гидрофобизация поверхности ТМ. Если исходная мембрана характеризуется величиной θ , равной 65° , то для ПЭТФ ТМ со слоем ПТФЭ на поверхности θ составляет в среднем 110° .

Исследование методом РФЭС химической структуры осажденного полимера показало присутствие пиков, связанных с атомами углерода и фтора, а также с незначительным содержанием азота и кислорода (табл. 2). Детальный анализ спектра C1s (рис. 1б) свидетельствует о значительном различии структуры осажденного полимера и исходного ПТФЭ (рис. 2а).

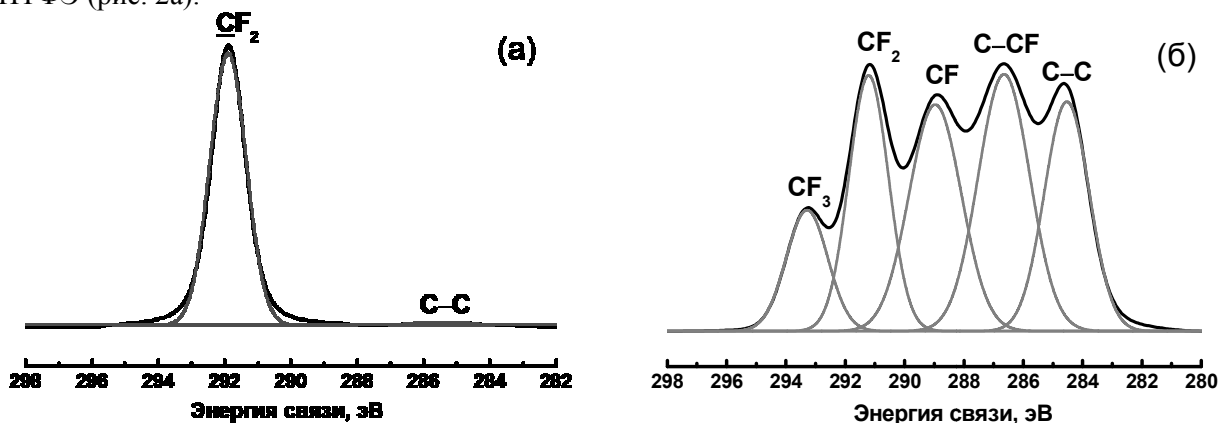


Рис.2. Спектры РФЭС атомов C1s исходного ПТФЭ (а) и пленки, осажденной магнетронным распылением ПТФЭ в вакууме в течение 10 мин (б).

В исходном ПТФЭ присутствуют связи C-F₂ (291.2 эВ) и C-C (284.5 эВ), концентрация которых составляет 98.5% и 1.5%, соответственно. Полимер, полученный методом магнетронного распыления ПТФЭ в вакууме, характеризуется также наличием связей C-CF (286.6 эВ), C-F (288.9 эВ) и C-F₃ (293.3 эВ). Группы CF₃ существуют в качестве концевых

групп макромолекул полимера [7]. Наличие пика, отвечающего энергии связи 286.6эВ, связано, вероятно, с присутствием в полимере кислородсодержащих групп С–ОН и С–OR. Это объясняет более низкую величину $\theta = 110^\circ$ по сравнению с исходным ПТФЭ, для которого $\theta = 120^\circ$. Концентрация групп в пленках ПТФЭ различной толщины колеблется незначительно (табл. 3).

Таблица 3. Данные РФЭС по химическому составу пленок ПТФЭ разной толщины, осажденных методом магнетронного распыления

Толщина пленки ПТФЭ, нм	Химические структуры в пленках ПТФЭ, ат.%				
	CF ₂ 291.2 эВ	C–C 284.5 эВ	CF 288.9 эВ	C–CF 286.6 эВ	CF ₃ 293.3 эВ
60	20.0	20.4	23.4	26.2	10.0
120	25.0	17.5	22.1	25.6	9.8
180	22.2	14.6	24.5	27.9	10.8

Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ слоя ПТФЭ, таким образом, приводит к образованию композитной мембраны, состоящей из двух слоев. Первый – исходная матрица ПЭТФ, характеризующаяся наличием на поверхности концевых карбоксильных групп и имеющая средний уровень гидрофильности. Второй слой, осажденный методом магнетронного распыления ПТФЭ, имеет гидрофобную природу и незначительное содержание ионогенных функциональных групп на поверхности.

Исследование поверхностных свойств композитных мембран, полученных осаждением на поверхность ПП ТМ пленки ПТФЭ методом ЭЛД, показало, что изменений величины θ не происходит. Исходная ПП ТМ характеризуется $\theta = 120^\circ$ и для ПП ТМ со слоем ПТФЭ величина θ составляет $\sim 120^\circ$. Это означает, что происходит формирование композитных мембран, содержащих два гидрофобных слоя.

Изучение методом РФЭС химической структуры слоя ПТФЭ, осажденного методом ЭЛД, показало присутствие пиков, связанных с атомами углерода и фтора (табл. 2). Полимер не содержит атомов кислорода, с присутствием которых связана более низкая для ПТФЭ величина $\theta = 110^\circ$ у полимера, осажденного методом магнетронного распыления. Детальный анализ спектра C1s (рис. 3) указывает, что он имеет сложный характер, связанный с присутствием в полимере связей C–C (284.8 эВ), концентрация которых составляет 2.8%, C–F₂ (292.1 эВ) – 69.8%, C–CF (287.5 эВ) – 6.4%, CF–CF (289.8 эВ) – 10.7% и C–F₃ (293.9 эВ) – 10.3%. Сравнение экспериментальных данных с результатами исследования полимерных слоев, осажденных методом магнетронного распыления ПТФЭ (рис. 4), свидетельствует, что полимер, полученный методом ЭЛД, по химическому составу приближается к исходному ПТФЭ.

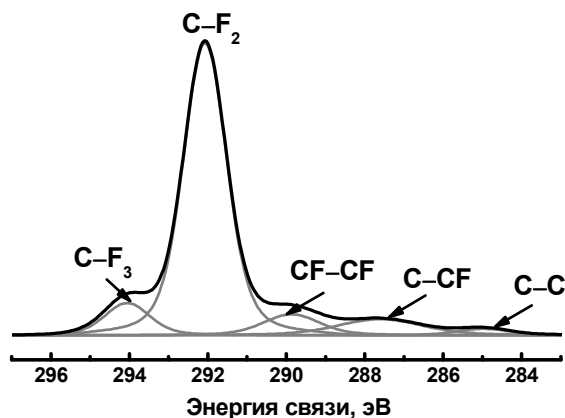


Рис. 3. Спектр РФЭС атома C1s полимера, полученного ЭЛД ПТФЭ в вакууме.

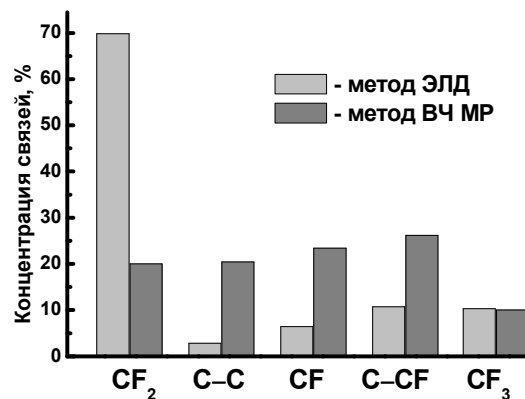


Рис. 4. Концентрация углеродных связей в пленках полимеров, полученных методами ЭЛД и ВЧ МР ПТФЭ.

Суммируя представленные результаты, можно заключить, что метод РФЭС позволяет получить достоверные экспериментальные данные по составу наноразмерных слоев полимера ПТФЭ, осажденных на ПЭТФ ТМ и ПП ТМ методами магнетронного распыления и ЭЛД. Высокая точность данного метода дает возможность установить особенности формирования покрытий и дать объяснение полученным поверхностным характеристикам.

Авторы благодарны к.ф.-м.н Яблокову М.Ю. и профессору Dinescu G. за представленные для изучения образцы.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 14-08-00896 и № 17-08-00812).

Литература

1. Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy. / D. Briggs, J.T. Grant (eds.), Chichester: IM Publ., 2003. 505 p.
2. 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.
3. Кравец Л.И., Дмитриев С.Н., Апель П.Ю. Получение и свойства полипропиленовых трековых мембран. // Химия высоких энергий. 1997. Т. 31. № 2. С. 108-113.
4. 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 based on the PTFE layers deposited by magnetron sputtering. // Thin Solid Films. 2017. Vol. 530. P. 92-99.
5. 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. Mat. Proc. 2015. Vol. 19. No. 2. P. 121-139.
6. Beamson G., Briggs D. High Resolution XPS of Organic Polymers: The Scienta ESCA300 Database. Chichester: John Wiley & Sons, 1992. 295 p.
7. 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.

Ионно-кластерная полировка поверхности материалов до субнанометрового уровня шероховатости

И.В. Николаев, Н.Г. Коробейщиков, М.А. Роевко
Новосибирск, Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, 2
e-mail: i.nikolaev@nsu.ru

Проведено исследование влияния ускоренного ионно-кластерного пучка аргона на морфологию поверхностей оптического стекла и нержавеющей стали. Изучены зависимости спектральной плотности мощности шероховатости от пространственной частоты и среднеквадратичной шероховатости от дозы облучения. Среднеквадратичная шероховатость нержавеющей стали уменьшается в 5,5 раза, а оптического стекла – в 4,5 раза. Показана возможность получения материалов с субнанометровой шероховатостью поверхности. Дальнейшее понижение шероховатости нержавеющей стали ограничивается микрогранульной анизотропной структурой обрабатываемого материала.

Cluster ion smoothing of materials surface to subnanometer level of roughness. I.V. Nikolaev, N.G. Korobeishchikov, M.A. Roenko. The influence of accelerated argon gas cluster ion beam on the surface morphology of optical glass and stainless steel is investigated. The spatial frequency dependence of the power spectral density of roughness and the dose dependence of the root-mean-square roughness are studied. The root-mean-square roughness of stainless steel is reduced by 5.5 times and the optical glass by 4.5 times. The possibility of obtaining materials having subnanometric surface roughness is shown. Further reducing the roughness of stainless steel is limited by the microgranular anisotropic structure of the material being processed.

На сегодняшний день все больше оборудования применяют для различных приложений на субнаноразмерном уровне, что, в свою очередь, требует от материалов новые характеристики, не соответствующие их исходным свойствам. Одной из важнейших характеристик материала является шероховатость его поверхности. Предполагается, что благодаря новейшим технологиям будут получены «атомарно гладкие» поверхности без нарушения структуры и физико-химического загрязнения обрабатываемого материала. Одним из перспективных способов полировки является обработка поверхности с помощью ионно-кластерных пучков, сформированных из сверхзвуковых газовых струй. Загрязнение обрабатываемой поверхности полностью исключается за счёт использования высокого вакуума и неактивного газа, например, аргона. За счёт взаимодействия примерно одинакового количества частиц кластера и мишени происходит так называемое боковое распыление материала, что позволяет сглаживать поверхность различных материалов [1,2].

Работа выполнялась на оборудовании, подробное описание которого приведено в [3]. В данной работе использовался ионно-кластерный пучок, сформированный из сверхзвуковой струи аргона [4], со средним размером кластеров 1200 атомов/кластер при энергии 22 кэВ. В качестве мишеней использовались образцы из нержавеющей стали с исходной зеркальной поверхностью и ополитованного оптического стекла. Морфология поверхности до и после обработки изучалась с помощью атомно-силового микроскопа NtegraPrimaHD. На рис. 1 приведены 3D изображения поверхности нержавеющей стали с исходной зеркальной поверхностью. Размер области сканирования составлял 20×20 мкм, максимальная доза облучения – $2,1 \cdot 10^{17}$ ион/см². Средняя шероховатость поверхности R_q определялась по четырем точкам измерения. Наблюдается заметное (более чем в 2 раза) сглаживание неровностей поверхности на каждом этапе обработки.

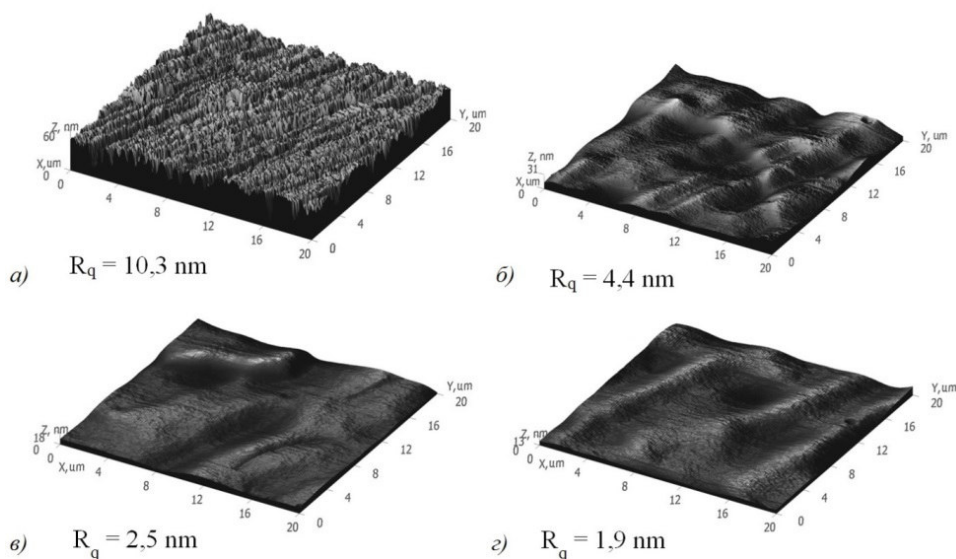


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности образца нержавеющей стали: а) исходный, б) 1-ая обработка, в) 2-ая обработка, г) 3-я обработка.

На рис. 2 показаны зависимости среднеквадратичной шероховатости R_q поверхности нержавеющей стали от дозы облучения при различном размере области сканирования. Видно, что на всех масштабах наблюдается значительное понижение шероховатости поверхности. На масштабе 10×10 мкм минимальная шероховатость достигает $0,6$ нм.

Более полную статистическую информацию о шероховатости поверхности даёт функция спектральной плотности мощности (powerspectraldensity – PSD), описывающая распределение высот в зависимости от пространственной частоты, учитывая при этом латеральные величины шероховатости. Под пространственной частотой ν понимается величина, обратная расстоянию между точками измерения на профиле поверхности.

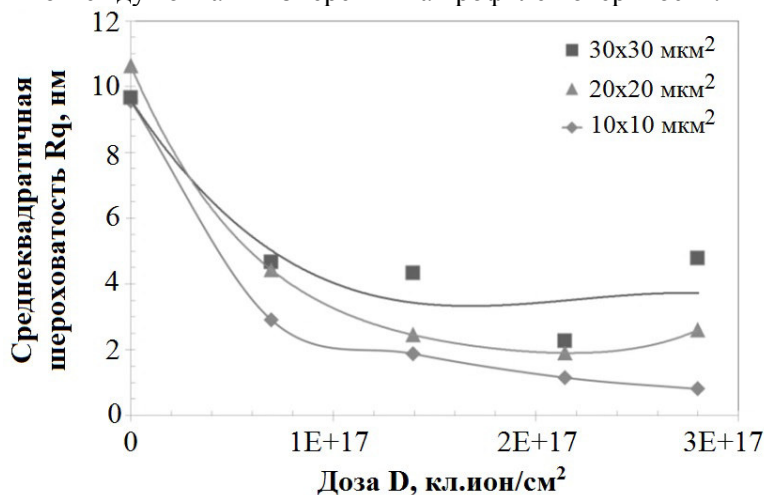


Рис. 2. Зависимости среднеквадратичной шероховатости R_q нержавеющей стали от дозы облучения D .

Спектральная плотность мощности включает в себя информацию о перепадах высот и расстоянии между различными точками профиля поверхности. На рис. 3 приведены PSD функции для нержавеющей стали до и после обработки. Острые пики на исходной кривой указывают на периодически повторяющиеся значения высот профиля поверхности относительно среднего значения.

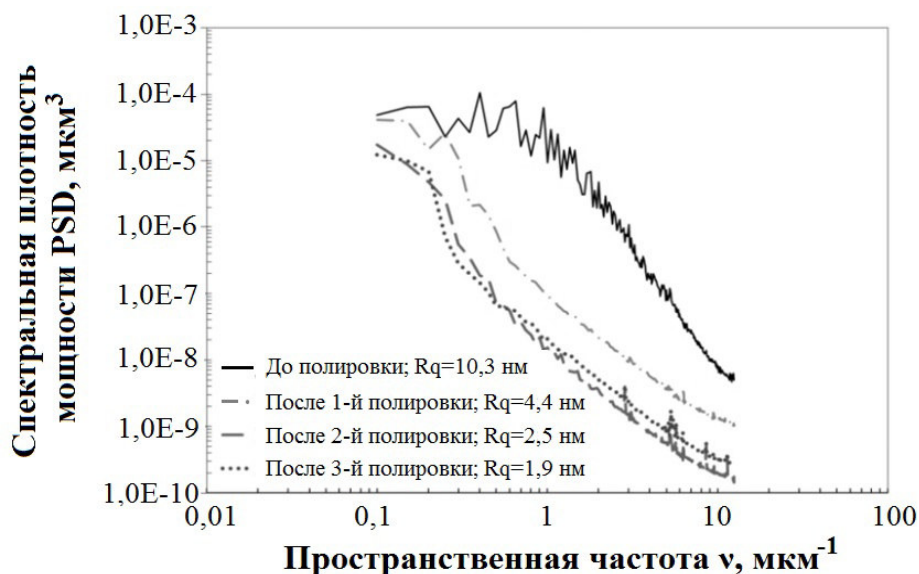


Рис. 3. Зависимость спектральной плотности мощности нержавеющей стали от пространственной частоты.

Данные пики соответствуют периодическим бороздам от предшествующей механической шлифовки образца. После обработки наблюдается снижение шероховатости на всех пространственных частотах: в среднечастотной области ($\nu \sim 1 \text{ мкм}^{-1}$) – на 3 порядка, в высокочастотной ($\nu \sim 10 \text{ мкм}^{-1}$) – на 2 порядка, в низкочастотной ($\nu \sim 0,1 \text{ мкм}^{-1}$) – менее чем на 1 порядок. Также была проведена обработка плоской пластины из оптического стекла диаметром 25 мм и толщиной 10 мм. На рис. 4 показаны 2D АСМ-изображения рельефа поверхности оптического стекла до и после полировки. После обработки полный перепад высот снизился с 25 нм до 7,5 нм.

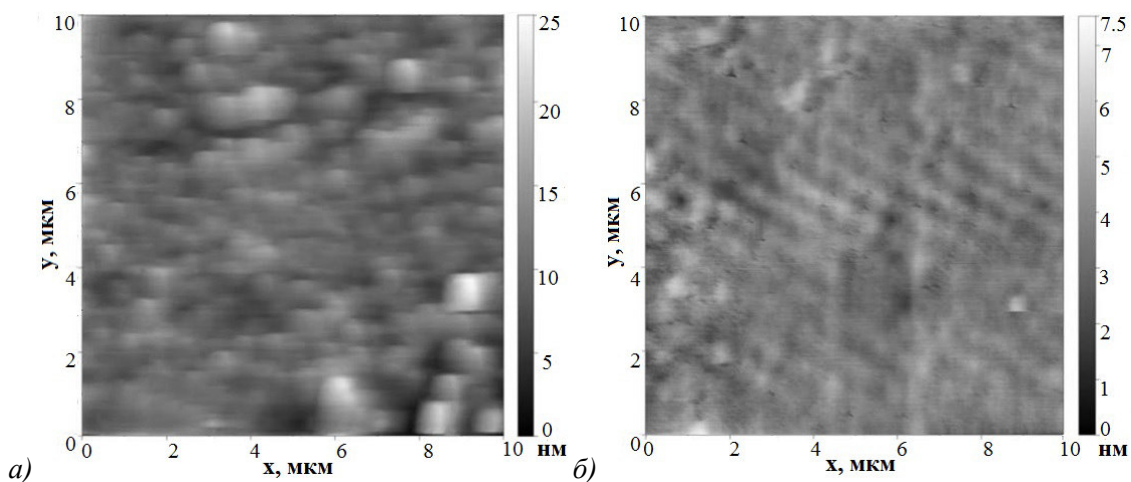


Рис. 4. АСМ-изображения поверхности оптического стекла: а) до обработки, б) после обработки.

PSD-функции и значения Rq для оптического стекла до и после обработки показаны на рис. 5. Сравнивая рис. 3 и рис. 5, можно отметить, что у стекла наблюдается снижение PSD-функции на 2 порядка уже после одной обработки, тогда как у стали PSD-функция снижается на 1 порядок после 2-3 обработок.

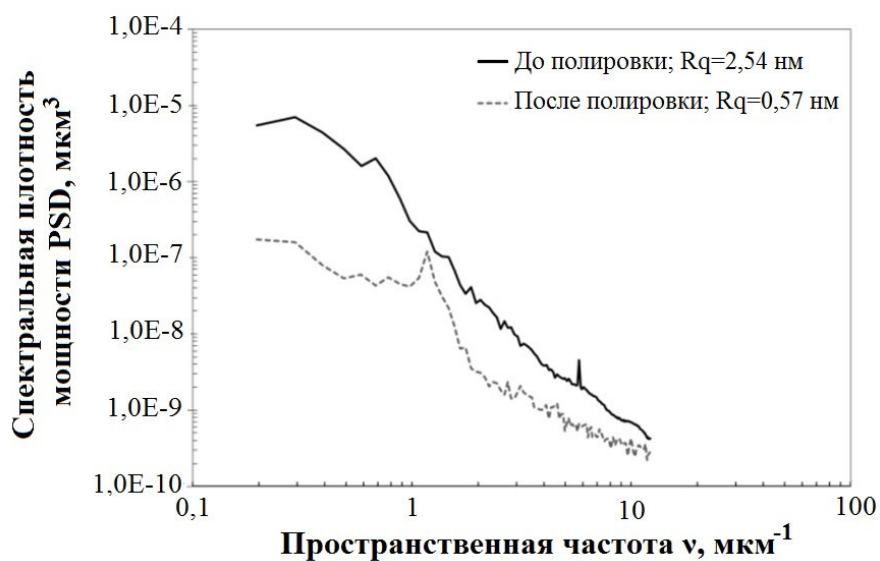


Рис. 5. Зависимость спектральной плотности мощности оптического стекла от пространственной частоты.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (грант № 11.1402.2017/4.6) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант №17-01-00512).

Литература

1. Yamada I. //Applied Surface Science, 2014. Vol. 310.P. 77–88.
2. Popok V.N.//Materials Science and Engineering: R,2011.Vol. 72, Issues 7-8.P. 137-157.
3. Korobeishchikov N.G., et al.//Vacuum, 2015. Vol.119, No.9. P.256-263.
4. Korobeishchikov N.G., et al.//AIP Conference Proceedings, 2014. Vol.1628. P.885-892.

Анализ возможностей и перспектив методов нанолитографии с позиции синергетики

Ю.Б.Цветков, Н.Г. Багдасарьян, В.С. Кошик
МГТУ им. Н.Э. Баумана, РФ, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1
e-mail: tsvetkov@bmstu.ru

В работе проведен анализ возможностей и перспектив методов нанолитографии, проведена их классификация по наиболее существенным признаку - способу воздействия на подложку: одновременно или последовательно резистизлучением, потоком частиц или непосредственным физико-механическим воздействием. Выделены две наиболее крупные группы технологических методов, реализующих процессы вида topdown (сверху вниз), и bottomup (снизу вверх). Показано, что во второй группе наиболее перспективны методы, реализующие синергетический принцип самоорганизации наноструктур с использованием паттерна из фоторезиста в роли аттрактора.

Analysis of nanolithography possibilities and perspectives from the position of synergetics. Yu.B. Tsvetkov, N.G. Bagdasaryan, V.S. Koshek. The analysis of the possibilities and perspectives of nanolithography methods is given. The classification of these methods is based on the most significant features - use of the resist (along with a radiation or stream of particles) or direct physical-mechanical impact. Two largest groups of technological methods are selected which implement processes in the forms of “top down” and “bottom up”. It is shown that in the second group the most promising methods are those which implement the synergetic principles of self-organization of nanostructures using photo-resist pattern as an attractor.

Возможность структурирования поверхности подложки на микро- и нано уровне определяет перспективы развития ряда инновационных отраслей промышленности, включая, помимо микро- и наноэлектроники, создание микроэлектромеханических систем, инженерии биоматериалов и ряда других.

Поэтому огромные ресурсы направлены на повышение возможностей нанолитографии, исследование и разработку альтернативных методов, которые позволят синтезировать, структурировать и модифицировать поверхность подложки на уровне близком к атомарному. В результате, активная работа в этом направлении привела в последние десятилетия к разработке множества вариантов реализации нанолитографии.

Сложность и многоэтапность процессов нанолитографии, экстремальные требования к выходным параметрам, использование методов различной физической природы – все это затрудняет систематизацию информации в этой области, ее анализ, оценку, формирование целей для последующих работ.

Построение классификации методов нанолитографии затруднена в условиях современного информационного взрыва, когда обилие и плохая упорядоченность новых понятий и терминов, печатных, электронных и неопубликованных материалов затрудняют поиск и использование нужных данных, затрудняют принятие технических, организационных и даже политических решений.

Поэтому систематизация методов нанолитографии становится не только научно-технической, но и экономически важной задачей.

Существующие методы нанолитографии целесообразно разделить прежде всего в соответствии с двумя основными принципами формирования микро-и наноструктур: «сверху – вниз» (top-down) и «снизу - вверх» (bottom-up).

Реализация принципа сверху – вниз в микро- и нанотехнологии основана на традиционном использовании литографических процессов для локализация зон последующих операций– аддитивных (локальное нанесение материалов), субтрактивных (локальное травление), модификации поверхности (диффузия, ионное легирование) [1,2] (рис. 1).

Разработанные в последнее десятилетие методы литографии все чаще объединяют в себе функции локализации и непосредственно микрообработки, зачастую им приписываются и функции микросборки.



Рис. 1. Микролитография в процессах микротехнологии.

Достижения современной микро- и нанoeлектроники, реализующие принцип «сверху – вниз», базируются на хорошо проработанной системе методов, позволяющих преобразовать заданную топологию в микро- и наноструктуры на подложке (рис. 2).

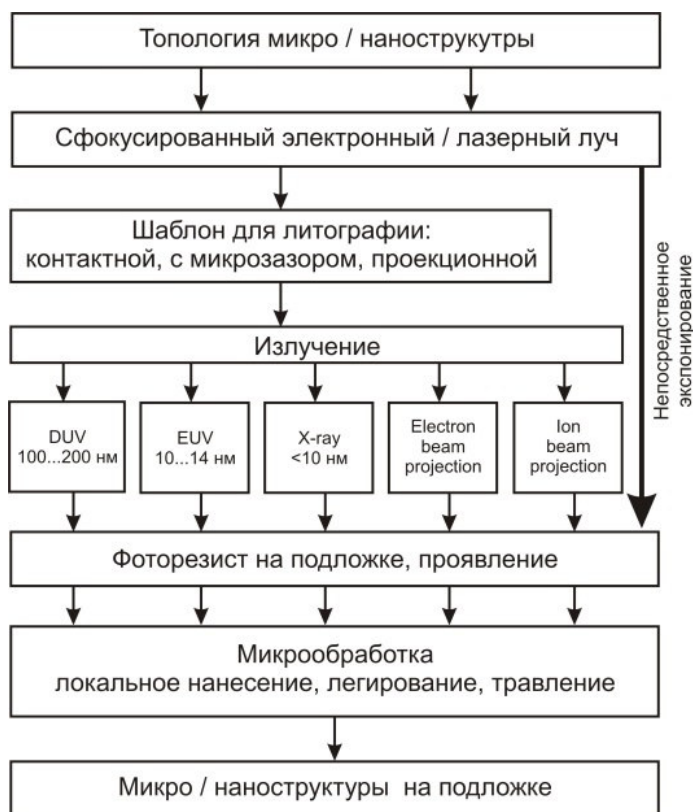


Рис.2. Система преобразования топологии в микро-наноструктуры на подложке.

Методы современной микро- и нанолитографии, построенные по этому принципу формирования микроструктур, могут быть систематизированы по следующим наиболее существенным признакам, характеризующим локализацию зоны обработки (рис. 3).

1. Последовательность структурирования поверхности подложки:
 - одновременно (через шаблон),
 - последовательно (векторное).
2. Способ воздействия на подложку:
 - предварительное структурирование резиста излучением, потоком частиц, механически,
 - непосредственное физико-механическое воздействие.

Локализация зоны обработки		Единовременно (Шаблон)		Последовательно	
Сверху вниз (Top – Down)	Структурирование резиста	излучением	Оптическое	Контакт, микроззор	
				Проекционное	
			Лазерное	Шаблон	Фокусированный луч
			Рентгеновское	Локальный источник	
		Синхротрон			
		потоком частиц	Электронное	Шаблон	Фокусированный луч
			Ионное	Шаблон	Фокусированный поток
		механически	Нанопечатная литография Imprint lithography	NanoimprintLithography	
				Hot Embossing	
				Imprinting	
	Непосредственное физико-механическое воздействие	Stencil lithography	Stencil lithography		
		Сканирующая зондовая литография	55.000 pens	АСМПерьевая Литография(dip-pen)	
				АСМ Литография - гравировка	
				АСМ Динамическая Литография - наночеканка	
			АСМ Анодно-ОкислительнаяЛитография		
	СТМ Литография				

Рис. 3. Методы литографии по принципу сверху вниз.

Разрешающая способность литографии имеет принципиальное значение для воспроизводимого формирования элементов с требуемыми нанометровыми размерами.

При этом скорость экспонирования – это ключевая характеристика пригодности литографического процесса для массового производства. Для обеспечения эффективности производства производительность этого процесса должна быть более 50 подложек в час, что предполагает скорость экспонирования не менее $1 \text{ см}^2/\text{с}$.

Этот критический барьер преодолевают только методы, предусматривающие одновременную обработку всей подложки или ее зоны, причем наиболее отработаны и реально применяются методы, предусматривающие структурирование резиста излучением и, прежде всего - оптическим излучением.

Возможность одновременного и параллельного переноса изображения многих миллионов элементарных фрагментов является основой эффективности метода и возможности достижения уровня интеграции, характеризуемого на сегодняшний день количеством в 10^7 - 10^{10} элементов (транзисторов) на чип.

По уровню достигаемого разрешения оптическая литография обеспечивает получение размеров элементов существенно менее 100 нм и, начиная с 2000-2005 годов, может далее называться нанолитографией [3].

Замена оптического излучения рентгеновским, потоками электронов и ионов – перспективная и заманчивая альтернатива фотолитографии, уступающая ей в степени решения технических проблем в практической реализации.

Методы параллельного одновременного переноса изображений механическим способом (нанопечатная литография, *imprint lithography*), непосредственной нанообработки через прецизионный шаблон (*stencil lithography*) являются наиболее реальными альтернативами фотолитографии и по этой причине интенсивно прорабатываются в последние годы [4].

Все методы локального последовательного воздействия на подложку как через резист, так и непосредственно обеспечивают разрешение от десятков до единиц нанометров, однако малая производительность определяет им сферу экспериментального производства, отработки опытных образцов изделий нанотехнологии.

Приближение размеров формируемых микро- и наноструктур к размерам молекул стимулировало переход к альтернативному принципу их структурирования и формообразования – снизу вверх (*bottom-up*).

Основой этого принципа является самоорганизация молекул для формообразования наноструктур заданного вида и свойств на уровне функциональных групп молекул. Формирующиеся на основе самоорганизации структуры более устойчивы с точки зрения термодинамики, они не имеют дефектов и зачастую приобретают способность к самовосстановлению.

Это открывает широкие возможности использования природных свойств ряда материалов для создания наноструктурированных 2D материалов.

Процессы самоорганизации, хорошо изученные при создании трехмерных композитов, например, на основе опаловых матриц [5], в нанолитографии приобретают ряд особенностей.

Характерные для синергетических процессов преимущества направленной самоорганизации блок-сополимеров позволяют получать массивы монослоев с нанометровыми размерами отдельно расположенных нитей.

Развитием синергетического процесса самоорганизации в данном случае является введение в систему аттрактора, задающего новое устойчивое состояние и новую структуру формирующейся наноструктуры.

Таким аттрактором в процессах направленной самоорганизации (*selfdirected assembly*) при нанолитографии выступает так называемый топографический или химический паттерн (*pattern* – шаблон), создаваемый в фоторезисте традиционными литографическими методами (рис. 4). Использование паттернов в качестве аттракторов применительно к самоорганизованным молекулам блок-сополимера не только задает требуемое направление их расположения, но и обеспечивает мультипликацию частоты паттерна в 3-4 раза [6,7].

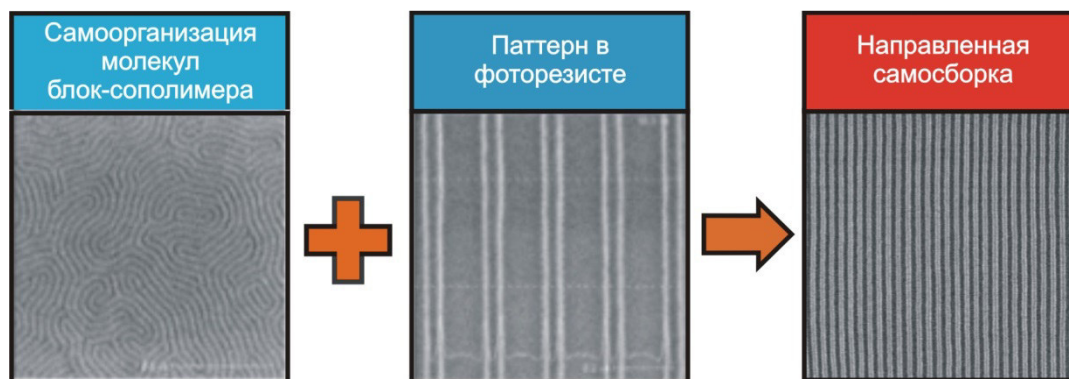


Рис. 4. Направленная самосборка молекул воздействием паттерна (аттрактора).

Заключение

Проведенная систематизация методов нанолитографии по наиболее существенным признакам, характеризующим локализацию зоны обработки, позволяет выделить в них группы методов, реализованных и перспективных для промышленной обработки изделий. Это методы, обеспечивающие групповую одновременную обработку через шаблоны различного вида, как с использованием резиста, так и с непосредственным воздействием на подложку.

Методы векторной, последовательной обработки сфокусированным излучением и зондами атомно-силовых микроскопов обеспечивают предельное, вплоть до молекулярного уровня разрешение. Обладая малой производительностью, они перспективны в создании опытных образцов изделий нанотехнологии, при отработке процессов наноструктурирования.

Перспективным представляется реализация принципа «снизу-вверх» за счет объединения синергетического процесса самоорганизации молекул блок-сополимера с предварительным созданием паттерна в фоторезисте, который выполняет роль своеобразного аттрактора и придает наноструктурам соответствующее направление и мультиплицирует их частоту.

Литература

1. Цветков Ю.Б. Управление топологической точностью фотолитографии. М.: Изд-во МГТУ им. Баумана, 2005. – 176 с.
2. Физические основы микро- и нанотехнологий / С.П. Бычков, В.П. Михайлов, Ю.В. Панфилов, Ю.Б. Цветков; Под ред. Ю.Б. Цветкова. - М. : Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2009.
3. Сейсян Р.П. Нанолитография в микроэлектронике (обзор) / Журнал технической физики. 2011. Т. 81. № 8. С. 1-14.
4. Ke Du, Junjun Ding, Yuyang Liu, Ishan Wathuthanthri and Chang-Hwan Choi. Stencil Lithography for Scalable Micro- and Nanomanufacturing. *Micromachines* 2017, 8(4), 131.
5. Ринкевич А.Б, Бурханов А.М., Самойлович М.И., Белянин А.Ф., 3D-нанокompозитные металлодиэлектрические материалы на основе опаловых матриц *Российский химический журнал* 2012 56 (1-2), 26-35
6. Minghao Qi (2016), ECE 695Q: Nanometer Scale Patterning and Processing, <https://nanohub.org/resources/24028>. Purdue University
7. Seong-Jun Jeong, Ju Young Kim, Bong Hoon Kim, Hyoung-Seok Moon, Sang Ouk Kim. Directed self-assembly of block copolymers for next generation nanolithography *Volume 16, Issue 12, December 2013, Pages 468-476*.

Электрохимические и коррозионные свойства циркониевых покрытий на стали

Н.А. Смоланов, Л.Г. Гурвич, М.В. Шкергина

Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, 430000, г. Саранск,
ул. Большевикская, 68, e-mail: smolanovna@yandex.ru

В работе проведена оценка коррозионного и электрохимического поведения циркониевых покрытий на стали марок 12X18H10T и Ст45. Пленки на основе нитрида циркония наносились вакуумным дуговым осаждением при различных режимах работы катодного узла. Исследование проводилось гравиметрическим и потенциостатическим методами в хлоридсодержащих средах при различных значениях pH. Установлены режимы формирования пленок в вакуумной камере с наибольшей стойкостью к коррозии.

Electrochemical and corrosion properties of zirconium coatings on steel. N.A. Smolanov, L.G. Gurvich, M.V. Shchergina. The work evaluates the corrosion and electrochemical behavior of zirconium coatings on steel grades 12X18H10T and Cm45. Films based on zirconium nitride are deposited by vacuum arc deposition under various operating conditions of the cathode assembly. The study is carried out by gravimetric and potentiostatic methods in chloride-containing media at various pH values. The modes of film formation in a vacuum chamber with the highest resistance to corrosion have been established.

Введение. Проблема надежной защиты от коррозии и применение в связи с этим коррозионно-стойких материалов и защитных покрытий занимает особое место в приборостроении [1].

Коррозионно - стойкие металлы и сплавы дороже обычных металлических материалов. Поэтому все большее значение приобретает нанесение коррозионно – стойких покрытий с требуемым комплексом свойств [2,3]. Защитные покрытия позволяют получать изделия с новыми свойствами, сочетающими высокую долговечность с достаточной надежностью. Кроме того они повышают эксплуатационную стойкость деталей машин и инструментов, восстанавливают изношенные поверхности и снижают потребности в запасных частях [4].

В настоящее время одним из наиболее эффективных способов изменения свойств поверхности являются методы вакуумной ионно-плазменной обработки. Это объясняется широтой выбора наносимых покрытий, их структурным многообразием, возможностью создания многокомпонентных композиций и большой номенклатурой материала подложек.

На сегодняшний день широко известны покрытия на основе нитридов и карбидов титана, циркония, хрома [5-7], что обусловлено, прежде всего, уникальным набором физико-химических характеристик этих соединений [8, 9]. Высокая температура плавления, твердость, износостойкость, коррозионная стойкость и устойчивость к окислению нитрида циркония определяют широкое применение таких покрытий в качестве защиты стальных поверхностей [10]. Однако данный вид ионно-плазменных покрытий в настоящее время изучен недостаточно полно и применение этих покрытий сдерживается высокой нестабильностью свойств из-за разброса толщины, химического и фазового состава, текстуры, морфологии и твердости [4].

Цель работы. Целью данной работы является изучение коррозионного и электрохимического поведения циркониевых покрытий на нержавеющей стали 12X18H10T и углеродистой стали Ст45 в хлоридсодержащих средах при различных значениях pH.

Методика эксперимента. При выборе метода учитывали стабильность коррозионного процесса, состав и свойства коррозионной среды, методы испытания для каждой группы материалов, правильный выбор показателя коррозии, целесообразность испытания родственных материалов с имеющимися данными коррозионного поведения и т.д. [11].

Методы, которые приняты в настоящее время в практике коррозионных испытаний, могут быть подразделены на качественные, которые позволяют заранее установить характер коррозионного процесса и его интенсивность [12], и количественные, в которых применяют

массовый, объемный, электрохимический подход [13,14]. Эти методы и применялись в данной работе.

Подготовка электродов к электрохимическим исследованиям в настоящей работе проводилась по методике [14,15]: образцы крепились на медную проволоку припайванием, участок соединения образца с проволокой покрывался полимерным материалом, нерабочие поверхности электродов покрывались слоем воска. Перед началом эксперимента рабочая поверхность электрода отшлифовывалась наждачной бумагой различной зернистости, полировалась, обезжиривалась этиловым спиртом, а затем промывалась дистиллированной водой. Электроды с покрытиями обезжиривали этиловым спиртом и промывали дистиллированной водой. Перед исследованием измеряли площадь поверхности электрода.

Согласно требованиям ГОСТ – 9.905-2007 испытания проводились в растворах: 3% NaCl, NaCl + HCl с pH 2, NaCl + NaOH с pH 12 в течение 24, 48, 72, 96, 120, 240, 480, 600, 720 часов. Раствор электролита в течение эксперимента не менялся. Через определённые промежутки времени образцы извлекались, промывались водой от продуктов коррозии, высушивались на воздухе, взвешивались на аналитических весах.

По изменению массы образцов рассчитывался показатель скорости коррозии K , г/м²×ч по уравнению (1):

$$K = (m_0 - m_1) / S \times t, \quad (1)$$

где m_0 – масса исходного образца, г; m_1 – масса образца, после удаления продуктов коррозии, г; S – площадь образца, м²; t – время испытаний, ч.

Для приготовления растворов использовались реактивы марки х.ч. и ч.д.а.

Методика нанесения циркониевых покрытий. Нанесение покрытий производилось на модифицированной вакуумной установке ННВ – 6,6 И4. В качестве катода использовался цирконий чистотой 98% с диаметром рабочего торца 80 мм. Образцы размещались на уровне катода под углом 45 градусов к его оси. Откачка проводилась до остаточного давления 3×10^{-3} Па. Покрытия осаждались при токе дуги 90 А. Время напыления покрытий составляло 10 минут, потенциал подложки 150 В. Режимы осаждения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы ионно – плазменного напыления покрытий.

Режим напыления	Давление N ₂ , мбар	Расход N ₂ , см ³ /сек
1	0,0500	0,20 – 0,25
2	0,0800	0,25 – 0,30
3	0,1000	0,30
4	0,3000	0,50

Результаты и обсуждение.

Гравиметрические исследования показывают, что в общей тенденции скорость коррозии для всех образцов с течением времени уменьшается (рис.1). При этом наблюдается скачкообразный рост по истечении 24 часов выдержки и последующее плавное уменьшение скорости коррозии. Данный процесс характеризуется достаточно высокими скоростями коррозии в кислой, нейтральной и щелочной средах. Максимальное ее значение соответствует испытаниям образцов стали с покрытиями в растворе NaCl с pH 2. Как показывают гравиметрические исследования, ионно-плазменное покрытие, нанесенное в данном режиме, не способствует защите стали. В общей тенденции скорость коррозии для всех образцов с течением времени уменьшается.

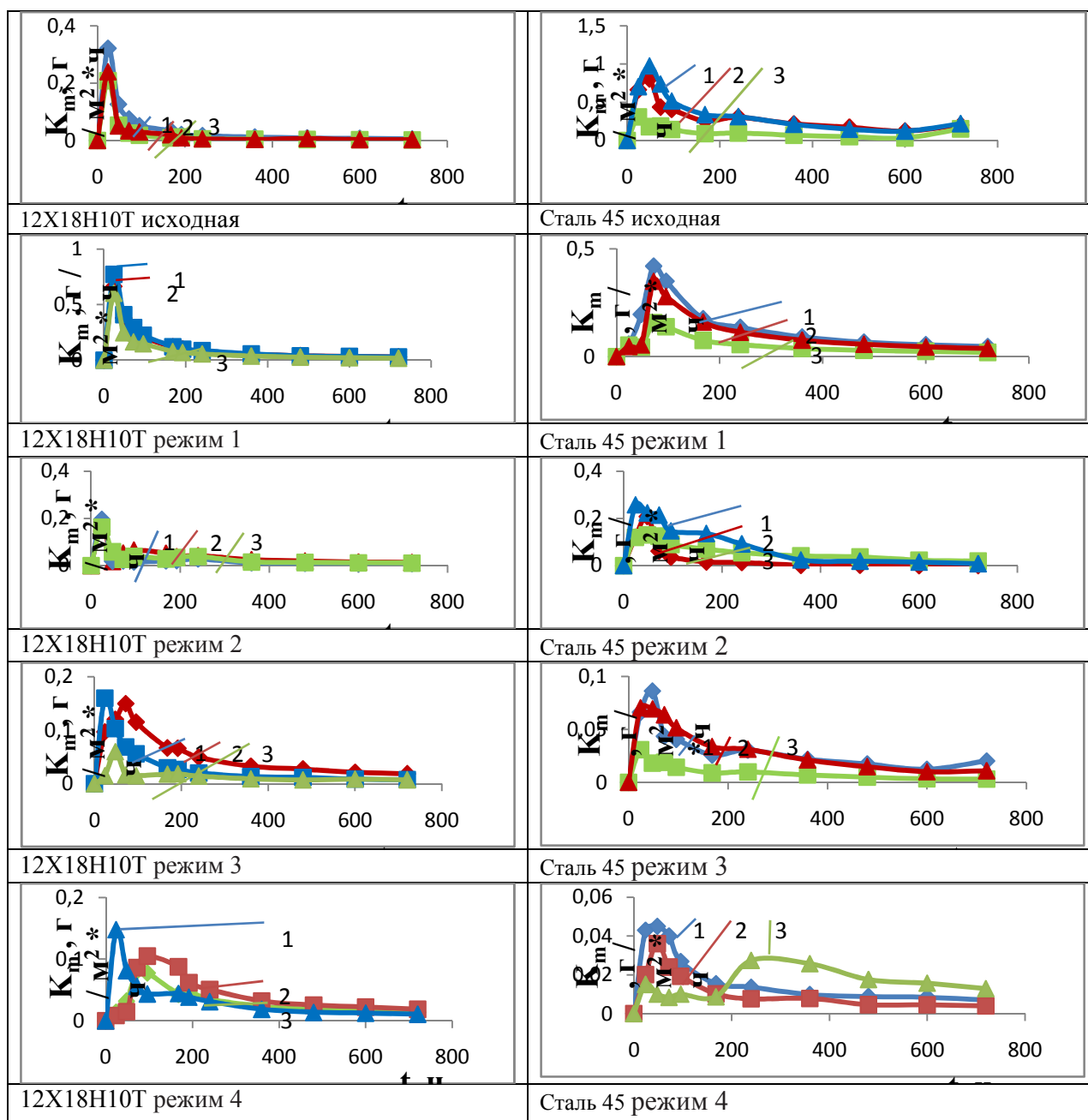
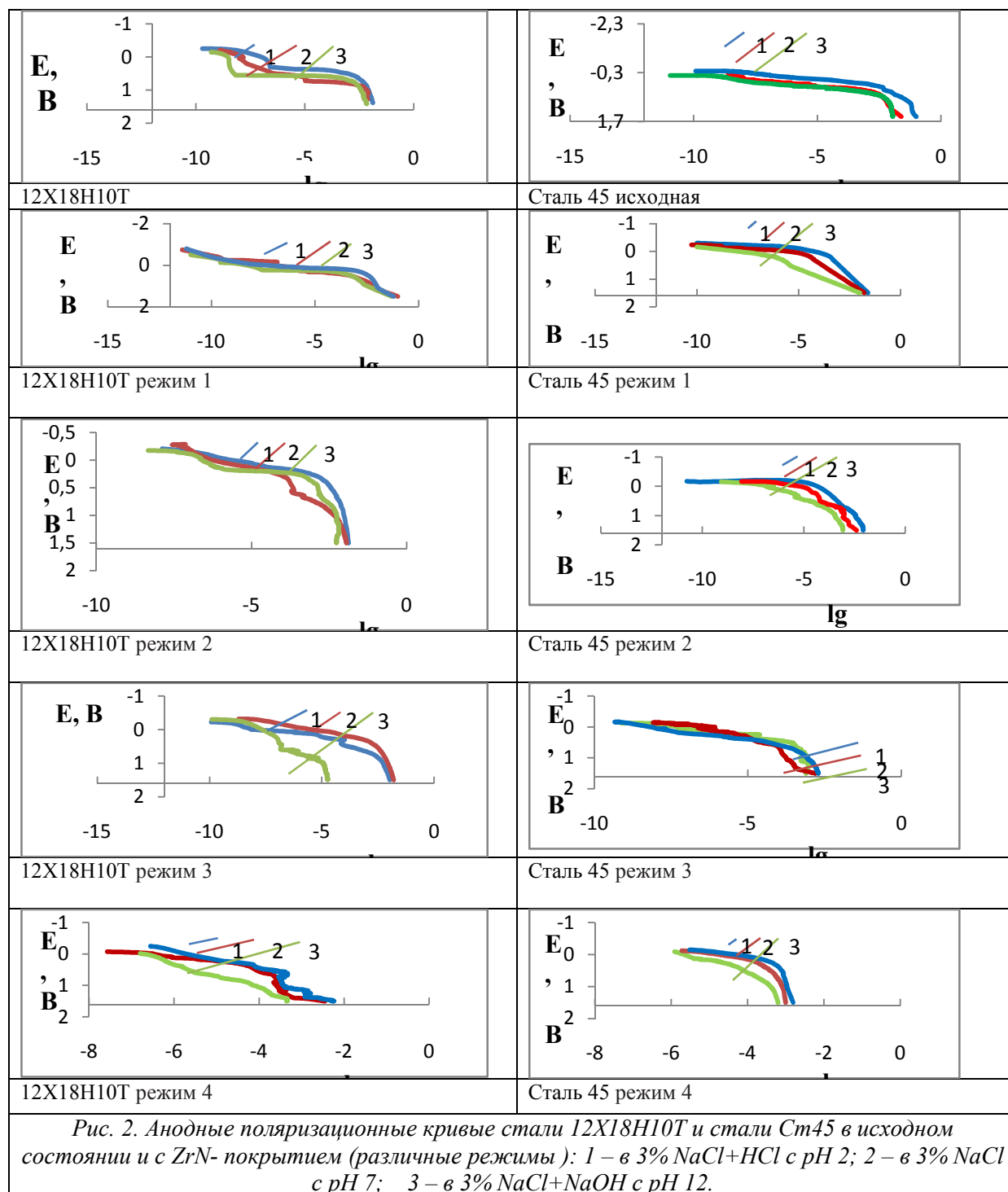


Рис.1. Зависимость скорости коррозии исходных и образцов с покрытиями стали 12X18H10T и Ст 45 от времени: 1 – в 3% NaCl+HCl с pH 2; 2 – в 3% NaCl с pH 7; 3 – в 3% NaCl+NaOH с pH 12.

Визуальные наблюдения за процессом коррозии показали, что после 240 часов испытаний на образцах появлялись небольшие участки, на которых в дальнейшем происходило отслаивание покрытия.

Электрохимические измерения. Анодные кривые снимались в соответствии с методикой [14,15] в потенцио-динамическом режиме на потенциостате Gamry Reference – 3000 с регистрацией сигналов «потенциал – ток» Для изучения скорости коррозии был использован метод изучения зависимости потенциала от плотности тока $E - \lg i$ (рис.2).



Выводы:

1. Проведенные гравиметрические испытания коррозионного поведения показали, что ионно-плазменное покрытие, нанесенное в режиме 1, не способствует защите хромоникелевой стали 12Х18Н10Т. Нанесение покрытий в режимах 2-4 приводит к уменьшению скорости коррозии. Сталь 45 активно подвергается разрушению. Однако нанесение ZrN-покрытий в различных режимах на данную сталь приводит к многократному торможению коррозионного процесса.

2. Электрохимическими исследованиями установлено, что повышение потенциала свободной коррозии происходит тем сильнее, чем больше давление и расход реакционных

газов. Ионно-плазменные покрытия, нанесенные в режиме 4 на стали 12X18H10T и стали 45, характеризуются максимальными значениями потенциала свободной коррозии, что говорит о наибольшей склонности к пассивному состоянию.

3. **Микроскопические исследования** показали, что металлические материалы с ZrN – покрытием менее подвержены коррозии в исследуемых коррозионных средах по сравнению с образцами без покрытий.

4. **Анализ растворов** после гравиметрических испытаний показал, что наибольшие коррозионные потери сталей с ионно-плазменными ZrN-покрытиями наблюдаются в растворах NaCl с кислой средой, наименьшие потери – в щелочных растворах.

Литература

1. Ангал Р. Коррозия и защита от коррозии. Пер. с англ.: Учебное пособие / Р. Ангал. – 2-е изд. – Долгопрудный: Интеллект, 2014. – 344 с.
2. Милашевская И.Г., Коррозионные характеристики многослойных вакуумно-дуговых Ti-C – покрытий / И.Г. Милашевская, Е.В. Станкевич // Защита металлов. – 2003. - №5. – С. 529-532.
3. Чмыхов А.А. Оценка эффективности ионно – плазменных вакуумных покрытий при решении некоторых технических проблем / А. А. Чмыхов. - М.: Химия, 2005. – 30 с.
4. Петров Л.М. Многослойные ионно-плазменные покрытия в тяжело нагруженных узлах трения / Л.М. Петров, А.П. Сычев, П.Г. Иваночкин, Ю.В. Жукова // Новые материалы и технологии в машиностроении. – 2008. - №8. - С. 65 – 68.
5. Каменева А.Л. Использование тонкопленочных покрытий на основе ZrN, Ti-Zr-N, Ti-Zr-ON и Ti-B-Si-N для упрочнения инструмента из P6M5, применяемого при обработке нержавеющей сталей / А.Л. Каменева, Е.М. Трофимов [и др.] // Перспективные материалы. - 2006. - № 6. - С. 80–86.
6. Коротаев А.Д. Структурно-фазовое состояние нанокристаллических покрытий нитридов металлов / А.Д. Коротаев, А.Н. Тюменцев // Физика и химия обработки материалов. - 2006. - № 6. - С. 32 – 40.
7. Тарасенко Ю. П. // Физика и химия обработки материалов. - 2006. - № 4. - С. 42–45.
8. Ивановский А.Л. Электронное строение тугоплавких карбидов и нитридов переходных металлов / А.Л. Ивановский, В.П. Жуков, Б.А. Губанов. - М.: Наука, 2000. - 224 с.
9. Рамазанов А.Н. Исследование вакуумного ионно-плазменного покрытия, полученного электродуговым распылением многокомпонентного катода состава Ti-Al-Zr-Mo / А.Н. Рамазанов, П.В. Бегликчеев // Вестник УГАТУ. – 2008. – Т. 10, №1. – С. 108 - 112.
10. Майорова Е.С. Низкотемпературный синтез карбонитрида циркония / Е.С. Майорова, Р.А. Шишкин // Технические науки – от теории к практике. – 2014. - №31. – С. 65 – 68.
11. Розенфельд И.Л. Ускоренные методы коррозионных испытаний металлов / И.Л. Розенфельд, К.А. Жигалова. – М.: Металлургия, 1996. – 347 с.
12. Клинов И.Я. Коррозия химической аппаратуры и коррозионностойкие материалы / И.Я. Клинов. – М.: Высшая школа, 2001. – 294 с.
13. Фрумкин А.Н. Избранные труды. Электродные процессы / А.Н. Фрумкин. – М.: Наука, 1988. – 240 с.
14. Романов В.В. Методы исследования коррозии металлов / В.В. Романов. – М.: Наука, 2004. – 248 с.
15. Фокин М.Н. Методы коррозионных испытаний металлов / М.Н. Фокин. – М.: Металлургия, 2006. – 80 с.

**СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И
АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС.
ВАКУУМНО-ЛЕВИТАЦИОННЫЕ ТРАНСПОРТНЫЕ СИСТЕМЫ**

**Выбор оптимальной формы рабочего объёма термовакуумной
камеры для проведения тепловакуумных испытаний
космических аппаратов**

А.Ю. Кочетков
г. Химки АО «НПО им. С.А. Лавочкина»
e-mail: kochetkov@iaspace.ru

В работе рассматривается вопрос в выборе наиболее оптимальной конфигурации рабочего объёма термовакуумной камеры для тепловакуумных испытаний космических аппаратов.

The optimal form of thermovacuum chamber operating volume for thermovacuum tests of space apparatus. A.Y.Kochetkov. The paper deals with the choice of optimal form of thermovacuum chamber volume for thermovacuum tests of space apparatus.

Испытания космических аппаратов в термовакуумной камере проводятся с целью подтверждения правильности выбранных проектных решений по тепловому режиму, а также качества сборки.

Современные космические аппараты выполнены с негерметичным приборным контейнером. Средства обеспечения теплового режима, при такой компоновке имеют в своём составе тепловые трубы. Тепловая труба, теплопередающее устройство, на работу которого гравитация оказывает существенное влияние. В зависимости от положения, в поле гравитации Земли тепловые трубы могут работать нормально, либо работают в режиме термосифона, либо не работают. Соответственно, одной из задач, решаемых при термовакуумных испытаниях, является задача оптимального расположения испытываемого космического аппарата в термовакуумной камере относительно поля тяжести Земли. Космический аппарат должен быть расположен таким образом, чтобы максимально приблизить работу тепловых труб к натурным условиям эксплуатации.

Термовакуумные камеры больших объёмов, в которых возможно проведение тепловакуумных испытаний являются сложными и дорогостоящими инженерными объектами, поэтому необходимо создавать универсальные испытательные стенды, позволяющие проводить испытания как разработанных так и перспективных космических аппаратов.

Как правило, компоновка космического аппарата требует размещения относительно поля тяжести Земли либо вертикально (наибольший габарит высота), либо горизонтально (наибольший габарит длина). Также на габариты влияют различные выносные конструкции: солнечные батареи, антенны, фермы с приборами и оборудованием. Габариты рабочего объёма термовакуумной камеры должны предусматривать испытания космических аппаратов целиком.

Рассмотрим конфигурации рабочих объёмов термовакуумной камеры в виде цилиндра, куба, параллелепипеда и шара.

Примем за максимальный характерный размер космических аппаратов равным 6 метров. Тогда характерный размер рабочего объёма вакуумной камеры должен составлять не менее 10 метров, так как минимальное расстояние от объекта испытаний до внутрикамерного оборудования должно составлять не менее 2 метров, для исключения влияния стенда на работу объекта испытаний. Возможные варианты формы термовакуумной камеры представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Конфигурация рабочего объема	Характерный размер, м	Рабочий объем, м ³
Цилиндр	∅ 10	785
Куб	∅ 10 × Н 10	1000
Параллелепипед	8 × 10 × 12	960
Шар	∅ 10	524

Из таблицы видно, что куб и параллелепипед при одинаковых характерных размерах дают больший объем. На первый взгляд, более оптимальными являются шар и цилиндр по сравнению с кубом и параллелепипедом, так как при одинаковых характерных размерах, имеют меньший объем. Также шар и цилиндр имеют предпочтение с точки зрения прочности и жесткости конструкции, а также весовых характеристик. Существенным недостатком кубической формы вакуумной камеры, который оказывает влияние на принятие решения о её постройке, является необходимость усиления стенки вакуумной камеры. Это приводит к удорожанию и утяжелению конструкции. Производительность откачной системы вакуумной камеры зависит в первую очередь от величины натекания и требуемого вакуума. Меньший рабочий объем позволяет уменьшить производительность откачной системы, но не существенно, так как натекание в первую очередь связано с негерметичностью фланцевых соединений, и слабо зависит от площади стенки вакуумной камеры. Сокращение стоимости откачной системы также практически не сказывается на общей стоимости вакуумной камеры, так как стоимость вакуумных насосов имеет небольшой вес в стоимости всего стенда.

Основным критерием при выборе конфигурации рабочего объема вакуумной камеры является форма объекта испытаний. Имеющиеся сегодня вакуумные камеры имеют форму вертикального или горизонтального цилиндра. Эта геометрия повторяет геометрию первых космических аппаратов имеющих герметичный приборный контейнер. Так как термостабилизация таких космических аппаратов основана на циркуляции газа, то положение аппарата при испытаниях не играет особой роли. Как было сказано выше, целевая задача создания термовакуумной камеры - проверка проектных решений и качества сборки при условиях максимально приближенных к реальным условиям эксплуатации. При проектировании испытательного стенда нового поколения необходимо учитывать форму создаваемых сегодня и перспективных космических аппаратов. При проектировании аппаратов нового поколения разработчики не ограничены пределами герметичного приборного контейнера и могут выбирать компоновку исходя из наиболее рационального размещения аппаратуры. Проектируемые сегодня и перспективные космические аппараты имеют различные формы. Чаще всего это параллелепипед и куб. Все космические аппараты оснащены оборудованием, расположенным на выносных конструкциях, которые сложены в походном положении под обтекателем и раскрываются по после выведения на орбиту, к ним относятся: солнечные батареи, антенны, и другие. Отдельно стоят раскрывающиеся конструкции космических аппаратов, предназначенных для работы на поверхности других планет и Луны, такие как посадочные устройства, трапы, манипуляторы, грунтозаборные устройства.

Существующие цилиндрические вакуумные камеры не позволяют испытывать космические аппараты, имеющие перечисленные механизмы, из-за недостаточного рабочего объема.

Основной проблемой испытаний космических аппаратов сложной формы в термовакуумной камере является моделирование излучения Солнца. Световое пятно в таких вакуумных камерах вводится сбоку, при этом исключается подача светового пятна сверху и снизу космического аппарата, без дополнительных оптических элементов. В кубической вакуумной камере есть свободные объемы для размещения этих элементов, в цилиндрической камере такая возможность отсутствует.

Имитатор Солнца является наиболее сложной и важной системой термовакуумной камеры. В нашей стране имеется всего несколько установок, оснащенных данной системой. В цилиндрической термовакуумной камере, при работе имитатора Солнца происходит переотражение теплового потока от поверхности изделия и азотных экранов на теневые участки объекта испытаний. Схема переотражения представлена на рисунке 1. Более подробно данный вопрос рассмотрен в работе [3]. При степени черноты азотных экранов $\varepsilon = 0,95$

величина переотражённого теплового потока может достигать 5 %. Это вносит довольно значительный вклад в погрешность эксперимента. В кубической термовакуумной камере переотраженный от азотных экранов тепловой поток не попадает на теневые участки испытуемого изделия, а на другие участки азотного экрана (рис. 1), где окончательно поглощается. Таким образом, азотные экраны формы куба более точно воспроизводят внешние тепловые воздействия.

В кубической вакуумной камере можно разместить дополнительное оборудование, так как имеются "слепые" зоны, в которые не попадает тепловое излучение от имитатора Солнца. В этих зонах удобно разместить приборы для видео и инфракрасной съёмки испытуемого изделия, а также аппаратуру контроля геометрических параметров при тепловых нагрузках.

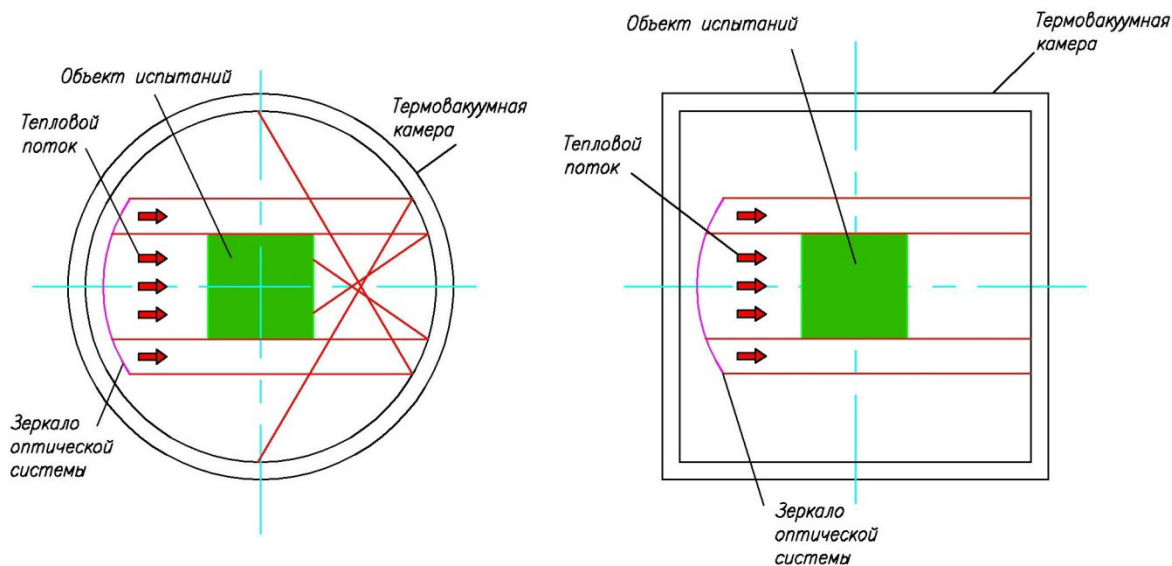


Рис. 1. Переизлучение теплового потока в цилиндрической и кубической термовакуумных камерах.

Рассмотренные в работе варианты корпуса термовакуумной камеры однозначно показывают, что выбор вакуумной камеры в виде куба оптимален с точки зрения испытаний в ней космических аппаратов с негерметичным приборным контейнером, с другой стороны цилиндрическая термовакуумная камера дешевле и проще в изготовлении, при этом результаты испытаний в ней имеют большие погрешности. С точки надёжности получаемых результатов кубическая термовакуумная камера имеет предпочтение.

Литература

1. О.Н. Фаворский, Я.С. Каданер. Вопросы теплообмена в космосе. Высшая школа, М, 1972.
2. У. Фрост. Теплопередача при низких температурах. Мир, М, 1977.
3. А.А. Филатов, С.Б. Нестеров. Применение метода трассировки лучей при моделировании тепловакуумных испытаний космического аппарата с использованием имитатора солнечного излучения. Материалы конференции "Вакуумная техника, материалы и технология" М. 2017.

Опыт устранения негерметичностей на внешней поверхности криотермовакуумных установок без сброса вакуума

В.В. Веденеев, Л.К. Куцый, Е.В. Жировов, В.А. Кобзев, О.Е. Чубаров
Москва, АО «Криогенмонтаж»,
Староваганьковский пер., дом 23 стр.1
www.cryomont.ru

В работе описывается опыт устранения негерметичностей на внешней поверхности криотермовакуумных установок без сброса вакуума.

Non-airproofness on the outer surface of cryothermovacuum installations – how to eliminate it without rise of pressure. V.V.Vedeneev, L.R.Kytsi, E.V.Zhirovov, E.A.Kobzev, O.E.Chubarov. The experience of JSC “Cryogenmontage” in elimination of non-airproofness on the outer surface of a cryovacuum installations without rise of pressure is described.

АО «Криогенмонтаж» имеет опыт устранения негерметичностей на внешней поверхности криотермовакуумных установок, находящихся с одной стороны под атмосферным давлением, а с другой под вакуумом.

К таким криотермовакуумным системам относятся: барокамеры, системы накопления, хранения и выдачи криогенных продуктов, криогенные трубопроводы и т.п.

В процессе эксплуатации таких систем по ряду причин происходит нарушение герметичности поверхностей. Для сохранения работоспособности криотермовакуумных установок АО «Криогенмонтаж» выполняет ремонт таких систем без сброса вакуума.

Опишем одно из событий, возникшее при испытаниях на герметичность, криогенной емкости с объемом вакуумной полости около 1000 (тысячи) м³, с экранной вакуумной изоляцией и с адсорбционным карманом, которая вакуумировалась, после сервисного обслуживания около 30 (тридцати) суток.

При достижении вакуума 1,5*10⁻³ мм рт.ст., была обнаружена течь на сварном шве технологического колпака величиной 1500 л.ккм рт.ст./сек, что значительно (в сотни раз) превышало допустимые значения требованиям техническим условиям.

Ремонт был произведен следующим образом:

1) По периметру колпака над дефектным сварным швом по обе его стороны (рис.1) была приварена пластина, шириной 100 мм аргоно-дуговой сваркой из стали 09Г2С толщиной 3 мм.

Сварка производилась по особой технологии, отработанной сварочной лабораторией АО «Криогенмонтаж»

2) Проверка герметичности сварных швов вновь установленной пластины производилась методом «обдува гелием».

Так как объем полости под пластиной соединен с вакуумной полостью резервуара, чувствительность испытаний была достаточно высокой.

3) После устранения дефекта определили общую герметичность системы по натеканию согласно техническим условиям.

Существующий опыт АО «Криогенмонтаж» позволяет оптимизировать технологию устранения обнаруженных дефектов без сброса вакуума, что значительно сокращает общее время работ.

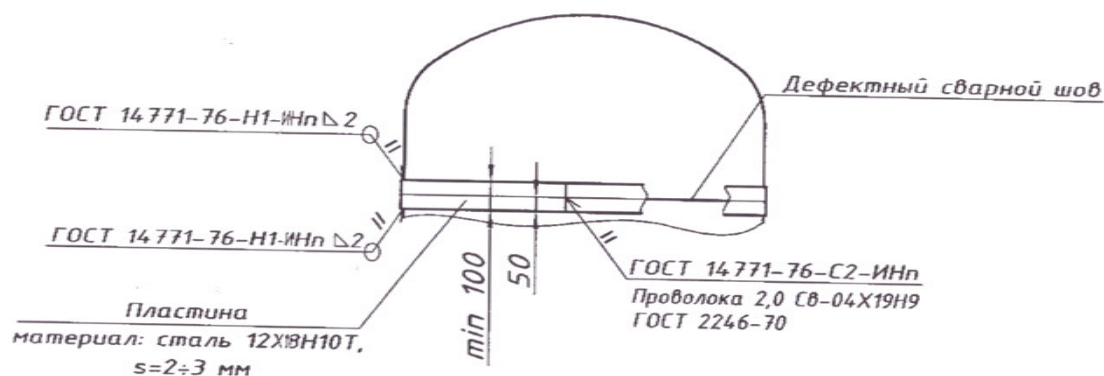


Рис. 1. Эскиз устранения негерметичностей на внешней поверхности криотермовакuumных установок без сброса вакуума.

Литература

1. Е.В. Жировов. Опыт изготовления, монтажа, наладки и эксплуатации криовакуумных установок, оснащенных отечественным вакуумным и криогенным оборудованием за период с 1972 по 2014г.//Вакуумная техника и технология. 2015г., Т25, №2, с.64-65.
2. ОСТ 26-04-2569-80. Изделия вакуумной и криогенной техники. Масс-спектрометрический и манометрический методы контроля герметичности.
3. Б.С. Данилин, В.Е. Минайчев. Основы конструирования вакуумных систем. М., "Энергия", 1971.

Современные возможности модернизации технологических систем

Ю. К. Васильев, ООО «ТЕРЛА»
e-mail: vas@terla.ru

В данной работе рассматриваются современные возможности модернизации технологических систем для высокотехнологичных производств, которые использует в своей работе компания ТЕРЛА.

Modern possibilities of technological systems modernization for hi-tech industries. Yu.K. Vassiliev. Modern possibilities of technological systems modernization for hi-tech industries used by TERLA are considered.

В условиях, когда средства для приобретения оборудования ограничены, особое значение приобретает его модернизация, позволяющая оставить существующие наработки и получить новые характеристики и возможности.

Нашей компанией выполнен ряд работ по модернизации сложного технологического оборудования и систем, включающих вакуумное, термическое и криогенное оборудование, таких как системы испытаний и контроля герметичности, термовакuumных барокамер, установки электронно-лучевой сварки, агрегаты моделирования условий открытого космоса и т. п.

Установка испытаний на герметичность методом вакуумной камеры (НПО им. С. А. Лавочкина)

<i>Внесенные изменения</i>	<i>Добавленные/измененные характеристики</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Проведена реставрация вакуумной камеры – устранены течи, выполнена механическая полировка поверхностей • Насосы заменены на безмасляные с увеличенной производительностью • Добавлена автоматизированная система управления насосами и затворами с блокировками от неправильного использования • Добавлена система измерения и контроля вакуума и давления 	<ul style="list-style-type: none"> • Время откачки установки до рабочего давления сократилось на 20-30% • Нет необходимости длительного обучения персонала для работы с установкой • Снижился риск выхода оборудования из строя из-за нарушений правил эксплуатации • Добавлено автоматическое протоколирование всех действий и данных

Система форвакуумной откачки установки электронно-лучевой сварки (ГКНПЦ им. М.В. Хруничева)

<i>Внесенные изменения</i>	<i>Добавленные/измененные характеристики</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Проведена замена частей вакуумного тракта с устранением течей • Насосы заменены на безмасляные с увеличенной производительностью • Добавлена автоматизированная система управления и удаленного контроля 	<ul style="list-style-type: none"> • Время откачки установки до рабочего давления сократилось вдвое • Добавлен полностью автоматический режим работы – можно работать просто включая систему, она выходит на режим и сообщает оператору о готовности

Система откачки вакуумной плавильной печи объемом 120 м³ (ОАО «ВИЛС»)

<i>Внесенные изменения</i>	<i>Добавленные/измененные характеристики</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Проведена замена частей вакуумного тракта с устранением течей • Насосы заменены на безмасляные с увеличенной производительностью • Добавлена автоматизированная система управления и удаленного контроля 	<ul style="list-style-type: none"> • Время откачки установки до рабочего давления сократилось на 50% • Предельное остаточное давление в камере печи улучшилось до 1 порядка величины (10⁻³ Торр) • С помощью автоматизации рабочих процессов снижился риск выхода оборудования из строя из-за нарушений правил эксплуатации

Вакуумные шкафы для сушки компонентов приборов (АПЗ им. П. И. Пландина)

<i>Внесенные изменения</i>	<i>Добавленные/измененные характеристики</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Произведена переделка вакуумной камеры и элементов вакуумного тракта • Насосы заменены на безмасляные • Добавлена автоматизированная система управления и удаленного контроля 	<ul style="list-style-type: none"> • Предельное остаточное давление системы улучшилось до 3 порядков величины (10⁻⁵ Торр) • Установлена новая система контроля и мониторинга технологического процесса, позволяющая программировать более сложные процессы

Кроме того в нашей компании начат серийный выпуск нового технологического оборудования собственного производства:

Высоковакуумные термошкафы серии Сонора [2] для таких приложений как сушка, дегазация, выпаривание, нагрев металлических деталей для поверхностной обработки, полимеризация, тестирование, калибровка барометров и многих других:

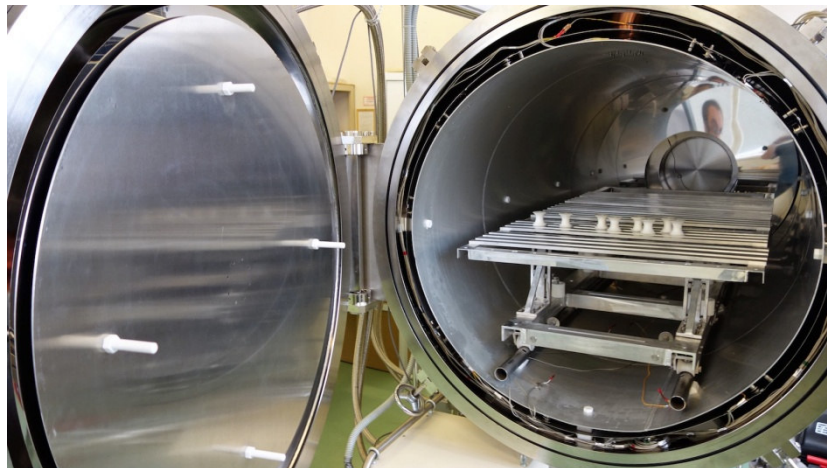
- объем вакуумной термокамеры 25, 50, 75 и 100 л. На заказ возможны объемы в диапазоне 20 ~ 500 л;

- предельное остаточное давление до $10^{-5} \sim 10^{-6}$ Торр;
- температура до $+600$ °С;
- точность поддержания температуры $\pm 0,2$ °С;
- контроллер позволяет использовать два вида регулирования — «ПИД» и «вкл-выкл», вводить и хранить в памяти 8 независимых программ по 32 сегмента, что позволяет решать практически любую задачу вакуумной термообработки.



Системы имитации космических условий для проведения испытаний оборудования, работающего в открытом космосе [3]:

- объем вакуумной камеры 500 л, 3400 л. На заказ возможны объемы до 18 м^3 ;
- диапазон температурных воздействий на объект: $80 \sim 450 \text{ К}$ ($-193 \sim +167$ °С);
- безмасляная система откачки в составе криовакуумного и винтового насосов;
- криозкраны охлаждаются с помощью криорефрижераторов Гиффорда-МакМагона или рециркуляционных систем на смесевых циклах;
- полезная холодопроизводительность криозкрана до 4000 Вт при 80 К;
- возможность использования системы для проверки на герметичность и обезгаживания объектов.



Литература

1. <http://www.terla.ru>
2. <http://www.terla.ru/catalog/heatreatment/66>
3. <http://www.terla.ru/catalog/systems/spacesim>

Почтовая доставка на основе магнитной левитации в разреженной среде

С.Б. Нестеров, Р.О. Кондратенко, А.И. Капитоненко, А.И. Холопкин, А.Н. Белоконев
Москва, ОАО «НИИ Вакуумной Техники им. С.А. Векинского», Нагорный проезд, 7
e-mail: rim19@mail.ru

В статье рассматривается почтовая система доставки грузов со скоростями, кратными 1000 км/час на основе магнитной левитации в разреженной среде. Грузы доставляются в капсулах, размещенных в вакуумном трубопроводе с пониженным давлением. Приводятся основные тенденции развития рынка почтовых отправок. Указывается ниша, которую может занять вакуумная транспортная система почтовой доставки грузов на основе магнитной левитации в конкурентной борьбе с другими видами транспортных систем доставки грузов. Также приводятся результаты оценочных расчетов по вакуумной части и энергозатратам.

Post delivery based on magnetic levitation in rarefied space. S.B.Nesterov, R.O.Kondratenko, A.I. Holopkin, A.N. Belokonev. Cargo delivery with rates multiple to 1000 km per hour is viewed. Cargo is delivered in capsules placed in a vacuum tube with reduced pressure. The main trends of market development are viewed. Cargo delivery by vacuum tube possesses certain advantages comparable to other means of delivery. The results of evaluating calculations in vacuum part and energy consumption are given.

Бурное развитие интернет - торговли стимулировало резкий приток посылок на почтовые посты. Ежедневно в России обрабатываются тысячи посылок с товарами, перевозимыми как в адрес физических, так и юридических лиц.

Основные категории рынка интернет-торговли [1]:

- электроника и бытовая техника (76,5 млрд. руб. за 2012 год);
- одежда и обувь (60,1 млрд. руб. за 2012 год);
- компьютеры и ноутбуки (45,6 млрд. руб. за 2012 год);
- мобильные телефоны (21,7 млрд. руб. за 2012 год);
- детские товары (18,8 млрд. руб. за 2012 год).

Несмотря на относительно невысокие темпы роста внешней торговли страны в целом (а по ряду позиций экспорта и импорта наблюдается сильное снижение), количество грузов, пересылаемых в рамках международных почтовых отправлений неумолимо растет, приводя к, своего рода, «коллапсам» на почте и таможенных постах. [1, 2]. Темпы роста почтовых отправок приведены в Таблице 1 [3].

Таблица 1. Транспортировка почтового груза на расстояние 1000 км.

	2011	2012	2013	2014
Всего, млн.	108	140	170	235
Почта России: внутренние ¹ , млн.	51	56	53	63
Крупные альтернативные перевозчики ³ : внутренние, млн.	12	22	29	41
Крупные альтернативные перевозчики ³ : международные, млн.	0,4	2,2	3,5	5
Остальные альтернативные перевозчики ⁴ , млн.	12	14	12	12
Собственные службы доставки ИМ ⁵ , млн	20	30	33	44

Примечания:

- ¹ Статистика для Почты России включает только посылки.
- ² Статистика по международным отправлениям включает в себя как посылки, так и мелкие пакеты.
- ³ Под «крупными альтернативными перевозчиками» подразумеваются компании «большой пятерки»: 1. СПСР-Экспресс; 2. DPD, включая Hermes; 3. Pony Express; 4. СДЭК; 5. Voxberry — компании, имеющие панроссийские (доставка по всей стране или большей её части) амбиции и международные перевозки.
- ⁴ Другие компании (за исключением вышеупомянутой «большой пятерки»), местные перевозчики или работающие в нескольких регионах.
- ⁵ Собственные службы доставки ИМ — курьерские службы или курьеры, а так же пункты самовывоза интернет-магазинов.

Предлагаемая к рассмотрению транспортная система почтовой доставки грузов на основе магнитной левитации в разреженной среде поможет сохранить темпы роста интернет – торговли в будущем.

С учетом высокой скорости она, в первую очередь, может заполнить нишу быстрой доставки товаров, как по внутренней, так и по международной почтовой связи, между крупными мегаполисами или странами, с расстоянием более 1000 км.

Это может быть доставка товаров и корреспонденции между крупными городами с большим населением, например, Москва-Санкт-Петербург, Москва-Казань, и др. Или сообщение между Россией и Китаем. Тем самым будет создана транспортная инфраструктура нового поколения, которая тесно свяжет крупные мегаполисы России, регионы РФ, а также близлежащие страны. Конкуренция при этом будет с воздушным транспортом.

В Таблице 2 рассмотрен пример транспортировки почтового груза на расстояние 1000км.

Таблица 2. Транспортировка почтового груза на расстояние 1000 км.

Общее расстояние, км	1000
Ускорение при разгоне, м/с ²	1
Максимальная скорость, км/ч	1000
Время почтового груза в пути, мин/ч	55,4/0,92
Путь разгона, торможения (принимается равным), км	38,6
Время разгона, торможения (принимается равным), мин	4,6

Скорость транспортной системы почтовой доставки грузов на основе магнитной левитации в разреженной среде сообщения ограничена предельно допустимыми для грузов ускорениями, условиями стабильности и безопасности транспортировки, возможностью устойчиво реализовывать заложенную в график движения скорость транспортировки даже при случайных задержках в пунктах отправления и сбора почтовых грузов.

Во избежание сбоя графика движения в случае задержки в пункте отправления капсулы с почтовым грузом N должна обеспечиваться возможность автоматического нагона упущенного времени или автоматическая отправка капсулы N+1 вместо капсулы N.

Самая большая посылка имеет размер 530x360x220 см и вес 10 кг. Размер капсулы для почтовых грузов должен быть герметичным, включать в себя систему поддержания постоянной температуры, элементы магнитного подвеса, элементы интеллектуального управления движением и др. По предварительным оценкам система магнитного подвеса будет занимать около 40% поперечной площади вакуумного трубопровода, поэтому предварительно примем его диаметр от 0,5 до 1,5 м.

Расстояние между капсулами с почтовыми грузами должно быть минимальным, при этом, должна иметься возможность съезда капсулы N с основного вакуумного пути в «карман»

для последующего торможения и доставки ее в пункт сбора (без потери скорости для капсулы N+1).

В Таблице 3 представлены полученные первичные данные по энергозатратам на создание и поддержание вакуума, а также указано необходимое количество насосов. Рабочее давление в вакуумной камере 10 Па, в качестве первичного насоса был взят Edwards CXS 250 с быстротой действия 0,0694 м³/с (250 м³/ч) и предельным давлением 0,1 Па.

Таблица 3. Энергозатраты на создание и поддержание вакуума.

Диаметр трубопровода, м	Время откачки t, ч	Количество насосов на 1000 км для создания вакуума в 10 Па, шт	Максимальная потребляемая мощность насоса, кВт	Потребляемая мощность при минимальном остаточном давлении, кВт	Быстрота действия насоса, м ³ /ч	Энергозатраты создания вакуума в 10 Па на 1000 км пути, кВт·ч (за сутки, двое, трое)	Энергозатраты поддержания вакуума в 10 Па на 1000 км пути, кВт·ч (в сутки)
0,5	24	306	7,5	3,6	250	55 080	4 320
0,5	48	153	7,5	3,6	250	55 080	4 320
0,5	72	102	7,5	3,6	250	55 080	4 320
1	24	1222	7,5	3,6	250	219 960	4 320
1	48	612	7,5	3,6	250	220 320	4 320
1	72	408	7,5	3,6	250	220 320	4 320
1,5	24	2750	7,5	3,6	250	495 000	4 320
1,5	48	1375	7,5	3,6	250	495 000	4 320
1,5	72	917	7,5	3,6	250	495 180	4 320
2	24	4890	7,5	3,6	250	880 200	4 320
2	48	2445	7,5	3,6	250	880 200	4 320
2	72	1630	7,5	3,6	250	880 200	4 320

В дальнейшем необходим более подробный технико-экономический анализ новой системы. Данные вопросы в настоящее время только начинают прорабатываться в России и за рубежом.

Литература

1. Международные почтовые отправления и Интернет-торговля: основные тенденции. 2013. URL. <http://провэд.рф/analytics/research/8285-mezhdunapodnye-pochtovye-otpravleniya-i-intepnet-topgovly-a-osnovnye-tendentsii.html> (дата обращения 15.08.2017).
2. «Почта России» увеличила доставку международных посылок почти втрое // Infranews. 2017. URL. <http://infranews.ru/novosti/statistic/44377-v-i-kvartale-2016-g-pochta-rossii-uzvelichila-dostavku-mezhdunarodnykh-posylok-pochti-vtroe/> (дата обращения 15.08.2016).
3. Статистика почтовых отправок товаров в России за 2009-2014 гг // Shopolog. 2015. URL. <https://www.shopolog.ru/news/statistika-pochtovykh-otpravleniy-tovarov-v-rossii-za-2009-2014gg/> (дата обращения 15.08.2017).

Сверхзвуковое движение тела в трубе, наполненной разреженным газом

А.Н. Якунчиков, А.Р. Газизова

Москва, Механико-математический ф-т МГУ им. М.В.Ломоносова
e-mail:art-ya@mail.ru

В работе исследована плоская задача об обтекании цилиндра, движущегося со сверхзвуковой скоростью в канале, наполненном разреженным газом. Расчеты проводились методом прямого статистического моделирования Монте-Карло (DSMC) и методом событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD). Рассмотрены случаи движения при числе Маха 1.5 и 3, числе Кнудсена 0.1, 1, 3.5 и различных размеров движущегося тела (0.1–0.8) по отношению к размеру канала. Получены поля плотности, давления, скорости и температуры, коэффициент сопротивления и теплового потока.

Supersonic body motion in a channel with rarefied gas. A.N. Yakunchikov, A.R. Gazizova. The problem of supersonic flow past cylinder moving in a channel with rarefied gas was investigated in plane statement. The Direct Simulation Monte-Carlo (DSMC) and Event-driven Molecular Dynamics (EDMD) methods were used for computation. The following cases were considered: Mach number 1.5 and 3, Knudsen number 0.1, 1, 3.5 for different sizes of body (0.1–0.8) relative to channel size. The fields of density, pressure, velocity and temperature were obtained, drag coefficient was calculated.

Рассматривалась задача обтекания тела, движущегося со сверхзвуковой скоростью в канале, наполненном разреженным газом, в плоской постановке. В качестве тела выбран цилиндр. В системе координат, связанной с телом, на тело набегают поток разреженного газа, стенки движутся с той же скоростью (рис. 1). Высота канала H , диаметр цилиндра D . На входной границе задавалась плотность, скорость и температура газа, на выходной границе – условие свободного вытекания (поглощающая граница). На стенках канала и цилиндра ставилось условие рассеяния с полной аккомодацией энергии и импульса (ядро рассеяния Максвелла).

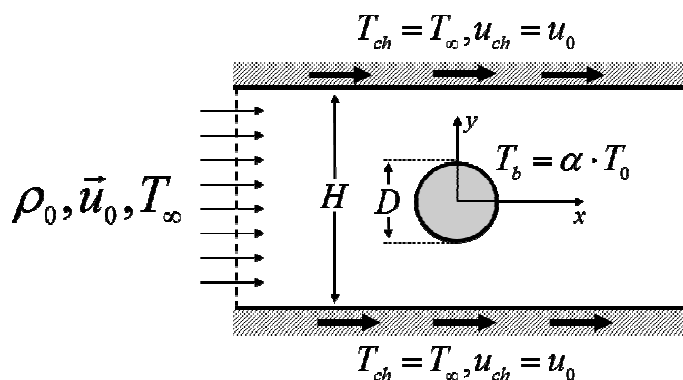


Рис. 1. Схема задачи.

Расчеты проводились двумя методами – методом прямого статистического моделирования Монте-Карло (DSMC) и методом событийного молекулярно-динамического моделирования (EDMD). Использовались собственные программные реализации данных методов, перед расчетом рассматриваемой в настоящей работе задачи методы были успешно протестированы на нескольких классических задачах динамики разреженного газа (течение в канале, обтекание цилиндра и др.).

На рис.2 приведены стационарные поля плотности, давления и температуры, полученные при $M = 3, Kn = 0.1, T_b = T_\infty$ и различных размеров тела. Видно, что на некотором

расстоянии от тела формируется прямой скачок, далее дозвуковая область и разгон опять до сверхзвуковой скорости в «сопле» за счет сужения сечения потока на теле. Из соотношений на разрыве следует, что чем выше скорость до ударной волны, тем ниже она после нее. Поэтому при уменьшении скорости следует ожидать, что число Маха в дозвуковой области увеличится, следовательно, при данном размере тела «соплов» может стать нерасчетным. Эти рассуждения подтверждаются расчетами – при уменьшении скорости до $M = 1.5$ волна начинает отходить от тела дальше вверх по потоку, но в итоге течение устанавливается. Сравнение результатов для $M = 1.5$ и $M = 3$ представлены на рис. 3. Видно, что при $M = 1.5$ между ударной волной и телом формируется градиент давления, что является результатом движения стенок относительно тела.

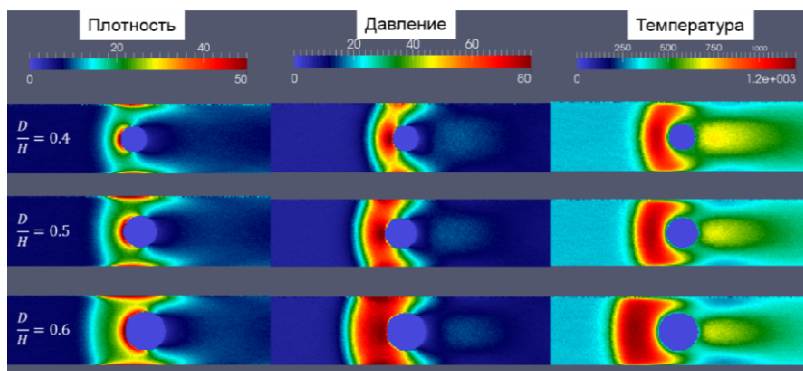


Рис. 2. Поля плотности, давления и температуры при $M = 3, Kn = 0.1, T_b = T_\infty$ для различных относительных размеров тела $D/H = 0.4, 0.5, 0.6$.

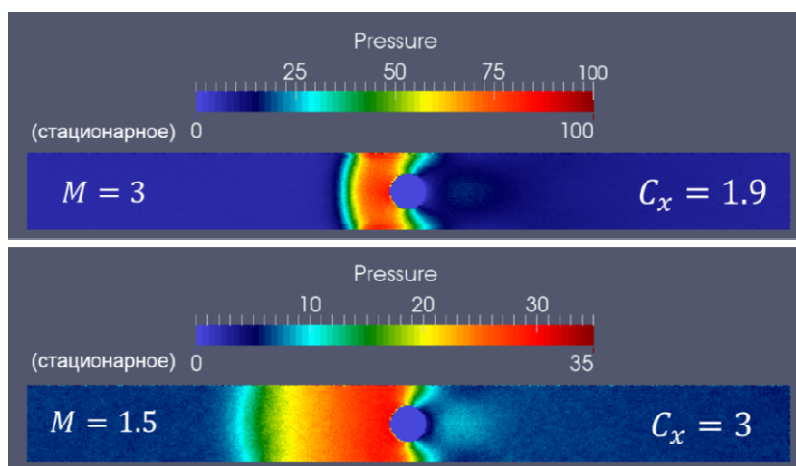


Рис. 3. Сравнение полей давления для случаев $M = 1.5$ и $M = 3$ при $Kn = 0.1, T_b = T_\infty$.

При размерах тела более $D/H = 0.6$ и $Kn = 0.1$ ударная волна значительно отходит вверх по потоку, поэтому для корректного решения при этих параметрах необходимо увеличивать расчетную область. При $Kn = 1$ и $Kn = 3.5$ при всех рассмотренных размерах течение стационарно, все возмущения находятся вблизи тела и не отходят вверх по потоку.

В работе решена задача обтекания тела, движущегося со сверхзвуковой скоростью в трубе, наполненной разреженным газом, в плоской постановке. Получено, что в сильном разрежении ($Kn \geq 1$) при всех рассмотренных размерах тела ($D/H = 0.1 - 0.8$) реализуется стационарный режим обтекания и возмущения заметно не отходят от тела вверх по потоку. При $Kn = 0.1$ образуется отошедшая ударная волна, положение которой зависит от числа Маха и размера тела: чем ниже скорость и больше тело, тем выше по потоку отходит скачок.

Вычисления проводились с использованием ресурсов суперкомпьютерного комплекса МГУ имени М.В. Ломоносова и суперкомпьютера МСЦ РАН.

Вакуумные криогенные насосы на базе автономных криорефрижераторов Гиффорда- МакМагона

А.В. Громов, В.И. Ляпин, Н.В. Нейфельд, В.В. Яловнаров
Омск, ООО «НТК «Криогенная техника», ул. 22 Партсъезда, д. 97, корп. 1,
e-mail: info@cryontk.ru

В работе представлены вакуумные криогенные насосы на базе автономных криорефрижераторов Гиффорда МакМагона.

Vacuum cryogenic pumps based on autonomous Gifford-MacMahon cryorefrigerators. A.V.Gromov, V.I.Lyapin, N.V.Neufeld, V.V. Yalovnarov. The paper describes vacuum cryogenic pumps based on autonomous Gifford-MacMahon cryorefrigerators.

Разработка и выпуск вакуумных криогенных насосов (НВК) предприятием ведется более тридцати лет. Создан ряд НВК с диаметром входных патрубков от 160 мм до 900 мм, обеспечивающих получение чистого свободного от органических загрязнений вакуума до $1 \cdot 10^{-8}$ Па. НВК комплектуются автономными, замкнутыми по рабочему газу микрокриогенными системами на базе одно и двух ступенчатых криорефрижераторов Гиффорда - МакМагона в различных сочетаниях и двумя типами компрессорных установок (КУ) на базе ротационного и спирального компрессоров с производительностью $36 \text{ нм}^3/\text{ч}$, $45 \text{ нм}^3/\text{ч}$ и $60 \text{ нм}^3/\text{ч}$ собственной разработки.

Все НВК оснащаются микропроцессорными системами управления, позволяющими осуществлять контроль рабочих параметров и управлять режимами работы, выполнять диагностику составных частей крионасоса и интегрируются в комплексные высоковакуумные системы.

Система управления обеспечивает возможность работы от одной компрессорной установки до 3-х блоков криооткачки.

Контроль температуры криостатирования криопанелей осуществляется малогабаритным цифровым измерителем температуры с использованием миниатюрного платинового датчика ($R_0=100 \text{ Ом}$).

По составу откачиваемых газов НВК можно разделить на: универсальные (с конденсационными и адсорбционными криопанелями), предназначенные для откачки всех компонентов воздуха, включая водород и гелий (Ду160, 200, 250, 320, 400, 630мм), и конденсационные, имеющие повышенную производительность ($Q > 1 \text{ м}^3/\text{Па}/\text{с}$) по газам, конденсирующимся в молекулярном режиме течения при температуре выше 40К, таким как ксенон, криптон и др. (Ду630, 900мм).

Использование конденсационных и попеременно работающих, установленных через шибер универсальных НВК позволяет довести время работы вакуумной системы до 1000 и более часов без ее разгерметизации.

В настоящее время в эксплуатации находятся сотни НВК различных моделей. Наиболее широкое применение крионасосы получили в различных технологических и испытательных комплексах: от установок ионно-плазменного напыления до ускорительных комплексов и имитационных камер с объемом в сотни кубических метров.

Учитывая многолетний опыт разработки и эксплуатации крионасосов можно сделать выводы:

1) Крионасосы позволяют осуществлять полную автоматизацию системы откачки и регулирование по всем параметрам.

2) По сравнению с другими вакуумными насосами, крионасосы при тех же диаметрах присоединительных фланцев имеют большие значения быстроты действия и позволяют достигать требуемое остаточное давление за меньшее время.

3) С помощью крионасосов создается свободный от углеводородов вакуум, что во многих случаях оказывает решающее влияние на качество продукции.

4) Эксплуатационные расходы крионасосов при той же скорости действия меньше, чем у диффузионных насосов.

5) По надежности в эксплуатации они не уступают диффузионным и турбомолекулярным насосам

По требованиям Заказчика могут быть разработаны и изготовлены модификации крионасосов с другими техническими характеристиками и присоединительными фланцами БКО различных стандартов (ОСТ 11 868.006-76, ISO-K, ISO-CF и другим).

Обеспечиваем проведение монтажных и пуско-наладочных работ, гарантийное и послегарантийное сервисное техническое обслуживание на договорной основе в течение всего срока эксплуатации крионасосов, в том числе капитальный ремонт и модернизацию с заменой основных деталей и узлов (блок управления, электродвигатели КУ и криорефрижератора и др.).

Технические характеристики НВК приведены в таблице.

ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НВК

Тип НВК	НВК 160-0,8	НВК 200-1,5	НВК 250-3,2	НВК 320-5	НВК 400-6,5	НВК 630-20	НВК 630-7XeK	НВК 900-15XeK
Диаметр условного прохода, мм	160	200	250	320	400	630	630	900
Быстрота действия в диапазоне давлений от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ Па, л/с								
H ₂ O	2600	4600	6500	10500	18000	46000	46000	93000
Ar	670	1300	2200	4200	5400	15000	-	-
Air	800	1500	2600	5000	6500	18000	-	-
Xe	370	700	1200	2300	3050	8000	8000	15000
H ₂ (при P < $1 \cdot 10^{-2}$ Па)	1000	2000	3000	5000	6000	14000	-	-
Предельное остаточное давление, Па	$1 \cdot 10^{-8}$					$1 \cdot 10^{-7}$		$1 \cdot 10^{-2} \div 1 \cdot 10^{-7}$
Емкость откачки, Па·л								
Air	$7 \cdot 10^7$	$1 \cdot 10^8$	$2 \cdot 10^8$	$2 \cdot 10^8$	$3 \cdot 10^8$	10^8	-	-
H ₂	$1,2 \cdot 10^6$	$1,2 \cdot 10^6$	$2 \cdot 10^6$	$2,5 \cdot 10^6$	$2,5 \cdot 10^6$	$6 \cdot 10^6$	-	-
Время выхода на рабочий режим, мин	50	55	60	80	90	170	60	90
Давление запуска, Па	5							
Потребляемая мощность от сети ~3Ф. 220/380 В, 50 Гц, кВт	4,0				4 - 4,5		10	15
Длина кабелей и трубопроводов, м	до 30							
Габаритные размеры блока криооткачки, мм								
высота	518	518	518	530	539	769	769	759
длина	416	416	421	461	501	716	713	1091
ширина	317	327	352	420	500	716	713	1091
Габаритные размеры компрессорной установки, мм	524×765×486			615×810×518		2×(615×810×518)		3×(615×810×518)
Масса блока криооткачки, кг	21	24	26	31	39	100		250
Масса компрессорной установки, кг	100			140		2*140		3*140

СЕКЦИЯ 6. БИМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Оптическое поглощение полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного углеродными и фторуглеродными тонкими пленками

В.И.Кузькин, С.В.Петрунин, В.М. Елинсон

*Московский Авиационный Институт (Национальный Исследовательский Университет),
Волоколамское ш.,4, г. Москва, 125993, e-mail: kuzkinn@rambler.ru*

Проведено исследование оптического поглощения модифицированного полиэтилентерефталата в диапазоне длин волн 190 – 600 нм. По спектрам поглощения методом Тауца определена ширина запрещенной зоны E_g однослойных и многослойных структур на основе ПЭТФ. Описано влияние состава плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного покрытия на значение оптического поглощения и величину E_g .

The optical absorption of polyethylene terephthalate (PET) modified with carbon and fluorocarbon thin films. V.I.Kuzkin, S.V.Petrunin, V.M.Elinson. The studies of optical absorption of the modified polyethylene terephthalate (PET) in the wavelength range 190 – 600 nm are made. The band gap of single-layer and multilayer structures based on PET is determined by the Tauz method. The effect of plasma-forming mixture composition at a fluorocarbon coating formation on the optical absorption and the E_g value is described.

Применение полимерных материалов, модифицированных фторсодержащими тонкими пленками, улучшает функциональные возможности приборов и устройств интегральной оптики, что многие специалисты связывают с более низким поглощением в различных диапазонах длин волн и с изменяющимися электрофизическими характеристиками [1]. Кроме того, модификация поверхности фторуглеродными соединениями позволяет управлять свойствами полимеров в широких диапазонах величин в результате замены атома водорода в молекулах приповерхностных слоев на атомы фтора [2]. Насыщение поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) фтором приводит к более высокой термостабильности и гидрофобности, так как энергия связи С-Ф существенно выше, чем энергия связи С-Н.

Оптические свойства наноструктурированных фторуглеродных пленок, сформированных на поверхности ПЭТФ, модифицированного ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с энергией ионов 1 – 3 кэВ исследовались по спектрам поглощения.

Спектры поглощения образцов ПЭТФ исследовались с помощью спектрофотометра PhotoLab UV-VIS (Рис 2.4) производства WTW, Германия.

По результатам измерений были вычислены значения ширины запрещенной зоны E_g образцов по краю поглощения и построены зависимости E_g от концентрации тетрафторметана CF_4 в плазмообразующей смеси.

Методика расчета ширины запрещенной зоны была описана в работе [3].

Оптическое поглощение, тесно связано с рельефом, химическим составом и структурой поверхности. В данной работе проводились измерения оптического поглощения в однослойных и двухслойных структурах относительно немодифицированного ПЭТФ. Нанесение углеводородной тонкой пленки производилось в атмосфере циклогексана с энергией ионов 2 кэВ и 3кэВ.

В режиме нанесения углеводородной тонкой пленки с энергией ионов 2 кэВ и 3 кэВ было исследовано по 6 однослойных образцов в каждой серии с различными концентрациями CF_4 (рис. 1а,б).

Вид спектральной характеристики заметно изменяется с увеличением процентного содержания CF_4 : уменьшается количество дополнительных пиков в области до 300 нм при 10% CF_4 и последовательно увеличивается их количество и амплитуда с увеличением % CF_4 , что связано с уменьшением скорости осаждения тонкой фторуглеродной пленки и является проявлением двух конкурирующих процессов напыления и травления. Это приводит, во-

первых, к насыщению поверхности фтором и, во-вторых, к появлению большего числа оборванных, незаполненных связей.

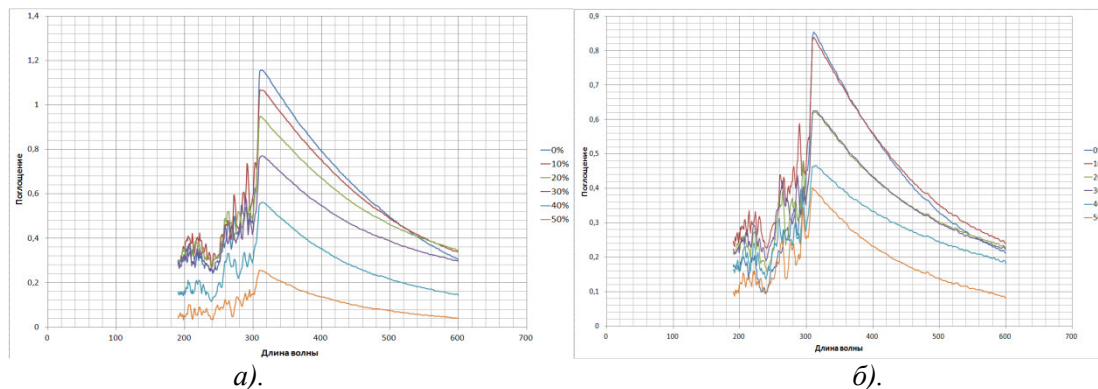


Рис.1. Спектры поглощения ПЭТФ, модифицированного ионными потоками с энергией 3 кэВ (а) и 2 кэВ (б) в зависимости от концентрации CF_4 в плазмообразующей смеси.

Максимального значения при 310 нм величина оптического поглощения достигает в образцах, полученных с концентрацией CF_4 0%. При увеличении концентрации CF_4 это значение уменьшается для обеих серий образцов. Уровень оптического поглощения при нанесении тонкой пленки с энергией ионов 3 кэВ выше, чем с энергией 2 кэВ.

Поглощение в видимой и УФ области спектра связано с наличием ненасыщенных связей в молекулах и с неподеленными парами электронов в атомах. Наличие неспаренных электронов приводит к изменению характера края поглощения на спектрах, а значит, и к изменению электрофизических характеристик модифицированных структур.

На рис.2а и рис.2б показаны зависимости, рассчитанные по методу Тауца, ширины запрещенной зоны образцов ПЭТФ, модифицированных ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, от концентрации CF_4 с энергией ионов 3 кэВ и 2 кэВ соответственно.

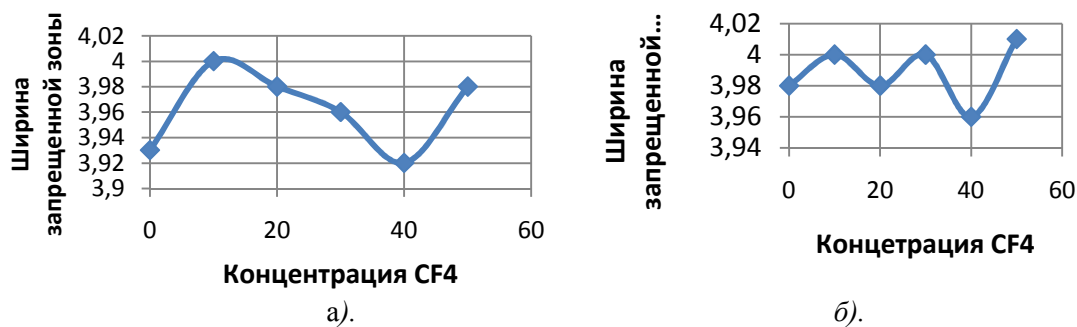


Рис 2. Зависимость ширины запрещенной зоны однослойных образцов ПЭТФ, модифицированных ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с энергией 3 кэВ(а) и 2 кэВ(б) от концентрации тетрафторметана.

Уменьшение величины ширины запрещенной зоны однослойных образцов до ~3,93 эВ для процесса с энергией ионов 3 кэВ и до ~3,98 эВ для процесса с энергией ионов 2 кэВ при небольших концентрациях CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ и при 100-процентном содержании CF_4 связано со значительными нарушениями электронного равновесия поверхности ПЭТФ. Минимумы E_g в образцах, полученных при 40-процентном содержании CF_4 , представляют собой результат проявления наиболее развитой морфологии поверхности, модифицируемой в условиях конкурирующих процессов осаждения – травления.

Многослойные структуры формировались следующим образом. Первый (нижний) слой был получен в результате осаждения углеродной плёнки α -СН в атмосфере циклогексана в вакууме при остаточном давлении $p_{\text{раб.}} \sim 10^{-3}$ мм рт. ст. с энергией ионов 1, 2 и 3 кэВ. Второй

(верхний) слой осаждался из плазмообразующей смеси $CF_4+C_6H_{12}$ с концентрацией тетрафторметана 10%, 20%, 40% и 70% и энергией ионов 3 кэВ.

Измерение оптического поглощения в многослойных структурах модифицированного ПЭТФ с различными концентрациями CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ и при различных режимах нанесения проводилось относительно немодифицированного ПЭТФ.

По результатам измерения по краю оптического поглощения были вычислены значения ширины запрещённой зоны многослойных структур и построены зависимости E_g от концентрации тетрафторметана во втором (верхнем) слое для различной величины энергии ионов в первом (нижнем) слое.

На рис. 3 представлены спектры поглощения образцов, нижний слой которых сформирован при различных режимах нанесения, а верхний - с одинаковой концентрацией CF_4 .

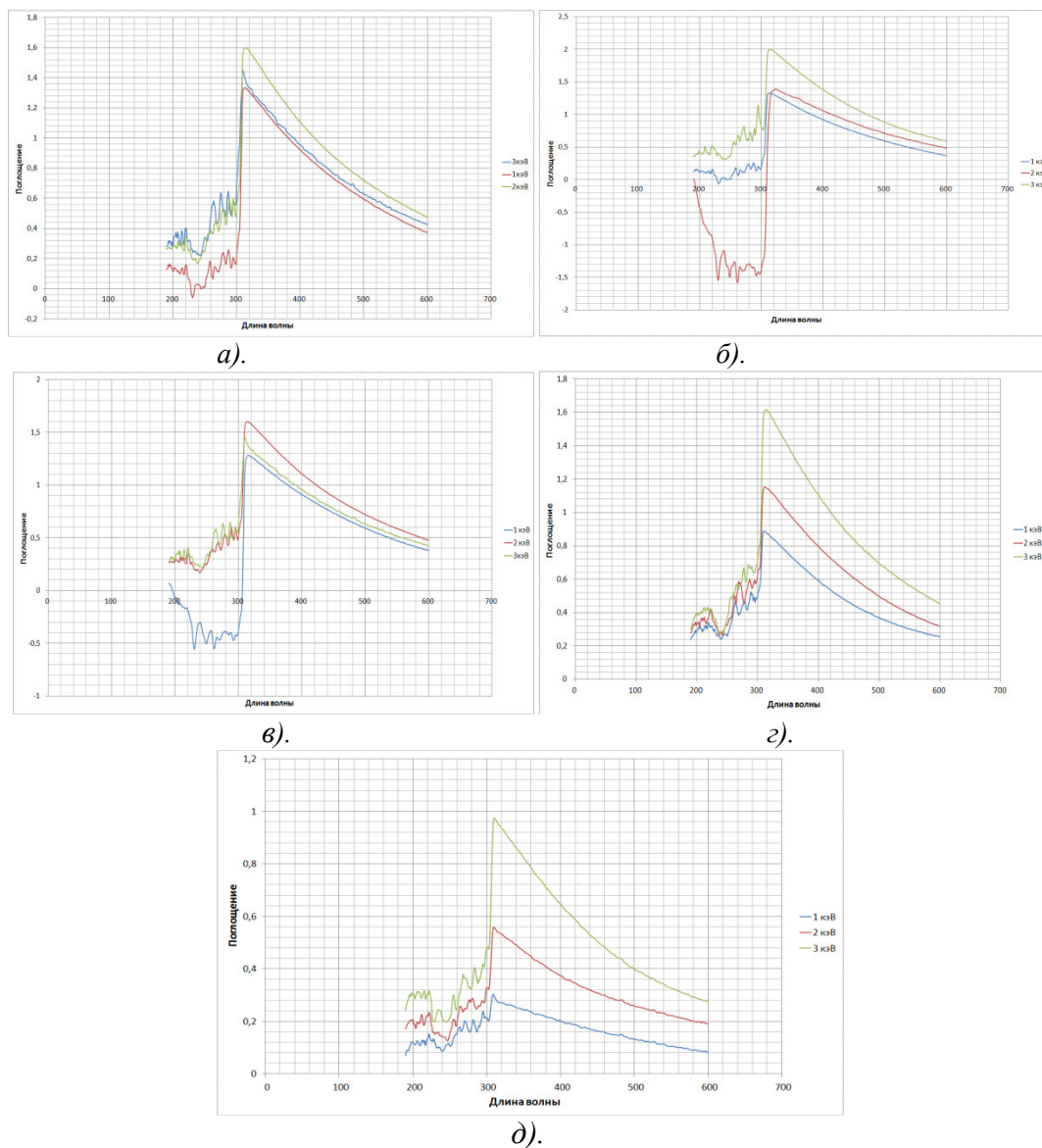


Рис.3. Спектры поглощения однослойных образцов с различной величиной энергии ионов в плазме C_6H_{12} (100%) (а), а также полученных при различной величине энергии ионов в плазме C_6H_{12} (100%) для нижнего слоя и с концентрацией CF_4 для верхнего слоя 10% (б), 20% (в), 40% (д), 70% (е).

При нанесении первого «технологического» слоя с концентрацией CF_4 0% в составе плазмообразующей смеси значение оптического поглощения всех 3-х образцов примерно одинаковое, но при этом в диапазоне длин волн в 190-300 нм проявляется тенденция

уменьшения величины оптического поглощения с уменьшением энергии ионов. При нанесении пленки с энергией ионов 1кэВ на длине волны около 230 нм наблюдается отрицательное значение коэффициента поглощения, что говорит о более низком уровне поглощения, чем в немодифицированном ПЭТФ.

На рис. 3.б показаны спектры поглощения с различными энергиями ионов при формировании нижнего слоя, но с одинаковой концентрацией CF_4 10%, используемой при формировании верхнего слоя. В диапазоне длин волн 310-600 нм при увеличении энергии ионов величина оптического поглощения пленки увеличивается. Спектр поглощения образцов, полученных при энергии ионов 2 кэВ в диапазоне длин волн до 300 нм имеет отрицательное значение, что также говорит об улучшении прозрачности пленки относительно немодифицированного ПЭТФ.

На рис. 3.в появление отрицательных значений в спектре поглощения наблюдается при энергии 1 кэВ. Максимум оптического поглощения достигает при энергии ионов 2 кэВ.

На спектрах край собственного поглощения находится в том месте, где показатель поглощения резко увеличивается в малом спектральном интервале. В образцах он находится в интервале длин волн 270-325 нм.

Сравнительный анализ и результаты расчета ширины запрещенной зоны многослойных структур на основе полиэтилентерефталата приведены на рис.4.

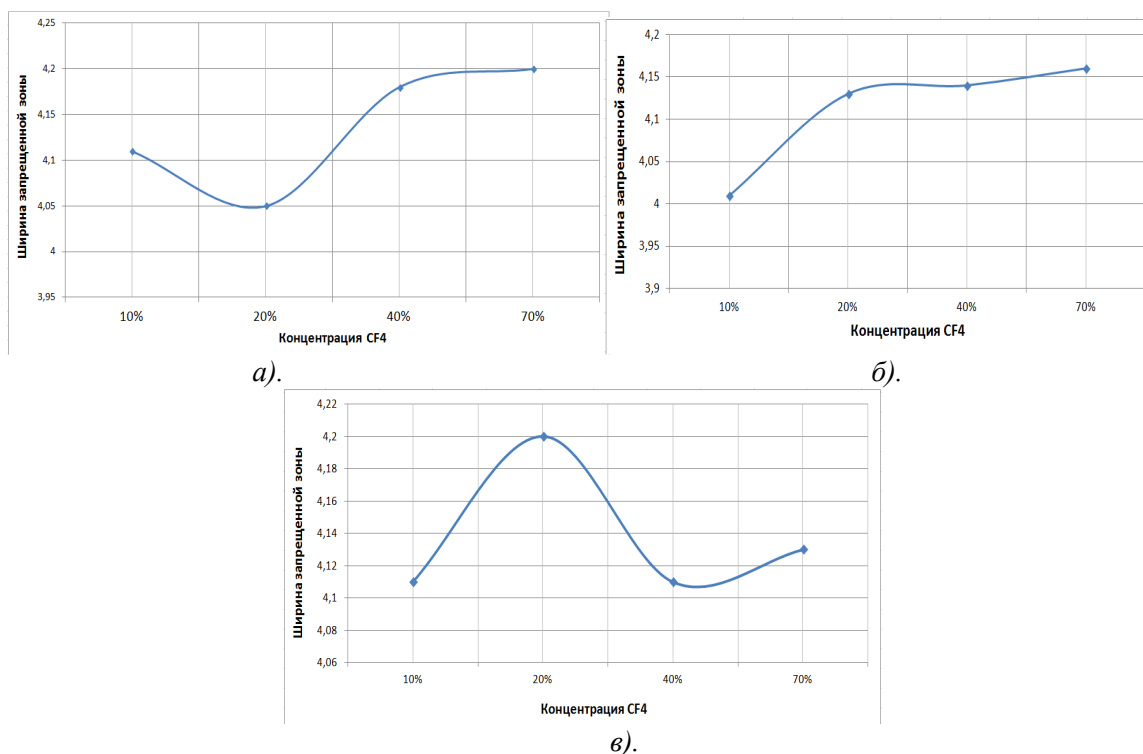


Рис.4. Зависимость E_g от концентрации CF_4 во втором слое для образцов с первым (нижним) слоем, полученным при энергии ионов C_6H_{12} 1 кэВ(а), 2 кэВ(б), 3 кэВ(в).

Характер зависимости величины E_g (эВ) в многослойных структурах от концентрации тетрафторметана в плазмообразующей смеси при формировании верхнего слоя существенно зависит от технологических условий осаждения первого тонкого слоя.

Поведение зарядов в неорганических веществах отличается от их поведения в органических: в полимерах меньше экранирование взаимодействия между носителями заряда, поэтому электронно-электронные и электронно-дырочные взаимодействия вызывают большую по сравнению с неорганическими материалами локализацию электронных состояний.

Однако отсутствие дальнего порядка в тонкопленочных полимерных структурах не позволяет использовать в полной мере зонную теорию для описания поведения зарядов и зарядовых комплексов, образуемых при модификации поверхности ПЭТФ углеродными и

фторуглеродными тонкими пленками. Применяя зонную теорию к полимерам, имеют ввиду внутримолекулярное движение носителей заряда [4].

Рассчитывая ширину запрещенной зоны по методу Тауца из спектров поглощения тонкопленочных структур на основе ПЭТФ, необходимо учитывать, что полученные величины связаны с наиболее вероятными переходами между электронными уровнями элементов и зарядовых центров, входящих в структуру отдельных звеньев модифицированного полимерного материала.

Структурирование поверхности ПЭТФ приводит к изменению топологии, морфологии и химического состава приповерхностных слоев, что отражается на электронных состояниях, локализованных вблизи уровня Ферми и внутри запрещенной зоны, кроме этого, на величину E_g существенное влияние оказывают многополярные зарядовые образования на поверхности полимера. Влияние энергии ионных пучков при формировании нижнего слоя на поведение ширины запрещенной зоны в наноструктурированных двухслойных образцах ПЭТФ связано с появлением большего числа плазмонных переходов сильной интенсивности и слабых и средних по интенсивности переходов типа $\pi \rightarrow \pi^*$ [5].

При максимальном содержании CF_4 в пленках наблюдается относительное увеличение ширины запрещенной зоны, который может быть связан с максимальной концентрацией фтора в приповерхностных слоях модифицированной поверхности.

Выводы:

1. Изменение концентрации CF_4 в плазмообразующей газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ приводит к изменению величины максимума в спектрах поглощения.

2. Характер изменения вида спектров поглощения ПЭТФ с модифицированной фторуглеродной смесью поверхностью коррелирует с величиной ширины запрещенной зоны E_g , рассчитанной по методу Тауца.

3. Минимальное значение E_g наблюдается для однослойных образцов, полученных в условиях конкурирующих процессов осаждения – травления.

4. Относительная величина оптического поглощения уменьшается при модификации поверхности ПЭТФ углеродными и фторуглеродными тонкими пленками на всех образцах, кроме двухслойных, при формировании второго слоя в которых использовалось небольшое значение концентрации тетрафторметана 10%, что обусловлено большим количеством С-С и С=С связей в структуре приповерхностных слоев.

5. Влияние энергии ионных пучков при формировании нижнего слоя в двухслойных структурах на поведение зависимости E_g (% CF_4) связано с нарушениями структуры приповерхностных слоев и с образованием встроенного заряда.

Литература

1. С. М. Игумнов и др. Фторсодержащие мономеры и полимеры со специальными свойствами для интегральной оптики и фотоники. ДОКЛАДЫ АКАДЕМИИ НАУК, 2012, том 446, № 3, с. 288–293.
2. В.И. Соколов и др. Полимерная интегральная оптика на основе новых галогенизированных акрилатов. 10-я Всероссийская конференция «Химия фтора» 1-5 июня 2015, г. Томск Россия, с. 148-151.
3. А.Н.Лямин и др. Определение ширины запрещенной зоны полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного фторуглеродными тонкими пленками. Материалы XXIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», 2016, с. 256-259.
4. Блайт Э.Р., Блур Д. Электрические свойства полимеров. Пер. с англ. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008.
5. Аскадский А.А., Кондращенко В.И. Компьютерное материаловедение полимеров. т.1. Атомно-молекулярный уровень. – М.: Научный мир, 1999.

Модификация стоматологических протетических конструкций в низкотемпературной плазме низкого давления

Аунг Мьят Хейн, А.Б. Варгин, Т.М. Васильева, В.А. Мясников, *Е.О. Кудасова,
* Е.В. Кочурова, ** М. В. Неклюдова

г. Долгопрудный, Московская обл., Московский физико-технический институт,
Институтский пер., д. 9. e-mail: greatofaungmyathein52@gmail.com

* г. Москва, ФГБОУ ВО Первый МГМУ им. И.М. Сеченова Минздрава России,
ул. Трубецкая, д. 8, стр. 2. e-mail: kudasovakat@yahoo.com

** Москва, ФГАУ «Лечебно-реабилитационный центр» Минздрава России, Ивановское
ш., д. 3

Исследована модификация стоматологических пластмасс, полиметилметакрилата и метилметакрилата, в электронно-пучковой плазме и ВЧ-разряде разных газов. Повышение гидрофильности полимеров наблюдалось после модификации в средах кислорода и аммиака. Плазмохимическая модификация была успешно использована для обработки съёмных протезов, которые были апробированы в стоматологической практике при курировании пациентки. При ношении протеза на слизистой ротовой полости пациентки не возникло патологических элементов, больная отмечала повышение качества жизни.

Stomatologic denture modification in low-temperature low-pressure plasma. Aung Myat Hein, A.B. Vargin, T.M. Vasilieva, V.A. Miasnikov, E.O. Kudasova, E.V. Kochurova, M.V.Neklyudova. Modification of dental plastics, poly(methyl methacrylate) and methyl methacrylate in electron-beam plasma and RF-discharge using various plasma generating gases was studied. Increase of polymers hydrophilicity was observed. Plasma chemical modification has been successfully applied for the treatment of removable denture used in clinical practice.

Стоматологическая ортопедическая реабилитация пациентов после противоопухолевого лечения является сложной междисциплинарной задачей. В том числе большое значение имеет выбор материала будущей протетической конструкции. На современном стоматологическом рынке присутствует широкий спектр полимерных материалов для изготовления протезов, призванных восполнить утраченные анатомические образования и функции организма [1]. Наиболее распространенными материалами в настоящее время являются традиционный полиметилметакрилат (ПММА) и сложный метиловый эфир метакриловой кислоты метилметакрилат (ММА), что обусловлено легкостью их обработки, низкой себестоимостью производства, механической прочностью в сочетании с хорошей эластичностью [2, 3, 4].

Помимо механических характеристик стоматологического материала также важна его хорошая биосовместимость [5] со слизистой оболочкой ротовой полости. Известно, что биосовместимые полимеры являются гидрофильными и обладают большой степенью смачивания [6]. В то же время ПММА и ММА характеризуются достаточно высокой гидрофобностью, что приводит к адсорбции на поверхности протетических конструкций белков и патогенных бактерий, и снижает биосовместимость с тканями организма человека [7, 8].

Одним из наиболее перспективных и современных методов модификации поверхности полимеров с целью повышения их гидрофильности и повышения биосовместимости является воздействие низкотемпературной плазмы низкого давления [9]. В настоящей работе рассматривается модификация ПММА и ММА в электронно-пучковой плазме (ЭПП), в плазме ВЧ-разряда.

Экспериментальная установка и процедура обработки

Схема обработки ПММА и ММА в ЭПП показана на рис. 1. Сформированный в высоком вакууме ($\sim 10^{-5}$ Торр) ЭП инжестировался в заполненную плазмообразующей средой реакционную камеру (5) через газодинамическое выводное окно (4). Более подробно конструкция и принцип работы пучково-плазменного реактора описан в [10]. В экспериментах в качестве плазмообразующего газа использовались кислород, аргон и аммиак при давлении

5Торр. При инъекции ЭП (3) в реакционной камере формировалось облако ЭПП (8), в которое помещались подлежащие обработке образцы ПММА и ММА. Образцы представляли собой плоские пластины размером 2×2 см.

Равномерность обработки достигалась за счет электромагнитной развертки инжектированного ЭП в круглый растр с помощью электромагнитной системы (10). Температура образца измерялась оптическим пирометром OpttrisLS (OpttrisGmbH, Германия), а также термосенсором (7), помещенным в реакционный объем. В экспериментах все образцы были обработаны при температурах, не превышающих 40 °С, что исключало их тепловую деструкцию.

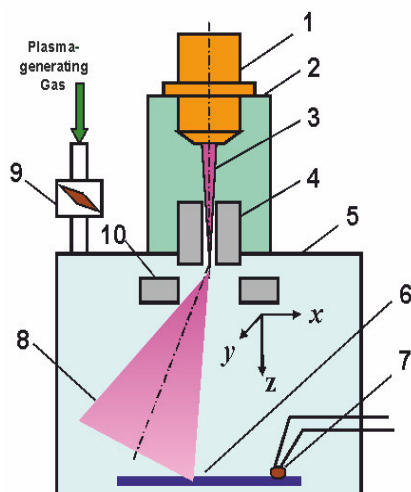


Рис. 1. Схема обработки полимеров в ЭПП

1 – электронно-лучевая пушка; 2 – высоковакуумная камера; 3 – электронный пучок;
4 – выводное устройство; 5 – рабочая камера; 6 – синтетический полимер; 7 – датчик температуры; 8 – плазменное облако; 9 – регулируемый напекатель; 10 – отклоняющая система; стрелкой показана подача плазмообразующего газа.

Для генерации плазмы ВЧ-разряда использовали ВЧ-генератор GenesisGHW-12 (MKSInstruments, Великобритания) с частотой 13,6 МГц, при мощности 15 Вт. В качестве плазмообразующей среды использовали химически чистые кислород, аргон и аммиак при давлении 0,5 Торр, время обработки (τ) составило 2 и 10 мин.

Гидрофильно-гидрофобные свойства обработанных полимеров была охарактеризована с помощью измерения контактного угла смачивания по воде, который измеряли методом падающей капли на оптическом приборе CAM101 (KSVInstrumentsLTD, Финляндия).

Результаты

Краевой угол смачивания ММА после обработки в ЭПП и плазме ВЧ-разряда понижался по сравнению с исходными образцами, что свидетельствует об улучшении гидрофильных свойств. При этом наиболее существенное улучшение гидрофильности образцов ММА наблюдалось после модификации в плазмообразующей среде кислорода, и аммиака, что, по-видимому, связано, с формированием на их поверхности кислород и азотсодержащих полярных групп.

При ЭПП-обработке ММА в течение 5 мин в среде кислорода было достигнуто уменьшение краевого угла смачивания в 1,5 раза по сравнению с немодифицированным образцом. При модификации в плазме ВЧ-разряда повышение гидрофильности ММА также зависело от длительности процесса обработки в ВЧ-разряде. Через 2 мин обработки в ВЧ-разряде аммиака краевой угол ММА снижался с 94° до 57°, а при увеличении времени модификации до 10 мин – до 28° (рис. 2).



Рис. 2. Изменение гидрофильности поверхности образца ММА при его модификации в плазме ВЧ-разряда

а) – исходный образец; б) - образец, модифицированный в ВЧ-разряде.



Рис. 3. Интраоральный вид слизистой оболочки щеки пациентки.

а) - третий день после наложения ортопедических протезов (виден сетчатый рисунок, характерный для гипертрофического красного плоского лишая); б) - через 6 месяцев после наложения модифицированного протеза.

Эффект сохранялся в течение по крайней мере одной недели после плазмохимической модификации в ВЧ-разряде кислорода и аммиака и трех дней после ЭПП-обработки в среде кислорода.

С учетом полученных результатов была проведена плазмохимическая модификация съемных стоматологических протезов, которые были использованы при курировании пациентки, прошедшей лечение рака слизистой оболочки щеки. При ношении протезов (материал – базисная пластмасса горячей полимеризации марки «ВиллакрилНplus» (Zhermack, Италия)) пациентка жаловалась на дискомфорт. Кроме того, на третий день после припасовки ортопедических конструкций в полость рта на слизистой пациентки развился гипертрофический красный плоский лишай (рис. 3а). Плазмохимическую обработку протеза, проводили в ВЧ-разряде в течение 30 мин в среде кислорода. Предварительные эксперименты, выполненные на тестовых образцах «ВиллакрилНplus», показали уменьшение краевого угла смачивания в 1,4 раза после плазменной модификации.

Модифицированные в ВЧ-разряде протезы были наложены пациентке после того, как у нее была отмечена частичная регрессия патологических элементов. После применения протетических конструкций, обработанных в ВЧ-разряде, у пациентки отмечалось дальнейшее улучшение клинического состояния. Пациентку наблюдали в течение полугода, за это время на слизистой ротовой полости не возникало никаких патологических элементов и новых образований (рис. 3б), а сама пациентка не предъявляла жалоб на дискомфорт при ношении протеза и отмечала повышение качества жизни.

Наиболее вероятно, что результате воздействия плазмы ВЧ-разряда на поверхности протетической конструкции поверхности образуются полярные гидроксильные, карбонильные и карбоксильные группы, которые приводят к повышению смачиваемости полимера водой. Гидрофильная поверхность стоматологических протезов оказывает менее раздражающее действие, по сравнению с исходной, о чем свидетельствует положительная клиническая динамика.

Работа поддержана грантом РФФИ 15-08-05724_а.

Литература

1. В.А. Клемин, А.А. Ворожко. Современное состояние вопроса выбора материала для ортопедического лечения больных, нуждающихся в съемном протезировании // Дальневосточный медицинский журнал, 2015, 1, 41-46.
2. J.H. Park, S.H. Lee, K.H. Choi, H.S. Noh, J.W. Lee, S.J. Pearton. Comparison of dry etching of PMMA and polycarbonate in diffusion pump-based O₂ capacitively coupled plasma and inductively coupled plasma // Thin Solid Films, 2010, 518, 6465-6468.
3. A. Bettencourt, A.J. Almeida. Poly(methyl methacrylate) particulate carriers in drug delivery // J. Microencapsul., 2012, 29, 353-367.
4. A.M.S. Hamouda. The influence of humidity on the deformation and fracture behavior of PMMA // J. Mater. Process. Technol., 2002, 124, 238-243.
5. В.В. Карасева. Особенности адаптации к съемным протезам на верхней челюсти у больных со сложночелюстной патологией // Проблемы стоматологии, 2012, 5, 42-48.
6. R.E. Baier. The role of surface energy in thrombogenesis // Bull. NY. Acad. Med., 1972, 48, 257-272.
7. A.S. Hoffman. A general classification scheme for "hydrophilic" and "hydrophobic" biomaterial surfaces // J Biomed. Mater. Res., 1986, 20, ix-xi.
8. H.E. Kaufman, J. Katz, J. Valenti, J.W. Sheets, E.P. Goldberg. Corneal endothelium damage with intraocular lenses: contact adhesion between surgical materials and tissue // Science, 1977, 198, 525-527.
9. В.В. Рыбкин. Низкотемпературная плазма как инструмент модификации поверхности полимерных материалов // Соросовский образовательный журнал, 2000, 6, 58-63.
10. Т.М.Васильева, Д.В. Баяндина. Экспериментальный комплекс для исследования рабочих процессов в пучково-плазменных реакторах биомедицинского назначения // Приборы и техника эксперимента, 2010, 53, 142-150.

**Структурно-морфологические характеристики
плазмонапыленных наноструктурированных 3d покрытий
«титан - замещенные кальцийфосфаты», пригодных для
остеорепарации**

*А.В. Лясникова, О.А. Дударева, О.А. Маркелова, И.П. Гришина, В.Н. Лясников
410054 Россия, Саратов, ул. Политехническая, 77, Саратовский государственный
технический университет имени Гагарина Ю.А.
e-mail:kafbma2011@yandex.ru*

Приведены результаты исследования структурно-морфологических характеристик покрытий на основе порошковмагний-, цинк-, серебро- и медьзамещенных трикальцийфосфатов. Особое внимание уделено изучению наноструктур в составе плазменного покрытия, определены размеры образований и их локализация.

Structural-morphological characteristics of plasma sprayed nanostructured 3d coatings "titan - substituted calcium phosphates" for osteoreparation. A.V. Lyasnikova, O.A.Dudareva, O.A.Markelova, I.P. Grishina, V.N. Lyasnikov. Investigation results of the structural and morphological characteristics of coatings based on magnesium-, zinc-, silver- and copper substituted tri-calcium phosphate powders are presented. The nanostructure in the plasma coating was studied, the dimensions of the formations and their localization were determined.

Технология электроплазменного нанесения покрытий достаточно давно и с успехом применяется в качестве метода формирования биосовместимых покрытий медицинского назначения, в частности нанесения пористых слоистых покрытий на внутрикостную часть

имплантатов [1]. Применение технологии плазменного напыления особенно актуально при создании объемных 3Dпокрытий, т.к. она позволяет формировать слои достаточно большой толщины, а покрытие при этом представляет собой структуру, состоящую из плотно упакованных сферических и плоских частиц, между которыми имеются пустоты – поры различной конфигурации [2]. Применяют различные технологические схемы напыления в зависимости от необходимых характеристик формируемых покрытий, так напыление можно производить как в атмосфере в присутствии инертного газа (аргон), так и в вакууме [2].

Одной из важнейших характеристик имплантатов является остеоинтеграция, т.е. срастание поверхности имплантата и костной ткани [1]. Одним из путей повышения данного показателя является получение наноструктурированного покрытия. Перспективность применения нанотехнологий при формировании поверхности имплантатов обосновано способностью клеток к взаимодействию с нанометрическим рельефом посредством интегринов, специальных трансмембранных гетеродимерных клеточных рецепторов, взаимодействующих с внеклеточным матриксом и передающих различные межклеточные сигналы [3]. Также доказано [4], что кальцийфосфатные покрытия обеспечивают остеокондуктивные свойства поверхности имплантата. После имплантации кальцийфосфатные соединения подвергаются растворению в периимплантатной области, что увеличивает силу ионных взаимодействий в области имплантации и стимулирует осаждение биологических нанокристаллов апатита на поверхности имплантата, за счет чего обеспечивается формирование матрикса костной ткани[4].

Изучение наноструктур производилось на покрытиях, сформированных на основе порошков магний-, цинк-, серебро- и медьзамещенных трикальцийфосфатов на цилиндрических титановых образцах высотой 1,5 мм и диаметром 6,5 мм. Для подготовки поверхности образцов к напылению проводились их очистка и обезжиривание в установке ультразвуковой очистки, а также воздушно-абразивная обработка поверхности порошком электрокорунда.

Плазменное напыление порошков замещенных трикальцийфосфатов осуществляли при помощи полуавтоматической установки УПН-28 при одинаковых режимах напыления: ток дуги плазматрона – 350 ± 5 А, дистанция напыления порошков до 50 мм, дисперсность порошков до 90 мкм, расход плазмообразующего газа (аргон) – 20 ± 2 л/мин, расход транспортирующего газа (аргон) – 5 ± 2 л/мин, время напыления – 15-20 с.

Результаты сканирующей электронной микроскопии сформированных покрытий показывают, что покрытие на основе магнийзамещенного трикальцийфосфата (Mg-ТКФ) представлено плотноупакованными частицами преимущественно округлой формы размерами 10-20 мкм, на поверхности крупных частиц достаточно хаотично располагаются наночастицы размером до 100 нм. Покрытие на основе цинкзамещенного трикальцийфосфата (Zn-ТКФ) состоит из наложения как плоских расплавленных частиц размером до 90 мкм, так и округлых малопротравленных частиц порошка, на всей поверхности обнаруживается наличие наночастиц порошка размером 30-100 нм. Напыленное покрытие на основе сереброзамещенного трикальцийфосфата (Ag-ТКФ) также имеет в своем составе наночастицы размером от 10 нм, равномерно распределенных по поверхности крупных частиц. Медьзамещенное трикальцийфосфатное (Cu-ТКФ) покрытие представлено наночастицами размером 20-100 нм, расположенных чаще и плотнее на поверхности крупных частиц, чем на предыдущих образцах (рис.1).

Проведенные микроскопические исследование структуры плазменных покрытий на основе замещенных трикальцийфосфатов показывают наличие наночастиц порошка во всех представленных типах покрытий. Причем плотность расположения частиц и их величина зависит от типа замещающего элемента. Можно предположить, что наличие в покрытии наночастиц позволит повысить остеоинтеграционные характеристики внутрикостных имплантатов. Дальнейшим направлением исследования будет проведение комплексных медико-биологических испытаний полученных наноструктурированных покрытий[3, 5].

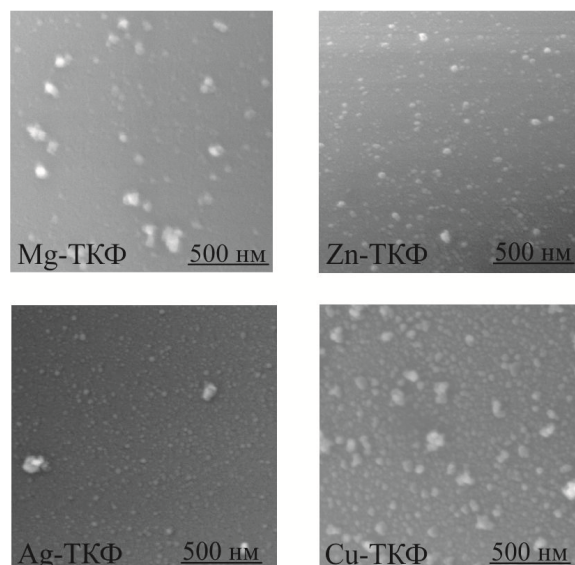


Рис.1. СЭМ изображения наноструктур плазменных покрытий на основе замещенных трикальцийфосфатов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке грантов РФФИ в рамках научных проектов № 16-08-01250 а, № 15-03-02767 а, а также гранта Президента для государственной поддержки молодых российских ученых РФ – докторов наук МД-1403.2017.8 и стипендии Президента РФ для молодых ученых и аспирантов СП-289.2015.4.

Литература

1. Лясников В.Н. Биосовместимые материалы и покрытия медицинского назначения : учеб.пособие / В.Н. Лясников, А.В. Лясникова, Г.П. Фетисов. –Москва: Спецкнига, 2015. – 519 с.
2. Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование / М.: Металлургия, 1992. – 432 с.
3. Current Status of Nanotechnology Methods Applied For Dental Implants / Suryakant C. Deogad, GunjanDube, Sumathi K, PrashantDube, UtkarshKatare , DivyaKatare, ShreyanshDamade// International Journal of Pharmaceutical Science Invention, 2015, Vol. 4 Is.7. – PP.32-43.
4. Leeuwenburgh S, Layrolle P, Barre F et al. —Osteoclasticresorption of biomimetic calcium phosphate coatings in vitro // J Biomed Mater Res, 2001, Vol. 56(2). – PP.208-215.
5. Lavenus S., Ricquier J.C., Louarn G., Layrolle P. Cell interaction with nanopatterned surface of implants //Nanomedicine, 2010. – Vol. 5(6). – PP.937-947.

Плазмонапыленные наноструктурированные покрытия на основе магнийзамещенного гидроксиапатита и трикальцийфосфата: сравнение основных физико-химических и структурно-морфологических свойств

А.В. Лясникова, И.П. Гришина, О.А. Дударева,
О.А. Маркелова, В.Н. Лясников
410054 Россия, Саратов, ул. Политехническая, 77, Саратовский государственный
технический университет имени Гагарина Ю.А.
e-mail:kafbma2011@yandex.ru

В статье рассматривается сравнительная характеристика структурно-морфологических свойств плазмонапыленных покрытий на основе магнийзамещенных гидроксиапатитов и трикальцийфосфатов. Проведены исследование открытой пористости покрытий, определен размер напыленных частиц, а также рассчитана адгезия полученных магнийзамещенных покрытий.

Plasma sprayed nanostructured coatings based on magnesium-substituted hydroxyapatite and tricalcium phosphate: comparison of main physico-chemical and structural-morphological properties. A.V. Lyanikova, I.P. Grishina, O.A.Dudareva, O.A.Markelova, V.N. Lyanikov. The comparative characteristic of structural and morphological properties of plasma sprayed coatings based on magnesium-substituted hydroxyapatites and tricalcium phosphates are considered. The open porosity of the coatings was investigated, the size of the sprayed particles was determined, and the adhesion of the obtained magnesium-substituted coatings was calculated.

Несмотря на множество технологических методов модификации поверхности внутрикостных эндопротезов с целью повышения их остеинтеграционных свойств в современной имплантологии актуальной задачей остается снижение числа послеоперационных отторжений вживленных имплантатов [1].

Одним из путей решения поставленной проблемы является нанесение на внутрикостную часть имплантатов особых модифицированных плазмонапыленных покрытий на основе замещенных порошков как гидроксиапатита, так и трикальцийфосфата [2]. Технология плазменного напыления нашла широкое распространение при формировании композитных покрытий эндопротезов за счет экономичности, возможности получения покрытий, обладающих развитой структурой и достаточно высокой адгезией [1]. Известно, что плазменное напыление покрытий можно осуществлять как в среде инертного газа, так и в вакууме [3].

Модификацию порошков (гидроксиапатит, трикальцийфосфат) для напыления осуществляли путем замещения частицами магния. Магний играет важную роль в биологической активности и взаимодействии между костно-минеральной составляющей кости и покрытием имплантата за счет влияния на рост кристаллов, скорость их растворения, химический состав поверхности, а также морфологию и механические свойства [4-8].

Плазменное напыление магнийзамещенного гидроксиапатита (Mg-ГА) и трикальцийфосфата (Mg-ТКФ) осуществлялось при помощи полуавтоматической установки УПН-28 при одинаковых режимах напыления, представленных в таблице 1.

Таблица 1. Режимы плазменного напыления магнийзамещенных порошков.

Тип порошка	Ток дуги, А	Дистанция напыления, мм	Дисперсность порошка, мкм	Время напыления, с	Расход плазмообразующего газа (аргон), л/мин
Mg-ГА Mg-ТКФ	350	до 50	до 90	10-12	20

Анализ полученных с помощью микроскопа МИМ-7 микрофотографий изображений поверхности плазмонапыленного Mg-ГА покрытия показал, что покрытие обладает однородностью по своей структуре и состоит как из отдельных частиц размером порядка 20-40 мкм, а также их агломератов размерами до 100 мкм (рис.1, а).

Плазмонапыленное Mg-ТКФ покрытие представлено плотноупакованными частицами преимущественно округлой формы размерами 10-20 мкм, а также проплавленными плоскими частицами размером 30-90 мкм (рис.1, б).

Исследование покрытий с помощью сканирующей электронной микроскопии позволило выявить наличие наночастиц размером 20-100 нм как на образце с Mg-ГА, так и с Mg-ТКФ покрытием.

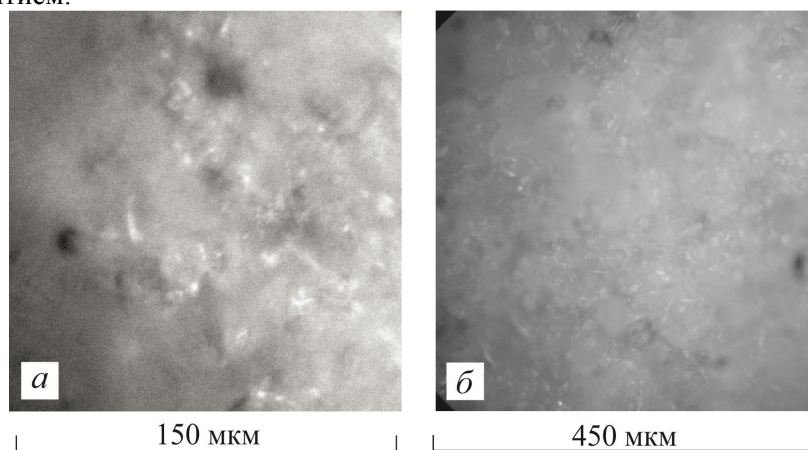


Рис.1. Морфология Mg-ГА (а) и Mg-ТКФ (б) покрытий.

Адгезию плазмонапыленного покрытия определяли методом сдвига на машине испытательной универсальной ИР 5082-100. Плазмонапыленные образцы попарно склеивали стороной с покрытием и выдерживали под грузом до полного высыхания клея.

Усилие, при котором произошел отрыв плазмонапыленного Mg-ГА покрытия, составило 5.4 кН, расчетные значения адгезии составили 14.0...14.9 МПа. Для образцов с покрытием Mg-ТКФ эти показатели несколько ниже – 5 кН и 13 МПа соответственно. Полученные значения превышает средние показатели адгезии для немодифицированных кальцийфосфатных плазмонапыленных покрытий, составляющих порядка 10...11 МПа.

Итак, Mg-ГА и Mg-ТКФ покрытия обладают развитой микроструктурой, необходимой для наилучшей остеоинтеграции имплантата с костной тканью и в тоже время достаточно высокой адгезией, что является одним из самых важных показателей для плазмонапыленных биосовместимых покрытий. Также за счет введения в структуру порошков частиц магния удается придать им особые свойства, стимулирующие процессы остеоинтеграции.

Исследование выполнено при финансовой поддержке грантов РФФИ в рамках научных проектов № 16-08-01250 а, № 15-03-02767 а, а также гранта Президента для государственной поддержки молодых российских ученых РФ – докторов наук МД-1403.2017.8 и стипендии Президента РФ для молодых ученых и аспирантов СП-289.2015.4.

Литература

6. Лясников В.Н. Биосовместимые материалы и покрытия медицинского назначения : учеб.пособие / В.Н. Лясников, А.В. Лясникова, Г.П. Фетисов. –Москва: Спецкнига, 2015. – 519 с.
7. Модифицированные гидроксиапатиты и нанокompозитные покрытия на их основе: монография /А.В. Лясникова, О.А. Дударева, О.А. Маркелова, И.П. Гришина, В.Н. Лясников. Саратов: Изд-во СГТУ, 2016. – 123 с.
8. Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование / М.: Металлургия, 1992. – 432 с.
9. Properties of magnesium-substituted hydroxyapatite and the plasma coatings based on it / A.V. Lyasnikova, S.Y. Pichhidze, O.A. Dudareva, O.A. Markelova // Technical Physics Letters, 2015. – Vol.60. Issue 11, pp 1725-1728.

10. Coxa S.C., Jamshidib P., Groverb L.M., Mallicka K.K. Preparation and characterisation of nanophase Sr, Mg, and Zn substituted hydroxyapatite by aqueous precipitation // Materials Science and Engineering. 2014. Vol. 35. PP. 106-114.
11. Mishra V.K., Bhattacharjee B.N., Parkash O., Kumar D., Rai S.B. Mg -doped hydroxyapatite nanoplates for biomedical applications: A surfactant assisted microwave synthesis and spectroscopic investigations // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 614. – PP. 283-288.
12. Suchanek W., Byrappa K., Shuk P., Riman R., Janas V., TenHuisen K.S. Mechanochemical hydrothermal synthesis of calcium phosphate powders with coupled magnesium and carbonate substitution. J. Sol. St. Chem. 2004, 177, 793-799.
13. Kannan S., Ferreira J. Synthesis and thermal stability of hydroxyapatite- β -tricalcium phosphate composites with cosubstituted sodium, magnesium, and fluorine // Chem. Mater., 18 (1) (2006), pp. 198-203.

Влияние поверхностного заряда на адгезионные свойства полимерных материалов, модифицированных фторуглеродными пленками, по отношению к микроорганизмам

В.М. Елинсон, А.Н. Лямин, П.А. Шур, Н.О. Наумова
Москва, «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Волоколамское шоссе, 4
e-mail: shur-pavel@mail.ru

В работе приводятся результаты исследования влияния поверхностного заряда полимерных материалов, модифицированных фторуглеродными пленками, сформированных при различном содержании CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, на адгезионные свойства по отношению к микроорганизмам. Измерения величины и знака поверхностного заряда показали слабое влияние на антиадгезионные в отношении клеток микроорганизмов свойства, поскольку антиадгезионные свойства наблюдались при всех величинах и знаках заряда на поверхности фторуглеродных наноструктур. Таким образом, определяющее значение играет развитый специфический рельеф в области переходных процессов и содержание фтора в пленке.

Effect of the surface charge on the adhesion properties of polymeric materials modified with fluorocarbon film. V.M. Elinson, A.N. Lyamin, P.A. Shchur, N.O. Naumova. The paper presents the research results of the effect of the surface charge of polymeric materials modified with fluorocarbon films being formed at different contents of CF_4 in the plasma-forming mixture $CF_4 + C_6H_{12}$, on the adhesion properties. Measurements of the value and sign of the surface charge showed a weak effect on the anti-adhesion properties since anti-adhesive properties were observed for all values and charge signs on the surface of fluorocarbon nanostructures. Thus the most significant role belongs to the developed specific relief in the area of transient processes and the content of fluorine in the film.

Одним из важнейших факторов, лимитирующим использование полимерных материалов в различных областях науки и техники, является низкая стойкость к биодеструкции, ущерб от которой превышает 5% от общего объема продукции. Характерными признаками биодеструкции полимеров являются: потускнение поверхности, изменение диэлектрических свойств, снижение механической прочности, набухание, изменение формы и растрескивание. Образование биопленок, например, на имплантируемом оборудовании (катетерах, искусственных клапанах сердца и других имплантатах, линзах и др.) к тому же приводит к развитию ряда тяжелых, трудно излечиваемых хронических заболеваний [1,2]. В

связи с этим важной задачей является поиск путей для модификации полимеров с целью увеличения стойкости к биологическим повреждениям и впоследствии к повышению сроков службы изделий из полимерных материалов.

В работах [2,3] было показано, что одним из наиболее рациональных и экономически оправданных методов борьбы с биопленками является формирование антиадгезионных по отношению к микроорганизмам барьерных слоев (БС) на поверхности полимеров с помощью ионной обработки и последующего нанесения фторуглеродных пленок из плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, сформированных в области «переходных» процессов (переход от нанесения плёнок к их травлению), методами ионно-плазменной технологии.

В последние годы появились работы [1,4], свидетельствующие о том, что наличие фтора в газовой смеси, при использовании ионно-плазменной технологии, существенно уменьшает поверхностную энергию, что уменьшает адгезию и затрудняет образование биопленки, т.к. адгезия является начальной стадией колонизации поверхности микроорганизмами. В связи с этим появился интерес к изучению, параметров процесса, влияющих на антиадгезионные свойства фторуглеродных пленок.

Поэтому целью данной работы является исследование влияния поверхностного заряда фторуглеродных наноструктур на поверхности полимеров на их антиадгезионные свойства по отношению к микроорганизмам.

Формирование наноструктурированных поверхностей проводилось на вакуумной установке, оснащенной двумя источниками ионов, работающими в скрещенных электрическом и магнитном полях. На первом этапе производилась обработка направленными ионно-плазменными потоками частиц с целью формирования наноструктурированной поверхности с помощью тетрафторметана (CF_4) в течение 10, 20 и 30 минут. На втором этапе наносилась фторуглеродная пленка нанометровой толщины с различным соотношением CF_4 и C_6H_{12} в газовой смеси в течение 10 или 20 минут.

В качестве модельных полимеров были выбраны полиэтилентерефталат (ПЭТФ), политетрафторэтилен (ПТФЭ) и полистирол (ПС). Выбор данных материалов в качестве объектов исследований обусловлен их широким использованием в производстве изделий электронной техники, медицине, биотехнологии и т.д. [5-7].

Для исследования адгезивных свойств наноматериалов в качестве микроорганизма-биодеструктора использовали музейный штамм *S. aureus* ATCC 29213, который, как известно [8-10], обладает мощным деструктивным потенциалом в отношении некоторых полимерных материалов. Описание использованной методики определения антимикробной активности подробно приведено в [11].

Оценка структуры поверхности образцов проводилась в двухлучевом ионно-электронном сканирующем микроскопе Quanta2003D (FEI Company, USA) в режиме высокого вакуума при ускоряющем напряжении 5 и 10 кВ после напыления на их поверхность тонкой (5 нм) плёнки золота (999) в установке SPI-Module Sputter/Carbon Coater System (SPI Inc., USA).

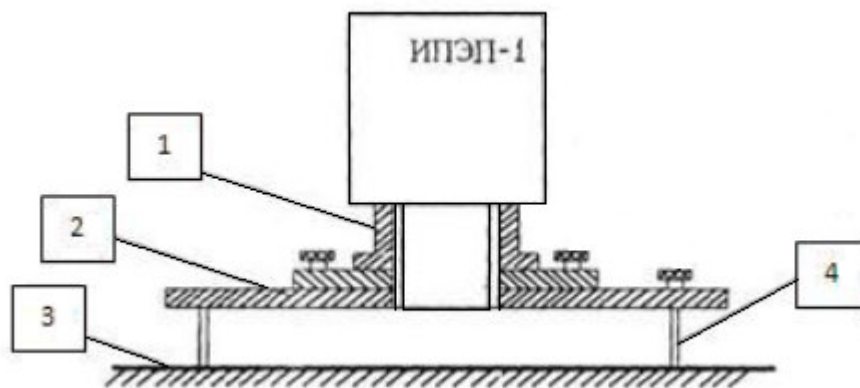


Рис.1. Схема прибора ИПЭП-1 с насадкой: 1- насадка; 2 – диск насадки (измерительная пластина); 3- поверхность измеряемого объекта; 4 – стойка.

Электростатические свойства полимерных пленок в электретном состоянии исследовали по ГОСТ 25209-82 «Пластмассы и пленки полимерные. Методы определения поверхностных зарядов электретов». Для этого был использован измеритель параметров электростатического поля ИПЭП-1 (рис. 1), предназначенный для бесконтактного измерения потенциала электростатически заряженных объектов (U , кВ), напряженности электростатического поля вблизи заряженных плоских поверхностей (E , кВ/м) и поверхностной плотности электрических зарядов (σ , мкКл/м²).

Принцип действия прибора ИПЭП-1 основан на методе периодического экранирования регистрирующего электрода. Для этого используется вращающийся заземленный экран (заслонка), который периодически закрывал регистрирующий электрод от электростатического поля. Напряжение на электроде периодически изменялось от нуля (когда электрод закрыт) до значения, пропорционального потенциалу данной точки (когда электрод открыт).

Измерение поверхностной плотности электрических зарядов (ПЗ) образцов проводили на расстоянии от передней плоскости датчика измерителя до измеряемой поверхности 2 см с использованием измерительной пластины (диска), предназначенной для образования равномерного электростатического поля в пространстве между поверхностью измеряемого объекта и измерителем. Образцы закрепляли на подложке из оргстекла, которую перед установкой образца протирали спиртом.

Для изучения влияния технологических режимов обработки и нанесения плазмообразующей смеси (CF₄+C₆H₁₂) на величину и стабильность заряда проводили измерение ПЗ пленок в трех точках. В каждой точке в течение 5 минут, через каждые 30 секунд, снимали показания, затем находили среднее значение ПЗ. Хранение образцов материалов осуществлялось в бумажных и полипропиленовых пакетах при комнатной температуре ($T=20$ °С).

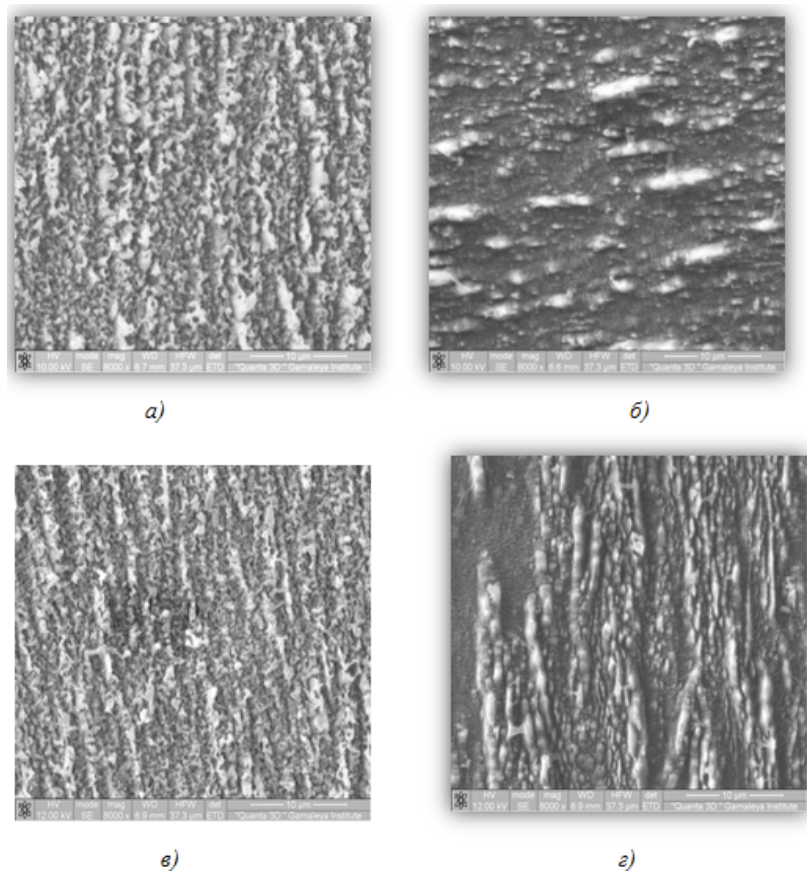


Рис.2. Адгезия микроорганизмов поверхности образцов ПТФЭ при времени первичной обработки 30 минут: а) 40% CF₄; б) 60% CF₄, а также при времени обработки 20 минут: в) 40% CF₄; г) 60% CF₄.

Микроорганизмы (*S. aureus* 29213 ATCC) в меньшей степени адгезировались к поверхностям, подвергшимся обработке CF_4 в течение 30 мин, чем к образцам, которые были обработаны в течение 20 мин., где были обнаружены признаки деления бактериальных клеток и небольшие их скопления. При дальнейшем нанесении на образец с 30 минутной обработкой фторуглеродной пленки с 40% и 60% содержанием CF_4 в газовой смеси не выявлены микроорганизмы на поверхности образцов, что свидетельствует об отсутствии адгезии микроорганизмов к поверхности) (рис. 2). При содержании CF_4 от 10 до 30% -на поверхности были обнаружены редкие единичные клетки, скоплений клеток и образования сплошной биоплёнки не обнаружено.

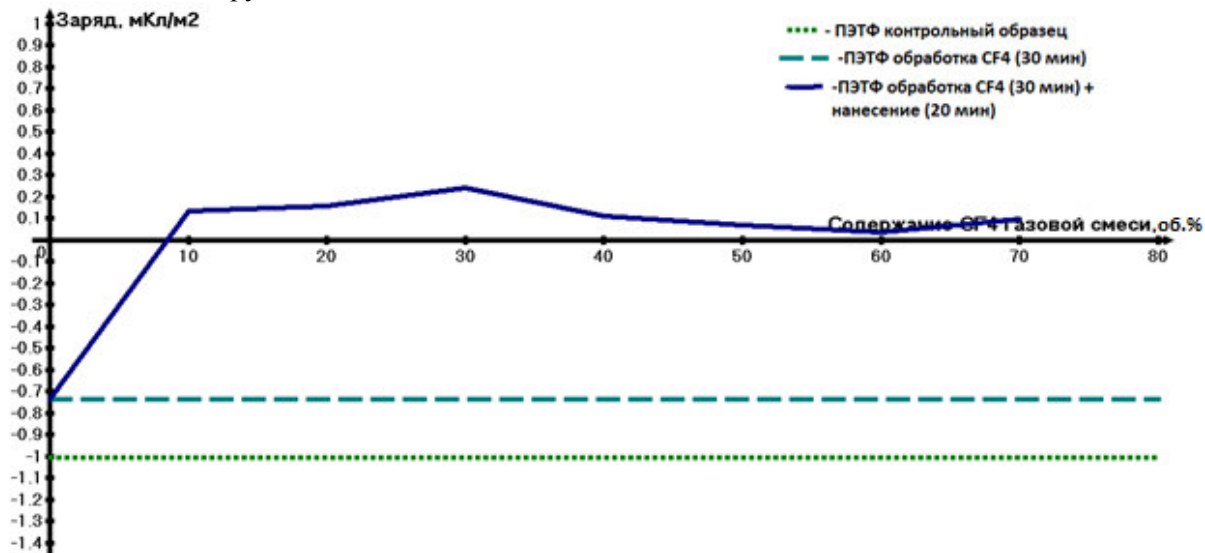


Рис.3. Зависимость поверхностного заряда пленок ПЭТФ от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси.

На графике (рис.3) показано, что предварительная обработка ПЭТФ ионами CF_4 в течение 30 минут приводит к уменьшению величины отрицательного поверхностного заряда. При нанесении фторуглеродной пленки при 10% содержании CF_4 в газовой смеси поверхностный заряд изменяет знак на положительный. При 30% содержании CF_4 этот заряд несколько увеличивается. Затем в области «переходных» процессов (40-60 % CF_4) наблюдается спад поверхностного заряда до значений близких к нулю. При увеличении содержания CF_4 до 70% заряд несколько увеличивается, что связано с процессами травления поверхности.

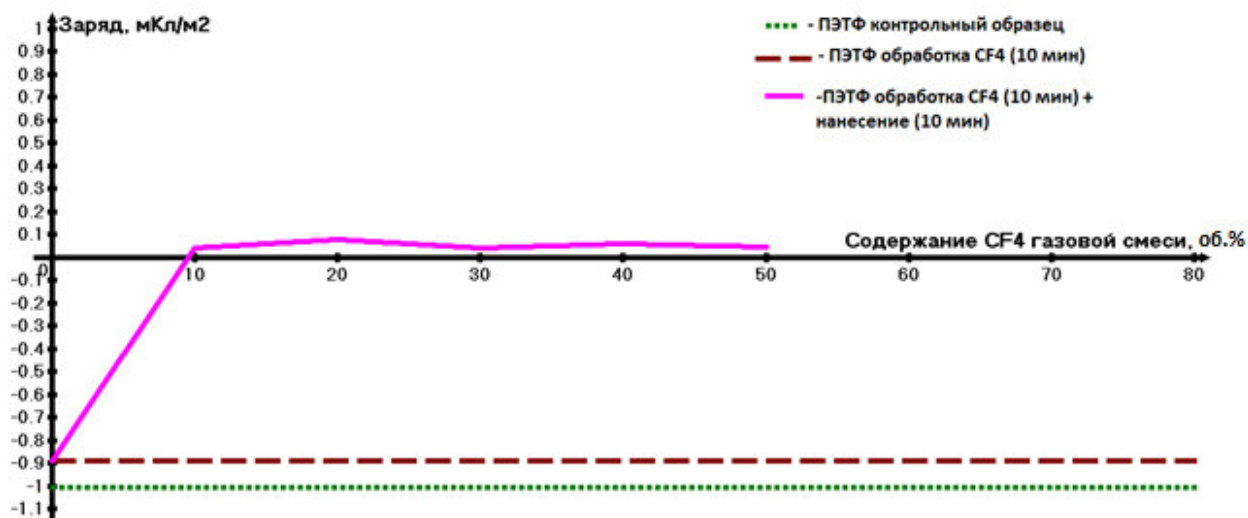


Рис.4. Зависимость поверхностного заряда пленок ПЭТФ от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси.

При обработке ПЭТФ ионами CF₄ в течение 10 минут и нанесении пленки в течение 10 минут (рис.4) общий вид графика сохраняется, но величины поверхностного заряда значительно меньше по величине. Область переходных процессов также выражена.

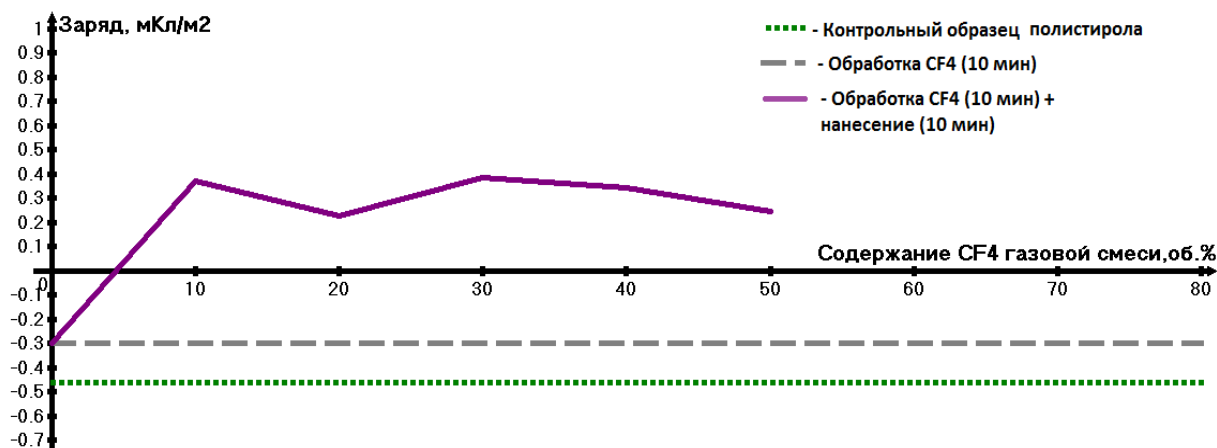


Рис.5. Зависимость поверхностного заряда пленок Полистирола от содержания CF₄ в плазмообразующей смеси.

На графике (рис. 5) показано, что предварительная обработка ПС ионами CF₄ в течение 30 минут приводит к уменьшению величины отрицательного поверхностного заряда. При нанесении фторуглеродной пленки при 10% содержании CF₄ в газовой смеси поверхностный заряд изменяет знак на положительный. При 20% содержании CF₄ наблюдается небольшой спад. При 30% содержании CF₄ заряд увеличивается и в области «переходных» процессов (40-60% CF₄) плавно уменьшается, оставаясь положительным.

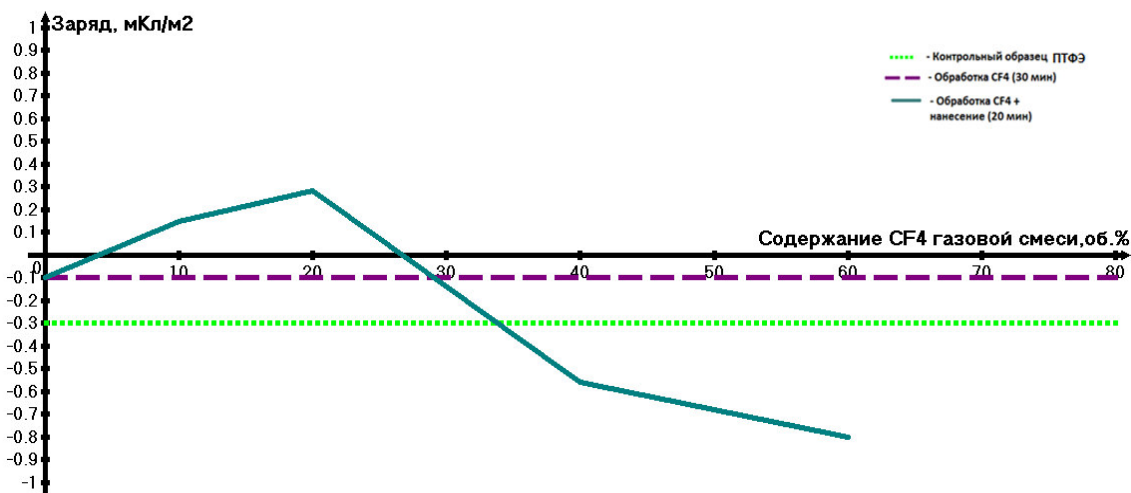


Рис.6. Зависимость поверхностного заряда пленок ПТФЭ от содержания CF₄ в плазмообразующей смеси.

На графике (рис. 6) показано, что предварительная обработка ПТФЭ ионами CF₄ в течение 30 минут приводит к уменьшению величины отрицательного поверхностного заряда. При нанесении фторуглеродной пленки при 10% содержании CF₄ в газовой смеси поверхностный заряд изменяет знак на положительный. При 20% содержании CF₄ заряд несколько увеличивается. При 30% содержании CF₄ и в области «переходных» процессов (40-60% CF₄) ПЗ резко становится отрицательным. Отрицательный заряд, на поверхности ПТФЭ, может быть связан с влиянием статического электричества вследствие более развитого рельефа.

Заключение.

1. На основе измерений поверхностного заряда установлено, что наноструктурированные фторуглеродные пленки, сформированные на поверхности ПЭТФ и ПС, обладают положительным зарядом в области «переходных» процессов, а на поверхности ПТФЭ отрицательным, что, по-видимому, связано с различной топологией рельефа на поверхности указанных полимеров. Отрицательный заряд, на поверхности ПТФЭ, может быть связан с влиянием статического электричества вследствие более развитого рельефа. Указанные работы будут продолжены.

2. Измерения величины и знака поверхностного заряда показали слабое влияние на антиадгезионные в отношении клеток микроорганизмов свойства, поскольку антиадгезионные свойства наблюдались при всех величинах и знаках заряда на поверхности фторуглеродных наноструктур. Определяющее значение играет развитый специфический рельеф в области переходных процессов и содержание фтора в пленке. В связи с этим фторуглеродные пленки можно использовать не только в узких областях, таких как медицина и пищевая промышленность, но и в электронике и на аэрокосмическом комплексе.

Литература

1. В.М. Елинсон, С.Г. Андреевская, П.А. Щур, Д.В. Кириллов, А.Н. Лямин// «Влияние условий предварительной ионной обработки полимерных материалов на адгезионные и механические свойства фторуглеродных наноструктур, сформированных на их поверхности», Сборник научных трудов «12-ая международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология»», Москва, 2017, с. 260-266
2. 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.
3. Елинсон В.М., Диденко Л.В., Шевлягина Н.В., Кравец Л.И., Щур П.А., Сильницкая О.А., Динеску Г., Яблоков М.Ю.// «Электронномикроскопическое исследование процессов колонизации различных фторсодержащих поверхностей при воздействии *Staphylococcus aureus*», Сборник научных трудов «XX Международная научно-техническая «Тонкие плёнки в электронике», 2015, с. 29-35
4. Vera Elinson, Svetlana Andreevskaya, Andrey Lyamin, Nataliya Shevlyagina, Vladimir Zhukhovitskiy, Pavel Schur // «Study of interaction of *Staphylococcus aureus* with nanostructured barrier layers based on fluorocarbon films», EC MICROBIOLOGY, 6.6 (2017), p.219-223
5. Драчев А.И. К вопросу об увеличении длительной электрической прочности композиционного электроизоляционного материала с полиэтилентерефталатной пленкой ПЭТ-Э / Драчев А.И., Пак В.М., Гильман А.Б., Кузнецов А.А. // Электротехника. М. -2003. - № 4. - 35 – 39 с.
6. Слепцов В.В. Наноструктуры нового качества / Слепцов В.В. Данцигер М. // Ж.Наука в России. - 2005. - №2. - 55-59 с.
7. Бузник В.М. Фторполимеры: состояние отечественной химии фторполимеров, перспективы развития / Бузник В.М. // Рос.химич. журн. (Журн. Рос. химич. об-ва им. Д.И. Менделеева). – 2008. - Т. LII. - № 3. - с. 7 - 12.
8. Shah A.A., Hasan F., Hamed A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. Biotechnol. Adv., 2008, 26(3), 246-265/
9. Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. J. Biotechnol., 2005, 4, 186-193.
10. L.V. Didenko, G.A. Avtandilov, T.A. Smirnova, N.V. Shevlyagina, V.N. Tsarev, I. Yu. Lebedenko, V.M. Elinson, I.G. Tiganova, Yu.M. Romanova. Study of the processes for colonization and persistence of microorganisms on artificial materials of medical appointment. Russian J. of Microbiology, epidemiology and immunobiology, 2015, 5, с.64-69
11. Елинсон В.М., Лямин А.Н., Щур П.А., Хазиев Б.С. Повышение стойкости к биодеструкции полимерных материалов и изделий при наноструктурировании их поверхности ионно-плазменными методами // Материалы Международной научно-технической конф. «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения», “INTERMATIC-2014”, 2014 г., МГТУ МИРЭА, Москва, с. 232-238.

Оптическое поглощение полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного углеродными и фторуглеродными тонкими пленками

В.И.Кузькин, С.В.Петрунин, В.М. Елинсон

*Московский Авиационный Институт (Национальный Исследовательский Университет),
Волоколамское ш.,4, г. Москва, 125993, e-mail:kuzkinn@rambler.ru*

Проведено исследование оптического поглощения модифицированного полиэтилентерефталата в диапазоне длин волн 190 – 600 нм. По спектрам поглощения методом Тауца определена ширина запрещенной зоны E_g однослойных и многослойных структур на основе ПЭТФ. Описано влияние состава плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного покрытия на значение оптического поглощения и величину E_g .

The optical absorption of polyethylene terephthalate (PET) modified with carbon and fluorocarbon thin films. V.I.Kuzkin, S.V.Petrinin, V.M.Elinson. The studies of optical absorption of the modified polyethylene terephthalate (PET) in the wavelength range 190 – 600 nm are made. The band gap of single-layer and multilayer structures based on PET is determined by the Tauz method. The effect of plasma-forming mixture composition at a fluorocarbon coating formation on the optical absorption and the E_g value is described.

Применение полимерных материалов, модифицированных фторсодержащими тонкими пленками, улучшает функциональные возможности приборов и устройств интегральной оптики, что многие специалисты связывают с более низким поглощением в различных диапазонах длин волн и с изменяющимися электрофизическими характеристиками [1]. Кроме того, модификация поверхности фторуглеродными соединениями позволяет управлять свойствами полимеров в широких диапазонах величин в результате замены атома водорода в молекулах приповерхностных слоев на атомы фтора [2]. Насыщение поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) фтором приводит к более высокой термостабильности и гидрофобности, так как энергия связи C-F существенно выше, чем энергия связи C-H.

Оптические свойства наноструктурированных фторуглеродных пленок, сформированных на поверхности ПЭТФ, модифицированного ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с энергией ионов 1 – 3 кэВ исследовались по спектрам поглощения.

Спектры поглощения образцов ПЭТФ исследовались с помощью спектрофотометра PhotoLab UV-VIS (Рис 2.4) производства WTW, Германия.

По результатам измерений были вычислены значения ширины запрещенной зоны E_g образцов по краю поглощения и построены зависимости E_g от концентрации тетрафторметана CF_4 в плазмообразующей смеси.

Методика расчета ширины запрещенной зоны была описана в работе [3].

Оптическое поглощение, тесно связано с рельефом, химическим составом и структурой поверхности. В данной работе проводились измерения оптического поглощения в однослойных и двухслойных структурах относительно немодифицированного ПЭТФ. Нанесение углеводородной тонкой пленки производилось в атмосфере циклогексана с энергией ионов 2 кэВ и 3кэВ.

В режиме нанесения углеводородной тонкой пленки с энергией ионов 2 кэВ и 3 кэВ было исследовано по 6 однослойных образцов в каждой серии с различными концентрациями CF_4 (рис. 1а,б).

Вид спектральной характеристики заметно изменяется с увеличением процентного содержания CF_4 : уменьшается количество дополнительных пиков в области до 300 нм при 10% CF_4 и последовательно увеличивается их количество и амплитуда с увеличением % CF_4 , что связано с уменьшением скорости осаждения тонкой фторуглеродной пленки и является проявлением двух конкурирующих процессов напыления и травления. Это приводит, во-первых, к насыщению поверхности фтором и, во-вторых, к появлению большего числа оборванных, незаполненных связей.

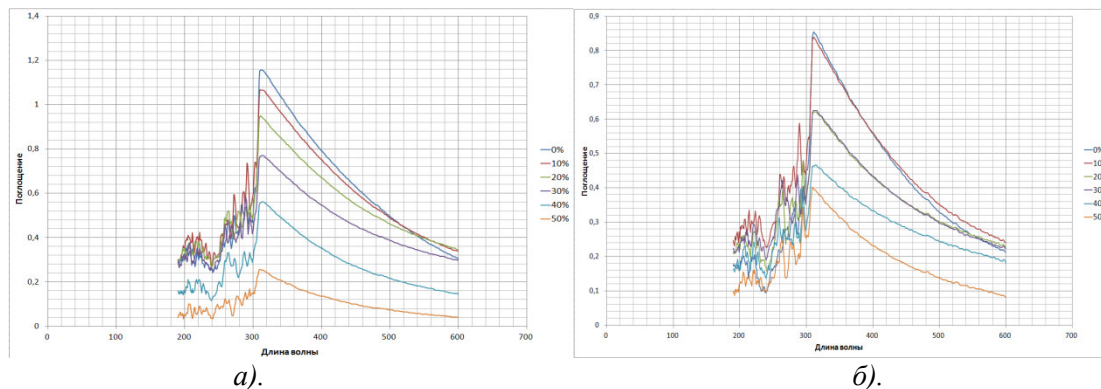


Рис.1. Спектры поглощения ПЭТФ, модифицированного ионными потоками с энергией 3 кэВ (а) и 2 кэВ (б) в зависимости от концентрации CF_4 в плазмообразующей смеси.

Максимального значения при 310 нм величина оптического поглощения достигает в образцах, полученных с концентрацией CF_4 0%. При увеличении концентрации CF_4 это значение уменьшается для обеих серий образцов. Уровень оптического поглощения при нанесении тонкой пленки с энергией ионов 3 кэВ выше, чем с энергией 2 кэВ.

Поглощение в видимой и УФ области спектра связано с наличием ненасыщенных связей в молекулах и с неподеленными парами электронов в атомах. Наличие неспаренных электронов приводит к изменению характера края поглощения на спектрах, а значит, и к изменению электрофизических характеристик модифицированных структур.

На рис.2а и рис.2б показаны зависимости, рассчитанные по методу Тауца, ширины запрещенной зоны образцов ПЭТФ, модифицированных ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, от концентрации CF_4 с энергией ионов 3 кэВ и 2 кэВ соответственно.

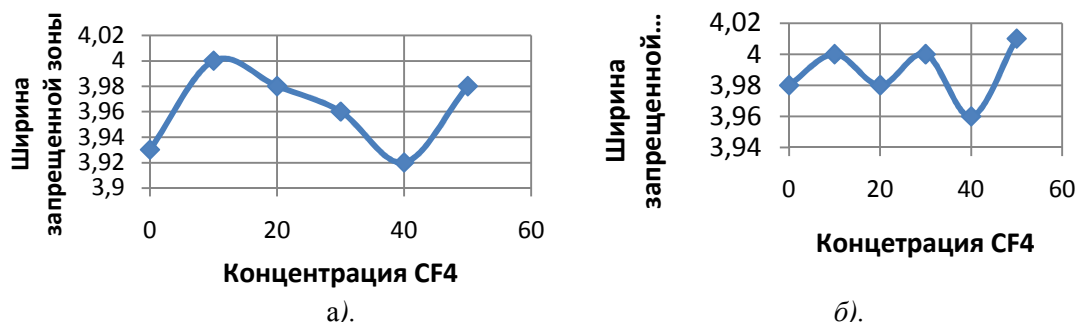


Рис 2. Зависимость ширины запрещенной зоны однослойных образцов ПЭТФ, модифицированных ионно-плазменными потоками газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с энергией 3 кэВ(а) и 2 кэВ(б) от концентрации тетрафторметана.

Уменьшение величины ширины запрещенной зоны однослойных образцов до ~3,93 эВ для процесса с энергией ионов 3 кэВ и до ~3,98 эВ для процесса с энергией ионов 2 кэВ при небольших концентрациях CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ и при 100-процентном содержании CF_4 связано со значительными нарушениями электронного равновесия поверхности ПЭТФ. Минимумы E_g в образцах, полученных при 40-процентном содержании CF_4 , представляют собой результат проявления наиболее развитой морфологии поверхности, модифицируемой в условиях конкурирующих процессов осаждения – травления.

Многослойные структуры формировались следующим образом. Первый (нижний) слой был получен в результате осаждения углеродной плёнки α -СН в атмосфере циклогексана в вакууме при остаточном давлении $p_{\text{раб.}} \sim 10^{-3}$ мм рт. ст. с энергией ионов 1, 2 и 3 кэВ. Вторым (верхним) слоем осаждался из плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ с концентрацией тетрафторметана 10%, 20%, 40% и 70% и энергией ионов 3 кэВ.

Измерение оптического поглощения в многослойных структурах модифицированного ПЭТФ с различными концентрациями CF_4 в плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ и при различных режимах нанесения проводились относительно немодифицированного ПЭТФ.

По результатам измерения по краю оптического поглощения были вычислены значения ширины запрещенной зоны многослойных структур и построены зависимости E_g от концентрации тетрафторметана во втором (верхнем) слое для различной величины энергии ионов в первом (нижнем) слое.

На рис. 3 представлены спектры поглощения образцов, нижний слой которых сформирован при различных режимах нанесения, а верхний - с одинаковой концентрацией CF_4 .

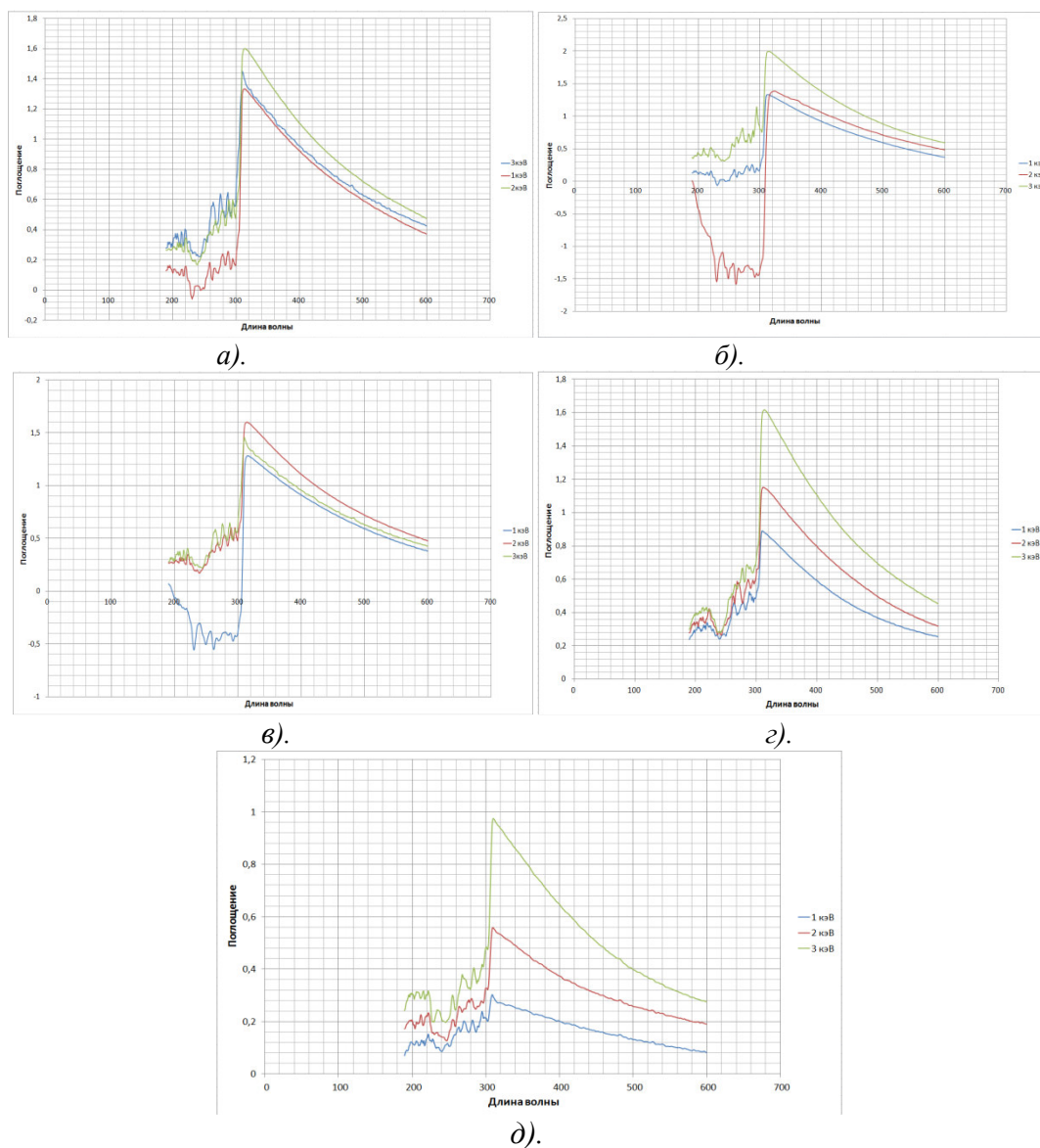


Рис.3. Спектры поглощения однослойных образцов с различной величиной энергии ионов в плазме C_6H_{12} (100%) (а), а также полученных при различной величине энергии ионов в плазме C_6H_{12} (100%) для нижнего слоя и с концентрацией CF_4 для верхнего слоя 10% (б), 20% (в), 40% (г), 70% (д).

При нанесении первого «технологического» слоя с концентрацией CF_4 0% в составе плазмообразующей смеси значение оптического поглощения всех 3-х образцов примерно одинаковое, но при этом в диапазоне длин волн в 190-300 нм проявляется тенденция уменьшения величины оптического поглощения с уменьшением энергии ионов. При нанесении пленки с энергией ионов 1кэВ на длине волны около 230 нм наблюдается отрицательное

значение коэффициента поглощения, что говорит о более низком уровне поглощения, чем в немодифицированном ПЭТФ.

На рис. 3б показаны спектры поглощения с различными энергиями ионов при формировании нижнего слоя, но с одинаковой концентрацией CF_4 10%, используемой при формировании верхнего слоя. В диапазоне длин волн 310-600 нм при увеличении энергии ионов величина оптического поглощения пленки увеличивается. Спектр поглощения образцов, полученных при энергии ионов 2 кэВ в диапазоне длин волн до 300 нм имеет отрицательное значение, что также говорит об улучшении прозрачности пленки относительно немодифицированного ПЭТФ.

На рис. 3в появление отрицательных значений в спектре поглощения наблюдается при энергии 1 кэВ. Максимум оптического поглощения достигает при энергии ионов 2 кэВ.

На спектрах край собственного поглощения находится в том месте, где показатель поглощения резко увеличивается в малом спектральном интервале. В образцах он находится в интервале длин волн 270-325 нм.

Сравнительный анализ и результаты расчета ширины запрещенной зоны многослойных структур на основе полиэтилентерефталата приведены на рис.4.

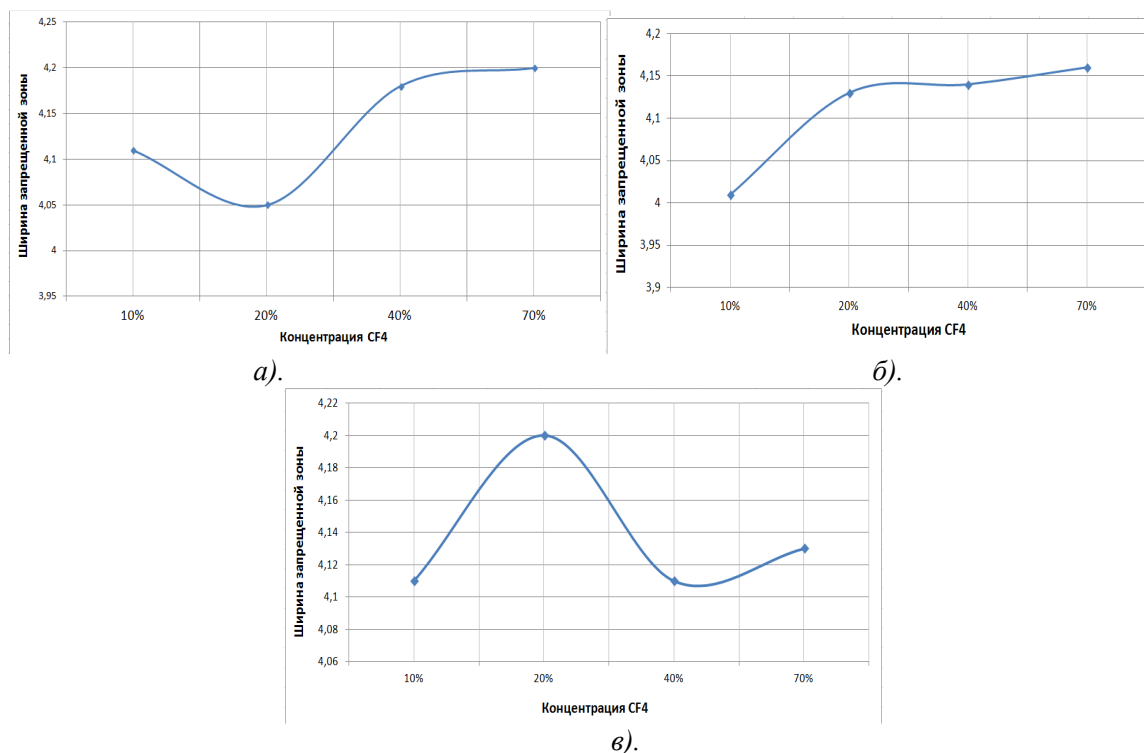


Рис.4. Зависимость E_g от концентрации CF_4 во втором слое для образцов с первым (нижним) слоем, полученным при энергии ионов C_6H_{12} 1 кэВ(а), 2 кэВ(б), 3 кэВ(в).

Характер зависимости величины E_g (эВ) в многослойных структурах от концентрации тетрафторметана в плазмообразующей смеси при формировании верхнего слоя существенно зависит от технологических условий осаждения первого тонкого слоя.

Поведение зарядов в неорганических веществах отличается от их поведения в органических: в полимерах меньше экранирование взаимодействия между носителями заряда, поэтому электронно-электронные и электронно-дырочные взаимодействия вызывают большую по сравнению с неорганическими материалами локализацию электронных состояний.

Однако отсутствие дальнего порядка в тонкоплёночных полимерных структурах не позволяет использовать в полной мере зонную теорию для описания поведения зарядов и зарядовых комплексов, образуемых при модификации поверхности ПЭТФ углеродными и фторуглеродными тонкими пленками. Применяя зонную теорию к полимерам, имеют ввиду внутримолекулярное движение носителей заряда [4].

Рассчитывая ширину запрещённой зоны по методу Тауца из спектров поглощения тонкопленочных структур на основе ПЭТФ, необходимо учитывать, что полученные величины связаны с наиболее вероятными переходами между электронными уровнями элементов и зарядовых центров, входящих в структуру отдельных звеньев модифицированного полимерного материала.

Структурирование поверхности ПЭТФ приводит к изменению топологии, морфологии и химического состава приповерхностных слоев, что отражается на электронных состояниях, локализованных вблизи уровня Ферми и внутри запрещённой зоны, кроме этого, на величину E_g существенное влияние оказывают многополярные зарядовые образования на поверхности полимера. Влияние энергии ионных пучков при формировании нижнего слоя на поведение ширины запрещённой зоны в наноструктурированных двухслойных образцах ПЭТФ связано с появлением большего числа плазмонных переходов сильной интенсивности и слабых и средних по интенсивности переходов типа $\pi \rightarrow \pi^*$ [5].

При максимальном содержании CF_4 в пленках наблюдается относительное увеличение ширины запрещённой зоны, который может быть связан с максимальной концентрацией фтора в приповерхностных слоях модифицированной поверхности.

Выводы:

1. Изменение концентрации CF_4 в плазмообразующей газовой смеси $CF_4+C_6H_{12}$ приводит к изменению величины максимума в спектрах поглощения.
2. Характер изменения вида спектров поглощения ПЭТФ с модифицированной фторуглеродной смесью поверхностью коррелирует с величиной ширины запрещённой зоны E_g , рассчитанной по методу Тауца.
3. Минимальное значение E_g наблюдается для однослойных образцов, полученных в условиях конкурирующих процессов осаждения – травления.
4. Относительная величина оптического поглощения уменьшается при модификации поверхности ПЭТФ углеродными и фторуглеродными тонкими пленками на всех образцах, кроме двухслойных, при формировании второго слоя в которых использовалось небольшое значение концентрации тетрафторметана 10%, что обусловлено большим количеством С-С и С=С связей в структуре приповерхностных слоев.
5. Влияние энергии ионных пучков при формировании нижнего слоя в двухслойных структурах на поведение зависимости E_g (% CF_4) связано с нарушениями структуры приповерхностных слоев и с образованием встроенного заряда.

Литература

1. С. М. Игумнов и др. Фторсодержащие мономеры и полимеры со специальными свойствами для интегральной оптики и фотоники. ДОКЛАДЫ АКАДЕМИИ НАУК, 2012, том 446, № 3, с. 288–293.
2. В.И. Соколов и др. Полимерная интегральная оптика на основе новых галогенизированных акрилатов. 10-я Всероссийская конференция «Химия фтора» 1-5 июня 2015, г. Томск Россия, с. 148-151.
3. А.Н.Лямин и др. Определение ширины запрещённой зоны полиэтилентерефталата (ПЭТФ), модифицированного фторуглеродными тонкими пленками. Материалы XXIII научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», 2016, с. 256-259.
4. Блайт Э.Р., Блур Д. Электрические свойства полимеров. Пер. с англ. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008.
5. Аскадский А.А., Кондращенко В.И. Компьютерное материаловедение полимеров. т.1. Атомно-молекулярный уровень. – М.: Научный мир, 1999.

Исследование нового антиэмиссионного материала

И.П. Мельникова, А.В. Лясникова, О.А. Дударева
410054 Россия, Саратов, Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю. А., ул. Политехническая, 77
e-mail: kafbma2011@yandex.ru, melnikova_ip@mail.ru

Вновь разработанный антиэмиссионный сплав ВЦУН10-1 обладает лучшей способностью сохранять технологические характеристики при отжиге в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па, чем гафний и сплав ЦН-25, и не требует специальной защиты поверхности заготовок при отжиге. Прочность ВЦУН10-1 при комнатной температуре, при этом, в 1,5 раза выше. В результате проведенных исследований показано, что при температуре работающей сетки 800, 1000, 1100 °С у сплава ВЦУН10-1 предел прочности в 2,5 – 4 раз выше, чем у сплава ЦН-25 и гафния. ВЦУН10-1 обеспечивает повышенную не менее чем в 2 раза долговечность электронных пушек, при использовании в качестве электродов катодно-сеточного узла, по сравнению с узлами с сетками из гафния.

Investigation of a new anti-emission material. I.P. Melnikova, A.V. Lyasnikova, O.A. Dudareva. The newly developed anti-emission VCUN 10-1 alloy can better maintain technological characteristics during annealing in vacuum 6.65×10^{-3} Pa than hafnium and alloy CN-25 and does not require special protection of the blank surface during annealing. The strength of VCUN10-1 at room temperature is 1.5 times higher. It is shown that at a working temperature of 800, 1000, 1100 °C for the VCUN10-1 alloy the tensile strength is 2.5 to 4 times higher than that of the alloy CN-25 and hafnium. VCUN10-1 provides increased durability of electron guns by at least 2 times when cathode-grid node are used as electrodes compared to nodes with hafnium grids.

1. Введение

В данной работе рассматриваются антиэмиссионные материалы, механизм подавления эмиссии которых связан с разложением материала на их поверхности с низкой работой выхода, поступающих на электроды при испарении с катода. Путем отрыва кислорода от Ва-О который диффундирует в поверхностный слой и быстрого испарения Ва происходит очистка поверхности электродов [1-4]. В настоящее время сетки катодно-сеточных узлов изготавливают из материалов (в основном, из Hf и Mo с покрытием из Zr, Ti и пр.) с температурой рекристаллизации, близкой к температуре работающей сетки ~ 900 °С_{ярк.} При этом иногда происходит их локальный перегрев, вплоть до полного выгорания. Поэтому применение антиэмиссионного материала в катодно-сеточных узлах, обладающего более высокой температурой рекристаллизации и более высокой формоустойчивостью, является актуальной и значимой проблемой.

Работа по изготовлению сплава выполнялась совместно с предприятием ГИРЕДМЕТ с учетом требований к электродам катодно-сеточных узлов электровакуумных приборов.

Разработан сплав на основе ванадия, легированный ниобием (10 %), цирконием (~1 %) и углеродом (~1 %) – ВЦУН10-1. Ванадий близок по своим свойствам к материалам, обладающим высокими антиэмиссионными свойствами, такими как гафний, титан или цирконий [3]. Приведены сравнительные исследования свойств сплава со свойствами широко используемого гафния и сплава на основе циркония ЦН-25.

2. Материалы и методика исследований

Отжиг производили в электропечи сопротивления вакуумной СНВЭ-16/13. При отжиге заготовок в этих печах для улучшения вакуума $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па создавали микрозону для заготовок путем их плотной укладки, защиты молибденовыми прокладками с двух сторон и упаковки полученной стопки в обезгаженную танталовую фольгу толщиной 0,02 мм. Фольга обеспечивает локальное улучшение вакуума. Испытания на растяжение проводили на установке

ИР5082-100, высокотемпературные испытания на растяжение в вакууме – на испытательной машине ПВ-312М. Рентгенофазовый анализ выполняли на установке ДРОН-4 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении.

3. Результаты исследований и их обсуждение

Детали и заготовки для сеток катодно-сеточных узлов изготавливают при комнатной температуре из отожженных в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3} - 1,33 \cdot 10^{-4}$ Па заготовок, в то время как рабочая температура изделий из этих материалов составляет около $900 \text{ }^\circ\text{C}_{\text{ярк}}$ в более высоком вакууме (не ниже $4 \cdot 10^{-5}$ Па). В связи с этим большое значение имеют структура и прочность заготовок материалов в условиях комнатных температур и готовых изделий при повышенных температурах.

Гафний и сплав ЦН-25, как видно из таблицы 1, при растворении остаточных газов печей, изменяют свой фазовый состав.

Таблица 1. Рентгеноструктурный анализ влияния вакуума при отжиге заготовок на фазовый состав гафния и сплавов ЦН-25 и ВЦУН10-1 и их прочность.

Марка материала	Толщина образцов, $h \cdot 10^3$, м	Режим отжига	Фазовый состав после отжига в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па	$\sigma_v \cdot 10^{-1}$, МПа	Фазовый состав после отжига в вакууме $1,33 \cdot 10^{-4}$ Па	$\sigma_v \cdot 10^{-1}$, МПа
ГФИ-1	0,3	950 °C 30 min	Hf, HfO ₂ , HfC	56,8	Hf, HfC	51,1
ЦН-25	0,3	750 °C 30 min	Zr, твердый раствор на основе Nb, ZrO ₂ , ZrC	66,5	Zr, твердый раствор на основе Nb, ZrC	62,1
ВЦУН10-1	0,3	1250 °C 30 min	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	63,3	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	62,2
	0,1		твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	62,2	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	61,5

В результате рентгеноструктурного анализа установлено, что в образцах из гафния и сплава ЦН-25 после отжига, в используемом в производстве для отжига заготовок вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па, образуется карбид и оксид соответствующего металла, гафния или циркония. При этом в результате визуального анализа обнаружено наличие на поверхности гафния плотной пленки темно-серого цвета и незначительное окисление образцов из сплава ЦН-25. В аналогичных образцах из сплава ВЦУН10-1 наличие окислов визуально и рентгеноструктурным методом не было обнаружено (табл. 1). Структура образцов из сплава ВЦУН10-1 при отжиге в исследуемом вакууме не изменяется.

Заготовки деталей и сборочные единицы из гафния и сплава циркония требуют более тщательной защиты от остаточных газов вакуумных печей, чем из сплава ВЦУН10-1 в процессе выполнения отжига.

ВЦУН10-1 относится к высокопрочным, гетерофазным материалам с карбидным упрочнением и обладает высокой прочностью, порядка 60 кг/мм^2 , при хорошей пластичности, порядка 15 %. Сплав на основе ванадия позволяет изготавливать детали с малыми радиусами кривизны методами глубокой вытяжки с мелкозернистой структурой в месте изгиба и высоким процентом выхода годного. Сплав ВЦУН10-1 имеет температуру рекристаллизации $1250 \text{ }^\circ\text{C}$

При повышенных температурах, в интервале $800 - 1100 \text{ }^\circ\text{C}$ и вакууме $1,33 \cdot 10^4$ Па, прочностные характеристики сплава ВЦУН10-1 в 2,5 – 4 раза выше, чем у гафния и сплава ЦН-25 (таблица 2).

Таблица 2. Механические свойства листовых образцов сплавов ВЦУН10-1, ЦН-25 и гафния ГФИ-1 толщиной 0,3 мм при комнатной температуре (20 °С) и температуре работающей сетки (800-1100 °С).

Материал	Режим термообработки	Температура испытаний, °С			
		20	800	1000	1100
		$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа
ГФИ-1	950 °С, 30 мин	45,9	6,5	5,5	3,2
ЦН-25	750 °С, 30 мин	62,0	–	8,3	–
ВЦУН10-1	1250 °С, 30 мин	68,0	–	20,6	11,5

Испытания, выполненные в макетах катодно-сеточных узлов с технологическим анодом, показали (рис. 1), что долговечность узлов при использовании в качестве сеток сплава ВЦУН10-1 повышается не менее чем в 2 раза по сравнению с узлами с сетками из гафния. Критерием долговечности является ток утечки $i_{\text{ут}}$ между катодом и управляющей сеткой, который не должен превышать 0,1 мА.

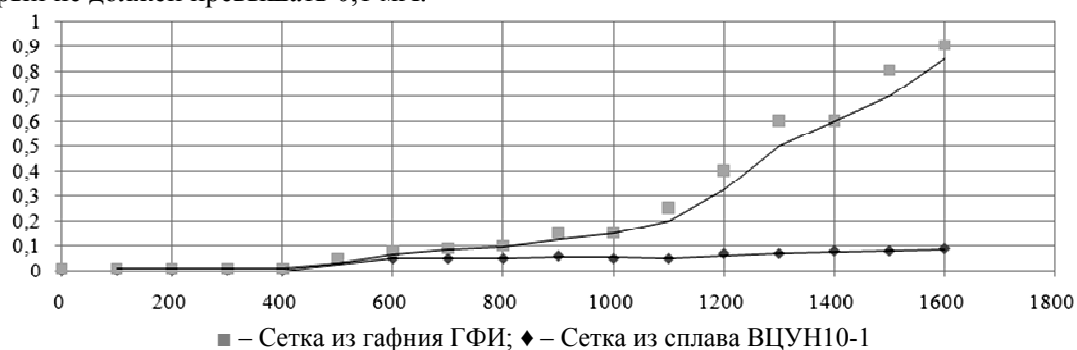


Рис. 1. Изменение тока утечки макетов электронной пушки с сетками из разных антиэмиссионных материалов при испытаниях на долговечность при температуре катода 1070 °С_{ярк}. Толщина теневой сетки – 0,1 мм, управляющей – 0,15 мм.

4. Заключение

Показано, что при комнатной температуре предел прочности сплавов ВЦУН10-1 и ЦН-25 в 1,5 раза выше, чем у гафния. А при температурах, соответствующих температурам работающей сетки, у сплава ВЦУН10-1 он в 2,5 – 4 раза выше, чем у сплава ЦН-25 и гафния.

Применение сплава ВЦУН10-1, вместо гафния, привело к значительному, не менее чем в 2 раза, повышению долговечности электронной пушки.

Часть исследований выполнена при поддержке Гранта Президента РФ МД-1403.2017.8.

Литература

1. Дюбуа Б.Ч. Катоды для мощных многолучевых вакуумных приборов СВЧ / Б.Ч.Дюбуа, О.К. Култашев, О.В. Поливникова // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника, 2008. - № 4(497) – С. 3-22.
2. Дюбуа Б.Ч. Применение циркония как антиэмиссионного материала // Вопросы радиоэлектроники. Сер.1. Электроника, 1960. – № 12. – С. 61.
3. К вопросу о подавлении термоэлектронной эмиссии с сеток электровакуумных приборов / Ж.Н. Бабанов, В.И. Козлов, А.А. Андреев // Электронная техника. Сер.6. Материалы, 1980. – №. 8(320). – С. 14-17.
4. Катодно-сеточные узлы/ А.С. Белов, Ж.Н. Сахаджи, Ж.Н. Бабанов, И.А. Попов// Вестник Саратовского государственного технического университета, 2010, том 4, № 1(48). – С. 161-165.

Исследование параметров рельефа поверхности и антифунгальной активности фторуглеродных наноструктур, сформированных на поверхности полиэтилентерефталата и политетрафторэтилена методами ионно-плазменной технологии

*В.М. Елинсон, *Н.В. Шевлягина, А.Н. Лямин, В.И. Кузькин, **Е.А. Дешева, О.А. Сильницкая*
МАИ (НИУ), 125993, Волоколамское шоссе, д. 4, Москва,
e-mail: ym_e@mail.ru

* Федеральный научно-исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии им.
Н.Ф. Гамалеи, 122098, ул. Гамалеи, 18, Москва

**Институт медико-биологических исследований РАН, 123007, Хорошевское шоссе,
76а, Москва

Полученные результаты показали возможность создания области переходных процессов, препятствующих адгезии клеток микроорганизмов на поверхности полимеров различной химической природы. Указанная область переходных процессов является результатом оптимального содержания фтора в пленке и сформированного рельефа, которые совместно обеспечивают отсутствие адгезии микробных клеток. Показано также, что рельеф, характерный для области переходных процессов и обеспечивающий отсутствие адгезии клеток микроорганизмов, различен для полимеров различной химической природы. Исследование антифунгальной активности показало, что области переходных процессов, обеспечивающих отсутствие адгезии клеток микроорганизмов и грибов, практически совпадают.

Study of relief parameters and antifungal activity of fluorocarbon nanostructure formed on polyethyleneterephthalate and polytetrafluorethylene surface by ion-plasma technology. V.M.Elinson, N.V.Shevlaygina, A.N.Lyamin, V.L.Kuzkin, E.A.Deshevaya, O.A.Silnitskaya. Obtained results have demonstrated the possibility to create a transient processes area preventing adhesion of microbial cells on the surface for polymers of different chemical nature. Such area of transient processes presents the result of optimal content of fluorine and obtained relief which in combination provides the absence of microbial cell adhesion. It is shown that relief providing the absence of adhesion for microbial cells is also different for polymers of different chemical nature. Study of antifungal activity has demonstrated that the areas of transient processes established for microbial cells and fungi are very much alike.

Длительность эффективной эксплуатации полимерных материалов и изделий из них определяется скоростью их деструкции. Особую роль в этих процессах играет деструкция под воздействием микроорганизмов (биодеструкция). Хорошо известно, что биодеструкция является результатом образования и развития биопленок [1-5]. На рис. 1 представлены стадии формирования биопленок [5]. Первой стадией образования биопленки является образование безмикробной белковой пленки (рис. 1а). Затем происходит адгезия единичных клеток *S.aureus* (рис. 1б). На рис. 1в представлено формирование микроколоний (после 24- и 48-часовой инкубации), на рис. 1г – начало формирования экзоматрикса, а на рис. 1д – формирование зрелой биопленки *S.aureus* с номадами. Для сравнения на рис. 1е показана зрелая биопленка *Ps. Aeruginosa*.

Если мы каким-то способом исключим стадию адгезии, которая играет ключевую роль в формировании биопленок, то мы тем самым исключим формирование биопленки и последующую биодеструкцию изделий из полимерных материалов. Таким образом, одним из наиболее перспективных подходов к борьбе с биодеструкцией является создание на поверхности полимеров и изделий из них барьерных слоев, препятствующих адгезии микроорганизмов на поверхность, что, в свою очередь, препятствует образованию биопленок и последующей биодеструкции. Наиболее активные в этом плане слои могут быть сформированы на основе фторуглеродных пленок [6-8].

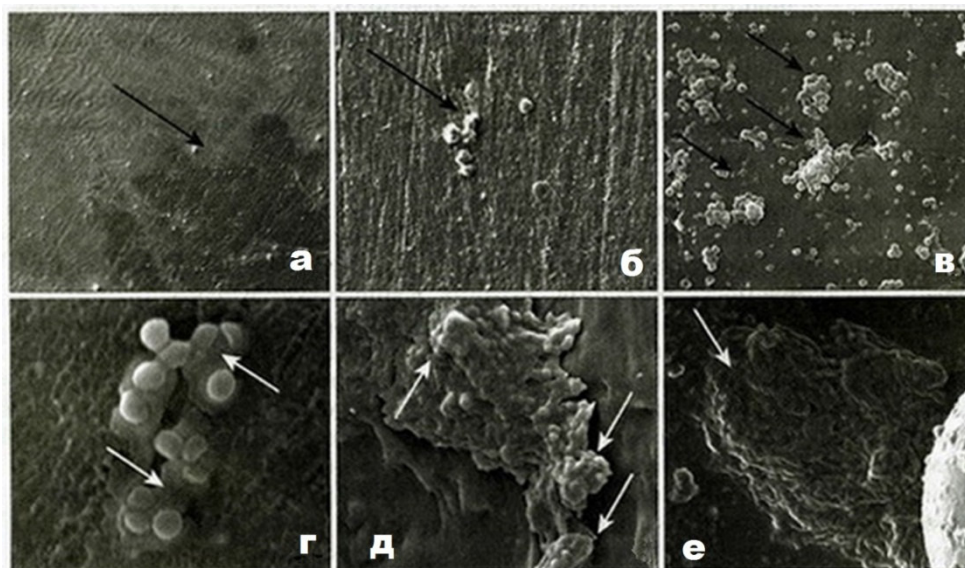


Рис. 1. Стадии формирования биоплёнки *A. Staphylococcus*:

- а) формирование безмикробной пленки; б) адгезия единичных клеток; в) формирование микроколоний (после 24- и 48-часовой инкубации); г) начало формирования экзоматрикса; д) зрелая биопленка с номадами; е) зрелая биопленка *Ps. Aeruginosa* (для сравнения).

На рис. 2 показаны этапы формирования наноструктурированных барьерных слоёв [6,7], сформированных методами ионно-плазменной технологии с использованием с использованием двухкомпонентной плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, содержащей компонент для нанесения пленки (C_6H_{12}) и компонент для ее травления (CF_4). Указанная смесь позволяет не только в одно и то же время наносить пленки, травить их, но и регулировать рельеф пленки и содержание фтора в ней. Все эти процессы, протекающие одновременно, позволяют сформировать область переходных процессов, которая будет показана далее.

Формирование наноструктурированных барьерных слоёв содержит 2 этапа. На первом этапе исходный полимер обрабатывается потоком частиц CF_4 с образованием наноструктурированной поверхности (НСП). На втором этапе сформированная НСП подвергается воздействию газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$. При этом происходит нанесение пленок, их травление и выделение продуктов ионно-химического травления. На поверхности полимера формируется наноструктурированные барьерные слои (НБС).

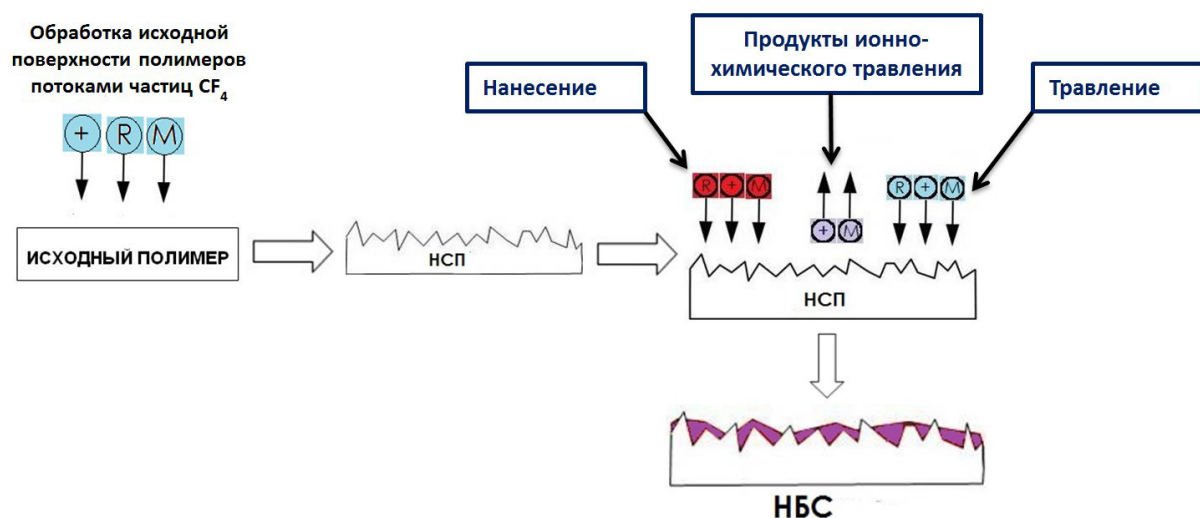


Рис. 2. Этапы формирования наноструктурированных барьерных слоёв.

На рис. 3 представлены результаты исследования структуры и состава НБС, сформированного на поверхности политетрафторэтилена (ПТФЭ) [6,7]. Исследование структуры проводилось с помощью двухлучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, USA) в режиме высокого вакуума, а исследование состава – с помощью приставки Genesis XM 2 (EDAX, USA) к сканирующему электронному микроскопу.

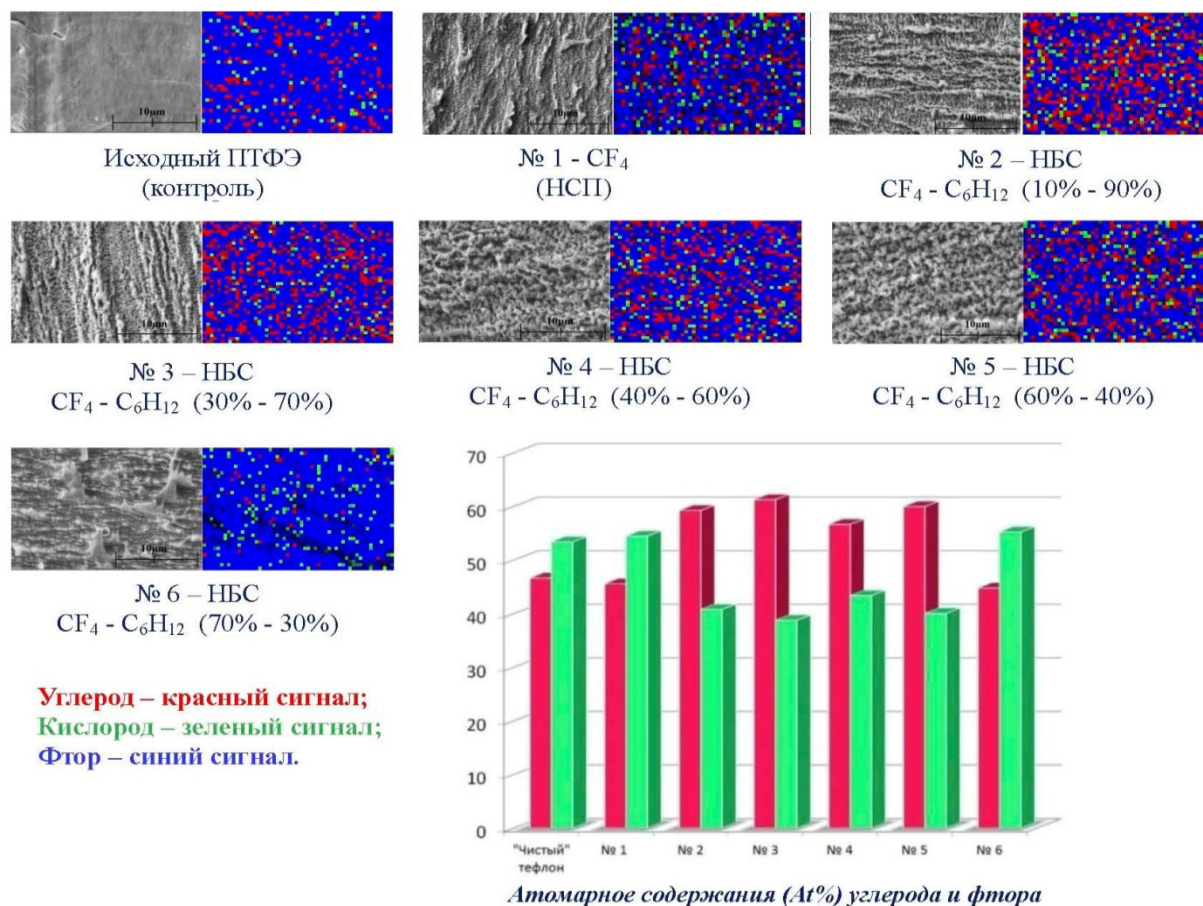
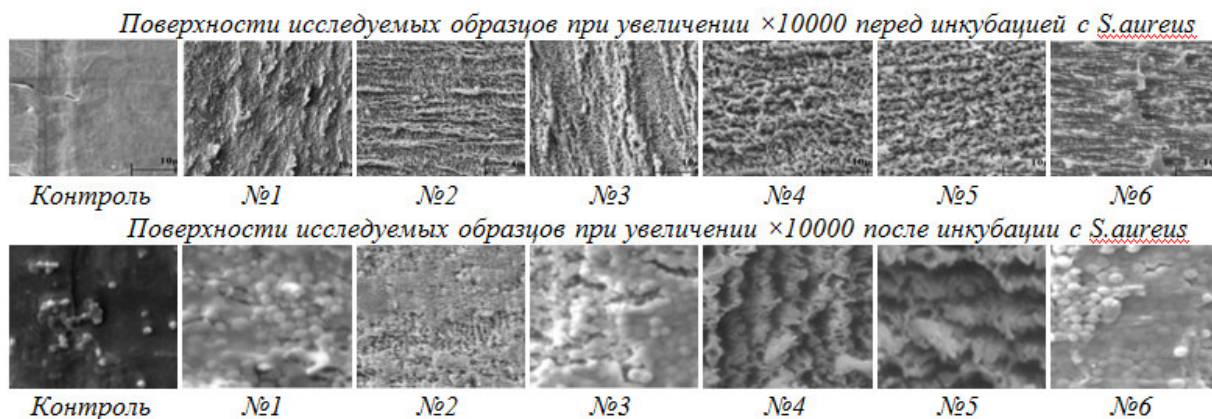


Рис. 3. Электронно-микроскопическое исследование структуры и состава поверхности образцов ПТФЭ.

Величина содержания фтора, углерода и кислорода, а также рельеф поверхности резко изменяются при варьировании соотношения CF₄ и C₆H₁₂ в газовой смеси (рис. 3). Атомное соотношение (в ат%) углерода и фтора при различных соотношениях CF₄ и C₆H₁₂ в газовой смеси показывает, что максимальное содержание фтора наблюдается для исходного образца, образца с наноструктурированной поверхностью (без НБС) и при нанесении НБС из газовой смеси с 70%-ым содержанием CF₄. Для образцов, содержащих 10, 30, 40 и 60% CF₄ в газовой смеси, увеличивается содержание углерода при уменьшении содержания фтора. Особое внимание привлекает образцы, содержащие 40 и 60% CF₄ в газовой смеси. Они имеют похожий рельеф и очень близкий состав.

Те же образцы представлены на рис. 4 до инкубации и после 5-дневной инкубации *A. Staphylococcus* [4]. На данном рисунке отчетливо видно, что именно образцы № 4 и №5 демонстрируют отсутствие адгезии микроорганизмов на поверхности НБС, а остальные образцы – формирование биопленок на различных стадиях. Область отсутствия адгезии, которая определяется содержанием фтора в пленке и специфическим рельефом поверхности, и есть «область переходных процессов».



*Рис. 4. Взаимодействие *Staphylococcus aureus* с НБС, сформированных на поверхности ПТФЭ при различном содержании CF_4 в плазмообразующей смеси.*

Результаты, представленные на рис. 5, показывают наличие пика среднеквадратичной шероховатости поверхности (R_q) и образование выраженного рельефа (Рис.6) на поверхности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) с нанесенными НБС при содержании CF_4 в газовой смеси от 40 до 60%. Полученные результаты свидетельствуют о том, что области переходных процессов на полимерах различной химической природы практически совпадают.

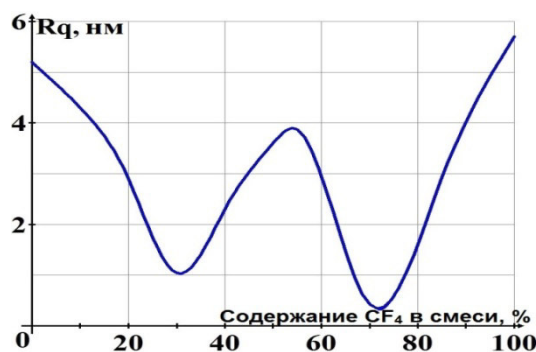


Рис. 5. Зависимость среднеквадратичной шероховатости поверхности (R_q) для ПЭТФ от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси (метод АСМ).

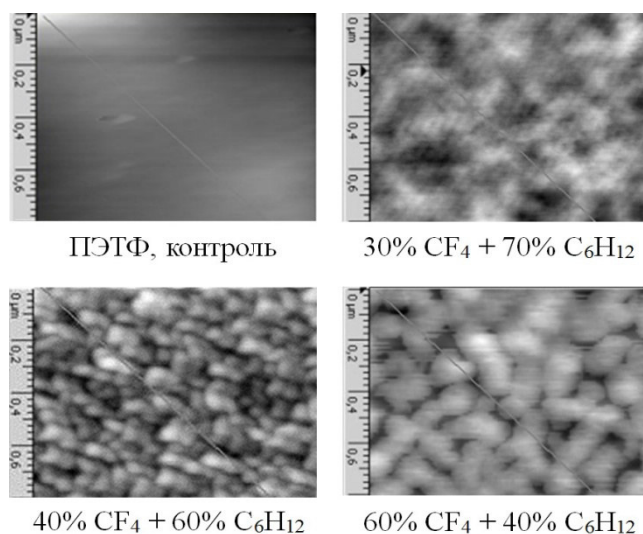


Рис. 6. Исследование структуры поверхности образцов ПЭТФ с помощью атомно-силового микроскопа Veeco Dimension Icon 3100 (Veeco Instruments, США).

В таблице 2 приведены результаты исследования антифунгальной активности в соответствии с государственным стандартом ГОСТ 9.049-91 в баллах, характеристика которых приведена в таблице 1, при использовании суспензии, содержащей *Pennicilium expansum*, *Pennicillium aurantiogrizeum*, *Aspergillus versicolor*, *Aspergillus sydowii* и *Cladosporium cladosporioides*.

Исследование антифунгальной активности показали, что области переходных процессов, демонстрирующих отсутствие адгезии грибов, практически совпадают для полимеров различной химической природы.

Таблица 1. Интенсивность развития грибов по ГОСТ 9.049-91

Балл	Характеристика балла
0	Под микроскопом прорастание спор и конидий не обнаружено
1	Под микроскопом видны проросшие споры и незначительно развитый мицелий
2	Под микроскопом виден развитый мицелий, возможно спороношение
3	Невооруженным глазом мицелий или спороношение едва видны, но отчетливо видны под микроскопом
4	Невооруженным глазом отчетливо видно развитие грибов, покрывающих менее 25% испытываемой поверхности
5	Невооруженным глазом отчетливо видно развитие грибов, покрывающих более 25% испытываемой поверхности

Таблица 2. Результаты исследования антифунгальной активности НБС различных полимерных материалов

№ образца	Характеристика исследуемых образцов	Оценка
1	ПТФЭ, контроль	2-3
2	ПТФЭ, НБС (40% CF ₄ + 60% C ₆ H ₁₂)	0
3	ПТФЭ, НБС (60% CF ₄ + 40% C ₆ H ₁₂)	0
4	ПЭТФ, контроль	2
5	ПЭТФ, НБС (40% CF ₄ + 60% C ₆ H ₁₂)	0
6	ПЭТФ, НБС (60% CF ₄ + 40% C ₆ H ₁₂)	0
7	ПЭТФ, НБС (30% CF ₄ + 70% C ₆ H ₁₂)	1-2

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Полученные результаты показали возможность создания области процессов, препятствующих адгезии клеток микроорганизмов на поверхности полимеров различной химической природы.

2. Указанная область переходных процессов является результатом оптимального содержания фтора в пленке и сформированного рельефа, которые совместно обеспечивают отсутствие адгезии микробных клеток.

3. Показано также, что рельеф, характерный для области переходных процессов и обеспечивающий отсутствие адгезии клеток микроорганизмов, различен для полимеров различной химической природы.

4. Исследование антифунгальной активности показало, что области переходных процессов, обеспечивающих отсутствие адгезии клеток микроорганизмов и грибов, практически совпадают.

Литература

1. Shah A.A., Hasan F., Hammed A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnol. Adv.*, 2008, 26(3), 246-265.
2. Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. *J. Biotechnol.*, 2005, 4, 186-193.

3. Donlan R.M. Biofilms: Microbial life on surface. *Emerg. Infect. Dis.*, 2002,8,1-20.
4. L.V. Didenko, G.A.Avtandilov, T.A.Smirnova, N.V.Shevlyagina, V.N.Tsarev, I.Yu.Lebedenko, V.M.Elinson, I.G.Tiganova, Yu.M.Romanova. Study of the processes for colonization and persistence of microorganisms on artificial materials of medical appointment. *Russian J. of Microbiology, epidemiology and immunobiology*, 2015, 5, с.64-69
5. Зайченко О.Ю., Илин В.К., Воложин А.И., Новикова Н.Д., Лебеденко И.Ю., Дешевая Е.А. Испытания акриловых полимеров на стойкость в отношении искусственной биодетрукции в имитационной модели с использованием микробных ассоциаций. *Российский стоматологический журнал*, 2002, 3,19-24.
6. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Ghaidarova and Lyamin A.N. Colonization by *Staphylococcus aureus* of Nano-Structured Fluorinated surfaces, Formed by Different Methods of Ion-Plasma Technology. *Bulletin of Experimental Biology and Medicine*, vol. 162, #1, November, Microbiology and Immunology.
7. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Lyamin A.N., O.A.Silnitskaya. The chapter “Nanostructured fluorine-containing surfaces: physicochemical properties and resistance to biodestruction” in the book “Polymer science: research advances, practical applications and educational aspects”, Formatex Research Center, Madrid, Spain, 2016, pp. 342-347 (A.Mendez-Vilas, A.Solano Eds). ISBN-13:978-84-942134-8-9
8. Yanglood J.P., Andruzzi I., Senaratne W. Ober C.k., Callow M.E., Callow J.A., Finlay J.A. New materials for marine biofouling resistance and release: semi-fluorinated and pegylated block copolymer bilayer coating. *Polym Mater. Sci.Eng.*, 2003, 88, pp.608-609/

Исследование процесса формирования и физико-химических характеристик углеродных покрытий, полученных при помощи НЧ-плазматрона атмосферного давления

А.В. Шведов, А.Н. Лямин, В.М. Елинсон

*«Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»,
125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4
e-mail: seriousash@yandex.ru*

В данной работе представлены результаты исследований характеристик углеродных покрытий, полученных при помощи низкочастотного плазматрона атмосферного давления. Показана возможность локального формирования покрытий. Исследовано влияние технологических характеристик процесса осаждения из газовой фазы на получаемые покрытия. Методом РФЭС установлен химический состав полученных покрытий. Исследованы спектры фотопоглощения и рассчитана ширина запрещенной зоны по методу Тауца.

The study of the formation process and physical - chemical characteristics of carbon coatings, produced by low frequency plasmatron of atmospheric pressure. A.V. Shvedov, A.N.Lyamin, V.M. Elinson. This paper demonstrates the results of the study of properties of carbon coatings produced by low frequency plasmatron at atmospheric pressure. The possibility of local formation of coatings is revealed. The relations of technological parameters of PECVD to carbon coatings forming are studied. The chemical composition of obtained coatings is being revealed by X-ray photoelectron spectroscopy. Spectra of photo-absorption are investigated and the width of band gap is calculated by means of the Tautz method.

Развитие высоких технологий во многом зависит от использования новых материалов и способов их получения. В настоящее время, всё больше внимания уделяется материалам, которые способны обеспечить защиту различных изделий, начиная от обычных деталей

автомобилей, заканчивая изделиями, используемыми в аэрокосмической отрасли, биомедицине, а так же в условиях агрессивной окружающей среды.

Использование углерода, в качестве защитного материала, позволяет создавать необходимые покрытия с заданными характеристиками для придания поверхностям изделий необходимых свойств, в том числе повышенной трещиностойкости [1] и защиты от агрессивных веществ [2]. Особое внимание уделяется защитным структурам на полимерных материалах, которые часто подвергаются биодеструкции и негативному влиянию повышенной влажности. Выбор углерода обусловлен тем, что он может существовать в виде множества гетерофазных систем, некоторые из которых могут иметь полностью компенсированные валентные связи [3]. Это означает, что свойства получаемых покрытий могут изменяться в широком диапазоне в зависимости от технологических параметров и методов нанесения.

За последние десятилетия наиболее эффективным методом формирования покрытий специального назначения были вакуумные методы ионно-плазменной технологии для нанесения тонкоплёночных материалов. Данная групп методов позволяет формировать покрытия с заданными характеристиками без существенного увеличения массогабаритных параметров самого изделия благодаря высокой разрешающей способности вакуумных установок и точным контролем технологических параметров нанесения. Однако в последнее время, всё больше работ посвящается использованию газовых разрядов, работающих при атмосферном давлении, а так же установкам, работающим на их основе. Благодаря отсутствию необходимости создания и поддержания вакуума, доступному оборудованию и простому контролю за процессами обработки, газовые разряды при атмосферном давлении являются актуальным решением для широкого спектра задач: обработка поверхностей композитных материалов [4], использование в медицинских стерилизаторах [5] и др. Среди множества видов газовых разрядов стоит отметить низкочастотный (НЧ) газовый разряда атмосферного давления, который позволяет производить локальное низкотемпературное осаждение из газовой фазы без существенной термической деструкции полимерных материалов.

Поскольку в научной литературе практически не описаны труды, посвящённые возможности формирования углеродных покрытий при помощи НЧ газового разряда, то рассмотрение данного метода для нанесения углеродных покрытий является актуальной задачей. Поэтому целью данной работы является процесса формирования и физико-химических характеристик углеродных покрытий, полученных при помощи НЧ-плазматрона атмосферного давления.

Работа проводилась на экспериментальной установке, основанной на использовании НЧ-плазматрона атмосферного давления (рис. 1). Краткие технические характеристики представлены в таблице 1.



Рис. 1. НЧ-плазматрон атмосферного давления.

Данная установка доказала свою эффективность для инактивации различных микроорганизмов при использовании инертных газов [6]. Особенностью данного НЧ-плазматрона атмосферного давления является использование нескольких потоков газов.

Таблица 1. Характеристика НЧ-плазматрона.

Потребляемая мощность	100
Питание, В/Гц	220 / 50
Расход газа, л/с	3 – 15
Рабочая частота, кГц	50 – 150
Выходное напряжение, кВ	10 – 15

Для формирования углеродных покрытий в качестве плазмообразующего и транспортного газа использовался инертный газ – гелий (He). Основным плёнкообразующим газом были пары циклогексана (C₆H₁₂) в количестве до 2,5% от суммарного газового потока. Суммарный поток газов составлял 7,1 ± 0,1 л/мин.

В качестве материала подложки были выбраны пластины монокристаллического кремния (Si), полиэтилентерефталат (ПЭТФ) и полистирол.

Полученные углеродные покрытия были исследованы основные технологические характеристики. Скорость роста углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазматрон-подложка и времени нанесения. По всей видимости, это связано с увеличенным энерговыделением в газовый разряд между соплом плазматрона и заземлённой поверхностью, и увеличением диффузии частичек газа из плазменной струи в окружающую среду (рис. 2). Так же на рост покрытий значительно влияет концентрация циклогексана в газовой смеси, однако при этом скорость роста покрытий имеет менее линейный характер, что говорит о более значительном влиянии процесса формирования газового разряда в атмосфере и более неоднородном потоке смеси. Следует учесть, что при увеличении концентрации плёнкообразующего газа наблюдается увеличение содержания неактивированной («капельной») фазы в потоке, ухудшающей процесс нанесения углеродного покрытия. Основная причина увеличения неактивированной фазы потока газа – ограниченный энергетический вклад в плазменную струю, что связано с ограниченной мощностью данного плазматрона.

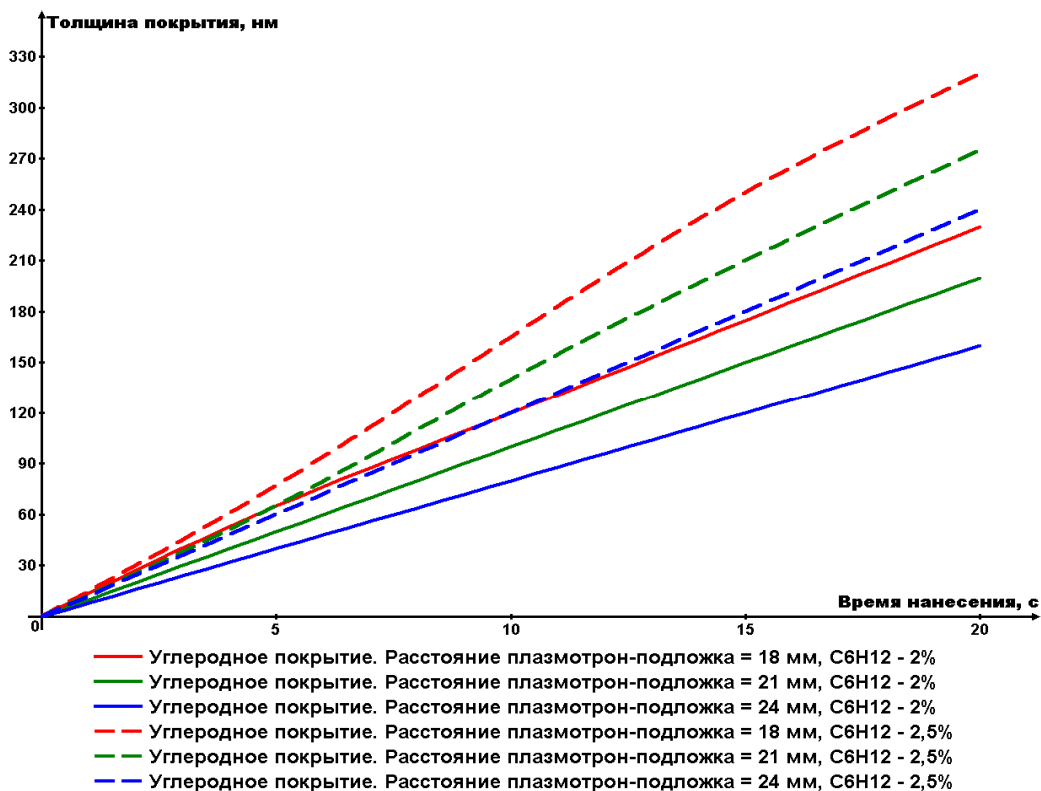


Рис. 2. Зависимость толщины углеродных покрытий от времени нанесения при различных расстояниях плазматрон-подложка и различных концентрациях плёнкообразующего газа.

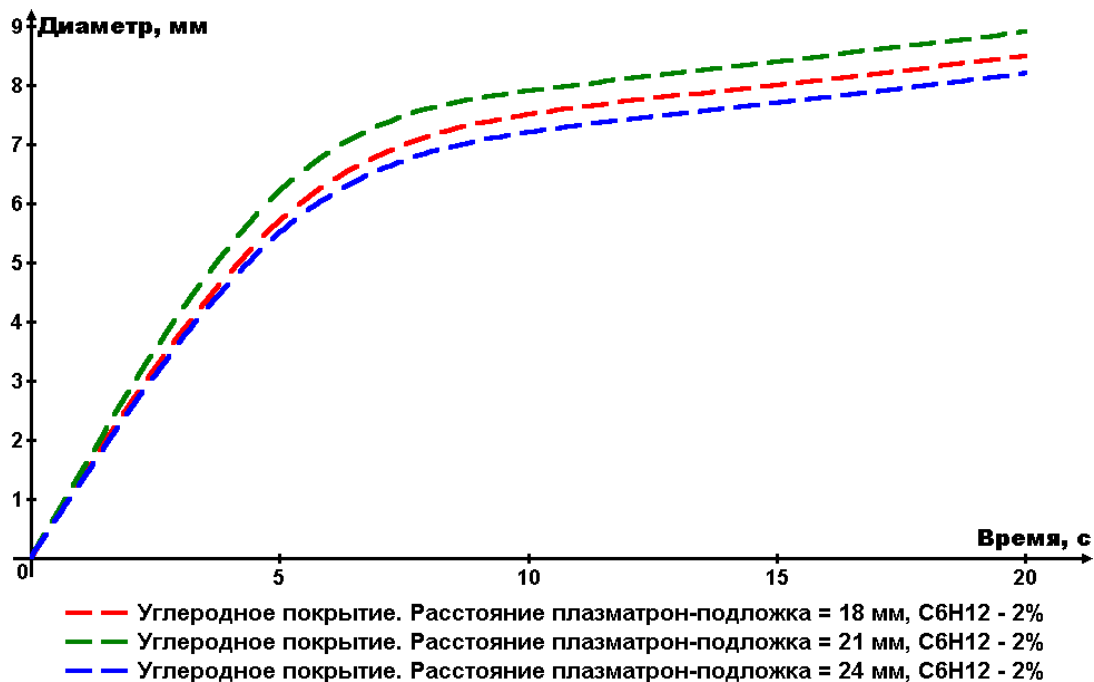


Рис.3 Зависимость диаметра углеродных и фторуглеродных покрытий от времени нанесения при различных расстояниях плазматрон-подложка и одинаковых концентрациях плёнкообразующего газа 2%.

Диаметр полученных покрытий незначительно зависит от расстояния «плазматрон-подложка», но в большей степени зависит от времени нанесения покрытия (менее 10 с). Данный характер зависимости обусловлен особенностями горения газового разряда в атмосфере и его распространением по поверхности подложки, а так же диаметра сопла плазматрона. После 10 с скорость роста диаметра покрытия резко снижается и имеет линейный характер (рис. 3).

Химический состав был исследован методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) при помощи прибора KratosAxisUltra DLD (KratosAnalyticalLimited, Великобритания). Исследование проводилось при следующих параметрах: энергия пропускания – 160 эВ, съемка – AlKα₁ с нейтрализатором, калибровка – по C1s (285.0 эВ). Обзорные РФЭС спектры исследованных образцов приведены на рис. 4. В спектрах наблюдаются линии углерода, кислорода, и азота.

Спектры поглощения были исследованы при помощи PhotoLab 6600 (WTW, Германия). На рис. 5 показаны спектры полученных покрытий полученных при разных технологических параметрах формирования: расстояние плазматрон-подложка, концентрация C₆H₁₂ и время нанесения. Как видно из показанных спектров, до 310 нм углеродные покрытия имеют разный набор пиков поглощения, что связано с влиянием технологических параметров на сами покрытия. В то же время после 310 нм спектры полученных покрытий имеют практически одинаковый характер, что говорит об одинаковой интенсивности пропускания излучения видимого диапазона. Так же был произведен расчёт запрещённой зоны по методу Тауца, которая составила в среднем $4,09 \pm 0,02$ эВ. Данная ширина запрещённой зоны соответствует диэлектрическому материалу. Влияние технологических параметров на ширину запрещённой зоны незначительно.

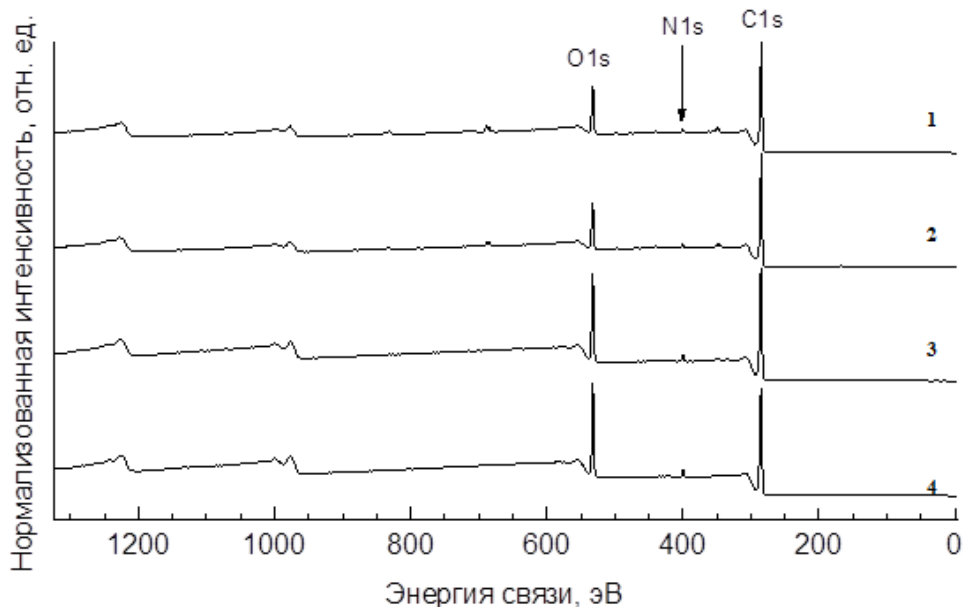


Рис. 4. Обзорные спектры исследованных углеродных покрытий.

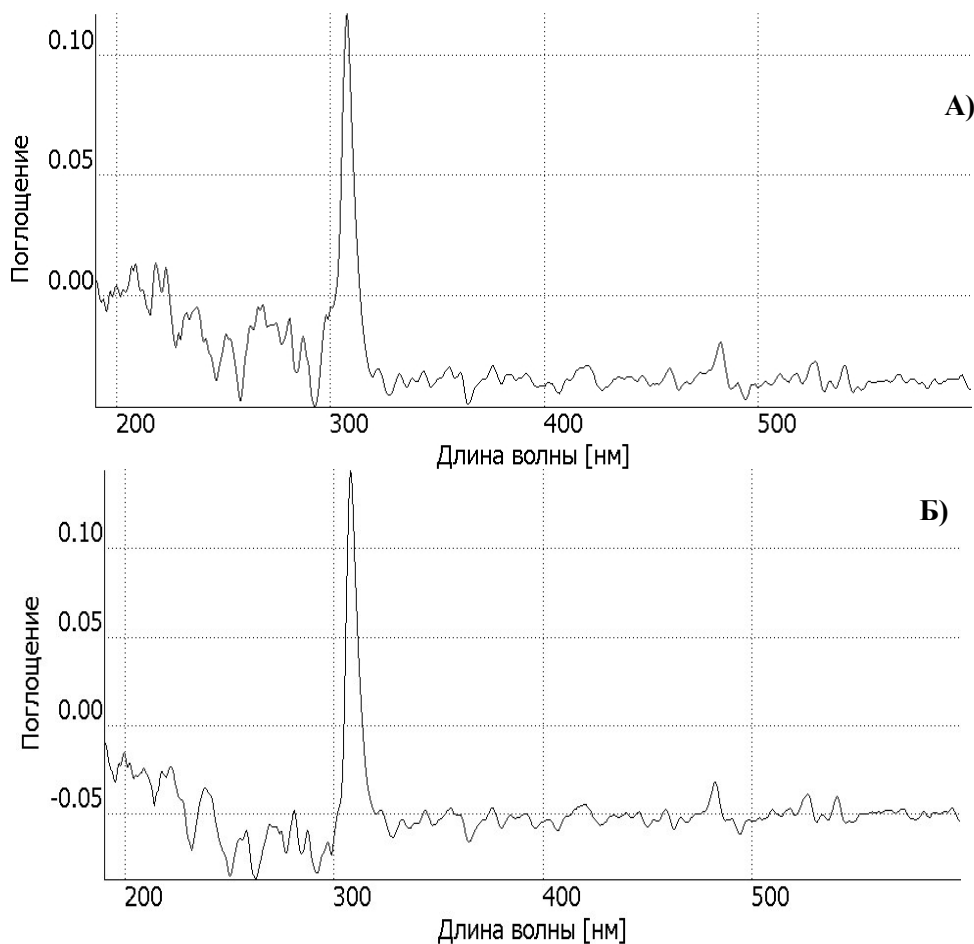


Рис. 5 Спектры поглощения углеродных покрытий. А) – образец с параметрами нанесения расстояние плазматрон-подложка = 15 мм, время нанесения = 20 с, C_6H_{12} – 2%; Б) – образец с параметрами нанесения расстояние плазматрон-подложка = 18 мм, время нанесения = 15 с, C_6H_{12} – 2,5%.

Таким образом, на основании проведенной работы, были установлены основные зависимости формирования углеродных покрытий от технологических параметров нанесения НЧ-плазмотроном атмосферного давления. Было отмечено влияние концентрации плёнкообразующего газа циклогексана на толщину получаемых покрытий.

Был проведён анализ РФЭС и установлен химический состав получаемых покрытий. Наличие кислорода и азота в покрытии говорит о влиянии атмосферы на процесс нанесения углеродных покрытий.

Определена степень фотопоглощения и установлена ширина запрещённой зоны по методу Тауца, которая составила в среднем $4,09 \pm 0,02$ эВ и соответствует диэлектрическому материалу.

Литература

1. Галкина М.Е., Колпаков А.Я., Суджанская И.В., Сафронова О.В. «Модифицирование поверхности кремния легированными углеродными покрытиями нанметровой толщины» // Упрочняющие технологии и покрытия. "Инновационное машиностроение". М. 2006, №10, С. 53 – 56.
2. М.С. Зибров, А.А. Писарев, Г.В. Ходаченко, Д.В. Мозгрин «Создание тонких защитных углеродных покрытий на алюминии» // Успехи прикладной физики, 2013, т. 1, № , с.167 – 172.
3. И.П. Суздаев. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2006, 592 с.
4. Amsarani Ramamoorthy, Joseph Mohan, Greg Byrne, Neal Murphy, Alojzlvankovic and Denis P. Dowling, Achieving Enhanced Fracture Toughness of Adhesively Bonded Cured Composite Joint Systems Using Atmospheric Pressure Plasma Treatments // Atmospheric Pressure Plasma Treatment of Polymers. 2013, p. 383 – 395.
5. Слепцов В.В., Бердник В.И., Иванов А.В, Шведов А.В. «Исследование и разработка импульсного устройства формирования коронного разряда с субмикросекундным временем нарастания» // Приборы и техника эксперимента. 2015. №2, С. 122.
6. В.М. Елинсон, В.А. Петров, В.И. Смирнов, Т.С. Кузнецова, В.П. Холоденков «Использование холодной плазмы атмосферного давления для инактивации вегетативных и спорных форм микроорганизмов» // XVIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2012, С. 351 – 355.

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

Щелевые металлопористые катоды

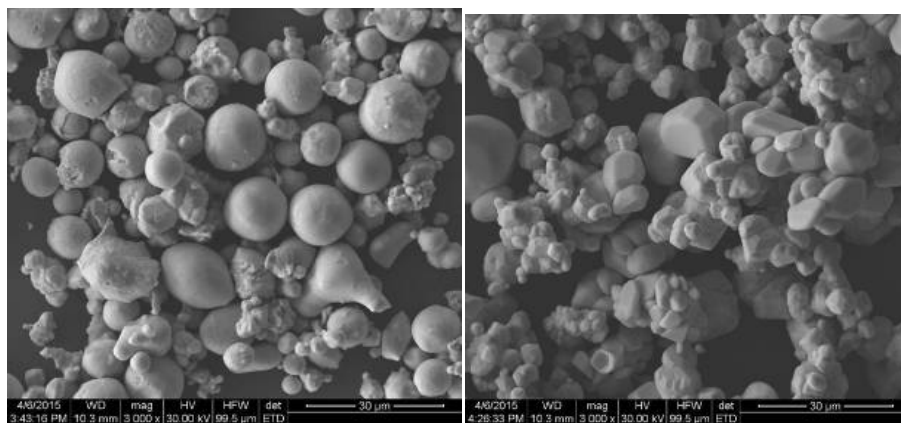
*В.А. Смирнов, *П.И. Акимов, В.Ю. Александров, *В.В. Иванов, Ю.А. Потапов, В.Г. Чудин,
*Е.П. Шешин
Москва, АО «НПП «Торий», ул. Обручева, 52
*Московская область, Долгопрудный, МФТИ, Институтский переулок, 9
e-mail: torlab144@gmail.com

Рассмотрена структура и свойства матриц металлопористых катодов, изготовленных по плазменной технологии. Показано, что щелевая структура матрицы более предпочтительна для экономичного расходования эмиссионного вещества, получения большей однородности эмиссии и долговечности катодов.

Metal porous cathodes with gap pore structure. V.A.Smirnov, P.I.Akimov, V.Y.Aleksandrov, V.V.Ivanov, Y.A.Potapov, V.G.Chudin, E.P.Sheshin. The research of structure and properties of metal porous cathode matrices has been conducted. It is shown that the gap pore structure is preferable for more economic expenditure of emission substance, obtainment of emission homogeneity and cathode durability.

Целью работы является рассмотрение влияния особенностей структуры металлопористых катодов ($W + 3BaO \cdot 0,5CaO \cdot Al_2O_3$) изготовленных по плазменной технологии [1-3] на физико-химические свойства: однородность эмиссии, скорость испарения, долговечность катодов.

При формировании матрицы металлопористых катодов плазменным методом, частицы вольфрамового порошка ускоряются в плазменной струе до 1-2 км/с, оплавляются (см. рис. 1) и при ударе о подложку плотно заполняют пространство, прочно привариваясь к керну и между собой. Кроме того, частицы деформируются и поры в такой матрице (см. рис. 2) имеют вид щелей, у которых длина много больше их ширины, а ширина много меньше размера частиц.



а

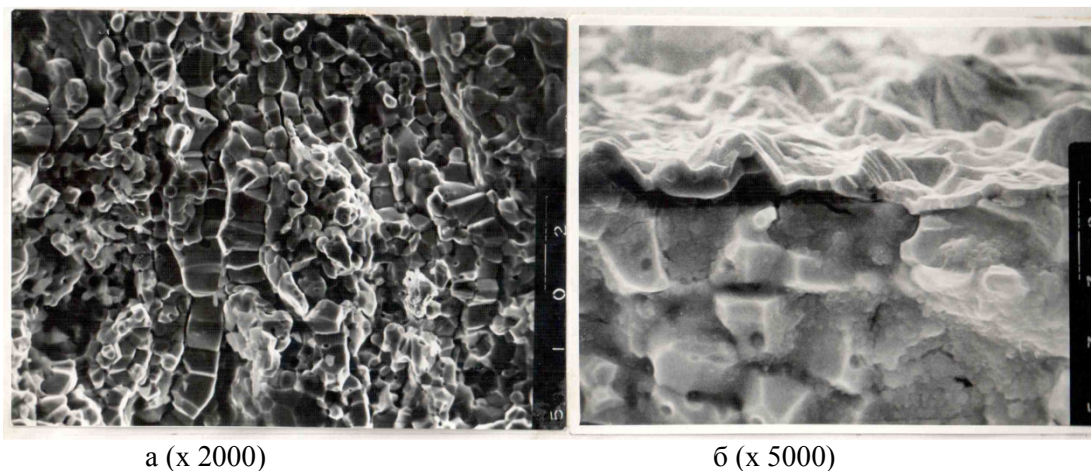
б

Рис. 1. Изображение вольфрамовых частиц порошка.

а – исходный порошок, б – после прохождения через плазменную струю.

Проведенные исследования гранулометрического состава порошков с помощью растрового электронного микроскопа FEI Quanta 200 МК2 и приставки для микроанализа EDAX ECON 6, а также методом лазерной дифракции на приборе Malvern Mastersize 3000 показали, что их состав до и после прохождения через плазменную струю мало изменился [4].

Для частиц 3÷7 мкм получена плотность матрицы 80÷81%, а по традиционной технологии Леви из исходного порошка – только 73÷75%. При попытке получить большую плотность обычных матриц за счет режимов прессования и спекания образуются замкнутые поры, которые не пропитываются алюминатом.



а (x 2000)

б (x 5000)

Рис. 2. Фотографии излома матрицы.

а – в объеме; б – на границе с поверхностью, покрытой осмием.

С помощью растрового электронного микроскопа исследовалась также морфология поверхности различных вольфрамовых матриц. Анализ данных показывает, что периметр пор и щелей для матриц, изготовленных по плазменной технологии примерно в 6 раз больше, чем по традиционной. Это имеет большое значение для обеспечения однородности эмиссии катода, так как повышенная плотность трещин способствует перекрытию миграционных потоков Ва по поверхности катода. Так, по данным [5], длина миграции Ва по вольфраму при рабочей температуре катода составляет 30-40 мкм.

Для количественной оценки влияния этих особенностей на работу катода проведены исследования скорости испарения и однородности эмиссии катодов, в зависимости от газопроницаемости матриц с различной структурой, которая представлена в виде измеренного нами [11] коэффициента газопроницаемости.

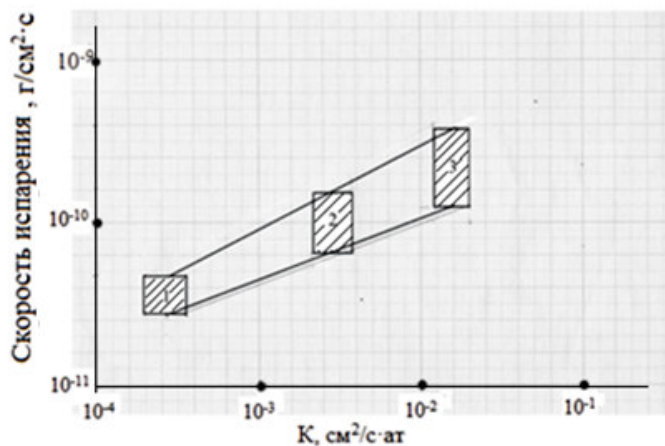


Рис. 3. Зависимость скорости испарения эмиссионного вещества (при температуре $1385 \pm 10\text{K}$) от газопроницаемости вольфрамовых матриц: 1 – плазменнонапыленные; 2 – комбинированные; 3 – традиционные, с учётом [6].

Из рис. 3 видно, что меньшая газопроницаемость матриц снижает скорость испарения эмиссионного вещества почти на порядок, при одновременном увеличении доли

миграционного потока атомов бария на эмитирующую поверхность, что обеспечивает большую однородность эмиссии и долговечность катодов.

Однородность эмиссии по катодной поверхности является важным фактором, например, для увеличения КПД мощных гиротронов. На рис. 4. представлено азимутальное распределение плотности тока на катодах гиротронов с эмитирующей поверхностью в виде осесимметричной полоски шириной 5 мм при диаметре около 80 мм, нанесенной на усеченный конус с диаметром в основании 90 мм. Здесь следует отметить, что осмирование катодов для гиротронов не проводилось, так как их поверхность подвергается электронной бомбардировке.

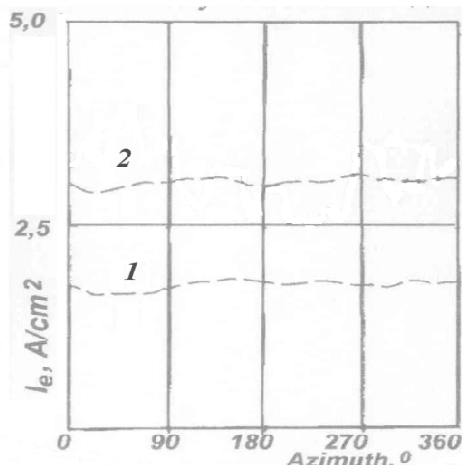


Рис. 4. Азимутальное распределение плотности тока для катода гиротрона.

Рабочие температуры для кривых 1 и 2 составляют 1230 К и 1300 К, а работа выхода 2,15 эВ и 2,2 эВ соответственно. Как видно неоднородность эмиссии катодов – не более $\pm 5\%$ от величины среднего тока. Такие катоды применены в различных типах гиротронов высокой мощности (до 1 МВт) с рабочим диапазоном частот 110-170 ГГц и КПД – до 35÷40% [7,8].

Кроме того, при сравнительных испытаниях таких катодов в 3-х типах многолучевых серийно-выпускаемых клистронов, во всех случаях обнаружено существенное изменение некокальных характеристик, при постоянных (рабочих) анодных напряжениях. На рис. 5 рост тока А (первианса) в области

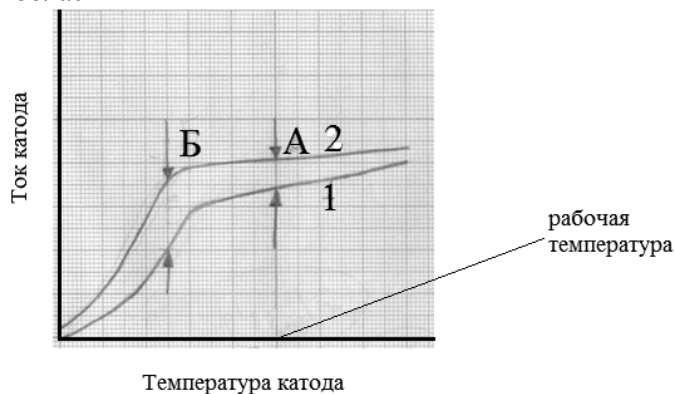


Рис. 5. Схема некокальных характеристик катодов в приборе:
1 – традиционные, 2 – плазменнонапыленные.

пространственного заряда можно объяснить за счет увеличения эффективной площади катода, через повышение однородности эмиссии, уменьшение эмиссионной пятнистости.

Рост эмиссии Б в некокале связан с уменьшением работы выхода, по видимому, за счет обеспечения большей концентрации от атомов бария – эмиссионных центров в монослое на поверхности катода.

К настоящему времени получена также апробация эмиссионной долговечности катодов, изготовленных по плазменной технологии в серийно выпускаемом мощном 5÷6 МВт многолучевом клистроне КИУ-40 [9]. При плотности тока 4÷5 А/см², длительности импульса 140÷250 мкс и частоте следования импульса 50 Гц приборы с №128012 и 128061, 128032 проработали в динамическом режиме соответственно по 22,5, 17,3 и 16,7 тыс. часов. Эксплуатация приборов продолжается. Ранее нами также сообщалось [10] о стабильной работе таких катодов в многолучевых клистронах с отбором тока 14-20 А/см² в непрерывном и квазинепрерывном режимах в течении не менее 3 тыс. часов, при температуре 1060-1080°С ярк. Кроме того, благодаря низкой скорости испарения показана возможность работы катодов в форсированных режимах по температуре 1340-1310°С ярк., с отбором тока до 300 А/см², в течении не менее 300 часов в импульсном микросекундном режиме.

Литература

1. Смирнов В.А., Катоды со специальными характеристиками для сверхмощных электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», Материалы VIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. Судак, 2001. С. 208-211.
2. Смирнов В.А., Высокоэффективные металлопористые (импрегнированные) катоды для электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», материалы X юбилейной научно-технической конференции, Судак, 2003, с.436-442.
3. Smirnov V.A., Akimov P.I., Melnichuk G.V., Chudin V.G., Nikitin A.P., Freydovich I.A., Potapov Y.A., Sudakov Y.S., Bogoslovskaya A.B., Plasma spraying metal-porous cathodes for high-power microwave devices , – IVEC 2013 Conference proceedings (21st-23rd May 2013).
4. Smirnov V.A., Akimov P.I., Alexandrov V.Y., Ivanov V.V., Melnichuk G.V., Potapov Y.A., Chudin V.G., Sheshin E.P., Metal porous cathodes with a gap pore structure, IVESC 2016, Seoul, Korea..p.121-124.
5. Дружинин А.В., Миграция Ва по поверхности W, Мо, Re, покрытых адсорбированной газовой пленкой, «Радиотехника и электроника», 1965, т.10, №3, с.498-504.
6. Par A.M.: Shroff et Pallvel: Les Cathodes impregnees: Revue Technique Thomson-GSF,1982, Vol.4, №3, p. 583.
7. Andronov A.V., Ilin V.N., Khmara V.A., Luchin A.A., Lucsha O.I., Makarova S.P., Maslennikov O.Y, Roborerov S.V., Smirnov V.A., Sominsky G.G: Metalporous cathodes – effective sources of electron emission for hight power gyrotrons: Proc. IVESC'96, Eindhoven, July 1-4,1996.
8. Myasnikov V.E., Agarova M.V. and others: Development of 1MW long pulse/CW gyrotrons in 110-170 Ghz frequency range, Proc. Int. University Conf. «Electronics and Radiophysics of Ultra-High Frequencies», May 24-28, p.138, St. Petersburg, Russia.
9. Дроздов С.С., Масленников О.Ю., Смирнов В.А., Судаков Ю.С., Многолучевой источник электронов для мощных электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», материалы XI, научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, Судак, 2001, с. 208-211.
10. Смирнов В.А., Потапов Ю.А, Ю.С. Судаков, Чудин В.Г., Плазменнонапыленные металлопористые катоды с многослойной структурой эмиттера для электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», XXI научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов, Москва, 2014, с.288-291.
11. Смирнов В.А., Акимов П.И., Александров В.Ю., Иванов В.В., Кудряшов А.В., Потапов Ю.А., Чудин В.Г., Шешин Е.П., Исследование металлопористых катодов со щелевой структурой пор, сборник статей Пятой Всероссийской конференции «Электроники и микроэлектроники СВЧ», том 2, стр. 115, Санкт-Петербург, 2016.

Углеродные наностенки в автоэмиссионных катодах

А.Ф. Белянин, *В.В. Борисов, С.А. Налимов, **,*** А.С. Багдасарян

Центральный научно-исследовательский технологический институт “Техномаш”,
РФ, 121108, Москва, ул. Ивана Франко 4, e-mail: belyanin@snitit.ru

* Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского
гос. университета им. М.В. Ломоносова, РФ, 119991, Москва, Ленинские горы 1, стр. 2

** Научно-производственное предприятие “Технологии радиочастотной идентификации и
связи”, РФ, 127051, Москва, Сухаревская пл. 4, стр. 1,

*** Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, РФ, 125009,
Москва, Моховая ул. 11-7

Углеродные наностенки формировали из газовой смеси водорода и метана, активированной тлеющим разрядом постоянного тока. Методами электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и спектроскопии комбинационного рассеяния света исследованы состав и строение синтезированных углеродных материалов. Изучена взаимосвязь состава и строения углеродных материалов с функциональными характеристиками автоэмиссионных катодов, изготовленных на их основе.

Carbon nanowalls in field emission cathodes. A.F. Belyanin, V.V. Borisov, S.A. Nalimov, A.S. Bagdasarian. Carbon nanowalls were formed from a gas phase hydrogen and methane activated by a DC glow discharge. The composition and structure of synthetic carbon materials was studied by electron microscopy, X-ray diffraction and Raman spectroscopy. The interrelation of composition and structure of synthesized carbon materials with electrical and functional characteristics of field emission cathodes made on their basis was studied.

Введение

Углеродные материалы благодаря свойству автоэмиссии перспективны для использования в качестве эмитирующего слоя автоэмиссионных (ненакаливаемых) катодов. Наличие автоэмиссии означает снижение до 1–10 В/мкм напряженности электрического поля, требуемого для возникновения полевой эмиссии электронов. Автоэмиссионные катоды применяют при создании рентгеновских трубок, СВЧ-приборов, электронных пушек для возбуждения лазеров, катодолюминесцентных осветительных приборов, плоских дисплеев и других устройств [1, 2]. Для применения в устройствах эмиссионной электроники интерес представляют слои пластинчатых форм углеродного материала, с преимущественным ориентированием пластин перпендикулярно подложке, которые в литературе называют углеродными наностенками (УНС) [1, 2].

УНС, как правило, многофазны и содержат кристаллические и рентгеноаморфную фазы углерода [3]. Строение и концентрация фаз зависят от условий формирования углеродных материалов и влияют на их эмиссионные свойства. Проблемы применения УНС в автоэмиссионных катодах связаны с нестабильностью эмиссионных параметров из-за изменения строения и состава в процессе эксплуатации.

В настоящей работе исследованы влияние условий получения на состав и строение УНС, а также на эмиссионные характеристики ненакаливаемых катодов на их основе.

Методика эксперимента

Получение пленок углеродных материалов. УНС получали из газовой смеси H_2 и CH_4 , активированной тлеющим разрядом постоянного тока [3]. УНС формировали на подложках из Si или слоистых подложках: Si с 6–10 слоями упорядоченной упаковки наночастиц рентгеноаморфного кремнезема (SiO_2), называемой опаловой матрицей (ОМ) со слоем Ti или Ni (структуры Si/ОМ/Ti(Ni)). Перед наращиванием УНС на подложках из Si создавались затравочные углеродные центры нуклеации (C_3), для чего при температуре 1020 К, поверхность подложки обрабатывали ионами H^+ и $C_xH_y^+$ (ВЧ-разряд, 13,56 МГц, 40 Вт, 20 мин), образовавшимися в СВЧ-плазме $H_2+(8-10)$ объемных % CH_4 при давлении $6,6 \cdot 10^3$ Па.

Подложки из Si с нанесенными затравочными частицами обрабатывались в плазме H₂, после чего наносили слой УНС (структура Si/C₃/УНС). Ряд образцов были приготовлены последовательным наращиванием двух слоев УНС. В указанном случае кристаллиты первого слоя УНС выступали в роли центров нуклеации для второго слоя. Перед наращиванием второго слоя УНС на поверхности первого слоя в ряде случаев формировали островковую (толщиной ~10 нм) или сплошную (> 40 нм) пленку Ni (структура Si/C₃/УНС/Ni) методом магнетронного распыления Ni в Ar (давление 9,3 Па, постоянный ток 40 мА, напряжение 4–5 кВ, скорость роста 0,37 нм/с), или солей металлов (П_{СМ}) группы железа (Fe(NO₃)₃, Ni(NO₃)₂, Co(NO₃)₂). П_{СМ} в виде смеси нитратов Fe, Co, Ni наносили на УНС методом жидкостной обработки, при котором использовали 0,25% раствор азотнокислых Fe, Co, Ni в водно-спиртовой смеси (50%). Пленку солей наносили на УНС либо погружением подложки в жидкость с последующей сушкой (структура Si/C₃/УНС/П_{СМ-1}), либо методом аэрозольного осаждения при температуре ~20°C в несколько (5–10) этапов по 1 минуте при атмосферном давлении с сушкой после каждого этапа (структура Si/C₃/УНС/П_{СМ-2}). Для генерации аэрозоля использовался галогенератор Альбедро ИН-8 со средним значением масс-медианного аэродинамического диаметра частиц аэрозоля 3,94 мкм. В итоге были сформированы структуры Si/C₃/УНС/УНС, Si/C₃/УНС/Ni/УНС и Si/C₃/УНС/П_{СМ-1}(П_{СМ-2})/УНС.

Методы исследования УНС и характеристик автоэмиссионных катодов на их основе. Строение и состав слоистых структур исследовали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Carl Zeiss Supra 40-30-87; рентгеновского дифрактометра Rigaku D/MAX-2500/PC (CuK_α-излучение, графитовый монохроматор, шаг 0,01°, непрерывный режим сканирования 1 град/мин) и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния (КР) света LabRAM HR 800 (HORIBA Jobin-Yvon) (линия 632,8 нм He-Ne лазера; мощность лазера < 300 мВт; площадь пятна луча ~4 мкм², глубина анализируемого слоя ~3 мкм).

Эмиссионные изображения на экране, вольтамперные характеристики (ВАХ) и кривые старения, задающие зависимость напряжения от времени при длительных эмиссионных испытаниях на постоянном токе, получали с использованием источников стабилизированного импульсного тока (частота $f = 50$ Гц, длительность $\tau = 50$ –100 мкс) Pw2500_v2_3kV_1a производства НИИЯФ МГУ и постоянного тока Spellmann S130. Эмиссионные характеристики катодов измеряли в диодной ячейке при давлении 10⁻³–10⁻⁵ Па. В качестве анода применялись: экран (люминофор на проводящей пленке из оксидов In и Sn) или металлическая полированная пластина, перекрывающие всю поверхность катода; цилиндр из нержавеющей стали диаметром 1 мм и высотой 2 мм; медная полированная охлаждаемая водой торцевая пластина с шириной и высотой 2×2 мм. Зазор (Δ) между автоэмиссионным катодом и анодом составлял 80–500 мкм. ВАХ строились в координатах (E, J), где E – напряженность электрического поля (В/мкм) в зазоре между анодом и катодом ($E = U/\Delta$), U – разность потенциалов между электродами, J – плотность тока ($J = I_c/S$, где I_c – ток катода, S – полная площадь катода или площадь катода под торцевой поверхностью медной пластины или штыревого катода). Диаграммы Фаулера-Нордгейма (ФН) строились в координатах ($E^{-1}, \ln(J/E^2)$).

Результаты и их обсуждение

Состав и строение УНС. УНС представляют собой пористый материал, состоящий из изогнутых пластинчатых (чешуйчатых) частиц, независимо от наличия или отсутствия затравок (рис. 1,а). Рентгеновская дифрактометрия показала, что УНС содержат в основном графит (пространственная группа $P6_3/mmc$), карбин (гексагональная сингония), алмаз ($Fd\bar{3}m$), чаоит ($P6/mmm$) и несколько гексагональных модификаций графита ($R3$ и $P3$) [3]. Толщина пластин УНС соответствует размеру кристаллитов или областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (8,5–9,5 нм), рассчитанному по уширению на рентгенограммах дифракционных максимумов 0002 графита. Затравочные островковые зародыши – частицы в виде конусов имели высоту ~20 нм и плотность размещения на подложке ~2·10¹⁰ см⁻². Максимальная высота относительно подложки у первого слоя УНС составляла ~3,6 мкм, у второго слоя – ~8,5 мкм. Сплошная пленка Ni утолщает ребра пластин УНС (рис. 1,б). Вторичные слои УНС с использованием промежуточного слоя П_{СМ} состоят из более толстых пластин (рис. 1,в,г). Пленки УНС повторно выращенные на образцах с Ni и П_{СМ}

характеризуются более однородным строением по сравнению с образцами выращенных повторно без промежуточного слоя. Для образцов Si/C₃/УНС/Ni/УНС характерно большое число углеродных нанотрубок диаметром 10–40 нм во втором слое УНС.

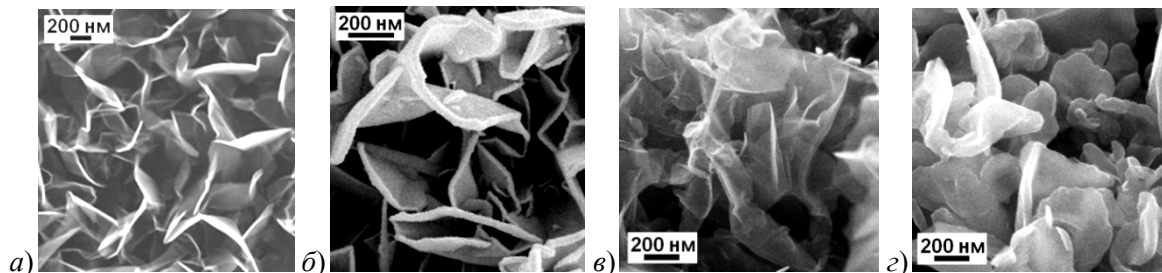


Рис. 1. РЭМ-изображение поверхностей слоистых структур: а) Si/C₃/УНС; б) Si/C₃/УНС/Ni (толщина пленки Ni 80 нм); в) Si/C₃/УНС/УНС; з) Si/C₃/УНС/П_{см-2}/УНС.

В спектрах КР УНС наблюдались интенсивные полосы *D*, *G* и *2D*, расположенные при сдвиге КР $\Delta\nu$ равном 1330–1343 см⁻¹ (полуширина полосы (ширина на половине высоты) $\Delta\nu_{1/2} = 36\text{--}55$ см⁻¹), 1577–1591 см⁻¹ ($\Delta\nu_{1/2} = 19\text{--}45$ см⁻¹) и 2660–2673 см⁻¹ ($\Delta\nu_{1/2} = 60\text{--}70$ см⁻¹) соответственно. В настоящей работе полосы в спектрах КР УНС обозначаются символами *D*, *G*, *x*, *D'*, *x+D*, *2D*, *D+G* и *2D'*, принятыми в литературе [4, 5]. Одновременно фиксируются слабые полосы при $\Delta\nu$ 233–243, 863–879; 1081–1167 см⁻¹ (полоса *x*); 1612–1627 (полоса *D'*); 2449–2482 (полоса *x+D*); 2909–2934 (полоса *D+G*) и 3221–3248 см⁻¹ (полоса *2D'*). На рис. 2, а, б, (кривые 1) показан спектр КР одного из образцов УНС.

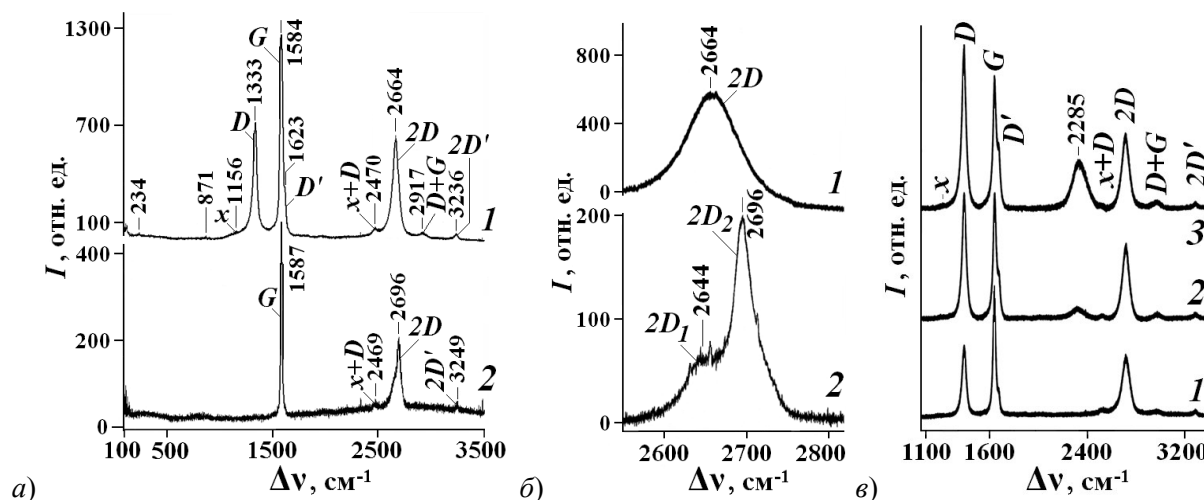


Рис. 2. Спектры КР: а, б) 1 – УНС (структура Si/C₃/УНС); 2 – пиролитического графита; в) УНС (1 – Si/C₃/УНС; 2 – Si/C₃/УНС/УНС; 3 – Si/C₃/УНС/П_{см-2}/УНС).

Спектры КР УНС сравнивались с аналогичными спектрами высокоориентированного пиролитического графита (рис. 2, а, б, кривые 2). Полоса *2D* графита состоит из двух компонент *2D*₁ и *2D*₂ (рис. 2, б), интенсивность которых пропорциональна интенсивности полосы *G*. Отличие полосы *2D* в спектрах КР УНС от полосы *2D* графита вызвано значительным искривлением отдельных областей атомных слоев {0001} графита, что нарушает атомные связи в слоях и между слоями. Полоса *2D* УНС симметрична (рис. 2, б, кривая 1), что характерно для графена. На спектрах КР УНС, подвергнутых термообработки при > 600°C, проявляется широкая полоса при $\Delta\nu$ 2262–2286 см⁻¹ ($\Delta\nu_{1/2} = 120\text{--}160$ см⁻¹). Вторичные УНС характеризовались наличием полосы при $\Delta\nu$ равном 2285 см⁻¹, которая отсутствовала у первичных УНС. У вторичных УНС, выращенных с использованием П_{см-2}, интенсивность полосы при $\Delta\nu$ 2285 см⁻¹ увеличилась почти в 4 раза (рис. 2, в).

В зависимости от степени искажений и деформации пластины УНС, представляющие собой кристаллиты, состоящие из доменов графита, можно рассматривать как набор слоев графена. Если рассматривать кристаллиты УНС как пластины графита, то их толщина, рассчитанная по соотношению I_D/I_G в спектрах КР составила 3,3–9,9 нм, что близко к значениям размера областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения, рассчитанному по рентгенограммам. С учетом межплоскостного расстояния графита в направлении $\langle 0001 \rangle$, равного 0,335 нм, можно утверждать о наличии в пластинах УНС ~9–30 слоев графена.

Характеристики автоэмиссионных катодов

Автоэмиссия УНС удовлетворительно описывается теорией Фаулера и Нордгейма. В частности эмиссионные свойства слоев УНС фактически зависят от взаимного расположения и геометрических параметров отдельных кристаллитов. Для таких слоев автоэмиссия возникает из-за усиления электрического поля на концах вертикально ориентированных к поверхности подложки наностенок. Коэффициент усиления поля для таких структур может быть оценен величиной $(1-5) \cdot 10^2$, а плотность эмиссионных центров – $10^5-10^6 \text{ см}^{-2}$. Были проведены исследования ВАХ и кривых старения УНС в составе слоистых структур Si/C₃/УНС, Si/ППА/УНС, Si/ОМ/Ti(Ni)/УНС, Si/C₃/УНС/УНС, Si/C₃/УНС/Ni/УНС и Si/C₃/УНС/Π_{СМ}/УНС. Эмиссионные характеристики катодов зависели от особенностей фазового состава и строения УНС. Типичная ВАХ автоэмиссионных катодов, содержащих один слой УНС, показана на рис. 3,а. Использование ОМ увеличивало площадь эмитирующих УНС, что приводило к уменьшению порога эмиссии (рис. 3,б). Чтобы не вносить изменения в характеристики автоэмиссионных катодов, измерения эмиссионных характеристик структур Si/УНС и Si/ОМ/Ti/УНС проводили в течение короткого периода по времени (1–2 мин) и вплоть до незначительных плотностей тока $J = 20-40 \text{ мА/см}^2$.

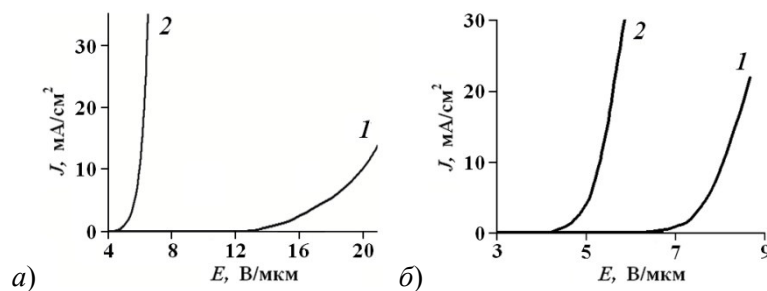


Рис. 3. ВАХ, полученные от слоистых структур: а) Si/C₃ (1), Si/C₃/УНС (2) (условия измерений: $\Delta = 500 \text{ мкм}$, $f = 50 \text{ Гц}$, $\tau = 20-30 \text{ мкс}$); б) Si/УНС (1) и Si/ОМ/Ti/УНС (2) (условия измерений: $\Delta = 160-200 \text{ мкм}$, $f = 50 \text{ Гц}$, $\tau = 20-25 \text{ мкс}$).

Хранение автоэмиссионных катодов на воздухе (при изменениях давления, температуры и влажности) приводит к ухудшению их эмиссионных свойств. До эмиссионных испытаний пластины УНС покрыты адсорбированными молекулами углеводородов, которые препятствуют адсорбции молекул из воздушной смеси. Обычно, для восстановления эмиссионных свойств катодов достаточно их отжечь при температуре $< 720 \text{ К}$. У УНС, прошедших эмиссионные испытания в вакууме, адсорбированные углеводороды исчезают, а при контакте с воздухом адсорбированные молекулы накапливаются уже из воздуха (вода, азот и другие), что приводит к значительному ухудшению эмиссионных характеристик. Методом восстановления эмиссионных свойств УНС является их повторное выращивание.

Использование люминофорного экрана – анода в диодной ячейке при эмиссионных испытаниях позволило оценивать однородность H автоэмиссионного тока по поверхности катода. $H = 100 \cdot V - 33$, где V – коэффициент вариации по выборке со всех пикселей растрового изображения снятого с экрана при фиксированных значениях E и J . V рассчитывается по формуле: $V = \sigma / \bar{X}$, где σ – среднее квадратичное, а \bar{X} – среднее линейное отклонения по выборке. Известно, что однородность выборки считается хорошей, если $V \leq 33\%$ ($H \leq 0\%$). У образцов с вторичным слоем УНС при $E = 4,4 \text{ В/мкм}$ и $J = 32,3 \text{ мА/см}^2$ наилучшая

однородность наблюдалась с использованием P_{CM} ($H = -13\%$) (без P_{CM} $H = -10\%$). В тоже время для образцов с первичной УНС при $E = 9,1$ В/мкм и $J = 32,3$ мА/см² однородность $H > 10\%$.

Установлено, что на ВАХ автоэмиссионных катодов с УНС влияет рельеф и состав положки, и не влияет толщина УНС (рис. 4,а). Поведение кривых старения для образцов с вторичным слоем УНС (рис. 4,б) показало их асимптотическое сближение после 6-и часовых испытаний. Скорости старения на последнем часе испытаний у обоих образцов оказались не выше 10 В/ч. Хотя образец с P_{CM} (кривая 2 на рис. 4,б) оказался менее высоковольтным, чем образец без P_{CM} (кривая 1 на рис. 4,б), скорость старения V_2 за 6 часов у образца с P_{CM} оказалась выше: $V_1 = 5$ В/ч, $V_2 = 25$ В/ч. Более высоковольтный образец без P_{CM} показал лучшую стабильность при длительной работе на постоянном стабилизированном токе 10 мА.

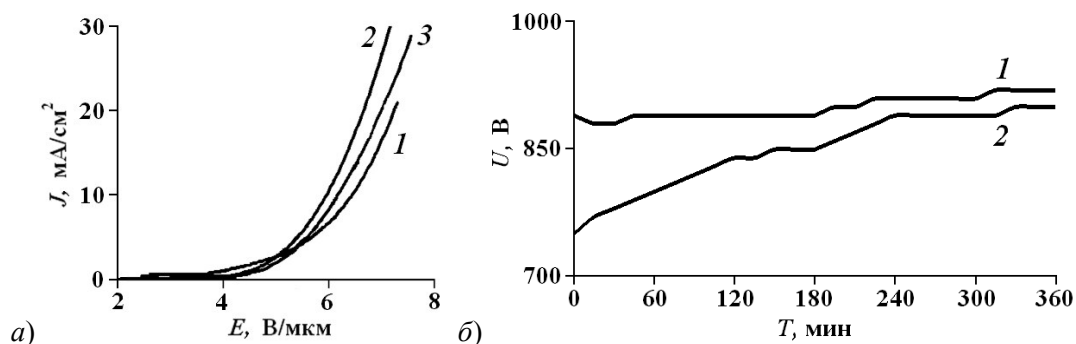


Рис. 4. а) ВАХ, полученные от слоистых структур: Si/OM/Ni/УНС (толщина УНС: 1 – 0,7 мкм; 2 – 1,4 мкм; 3 – 2 мкм) (условия измерений: $\Delta = 200$ мкм, $f = 50$ Гц, $\tau = 20\text{--}25$ мкс). б) Кривые старения слоистых структур Si/C₃/УНС/УНС (1) и Si/C₃/УНС/ P_{CM-2} /УНС (2) (условия измерений: анод – медная пластина, $\Delta = 130$ мкм, постоянный стабилизированный ток 10 мА).

Поле вокруг острого проводника усиливается и может быть представлено, как $\beta \cdot E_0$, где β – коэффициент усиления поля вблизи одиночного автоэмитера, приблизительно равный аспектному числу (высота/поперечный размер) проводника, E_0 – напряженность идеального электрического поля равная U/Δ . В предположении того, что все центры эмиссии имеют одинаковый размер, зависимости на диаграммах ФН представляют собой прямые $y=Bx+C$, где $x=1/E$, $y=\ln(J/E^2)$, C – отрезок, отсекаемый прямой по оси ординат, B – тангенс угла наклона прямой, пропорциональный β . Примеры ВАХ и диаграмм ФН приведены на рис. 5 и 6. Для рассматриваемых УНС кривые на диаграммах ФН представляют собой кусочно-линейные функции, на линейных отрезках которых закон ФН выполняется с большой точностью. Последнее объясняется большим разбросом высот наноэммитеров (пластины УНС) в диапазоне (500 нм – 8 мкм) при малом разбросе толщин (6,8–9,5 нм). Можно считать, что на небольших интервалах E , ток генерируют только эмиссионные центры с одинаковыми высотами, а вклад остальных в результирующий ток незначителен.

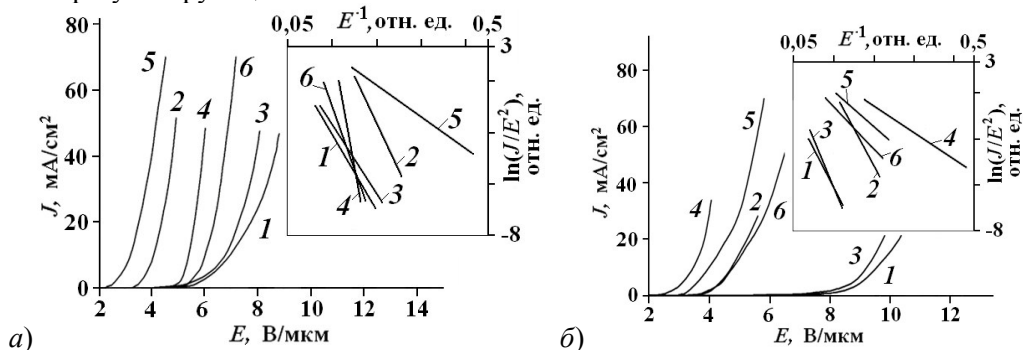


Рис. 5. ВАХ и диаграммы ФН (на врезке), полученные от слоистых структур: а) Si/C₃/УНС (1, 2) и от тех же образцов после наращивания второго слоя УНС (структуры Si/C₃/УНС/УНС (3,5) и Si/C₃/УНС/ P_{CM-1} /УНС (4,6)). Кривые 1–4 получены при измерении в импульсном режиме, а 5, 6 – постоянном; б) тоже, что и в а), но с промежуточным слоем P_{CM-2} .

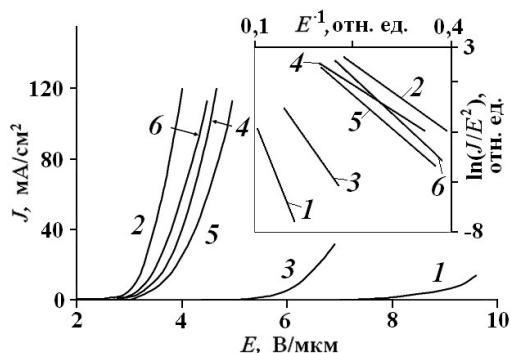


Рис. 6. ВАХ и диаграммы ФН (на врезке), полученные от слоистых структур: а) Si/C₃/УНС (1, 2) и от тех же образцов после наращивания второго слоя УНС (структуры Si/C₃/УНС/УНС (3,5) и Si/C₃/УНС/Ni/УНС (4,6)). Кривые 1–4 получены при измерении в импульсном режиме, а 5, 6 – постоянном (толщина пленки Ni ~10 нм).

Поскольку в работе не обсуждается сложная динамика, собственно, автоэмиссионного процесса, а исследуется только влияние нанесения дополнительных слоев на автоэмиссионные свойства слоя УНС пластинчатого строения, при анализе величин β и S_0 принята упрощенная схема формирования данных. Относительное сравнение величин проводилось по зависимостям на диаграммах ФН, которые аппроксимировались прямыми. Подобная схема позволила выявить тенденции в изменении величин β и $S_0 = C \cdot \ln(D_E) - S_0 = 1,28$ на качественном уровне (D_E – плотность эмиссионных центров, пропорциональная $\exp(C)$). ВАХ, представленные на рис. 5 и 6, указывают на улучшение (восстановление) эмиссионных свойств при повторном выращивании УНС с использованием пленки Ni или П_{СМ} и, в меньшей степени, без промежуточных слоев.

Заключение

УНС представляют собой пористый материал, состоящий из изогнутых пластинчатых форм кристаллитов углеродного материала толщиной ~3–10 нм, которые можно рассматривать как набор слоев графена. УНС получали из газовой смеси H₂ и CH₄, активированной тлеющим разрядом постоянного тока. Ряд образцов были приготовлены последовательным наращиванием двух слоев УНС. Второй слой УНС наращивали как на первом слое, так и на поверхности пленок Ni или солей металлов группы железа (Fe(NO₃)₃, Ni(NO₃)₂, Co(NO₃)₂), сформированных на первом слое УНС. ВАХ и кривые старения указывают на улучшение эмиссионных свойств при повторном выращивании УНС. Обработка УНС перед выращиванием второго слоя улучшает функциональные свойства автоэмиссионных катодов.

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. 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.
3. 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.
4. Ferrari A.C., Meyer J.C., Scardaci V., Casiraghi C., Lazzeri M., Mauri F., Piscanec S., Jiang D., Novoselov K.S., Roth S., and Geim A.K. Raman spectrum of graphene and graphene layers // *Physical review letters*. 2006. V. 97. 187401.
5. Thornton J.Di-M. Carbon Nanowalls: Processing, Structure and Electrochemical Properties. A dissertation submitted to the Graduate Faculty of North Carolina State University. 2011. P. 55.

Размерные и морфологические характеристики осадков тройных карбонатов бария-стронция-кальция, как исходных катодных материалов, в процессах их синтеза в водных растворах

И.П. Ли, М.Б. Карсакова, *И.В. Иванченко, *М.В. Провоторов
АО «Плутон», 105120 Москва, ул. Нижняя Сыромятническая, 11
e-mail: i.li@pluton.msk.ru, mawkavamp@mail.ru

* ФГБОУВО РХТУ им. Д.И. Менделеева, 125047, г. Москва, Миусская пл., 9
e-mail: ivanchenko.i.v@bk.ru, provotorov mv@mail.ru

На основе данных сканирующей электронной микроскопии исследована взаимосвязь микроморфологических особенностей кристаллических осадков тройных карбонатов бария-стронция-кальция с температурой их осаждения в растворах смеси нитратов бария, стронция и кальция раствором карбоната аммония. Наилучший вариант такого синтеза как составной части технологии оксидных катодов электровакуумных приборов может быть достигнут при уменьшении концентрации растворов, участвующих в осаждении, и увеличении их температуры.

Dimensional and morphological characteristics of sediments of triple carbonates of barium-strontium-calcium as initial cathode materials in the processes of their synthesis in aqueous solutions. I.P.Li, M.B.Karsakova, I.V.Ivanchenko, M.V.Provotorov. The interrelation of the micromorphological features of the crystalline sediments of tripartite barium-strontium-calcium carbonates with the temperature of their precipitation in solutions of a mixture of barium nitrates, strontium and calcium with a solution of ammonium carbonate was studied based on the data of scanning electron microscopy. The best variant of such synthesis as an integral part of the technology of oxide cathodes of electro-vacuum devices can be achieved by decreasing the concentration of solutions participating in precipitation and increasing their temperature.

Замысел настоящей работы заключался в том, чтобы дать возможность технологам, осваивающим и поддерживающим производство оксидных катодов, более осмысленно подойти к своей деятельности в результате прояснения ряда аспектов этой технологии, недостаточно полно освещенных в литературе. В первую очередь это касается микроморфологии синтезируемых карбонатных составов на основе карбоната бария. В настоящей публикации эти аспекты рассмотрены на примере синтеза тройных карбонатов бария-стронция-кальция.

Карбонатные составы, как исходные материалы для производства оксидных катодов, в том числе тройные карбонаты бария-стронция-кальция, получают методом совместного осаждения соответствующих нитратов из водных растворов при температурах от 20 до 100 °С путем микродозирования в этот раствор раствора осадителя, содержащего карбонат-ионы, например, раствора карбоната аммония. [1] При этом с целью повышения производительности процесса обычно берут высококонцентрированные растворы близкие к концентрации насыщения C_{∞} . В результате в зависимости от исходного мольного соотношения нитратов можно получить карбонатный продукт различного валового состава. При этом в зависимости от этого соотношения, а также от уровня концентрации этих растворов получают либо монофазные (твердые растворы карбонатов), либо гетерофазные (смесь карбонатов) продукты. Все это существенно влияет на эмиссионные свойства катодов. Широко известна диаграмма, приведенная в монографии Б.П. Никонова [2] изображенная на рис. 1, приблизительно отображающая эту зависимость.

Однако, эмиссионные характеристики зависят не только от мольного соотношения, но также уровня концентрации нитратов в водном растворе и температуры осаждения. При этом существенную роль также играет уровень микронеоднородности по видам катионов (бария, стронция и кальция), который в первую очередь определяется гетерофазностью получаемых составов. В результате на практике стараются получить однофазные продукты, т.е. оперировать в области А. Она приведена на том же рис. 1. Изображенные на этом рисунке области

кристаллизации при 95°C построены по данным А.Ф. Большакова [1] с сотрудниками. Область наилучших эмиссионных характеристик как раз попадает в область А. По этой причине составы в области А наиболее часто используется в промышленных технологиях.

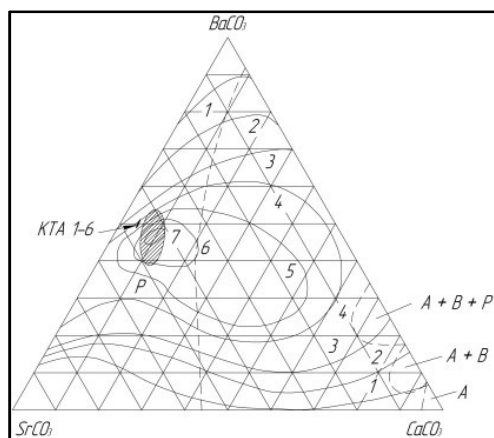


Рис.1. Диаграмма составов на основе карбонатов бария, стронция и кальция: тонкие контурные линии показывают ток в условиях импульсной эмиссии оксидных катодов в А/см² при 1000 К; штриховые линии – границы, отделяющие области карбонатных фаз со структурой арагонита Р, кальцита А и ватерита В при температуре их синтеза 95°C; заштрихованное поле – область объектов настоящего исследования.

Объектом настоящего исследования была область составов тройных карбонатов бария-стронция-кальция, выделенная на рис. 1 заштрихованным полем. Здесь основное внимание, как к предмету исследования, было уделено связи режимов осаждения с морфологическими характеристиками получаемых осадков тройных карбонатов. При этом в этих исследованиях опирались на широко известную зависимость размеров кристаллитов от температуры и уровня концентрации исходных компонентов [3,4]:

$$\ln \frac{C_i}{C_{i,\infty}} = \frac{2\sigma V_m}{RT\tau} \quad (1),$$

$$T_\infty - T = \frac{2\sigma T_\infty V_m}{H_{ф.п.}r} \quad (2),$$

где, в данном случае, C_i , ($i=1, 2, 3$ и 4) – концентрации используемых для осаждения растворов (C_1 для $Ba(NO_3)_2$, C_2 для $Sr(NO_3)_2$, C_3 для $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ и C_4 для $(NH_4)_2CO_3$); $C_{i,\infty}$ – растворимость тройного карбоната при данной фиксированной температуре T раствора нитратов в процессе осаждения карбонатом аммония; T_∞ – равновесная температура при данных фиксированных концентрациях $C_{i,\infty}$, когда кристаллиты карбоната бария-стронция-кальция принимают бесконечно большие размеры (температура ликвидуса); σ – удельная свободная поверхностная энергия кристаллита в растворе по кристаллографическому направлению, по которому берется характерный размер кристаллита r ; V_m – мольный объем кристаллита; R – универсальная газовая постоянная; $H_{ф.п.}$ – энтальпия фазового перехода (кристаллизации). Выражения (1) и (2) показывают, что с увеличением температуры T осаждения и уменьшением концентрации исходных компонентов C_i (т.е. при разбавлении растворов), участвующих в этом осаждении, размер кристаллитов должен увеличиваться.

В качестве исходных компонентов были взяты нитраты бария, стронция и кальция, а также карбонат аммония в качестве осадителя. Для полноты осаждения этот осадитель брали с избытком в 3,5 раза по отношению к стехиометрическому варианту. Различные уровни концентрации задавали путем разбавления растворов с высокой базовой концентрацией компонентов (нитратов и карбоната), близкой к насыщению при данной температуре.

Использованные для синтеза исходные вещества имели микропримесный состав, соответствующий для нитратов квалификации х.ч., а для карбоната аммония и его стабилизатора (водного раствора NH_4OH) – квалификации ч.д.а. Для приготовления растворов перечисленных компонентов использовали бидистиллированную воду по микропримесному составу соответствующую ТУ 6-09-2502-77. Исходный насыщенный раствор нитратов готовили

при температурах T от 86 до 95 °С с двухчасовой выдержкой при интенсивном перемешивании после постепенного прибавления бидистиллированной воды до полного растворения смеси солей с заданным мольным соотношением. Приготовленный таким образом раствор при той же температуре фильтровали на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «Синяя лента». Исходный насыщенный раствор карбоната аммония готовили по аналогичной методике, но при температуре 40 °С. Используемые кратности разбавления этих растворов для данного конкретного процесса осаждения были одинаковы как для раствора нитратов, так и для раствора карбоната аммония.

Синтез осаждением карбонатов осуществляли путем прибавления по каплям раствора карбоната аммония при температуре 40 °С к раствору нитратов бария, стронция и кальция при температуре T (от 86 до 95 °С). Полученный осадок фильтровали на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «Синяя лента». Промывали его горячей бидистиллированной водой при температуре 70 °С с нормой промывки 5 л воды на 100 г осадка. Промытый осадок сушили при температуре 250 °С в течении 24 часов.

Элементный анализ образцов определяли методом масс-спектрометрического анализа с индуктивно-связанной плазмой на приборе iCAP 6300 Duo с минимальным пределом обнаружения в области десятых долей ppm. При этом вскрытие пробы карбонатов осуществляли, используя навеску 0,3-0,5 г, в которую добавляли 10 мл бидистиллированной воды, после этого по каплям добавляли концентрированную азотную кислоту до полного растворения навески, затем окончательно разбавляли пробу бидистиллированной водой до концентрации порядка 50 мг/л. Относительная ошибка определения концентрации основных компонентов, ионов бария, стронция и кальция, в пробе составляла 2%.

Фазовый состав образцов определяли методом порошковой рентгенографии (РФА) на приборе D2 PHASER фирмы Bruker. Использовали излучение CuK_α , Ni-фильтр с графитовым монохроматором ($\lambda=1.54178 \text{ \AA}$), диапазон изменения угла 2Θ – от 15 до 80° с шагом 0.02°. использовали щель 0,6 мм и выдержку в точке 3 с.

Микроморфологию тройных карбонатов бария-стронция-кальция изучали методом сканирующей электронной микроскопии. Для этого использовали сканирующий электронный микроскоп TESCAN VEGA с пределом разрешения до 3 нм. Образцы готовили по общепринятой методике с платиновым напылением. Для морфологического анализа использовали обзорные снимки, включающие несколько сотен кристаллических сростков, а также снимки отдельных сростков при больших увеличениях.

Синтезированные в настоящей работе тройные карбонаты бария-стронция-кальция по своему элементному составу были наиболее близки к промышленному продукту КТА 1-6 ОСТ 110Д0028002-76 (Рисунок 1).

Продукт КТА 1-6 характеризуется составом по BaCO_3 – 50 %, по SrCO_3 – 45 % и по CaCO_3 – 5%. Кристаллический продукт, полностью состоящий из фазы со структурой арагонита (рис. 2) по большей части состоит из плотных шарообразных сростков кристаллитов (рис. 3) длиной $r = 1,34 \pm 0,2 \text{ мкм}$.

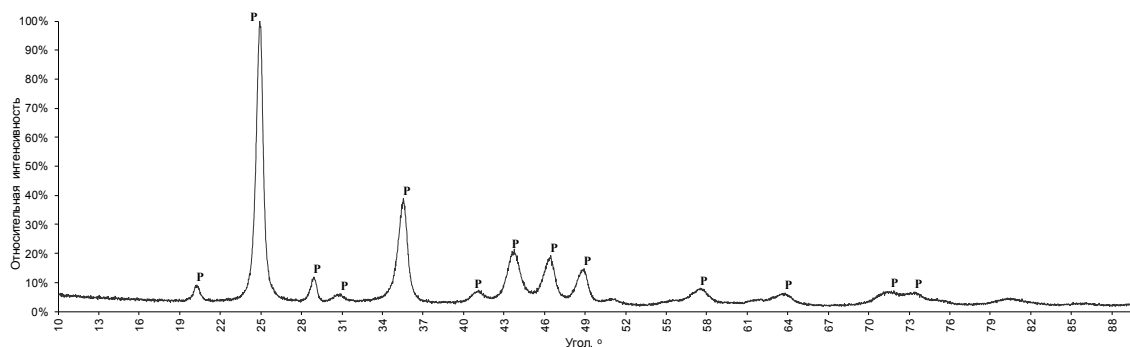


Рис. 2. Порошковая рентгеновская дифрактограмма продукта КТА 1-6. Рефлексы P относятся к фазе со структурой арагонита.

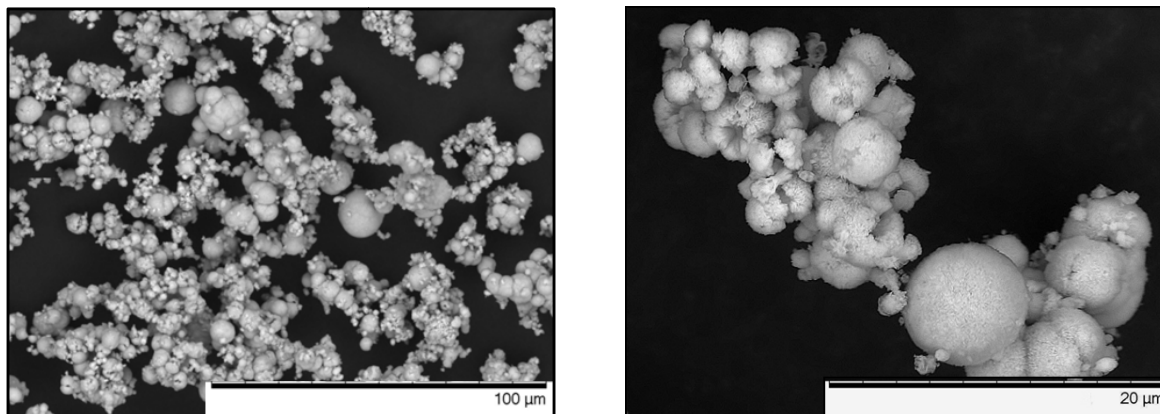


Рис. 3. Микрофотографии сканирующей электронной микроскопии продукта КТА 1-6.

По микроморфологическим признакам наиболее близким к КТА 1-6 оказались образцы тройных карбонатов бария-стронция-кальция синтезированных смешением насыщенных растворов нитратов и карбоната аммония при температуре 86 °С, также по большей частью состоящих из плотных шарообразных сростков кристаллитов (рис. 4).

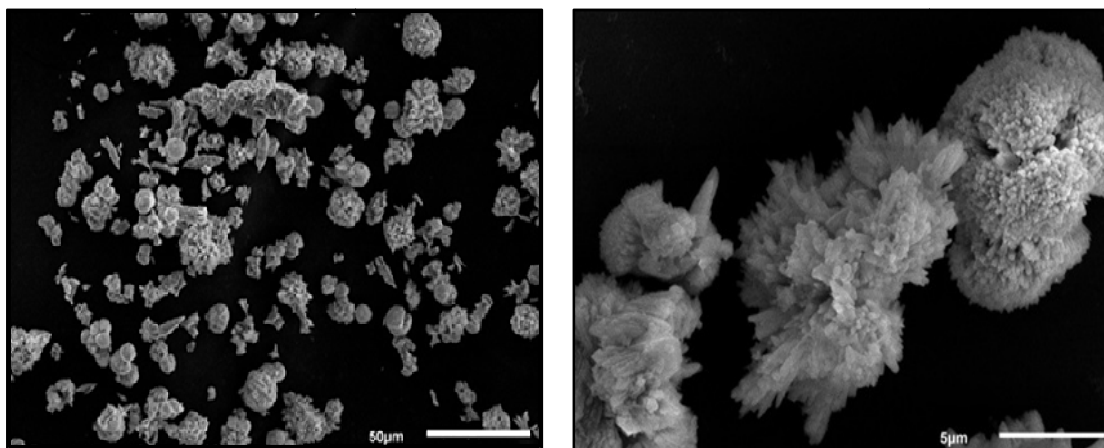


Рис. 4. Микрофотографии сканирующей электронной микроскопии продукта синтеза в системе $BaCO_3$ - $SrCO_3$ - $CaCO_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 86 °С в насыщенных растворах.

В ряде случаев кристаллиты двойникованы с образованием псевдо-гексагональных форм, но в большинстве случаев это полисинтетические двойники, образующие пластинчатые многоуровневые пачки. Шарообразные сростки кристаллитов представляют собой трехмерные веерные образования, каждое из которых имеет свой центр начала кристаллизации. В некоторых случаях образуются непольностью сформированные сфероидальные конструкции сростков, которые представляют собой шаровые секторы с тем или иным углом расхождения. Нередко это два сросшихся сектора направленных в противоположные стороны (двойные вееры). Наконец можно встретить и отдельные кристаллиты игольчатой формы. Все это указывает на то, что описанные сферолиты и веерные структуры образуются в результате случайного зарождения кристаллитов на исходных центрах, которые в свою очередь должны представлять собой агрегаты разно кристаллографически ориентированных наноразмерных зародышей. В противном случае невозможно объяснить множественную кристаллизацию из этих центров зарождения. При попадании капли раствора карбоната аммония в объем раствора нитратов бария, стронция и кальция вследствие сильного пересыщения на границе между каплей и этим раствором происходит множественное зародышеобразование карбонатов щелочноземельных элементов, которые подчиняясь статистике теплового движения испытывают случайную

агломерацию. Далее на поверхности образовавшегося агломерата происходит разраствивание кристаллитов вплоть до полного снятия пересыщения при полном растворении капли раствора карбоната аммония в растворе нитратов. Таким образом, размер кристаллитов в веерных сростках также имеет случайный характер с определенным наиболее вероятным средним значением.

Указанное среднее значение \bar{r} оценивали, используя выражение:

$$\bar{r} = \frac{\sum_{i=1}^N n_i r_i}{\sum_{i=1}^N n_i} \quad (3),$$

где r_i – радиусы как полностью сформированных шарообразных сростков, так и частично сформированных; n_i – число кристаллитов в сростке.

Особенность выражения (3) заключается в том, что какое бы число n_i в сростке не было бы взято, действительное или условное, значение \bar{r} от этого не меняется. Поэтому, принимая условно число n_i в полностью сформированном сростке равно 100, в не полностью сформированном сростке оно будет рассчитываться как:

$$n_i = 100 \frac{S_i}{S_i} \quad (4),$$

где S_i – площадь сферы i -го сростка; s_i – площадь внешней поверхности i -го шарового сектора i -ой сферы.

В большинстве случаев секторы сростков укладываются в плоскость препарата-носителя электронного микроскопа и соответственно в плоскость микрофотографии (Рисунок 5). Тогда, для простоты вычислений принимая форму сростка как образованную осесимметричным круговым конусом, можно из (4) получить выражение:

$$n_i = \frac{h_{i1}}{2r_i} \quad (5),$$

где r_i – радиус сферы; h_{i1} – высота шарового сегмента горизонтального сростка.

Однако, в случаях, двух и более сростков в сфере, вырастающих из одного центра, часть этих сростков может иметь наклонную ориентацию. В этом случае необходимо, как показано на рис. 5, осуществить поворот такого рода сростков до совмещения их с плоскостью микрофотографии (поворот указан стрелками).

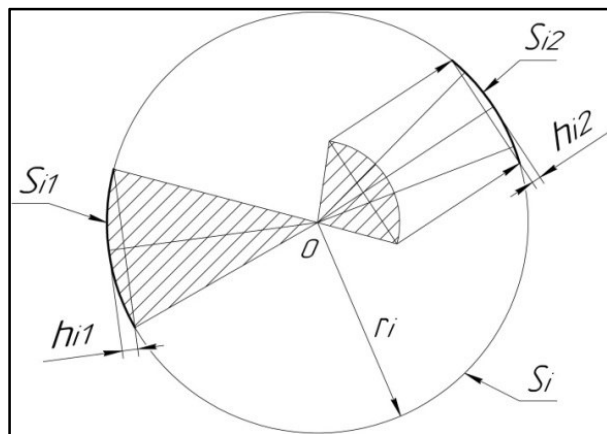


Рис. 5. Схема геометрического анализа сростка кристаллитов в форме шаровых секторов: O – центр зарождения сростков (сростки показаны штриховкой); S_i – площадь поверхность сферы; S_{i1} – площадь поверхности шарового сектора горизонтального сростка; S_{i2} – площадь поверхности шарового сектора наклонного сростка; r_i – радиус сферы; h_{i1} – высота шарового сегмента горизонтального сростка; h_{i2} – высота шарового сегмента наклонного сростка.

Для получения статистически значимого среднего значения \bar{r} необходимо на электронном микроскопическом снимке выделить достаточно большую замкнутую область, в которой исключительно для всех находящихся в этой области сростков найти величину r_i и h_i . Количество этих величин должно быть достаточно для того, чтобы отнести полученную выборку к нормальному распределению случайных отклонений размеров кристаллитов. Тогда для расчета этого распределения можно использовать выражение для плотности вероятности:

$$P(\bar{r}) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-\mu)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (6),$$

где $P(\bar{r})$ – плотность вероятности нормального распределения размеров кристаллитов r ; μ – математическое ожидание; σ – дисперсия.

Для рассматриваемого примера насыщенных растворов при температуре 86 °С это распределение приведено на рис. 6. В результате получается, что размер кристаллитов составляет $= 4,63 \pm 0,07$ мкм.

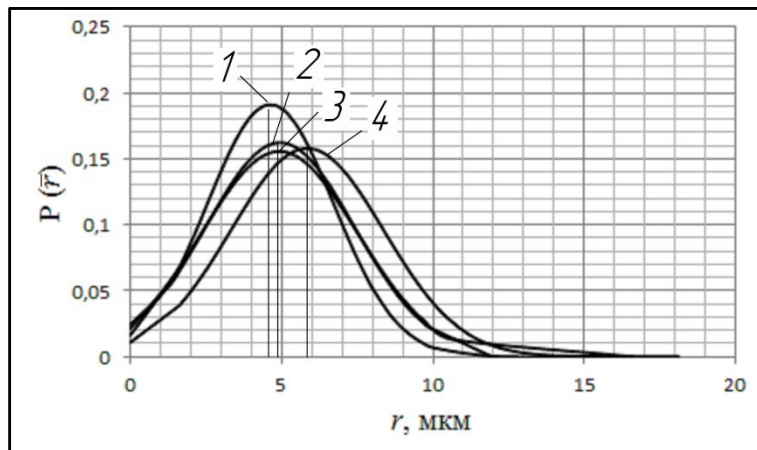


Рис. 6. Распределение размеров кристаллитов карбонатов в области составов указанных на Рисунке 1 r (мкм): 1 – синтез при температуре 86 °С в насыщенных растворах; 2 - синтез при температуре 95 °С в насыщенных растворах; 3 – синтез при 95 °С в насыщенных растворах, разбавленных в 1,5 раза; 4 – синтез при 95 °С в насыщенных растворах, разбавленных в 2 раза.

Увеличение температуры осаждения, как видно из рис. 6, приводит к некоторому смещению распределения кристаллитов по размерам в сторону больших размеров частиц. Для температуры 95 °С средний размер частиц возрастает до величины $= 4,94 \pm 0,09$ мкм. При этом как показывают данные рентгенофазового анализа (рис. 8), происходит незначительный, но все же выход за пределы однофазной области. В системе появляется небольшая примесь фазы кальцита. Морфологические признаки получаемых осадков остаются прежними, как у продукта синтеза при температуре 86 °С, за исключением того, что на концах кристаллитов, образующих сферы и сектора, появляются множественные секториальные отростки более мелких кристаллитов так, что в результате весь сросток в целом приобретает дендритную форму (рис. 9).

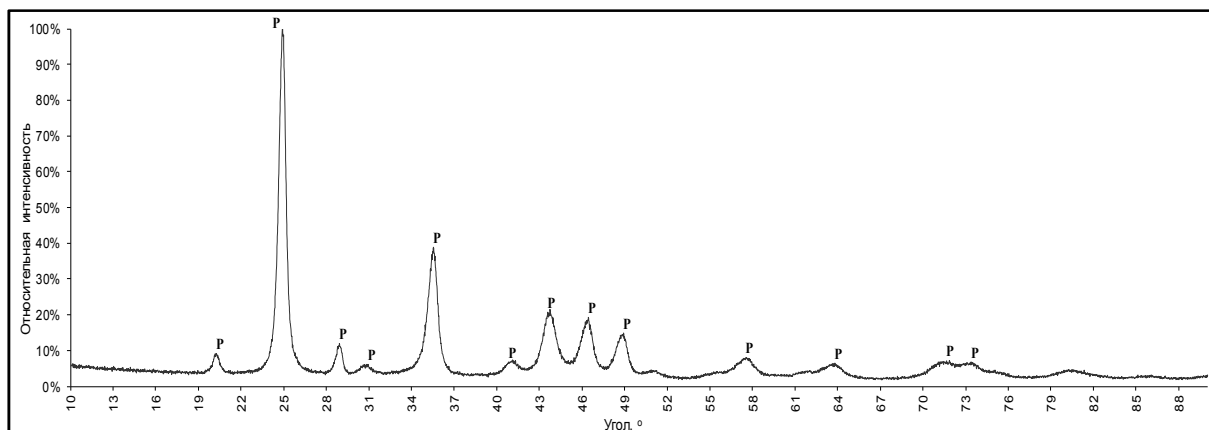


Рис. 7. Порошковая рентгеновская дифрактограмма продукта синтеза в системе $BaCO_3$ - $SrCO_3$ - $CaCO_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 86 °С в насыщенных растворах. Рефлексы P относятся к фазе со структурой арагонита.

Разбавление насыщенных растворов, используемых для осаждения, вызывает существенное увеличение размеров кристаллитов. При разбавлении в 1,5 раза при 95 °С этот

размер статистически достоверно остается практически неизменным и составляет $r = 4,93 \pm 0,09$ мкм, но для разбавления в 2 раза при 95°C он уже равен $r = 5,85 \pm 0,09$ мкм. (рис. 6). Здесь кристаллиты отличаются более совершенной формой, а сростки – большим содержанием секториальных веерных форм. Виды характерных гранных форм кристаллитов не меняются (рис. 10 и рис. 11). Причем чем больше разбавление, тем в большем количестве проявляются дендритные формы. При разбавлении при температуре 95°C также сохраняется незначительный выход системы в двухфазную область с появлением примесной фазы кальцита. (рис. 12 и рис. 13).

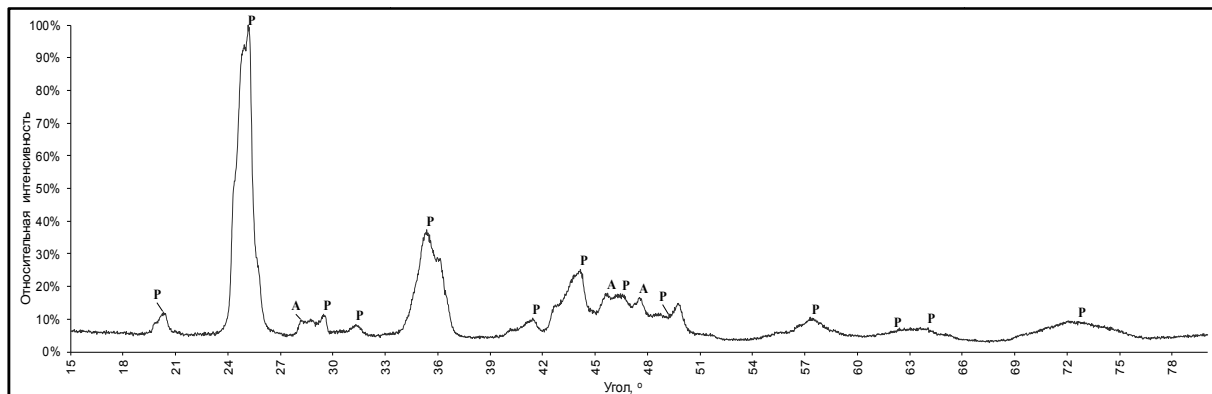


Рис. 8. Порошковая рентгеновская дифрактограмма продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95°C в насыщенных растворах; рефлексы P относятся к фазе со структурой арагонита; рефлексы A – к фазе со структурой кальцита.

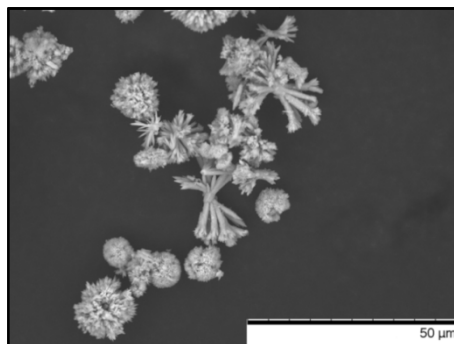
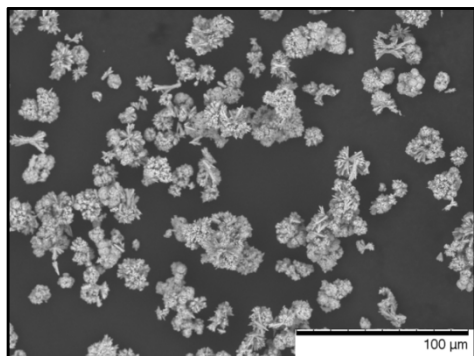


Рис. 9. Микрофотографии сканирующей электронной микроскопии продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95°C в насыщенных растворах.

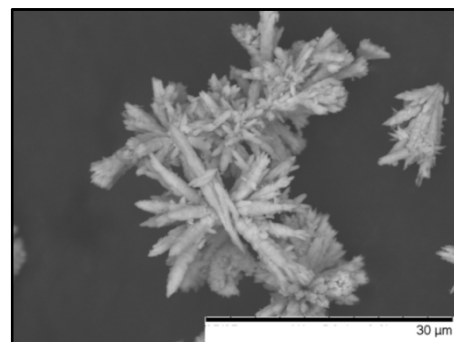
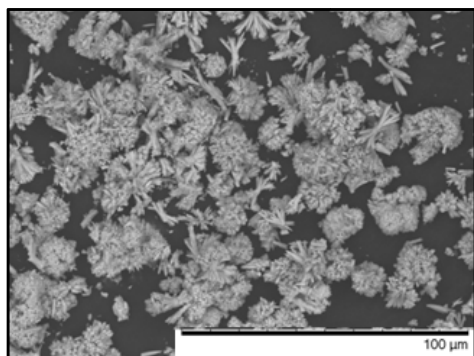


Рис. 10. Микрофотографии сканирующей электронной микроскопии продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95°C в насыщенных растворах, разбавленных в 1,5 раза.

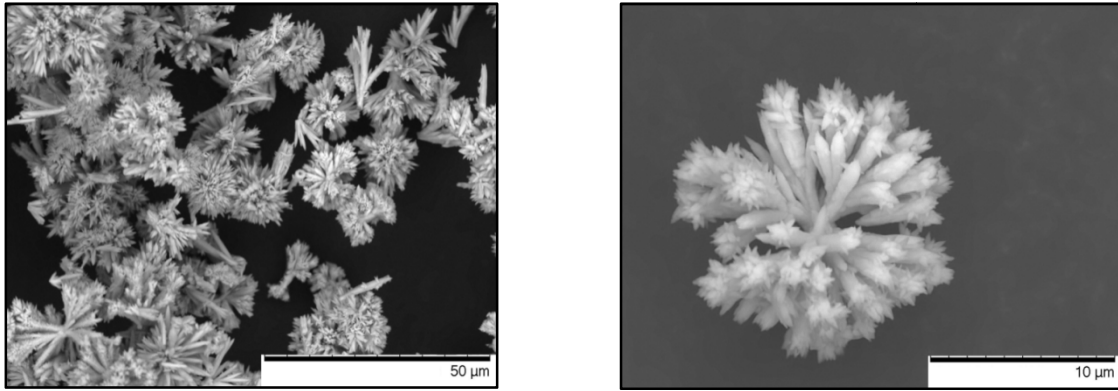


Рис. 11. Микрофотографии сканирующей электронной микроскопии продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95 °С в насыщенных растворах, разбавленных в 2 раза.

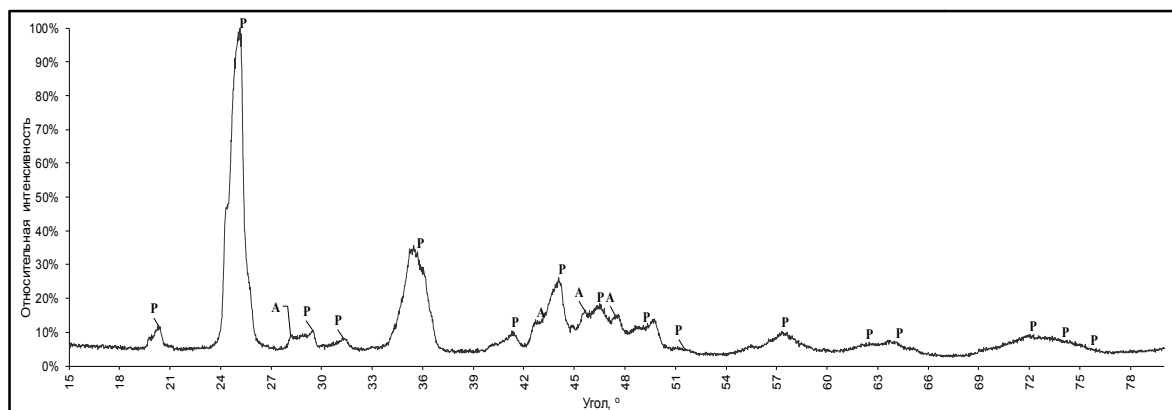


Рис. 12. Порошковая рентгеновская дифрактограмма продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95 °С в насыщенных растворах, разбавленных в 1,5 раза; рефлексы P относятся к фазе со структурой арагонита; рефлексы А – к фазе со структурой кальцита.

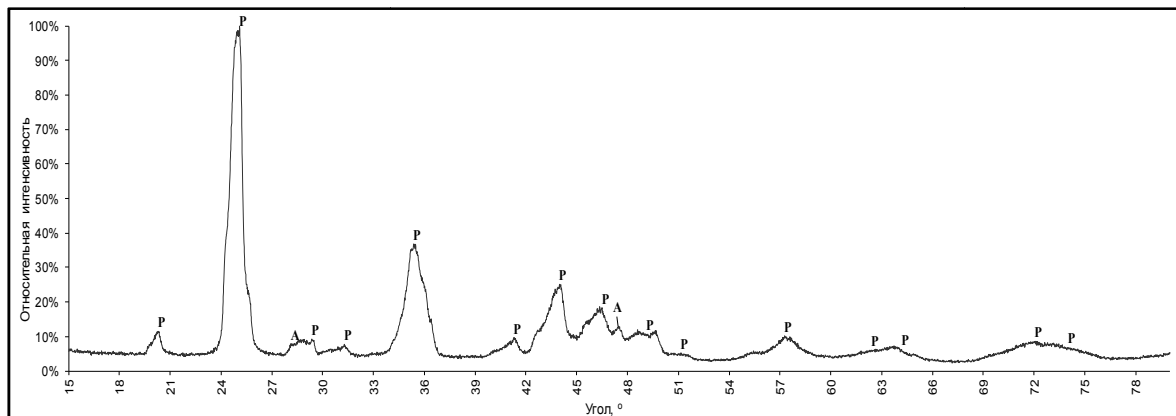


Рис. 13. Порошковая рентгеновская дифрактограмма продукта синтеза в системе $\text{BaCO}_3\text{-SrCO}_3\text{-CaCO}_3$ в области составов, указанных на Рисунке 1, полученного при температуре 95 °С в насыщенных растворах, разбавленных в 2 раза; рефлексы P относятся к фазе со структурой арагонита; рефлексы А – к фазе со структурой кальцита.

Само по себе появление примесной фазы не должно ухудшать качество катодных материалов. Гораздо более важным здесь является увеличение размеров кристаллитов, которое в соответствии с общепринятой точкой зрения существенно улучшает эмиссионные свойства

оксидных катодов. Поэтому использование разбавленных растворов для осаждения карбонатов щелочноземельных металлов может быть использовано в качестве рекомендации для будущей модернизации промышленных технологий оксидных катодов.

Выводы

Проведенные серии синтезов тройных карбонатов бария-стронция-кальция методом осаждения в растворе нитратов бария, стронция и кальция раствором карбоната аммония в области получаемых при этом составов карбонатов, отвечающих наилучшим эмиссионным характеристикам и близких по своему составу к промышленному продукту КТА 1-6 показали, что увеличение температуры синтеза и уменьшение концентрации используемых для этого синтеза растворов приводит к увеличению размеров кристаллитов и к более высокому совершенству их игольчатой формы, что является существенным фактором для получения оксидных катодов более высокого качества. Характерной микроморфологической характеристикой полученных подуктов является образование шаровых веерообразных сростков кристаллитов или сростков в форме шаровых секторов. Признаком наибольшего микроморфологического совершенства является образование шаровых и секториальных сростков дендритной формы.

Литература

1. А.Ф. Большаков, Б.В. Абалдуев, А.И. Попов. Фазовая неоднородность смешанных кристаллов карбонатов щелочноземельных металлов и её влияние на свойства оксидных катодов. / Неорганические материалы. – 1977. – Т. 13. – №7. – с. 1270-1274.
2. Никонов, Б.П. Оксидный катод. – М.: Энергия, 1979. – 240 с.
3. В.Ю. Германов, С.И. Гармашов. Обратный эффект Гиббса-Томсона / Журнал технической физики. – 2015. – Т.85 – Вып.1. – с.61-65.
4. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. Учебник для вузов. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1988. – 464 с.: ил.

СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2016-2017)

Нестеров С.Б., Беляева Е.В.
РНТВО им. академика С.А.Векшинского
e-mail: sb.nesterov@vacuum.org.ru

В работе приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2016-первую половину 2017 года. Создана на основе информации, имеющейся в РНТВО им. академика С.А.Векшинского.

Issues on vacuum science, equipment and technology publised in Russia in 2016-2017. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva. The data on the issues published in the field of vacuum science and technology in Russia in 2016-2017 available in the Russian Vekshinski Vacuum Society are presented here.

Учебные пособия

1. Л.Н.Розанов. Вакуумное технологическое оборудование: учеб.пособие / Л.Н.Розанов. – СПб: Изд-во Политехн. Ун-та, 2012. – 435 с. – (Вакуумная техника).
Рассмотрены свойства газов при низких давлениях и физико-химические процессы на поверхности твердого тела; течение газов при низких давлениях; методы объемной, ионной и сорбционной откачки, принципы действия различных типов вакуумных насосов, измерение общих и парциальных давлений, течеискание, типовые вакуумные схемы, расчет и проектирование вакуумных систем, конструкции элементов.
Предназначено для переподготовки инженерного состава предприятий, выпускающих вакуумное оборудование.
2. Хаблянян М.Х. Оборудование, проектирование, технологии, эксплуатация: учебное пособие: в 2 ч. Ч.2. Вакуумные насосы / М.Х. Хаблянян, Г.Л.Скасаганский, А.В.Бурмистров; М-во образ. и науки России, Казан.нац. исслед. технол. ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2016 – 300 с.
Рассмотрены физико-технические характеристики, конструкторские решения, технологические и эксплуатационные особенности вакуумных насосов и агрегатов, используемых в промышленности и научном приборостроении. Описаны особенности их эксплуатации и методики испытаний.
Предназначено для бакалавров и магистров по направлениям подготовки «Технологические машины и оборудование», «Техническая физика», «Ядерная энергетика и теплофизика», «Наноинженерия».
Подготовлено на кафедре «Вакуумная техника электрофизических установок».

Материалы конференций

3. «Вакуумная наука и техника.» Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б.Нестерова. М.: НОБЕЛЛА, 2016 – 381 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.
4. «Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XII Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора Нестерова С.Б. М.: НОБЕЛЛА, 2017. – 403 с.
В настоящем томе публикуются материалы докладов XII Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» по направлениям: вакуумные технологии и технологическое оборудование; новые технологии формирования

тонких пленок и методики их исследования; нанотехнология и биотехнология; вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс; вакуумно-левитационные транспортные системы; криогенная и криовакуумная техника. В материалах конференции приводятся новые результаты исследований.

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

5. Восьмая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология»: материалы конференции (17-20 апреля 2017 г.); М-во образ. и науки России, Казан. нац. исслед. технол. ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2017. – 270 с.

Приведены доклады ведущих российских специалистов и студентов российских вузов, специализирующихся в области вакуумной науки, техники и технологии.

6. Вакуумная техника и технологии – 2017: труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 6-8 июня 2017 г. /под ред. д-ра техн. наук А.А.Лисенкова. – СПб: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. – 248 с.

Труды составлены по материалам докладов представленных на 24-й Всероссийской научно-технической конференции 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 и формированию пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов.

Обзорные статьи

7. А.И.Ерофеев, А.П. Никифоров, С.Б. Нестеров, Р.А.Нежметдинова. Влияние шероховатости поверхности на рассеяние свободномолекулярного потока газа твердыми телами. Ученые записки ЦАГИ. Т.XLVII 2016 № 4, с. 12 - 27.
8. С. Нестеров, А.Холопкин. Оценка характеристик вакуумных туннельных диодов и возможности их использования в качестве генератора электроэнергии. Наноиндустрия. № 2.2016. с 58-65.
9. И.А. Воробьев, Р.О. Кондратенко, С.Б. Нестеров, А.Н.Белоконев. О возможностях, специфике, технических задачах по созданию вакуумной среды для вакуумных систем. Бюллетень Объединенного ученого совета ОАО "РЖД", № 1-2, 2016, с.1-10.
10. С. Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки VacuumTechExpo 2016. Наноиндустрия 3/2016 (65), с.36-42.
11. Воробьев И.А., Кондратенко Р.О., Нестеров С.Б., Белоконев А.Н. О возможностях, специфике, научных задачах по созданию вакуумной среды для транспортных систем. Бюллетень объединенного ученого совета ОАО «РЖД», № 1-2, 2016, с.28-38.
12. С.Б. Нестеров, Н.М.Осипова. Переписка П.Л. Капицы и С.А.Векшинского. . «Вакуумная наука и техника». Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов.Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2016. – с. 330-337.
13. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Научно-технический журнал «Наука и технологии в промышленности», 3-4/2016, с.68-74.
14. С.Б.Нестеров. Дневники С.А.Векшинского. Петербургский журнал электроники №2, 2016. с.83-90.
15. С.Б.Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2017». Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2017». 6-8 июня 2017 г. г.Санкт-Петербург, с. 7-12.

Литература

1. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий во вакуумной науке, технике и технологии за 2007-2011 гг. «Электровacuумная техника и технология». Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя семинара А.В.Горина. М.: НОВЕЛЛА, 2011. с.193-200.
2. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Библиография изданий по вакуумной технике и технологии за 2007-2011 гг. Вакуумная техника и технология, Т.21, № 3, 2011. с. 203-205.
3. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2014-2015 гг. Материалы XXII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. академика Бугаева А.С. М.: 2015. 366 с.
4. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии в 1014 г. Материалы X Международной научно-технической конференции. Под редакцией д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М: НОВЕЛЛА, 2015. с.396-400.
5. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2015-2016 гг. Материалы XXIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2016.с. 319 – 324.

**Десять лучших инновационных продуктов выставки
«VacuumTechExpo 2017»**

*С.Б. Нестеров, *Н.Ю. Ломунова, Г.Н.Иванова, Е.В.Беляева
Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика
С.А. Векшинского
*Группа компаний ITE
e-mail: sb.nesterov@vacuum.org.ru*

Приведено краткое описание лучших инновационных продуктов выставки вакуумного оборудования «ВакуумТехЭкспо 2017».

The best innovative products of the VacuumTechExpo 2017. S.B.Nesterov, N.Yu.Lomunova, G.N.Ivanova, E.V.Belyaeva. The description of 10 best innovative products of the Exhibition „VacuumTechExpo 2017“ is given here.

11 – 13 апреля 2017 года в Москве, в КВЦ «Сокольники» проходила очередная XII международная выставка вакуумного оборудования «VacuumTechExpo 2017». Организатор выставки Международная Группа компаний ITE лидер по организации выставок в России, входит в пятерку ведущих выставочных компаний мира. Выставка проводилась при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского».

В этом году в выставке приняли участие 78 компаний из 6 стран. Участники продемонстрировали вакуумные насосы и камеры, вакуумметры, преобразователи давления, вакуумную арматуру и установки для нанесения функциональных покрытий, вакуумные печи и сушильные шкафы, а также крионасосы, криоловушки и кулеры. На выставке было представлено много новинок оборудования российского и зарубежного производства, которые вызвали интерес потенциальных покупателей – специалистов, заинтересованных в выборе оборудования для предприятий различных отраслей российской промышленности.

В очередной раз проводился конкурс «За лучший инновационный продукт в сфере высоких технологий».

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

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



Новая линейка диффузионных вакуумных насосов DiJ. АО «Вакууммаш». Казань.

В настоящее время разрабатывается новое поколение диффузионных насосов, способных устойчиво работать и обеспечивать максимальный поток откачиваемого газа при входном давлении $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.



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

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

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

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

Турбомолекулярный насос Edwards Ltd. модель nEXT85. АО «Интек Аналитика». Санкт-Петербург.



- Турбомолекулярный насос nEXT85 сконструирован на основе проверенных передовых технологий насоса EXT75DX, что в итоге позволило получить насос со значительно улучшенными показателями производительности и при этом уже в более компактном исполнении.

- Ротор был заново спроектирован для оптимизации производительности насоса и достижения лучших показателей скорости действия и более высокого коэффициента компрессии, в то же время удалось сохранить высокий уровень надежности оборудования.

- Помимо улучшенных показателей производительности

nEXT85 обладает такими же неоспоримыми преимуществами в техническом обслуживании и эксплуатации, как и крупногабаритные насосы серии nEXT, а именно возможностью сервисного обслуживания на месте работы и наличием встроенного контроллера, что в целом дает право говорить о действительно высококлассном продукте.

Характеристики и преимущества:

- Высокая производительность при более компактном исполнении
- Возможность заказчика выбрать как стандартную модель, так и модель “Н” с высоким коэффициентом компрессии
- Увеличенный рабочий диапазон режима, за счет запатентованной Edwards технологии прямого измерения температуры рабочего колеса
- Выбор положения промежуточного и выпускного порта на усмотрение заказчика, что обеспечивает дополнительную гибкость при работе
- Сервисное обслуживание раз в 4 года с возможностью обслуживания на месте эксплуатации
- Подпружиненный плоской пружиной шарикоподшипник обеспечивает низкий уровень вибраций
- Насосы со встроенным контроллером оснащены microUSB портом и программным обеспечением EdwardsnST, что позволяет выполнять мониторинг, контроль и конфигурацию насоса
- Доступен полный комплект специализированных принадлежностей

Течеискатель гелиевый MSE-2200S (SHIMADZU CORPORATION, Япония). ГК Криосистемы. Москва.

Основным узлом течеискателя является газоанализатор. Гелиевый течеискатель представляет собой газоанализатор с электронной и откачной системой, размещенные в едином корпусе. Система откачки состоит из высоковакуумного турбомолекулярного насоса (70 л/с) и пластинчато-роторного насоса (30 л/мин) и предназначена для создания в газоанализаторе вакуума.

Инновационные особенности конструкции течеискателя MSE-2200S, не имеющие аналогов:

1. Уникальный газоанализатор с поворотом пучка на 270° для достижения сверхвысокого уровня чувствительности 1×10^{-13} Па·м³/с [He] и низкого фонового шума.
2. Специально разработанная модель турбомолекулярного насоса с быстротой действия 3 л/с по гелию на входном фланце во всем диапазоне давлений.

Конструктивные особенности модели MSE-2200S обеспечивают такие важные преимущества как:



Стабильный фоновый уровень достигается сразу же после включения в результате точной сепарации молекул воды и водорода от молекул гелия:

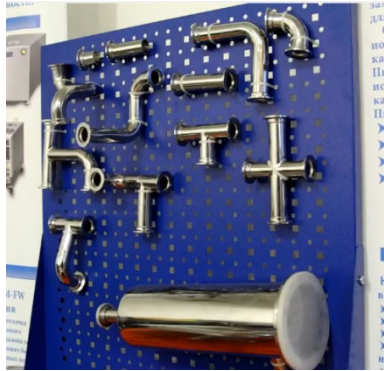
Быстрое восстановление работоспособности после возникновения высокого фонового уровня (в частности, большой утечки), которое достигается за счет оригинальной схемы включения специального гибридного насоса с промежуточным вводом потока между турбомолекулярной и молекулярной ступенями.

Все течеискатели работают в режиме противотока, благодаря чему обеспечиваются такие важнейшие преимущества, как: низкий фоновый уровень, отсутствие попадания загрязнений в трубку анализатора, а также защита в случае прорыва атмосферы.

Все течеискатели SHIMADZU могут комплектоваться

беспроводным пультом управления, щупами (скорость отклика 3 с или 1 с), тележкой для перемещения и др. опциями.

Вакуумная арматура KF петербургского производства. ULVAC — ООО «Вактрон» (представитель в России). Санкт-Петербург.



На производственном участке в Санкт-Петербурге специалисты компании ВАКТРОН с 2017 года начали производство вакуумной арматуры стандарта ISO KF. Вся продукция проверяется на герметичность с помощью гелиевого масс-спектрометрического течеискателя.

Изготавливается весь перечень стандартных вакуумных компонентов. Среди них такие элементы стандарта KF, как: центрирующие кольца, заглушки, угловые патрубки, фланцы под сварку, адаптеры, тройники, кресты и переходники на другие стандарты.

Инновационность производимых элементов вакуумной техники подтверждается следующими преимуществами:

- **Документально подтвержденная герметичность**

Вся продукция проверяется на герметичность с помощью гелиевого масс-спектрометрического течеискателя. Проверку выполняют специалисты, аттестованные для проведения течеискания согласно ПБ 03-440-02. На каждое изделие возможно получить заключение о проверке на герметичность. Это гарантирует главное свойство вакуумной арматуры — способность изолировать рабочий объем от проникания атмосферных газов.

- **Оптимальная стоимость**

Расположение производства в Петербурге позволяет установить оптимальную цену продукции высокого качества за счет отсутствия таможенных платежей, влияющих на цену импортной вакуумной арматуры.

- **Запас готовой продукции и гибкость производства**

Стандартные компоненты — вакуумные фланцы, тройники, патрубки — есть в наличии. Возможно оперативное изготовление вакуумных изделий специальной конструкции, по запросу заказчика.

- **Уникальные изделия для отечественной вакуумной техники**

Специалисты ВАКТРОН разработали специальные элементы вакуумной техники, потребность в которых подтверждена на основании опыта работ по созданию вакуумных установок и контроля герметичности на территории России.

Вакуумная напылительная установка магнетронного типа HELIOS как инструмент для изготовления миниатюрных и высокоэффективных датчиков для микроэлектроники. Бюлер Лейболд Оптикс. Москва.

С развитием технологии интернет-коммуникации устройств — так называемого «Интернета вещей» — лавинообразно растет необходимость производства миниатюрных датчиков в промышленных масштабах. На сегодняшний день между собой взаимодействуют уже 6 миллиардов устройств. Ожидается, что к 2020 году их количество достигнет 20 миллиардов, и станет это возможным благодаря датчикам: именно они фиксируют химический, физический или материальный характер среды, с которой взаимодействуют и передают необходимую информацию в форме электронного сигнала. Уже сегодня в одном автомобиле устанавливается от 60 до 100 датчиков, а к 2020 году прогнозируется увеличение этого количества до 200 штук.



Современная технология изготовления оптических датчиков на кремниевых пластинах заключается в производстве традиционных светофильтров на стекле, их мелкой нарезке и последующей наклейке на кремниевую пластину. Однако, качество, стабильность и эффективность, достижимые при таком методе изготовления, перестают удовлетворять растущим потребностям рынка. В этой связи эксперты Бюлер Leybold Optics разработали и запатентовали технологический процесс нанесения фильтров непосредственно на кремниевые пластины. Зоны подложек, в которых покрытия быть не должно, предварительно покрываются специальным защитным составом. После этого в установке HELIOS на всю поверхность пластины наносится многослойное вакуумное покрытие. Материалы покрытия распрыскиваются в вакуумной камере магнетронным методом с ионно-плазменной поддержкой и осаждаются на подложке плотно упакованными слоями нанометровой толщины. После этого покрытие смывается с тех зон, где оно наносилось на защитный состав, а там, где защитного слоя изначально не было, структура фильтра остается на подложке. Для того, чтобы совместить множество оптических фильтров на одной подложке, этот процесс может повторяться необходимое количество раз. По окончании нанесения покрытия пластины нарезаются, оснащаются контактами и монтируются на печатных платах.

Традиционные методы нанесения вакуумных покрытий обеспечивают толщину слоев не менее 10 нанометров. Технология HELIOS обеспечивает получение в три раза более тонких слоев покрытия, что открывает перед индустрией будущего множество новых возможностей. Возможные потери на рассеяние и поглощение в покрытиях, наносимых с помощью HELIOS составляют от 10 до 100 частей на миллион проходящих фотонов. В этом заключается безусловное преимущество данной технологии, особенно при изготовлении миниатюрных высокочувствительных датчиков.

Установка реактивно-ионного травления «Плазма ТМ 8». ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения». Москва, Зеленоград.

Установка реактивно-ионного травления «Плазма ТМ 8» предназначена для проведения процессов травления алюминиевой металлизации в хлорсодержащей плазме, а так же тонких металлических слоев (Au, Pt, Ti и др.), диэлектрических слоев (SiO_2 , SiN и др.), кремниевых слоев (Si, a-Si, поли-Si), материалов группы АЗВ5 (GaAs, InP, GaN и др.).

Для проведения процессов травления алюминиевой металлизации в хлорной плазме внутренняя поверхность камеры анодирована, на электроде-подложкодержателе расположена керамическая накладка. Для работы в хлорной среде в установке используется сухая химстойкая система откачки. Для защиты от высаживания полимеров на стенках реакторной камеры, они нагреваются до 50-70°C.



Транспортная система предусматривает шлюзование кассеты и поштучную загрузку/выгрузку пластин с использованием манипулятора. Установка позволяет работать с пластинами, диаметром до 100 мм включительно (возможно изготовление версии установки для работы с пластинами диаметром 150 мм).

Микропроцессорная система управления, включающая элементы для осуществления управления работой установки в автоматическом и наладочном режимах, задания и контроля последовательности работы элементов и систем установки в соответствии с циклограммой, записи параметров технологического процесса.

Установка «Плазма ТМ 8» в отличие от отечественных аналогов позволяет оснащать как мелкосерийное, так и серийное производство полупроводниковой промышленности за счет автоматизированной загрузки пластин из кассеты в кассету.

Установка плазмохимического осаждения/травления НИКА-2014. ООО «Лаборатория вакуумных технологий плюс». Москва, Зеленоград.

Шлюзовые плазмохимические установки НИКА для процессов травления или осаждения в среде высокоплотной плазмы для микроэлектроники реализуют следующие технологии:

- Анизотропное травление кремния с высоким аспектным отношением
- Сверхскоростное анизотропное травление кварца (до 6 мкм/мин)
- Прецизионное травление светодиодных LED приборов на основе нитрида галлия с лазерным контролем глубины.
- Прецизионное травление эпитаксиальных структур полупроводниковых лазеров. С лазерным контролем глубины травления и управляемым профилем.
- Равномерность обработки поверхностей $\pm 2\%$

Установка оснащена следующим технологическим устройством: радиочастотным генератором плазмы РПГ-250. Также в комплекте охлаждаемый или нагреваемый стол с гелиевым теплоотводом, магнитная система специальной конфигурации, обеспечивающая равномерность обработки $\pm 2\%$ на диаметре 200 мм, согласующее устройство СУРА. Размер рабочей камеры $\varnothing 350 \times 300$ мм. Электропитание: 380 В, 50 Гц, 10 кВт. Габариты: 1200x850x1500. Масса 300 кг.



НИКА-2014 выпускается в двух конфигурациях: плазмохимическое травление (ПХТ) и плазмохимическое осаждение (ПХО).

НИКА-2014 ПХТ осуществляет процессы травления микроструктур в полупроводниковом производстве, MEMS технологии, оптике. Скорость травления по кремнию — до 40 мкм/мин, GaAs — до 40 мкм/мин, SiO₂ — до 6 мкм/мин. Травление кремния — глубокое, с вертикальным профилем стенок и большим аспектным отношением. Состав НИКА-2014 ПХТ: генератор плазмы РПГ-250, охлаждаемый стол (гелиевый теплоотвод) с подачей высокочастотного смещения, оптическая система контроля скорости и глубины травления.

НИКА-2014 ПХО предназначена для плазмохимического осаждения диэлектриков - осаждение SiO₂, SiN, αCH, металлов и металлоорганических соединений; оптический контроль скорости и толщины осаждения. В состав НИКА-2014ПХО входят: генератор плазмы РПГ-250, охлаждаемый или нагреваемый стол с гелиевым теплоотводом, система газораспределения для равномерного осаждения.

Источник питания для магнетронного распыления импульсами высокой мощности IMPULSE™ HiPIMS. ООО «ЭлекТрейд-М». Москва.

Источник питания серии IMPULSE™ HiPIMS это надежное и экономически эффективное решение, предназначенное для применения в небольших по масштабам сферах нанесения тонкопленочных покрытий методом магнетронного распыления импульсами высокой мощности (HiPIMS). Он идеально подходит для процесса разработки и научно-исследовательских работ и может быть интегрирован в любую существующую систему напыления.

IMPULSE™ HiPIMS обеспечивает выходную мощность до 2кВт и предлагается как в одиночной, так и в двойной конфигурации. Двойная конфигурация обеспечивает возможность совмещать питание двух независимых источников до 2кВт каждый, что идеально подходит для совместного осаждения. Высокие частоты повторения импульсов до 2 кГц обеспечивают более высокую скорость осаждения при более коротких импульсах. Идеально подходит для магнетронов диаметром 2", 3" и 4".

Другой вариант применения двойной конфигурации источника IMPULSE™ HiPIMS это совмещение выходов в единый, что позволяет увеличить и обеспечить суммарную выходную мощность до 4 кВт. Оба блока могут быть установлены в режимы "Master" для "основного" или "Slave" для "ведомого". Данный вариант применения улучшает регулировку и обеспечивает дополнительным запасом тока, подаваемого на подложку.

Управление блоком IMPULSE™ HiPIMS может осуществляться как с передней панели, так и пультом дистанционного управления с использованием до пяти выбираемых пользователем профилей настроек.

Основными преимуществами источников питания IMPULSE™ HiPIMS являются: высокая плотность пленки, высокая равномерность покрытия, высокая скорость осаждения, отсутствие перераспыления, превосходная воспроизводимость и высокая масштабируемость, возможность одновременной работы с RF магнетроном.

Особенности IMPULSE™ HiPIMS:

- Выходные параметры: макс. напряжение до 1000 В, макс. импульсный ток до 400 А, макс. ток в режиме смещения подложки до 200 А, диапазон регулирования частоты до 2кГц;
- Регулируемая ширина импульса, частоты и пикового тока;
- Индикация и управление в режиме реального времени напряжением и током разряда;
- Короткие импульсы <10 мкс (минимальное время включения / выключения - 2 мкс);
- Питание с интегрированной обратной связью;
- Обнаружение дуги и технология ее подавления, < 1 мкс;
- Управление с сенсорного экрана;
- Синхронизация блоков в режим «ведущего» и «ведомого»;
- Интерфейс Ethernet для удаленной работы;
- Обновляемое программное обеспечение.

Создание производства сверхпроводящих катушек электромагнитной системы экспериментальных энергетических установок «Токамак». ООО «Группа компаний машиностроения и приборостроения». Москва.

Установка Т-15 относится к источнику ионизирующего излучения.

Техническим перевооружением экспериментальной термоядерной установки Токамак Т-15 предусматривается модернизация электромагнитной системы и вакуумной камеры с внутрикамерными элементами, сооружение дивертора в вакуумной камере, создание новой

системы формирования и управления вытянутой конфигурации плазмы, а также повышение функциональности и надежности технологических систем за счет частичного обновления и технического перевооружения автоматизированной системы управления.

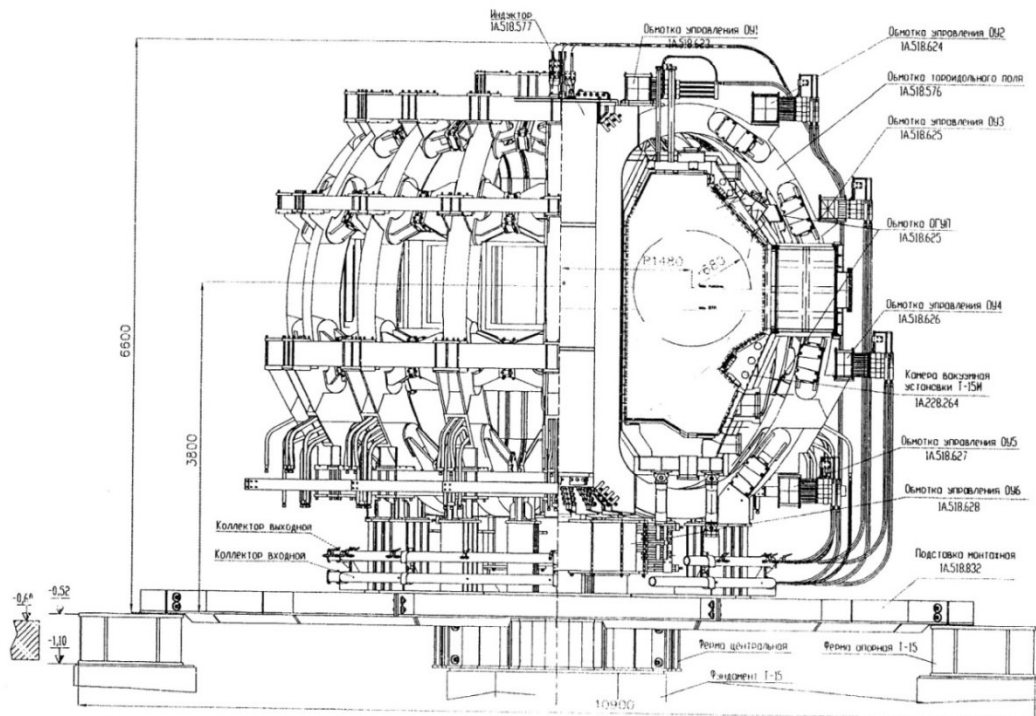


Рис.1. Электромагнитная система и вакуумная камера установки Т-15 в собранном виде.

Модернизированная установка Т-15 будет вписана в существующую инфраструктуру Института физики токамаков и максимально использовать технологическое оборудование, имеющееся на установках Т-10 и Т-15. Система полоидальных полей данной установки будет обеспечивать получение режимов с сепаратрисой и полоидальным дивертором.

В модернизированной установке Т-15 будут использованы системы дополнительного нагрева плазмы, разработанные заранее для Т-10 и Т-15, с мощностью не менее $P_{\text{аих}} = 15$ МВт, обеспечивающие нагрев как ионной (НИ, $P_{\text{ни}} = 8-10$ МВт), так и электронной (ЭЦРН, $P_{\text{эцрн}} = 6$ МВт, $f = 110-120$ ГГц) компонент. Также будут созданы системы дополнительного нагрева плазмы с использованием ионно-циклотронного и нижнегибридного нагрева и предусмотрено оснащение установки диагностическим комплексом. Эксплуатация установки рассчитана на срок не менее 10 лет. Число рабочих импульсов – не менее 50,0 тысяч.

Опыт устранения выявленной течи по металлу на внешней поверхности изделия без сброса вакуума. АО «Криогенмонтаж». Москва.

Значительное время затрачивается на устранение выявленных течей порядка 1000 л·мкм рт.ст./с и менее после вакуумирования изделия с порошковой и экранно-вакуумной изоляцией, так как для этого требуется сброс вакуума в изделии, устранение течи, повторное вакуумирование и проверка изделия на герметичность обдувом гелием и контролем течейскателем.

Разработана технология устранения течи без сброса вакуума.

Не вызывает сомнения, что выставка VacuumTechExpo будет и дальше содействовать развитию российской инноватики.

Литература

1. <http://www.vacuumtechexpo.com>

Памятные даты в истории развития вакуумной техники

Нестеров С.Б., Беляева Е.В.

*Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А.Векшинского
e-mail: sbn1108@yandex.ru*

В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники на 2017 год.

*Memorable data in the history of vacuum technology in 2017. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva.
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.*

15 апреля 1452	родился великий итальянский художник, ученый, изобретатель, писатель и один из крупнейших представителей Высокого Возрождения, яркий пример «универсального человека» - идеала итальянского Ренессанса Леонардо да Винчи
1602	родился немецкий физик, писатель, философ Отто фон Герике
1622	родился Вивиани Винченцо, итальянский физик, ученик Галилея. По поручению Э.Торричели выполнит (1643) опыт, доказавший существование атмосферного давления, совместно с Дж. Борелли определил скорость звука в воздухе, получив более точные результаты, чем его предшественники
1627	родился Роберт Бойль
1642	родился Исаак Ньютон
1647	итальянский ученый Э.Торричелли открыл «торричеллиеву пустоту»
1647	ушел из жизни Э.Торричелли
январь 1642	ушел из жизни Галилео Галилей
19 июня 1657	родилась Флорентийская академия опыта
1662	Р.Бойль впервые описал свой закон
1662	родился французский математик, физик, философ, писатель Блез Паскаль
1667	Роберт Бойль ввел понятие барометра
1742	А.Цельсий предложил стоградусную шкалу термометра (шкала Цельсия)
1772	-Ж.Делюк установил аномалию в расширении воды, максимальная плотность которой достигается не при температуре замерзания, а при +4 ⁰ С - И.Вильке выполнил первые измерения теплоемкости твердых тел
1777	К.Шееле ввел понятие теплового излучения («лучистой теплоты») и выполнил наблюдение теплового излучения (тепловые лучи и их отражение зеркалом открыты в 1657-67 гг. флорентийским ученым в Академии опытов).
1787	установлен закон Шарля
1802	Жозеф Луи Гей-Люссак открыл закон теплового расширения
1807	Установлено понижение температуры при адиабатическом расширении газа и повышение – при его сжатии (Ж.Гей-Люссак). Это явление отмечали также Э Дарвин (1788) и Дж.Дальтон (1800)
1822	родился немецкий физик и математик Рудольф Клаузинг
1822	А.Гумбольдт и А.Араго измерили скорость звука в воздухе, получив величину 331,2 м/с
1827	открытие Р.Броуном хаотического движения мелких частиц, взвешенных в растворе (броуновское движение)
1837	родился голландский физик Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс, нобелевский лауреат
1837	Лоренцо Романо Амедео Карло Авогадро ди Кваренья э ди Черрето – итальянский физик, начал издавать четырехтомное сочинение «Физика весомых тел, или трактат о общей конституции тел». Каждый том имел 900 страниц. Этот труд стал первым в истории учебником молекулярной физики
1842	родился шотландский физик и математик Джеймс Дьюар

1842	- открытие Ю.Майером закона сохранения энергии и определение механического эквивалента теплоты (независимо от него к открытию этого закона также пришли в 1843 г. Дж.Джоуль и в 1847 г. Г.Грин и Г.Гельмгольц, последний расширил границы применения этого закона, взяв для рассмотрения не только механическую и тепловую энергию, но и другие виды энергии);
1847	Дж. Герпат предложил рассматривать частички газа как упругие пары, постоянно перемещающиеся с большой скоростью по отрезкам прямых и сталкивающиеся друг с другом (модель идеального газа). Исходя из этого, он объяснял газовые законы, явления диффузии и распространения звука в газах, давление газа. В 1856 г. подобную модель построил А.Крениг.
1852	родился Хвольсон Орест, российский физик, автор (1892-1915) 4-х томного «Курса физики», в который вошло учение о газах (плотность газов, упругость газов, соприкосновение газов с газами, жидкостями и твердыми телами, основание кинетической теории, газы в состоянии движения).
1857	родился К.Э.Циолковский
1857	Разработка Р.Клаузиусом основ кинетической теории газов. В ее создании принимали участие Д.Бернулли (1738), Дж.Герпат (1847), Дж.Джоуль (1848), А.Крениг (1856), Дж.Максвелл (1859-66).
1867	Джеймс Максвелл показал статистическую природу второго начала термодинамики
1867	родилась Мария Склодовская
1877	Получение жидкого кислорода (Л.Кальете, Р.Пикте)
1887	полет Д.И.Менделеева на воздушном шаре для наблюдения солнечного затмения
1887	опубликована статья Л.Больцмана о соотношении между энергетикой и вероятностью термодинамического состояния
12 августа 1887	родился австрийский физик Эрвин Шрёдингер
1892	Дж.Дьюар изобрел сосуд для хранения жидкого кислорода
1897	родилась Ирэн Жолио-Кюри
1897	К.Браун сконструировал катодную трубку, в которой движением электронов управляло магнитное поле (электроннолучевая трубка)
29 апреля 1897	Дж.Дж.Томсон раскрыл природу катодных лучей
1907	ушел из жизни Д.И.Менделеев
1907	ушел из жизни Уильям Томсон лорд Кельвин
8 ноября 1922	родился лауреат Ленинской и Государственной премий СССР Меньшков Михаил Иванович, заместитель директора и главный инженер НИИ вакуумной техники им.С.А.Векшинского
20 октября 1937	ушел из жизни великий физик Эрнест Резерфорд
13 мая 1942	родился Владимир Александрович Джанибеков, летчик-космонавт СССР (1978), дважды Герой Советского Союза (1978, 1981). Генерал-майор авиации (1985). Командир корабля во всех пяти своих полетах.
1957	ушел из жизни американский химик и физик Ирвинг Ленгмюр, нобелевский лауреат
4 октября 1957	запущен первый искусственный спутник Земли
1957	Бардин, Купер и Шрифер объяснили явление сверхпроводимости

Восьмая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология»

С.Б. Нестеров, *В.А.Аляев, *А.В.Бурмистров, *М.Г. Фомина
РНТВО им. академика С.А.Векшинского, г.Москва
*** КНИТУ, Россия, Республика Татарстан, 420015, г. Казань, ул.К.Маркса, 68.**

Приведены итоги Восьмой Российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология».

S.B.Nesterov, V.A.Alyayev, A.V.Burmistrov, M.G.Fomina. The 8-th Russian student scientific technical conference „Vacuum equipment and technology“. Here the results of the 8- th Russian student scientific technical conference are given.

17-20 апреля 2017 г. в Казанском научно-исследовательском технологическом университете состоялась Восьмая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология». Конференция проходила под эгидой следующих организаций: Министерство образования и науки России: Федерального Государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», АО «Вакууммаш», Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского, Российского союза научных и инженерных общественных объединений.

Сопредседатели конференции: Дьяконов Г.С., ректор КНИТУ, Капустин Е.Н., генеральный директор АО «Вакууммаш», Нестеров С.Б., президент РНТВО им. академика С.А.Векшинского.

Члены Оргкомитета:

Аляев В.А., профессор, КНИТУ, Казань
Бурмистров А.В., профессор, КНИТУ, Казань
Демихов К.Е., профессор, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва
Панфилов Ю.В., профессор, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва
Панфилович К.Б., профессор, КНИТУ, Казань
Розанов Л.Н., профессор, СПбГПУ, Санкт-Петербург
Саксаганский Г.Л., профессор, НИИЭФА, Санкт-Петербург
Одинокое В.В., ОАО «НИИТМ», Москва.

Ответственный секретарь: Фомина М.Г., доцент, КНИТУ, Казань.

Пленарные доклады сделали ведущие специалисты России в области вакуумной техники и технологии:

- К.Е. Демихов, профессор, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва. Вклад МГТУ им. Н. Э. БАУМАНА в развитие отечественного инженерного образования.
- С.Б. Нестеров, Р.О. Кондратенко, А.И. Холопкин РНТВО им. С.А. Векшинского, Москва. Вакуумно-левитационная транспортная система.
- С.Б. Нестеров, президент РНТВО им. С.А. Векшинского. Российская вакуумная техника и технология.
- Ю.В. Панфилов, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва. Автоматизированная экспертная система в области вакуумных технологий.
- В.В. Одинокое, ОАО «НИИТМ». Повышение производительности вакуумного технологического оборудования.
- А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, В. А. Аляев, *Е.Н. Капустин, КНИТУ, Казань; * АО «Вакууммаш», Казань. Перспективы развития отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов.
- Е.Н. Капустин, А.С. Данилин, Ф.Д. Путиловский. АО «Вакууммаш», Казань. Диффузионные вакуумные насосы. Вчера. Сегодня. Завтра.

На конференции работали следующие секции:

- Секция 1. Физические явления и процессы в вакууме
- Секция 2. Средства получения вакуума и вакуумное оборудование
- Секция 3. Вакуумные установки и технологии

Конференция организована при поддержке: АО «Вакууммаш» (г.Казань), АО «Интек Аналитика» (г.Москва), «Оптимальный вакуум» (ООО «Оптивак») г.Санкт-Петербург, ООО «Терла» (г.Москва), ОАО «НИИТМ» (г.Москва), ЗАО «ФЕРРИ ВАТТ» (г.Казань).

Студенты КНИТУ (Казань), МГТУ им.Н.Э.Баумана (Москва), СГТУ им.Ю.А.Гагарина (Саратов), Поволжского ГТУ (Йошкар-Ола), Уфимского государственного авиационного технологического университета (Уфа) сделали 63 доклада.

Специалисты посетили производство и музей вакуумной техники АО «Вакууммаш» и лабораторию кафедры вакуумной техники электрофизических установок КНИТУ.

Лучшие доклады были отмечены премиями и призами.



Литература

1. Восьмая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», 17-20 апреля 2017 г. : Материалы конференции / М-во образ. и науки России, Казан. нац. исслед. технол. ун-т. – Казань : Изд-во КНИТУ, 2017. - 270 с.

Гимназия и гимназисты

С.А. Векшинский

Приведена вторая часть дневников академика С.А.Векшинского, посвященная студенческим годам, проведенным в г.Керчи. С.А.Векшинский – основатель электроламповой промышленности СССР. В 1945 г. написал свои воспоминания, посвященные обучению в керченской гимназии в период 1910-1914 гг.

S.A.Vekshinski.School and students. S.B. Nesterov. The second part of academician S.Vekshinski's diary is presented here. S.Vekshinski was the founder of the electrolamp industry in the USSR. In 1945 he wrote his reminiscences about his study in Kerch school in 1910-1914.

Каждое поколение, вероятно, считает свою эпоху неудачной, думает, что раньше было лучше и надеется, что в будущем потомки будут учиться и жить лучше своих предков. В гимназические годы мы, юноши, конечно были недовольны всеми порядками гимназии. Одни возмущались обязательностью преподавания закона Божьего и хождением в церковь, другие считали идиотизмом долбежку пять раз в неделю латинских спряжений и переводов Тита Ливия, Цезаря и Цицерона. Любители литературы находили, что из нас готовят невежественных людей, т.к. новая и новейшая литература не только не изучалась, но запрещалась. Уроки правоведения, представлявшие собой сплошной фарс, не вызывали нашего негодования, так же как и всякие случайные свободные часы, вызванные болезнью того или иного преподавателя. Какой-либо общей и принципиальной оценки нашего учебного быта у нас не было. Все мы, до самых выпускных экзаменов оставались детьми, более или менее возмужавшими, более или менее испорченными, сравнительно неплохо развитыми, но далекими от какой-либо идейности, целостного миропонимания, установившегося воззрения на смысл и цели жизни.

При всех явных и надуманных недостатках гимназия имела несомненно одну хорошую сторону: нас систематически учили, приучали к ответственности и требовали постоянной работы над собой. Я не знаю, много ли вреда, например, мне принесло изучение и заучивание катехизиса. Что оно злило меня и раздражало – это верно. Но быть может, именно то, что меня все же заставляли хорошо делать противное и неинтересное дело – имело большее воспитательное значение, чем безответственное слушание уроков правоведения. Второе – это дисциплина, распространявшаяся на наше поведение в классе, на улице, дома, в общественных местах. При всем том эта дисциплина не была гнетущей, унижительной. Все знали нормы поведения, всем в одинаковой мере было ясно, что можно и чего нельзя, где проходит граница приличного. Прописная мораль не лезла из всех щелей, не вдалбливалась, не пропагандировалась трафаретными, примитивными, лубочными приемами. Она была, но ее преподавали корректно, тонко, ее не навязывали.

Готовили ли из нас полезных людей? Нет, нам только солидно давали возможность узнать обо всем ровно столько, чтобы самостоятельно выбрать себе будущее поприще и открыть возможность готовить себя к нему. Для тех же, кто этого не мог или не хотел сделать, гимназия давала ровно столько, чтобы пользуясь плодами ученья, покинувший ее стены воспитанник мог прокормить себя и семью на казенных хлебах или заработках второстепенных служащих частных предприятий. Какой-либо подсказки или агитации в пользу той или другой науки, выбора той или иной профессии со стороны преподавателей абсолютно не было.

Состав учеников нашего класса был довольно разношерстный. Тут были и дети из рабочих семей, и крупных торговцев и мелких коммерсантов, врачей и чиновников. Класс, несмотря на эту пестроту состава, был очень дружен, спаян той славной спайкой, которая исключает возможность расчленения этого юного общества на черную и белую кость. Не все мы бывали друг у друга, но все мы встречались тесной гурьбой на Воронцовском или Приморском бульваре, шатались маленькими группами по запретным местам – бильярдным или шашлычням, вместе готовились к экзаменам и письменным работам, дружно подсказывали на уроках. О фискальстве, доносах и т.п. подлостях не было и помину. При всем том класс наш до самого выпуска оставался оранжереей, в которой не чувствовалось никакого дуновения

социальных течений и политических бурь. Даже самые развитые и начитанные из нас, такие как Шенгели или Зарецкий, мне кажется, были далеки, даже накануне выпускных экзаменов, от того, чтобы ясно знать и понимать сущность событий 1905-1908 годов. Если они и знали больше остальных, то знали пассивно, без идей и стремлений к борьбе, переустройству, революционному действию. Если у Шенгели, а за ним следом у Коли Петрова, появлялись порой «философические» настроения и стремления «отрицать» и «попирать», то вряд ли это в какой-либо мере являлось отзвуком и перепевом больших мировых социальных симфоний. Скорее это были метания и юношеские искания в областях куда как более отвлеченных.

Класс хорошо знал своих сотоварищей. Мы были разные, но мы гордились тем, что среди нас есть и такой инфантильный балбес как Петька Боровский, чуть ли не с 6 класса состоявший в любовниках у дочки черного попа, и философ, поэт, футурист Ерка Шенгели, и длинноносый Файнгерш, изучивший латынь не хуже Шкорпила, и молодцеватый глупыш Женька Кустовский, прятавший кривизну ног под необъятными клёшами. И даже два брата Пашуры, состоявшие кадилыщиками в причте нашей церкви, чувствовали теплоту дружеских отношений к ним всего класса. Джигит, дикарь Сашка Страшевский, казак и гимнаст, мирно уживался с «жидом» Обершмуклером, устраивая ему периодические погромы, оставался неизменным его приятелем и спутником на прогулках. У большинства из нас, естественно, уже завязывались юношеские романы, приводившие временами к столкновениям юных самцов. Но и этот «амурный» вопрос не перерастал в драмы или трагедии. Очень скоро определялись «пары», все в классе (да, пожалуй, и во всем городе) знали, кто с кем ведет любовную игру. Знали также и про все разрывы, «чайники» и готовящиеся охлаждения. Если это волновало, то не надолго. Под теплым южным небом покинутый или покинутая вновь скоро обретали «радость и счастье любви»; роман завязывался, равновесие восстанавливалось. Все эти события проходили как часть общей жизни класса, отнюдь не скатываясь до пошлого или скабрёзного судачения. Все мы знали, что у такого-то из наших товарищей «серьезный» роман с такой-то, а у такого-то простая игровая шалость с такой-то. И то, и другое допускалось, не третировалось и не оскорблялось. Я бы сказал, что до самого выпуска из гимназии наши отношения с подругами нашей юности оставались в огромном большинстве светлой, чистой ребяческой любовью, флиртом, иногда не лишенным первых проблесков эротизма. Вместе с тем мы были хорошими друзьями наших подруг: нередко мальчики писали сочинения своим симпатиям или, по их просьбам, другим ученицам; решали задачи, иногда материально помогали тем из них, у кого средств не хватало на учебу или на жизнь.

С наступлением весенних дней компании разной численности и состава частенько отправлялись на далекие прогулки. Причины для этих прогулок бывали различнейшие: то Ерка Шенгели затеет поход в крепость, не дойдя до которой все юное общество, устав от ходьбы, усаживалось на первом холмике и поедало всю наличную провизию, после чего, прослушав изрядную порцию декламаций Шенгели, отправлялись обратно в город. То Сашка Добров назначит очередной полет свой на самодельном планере, и десятки товарищей и их подруг топают в Буланак, дружно там тянут веревку для подъема – взлета холстяно-деревянного сооружения Сашки и потом, убрав обломки планера после очередной катастрофы, к вечеру приплетутся домой, усталые и радостные.

Кроме этих компаний случайного состава существовали и другие, постоянные. В гимназии содержались два хороших вельбота, команды которых (по 14 человек на каждую посудину) строго подчинялись своим капитанам, регулярно выходили в море на прогулки и тренировки выполняли все хлопотные работы по ремонту и поддержанию в порядке своих судов. Гимназическое начальство поддерживало эти команды и, в отличие от всех прочих, членам команд предписывалось являться на плавание не в гимназической форме, а в морских рубашках-блузах с полосатым тельником. В этом наряде разрешалось ходить по городу, гулять на бульваре. Само собой, эта маленькая вольность щекотала самолюбие некоторых «моряков», вызывала зависть у франтов, не принадлежавших к касте «капитанов».

Прогулки морских команд всегда были строго холостыми. Если и приглашались гимназистки, то только для катания невдалеке от приморского бульвара, на виду у гуляющей публики. Настоящие же прогулки занимали сутки- двое, сопровождалась всеми прелестями робинзоновских приключений плюс изрядные порции провизии и красного вина.

Одна из таких прогулок до мелочей врезалась мне в память. В одну из суббот команда погрузила запас провианта и отбыла на скалы, что торчат изолированно от берега между Брянским заводом и Еникале. Это было одно из очень милых мест, группа глыб твердого известняка, изъеденного и изрытого волнами, торчала примерно в полутора километрах от берега, и кроме нас, никем не посещалась. Прелесть этих скал заключалась в том, что в них было множество пещер, пещерок и тоннелей, частью наполненных чистейшим бархатным песком, частью уходящих в воду или образующих большие сквозные сводчатые протоки под скалами. Верхушка одной из скал, причудливо изъеденная волнами и ветрами, посредине имела просторную и глубокую выемку, дно которой устилал тот же чудесный бархатный песок, а каменные стены этой своеобразной залы поросли травой, кустарниками и низкорослыми деревцами. Вместимость этого приюта была вполне достаточна для полного состава одной команды. Здесь же помещался и грубо сложенный очаг или жертвенник, как мы его называли, на котором неизменно жарились шашлыки и бесконечные яичницы со шкварками. Я не помню, чтобы наше меню заключало бы в себе какое-либо отступление от этих традиционных горячих блюд. Иногда, правда, привозились «с суши» баклажаны, картошка и еще что-то, но из стряпни этих затейливых блюд ни разу ничего не получалось и они уходили на откорм бычков.

Так вот, в одну из поездок на скалы, команда по каким-то причинам была в неполном составе. Не хватало Женьки Кустовского, Доброва и еще кого-то. Провиант был привезен не весь, вина – на двое суток. Погода стояла серая, ветреная. Скоро начал накрапывать дождь. На скалах стало сыро и неудобно. Большинство из нас забило в пещерки, а на ночь вельбот загнали в тоннель под скалу и команда спала, ежась от холода и сырости. Правда, в пещерах было сухо и тепло, но это не то, что спать под открытым небом в «зале» или на банках в шлюпке. Настроение у всех было серенькое, шутки не вызывали ответных, прогулка явно не удалась. Наутро решили вернуться в Керчь. Огромный запас неиспользованного провианта был оставлен здесь до следующего приезда. Сырые яйца, которых оставалось более сотни, аккуратно зарыли в песок одной из пещерок, бутылки с вином частью спущены в воду, частью также зарыты в песок пещер. Вельбот отчалил, сделал традиционные «весла на валец» и пошел в Керчь. К полудню, мокрые и недовольные, мы были уже в городе, и, сделав обычную уборку шлюпки, разбрелись по домам.

Следующий поход на скалы состоялся только через две недели. Не помню уж, какие причины вызвали такую отсрочку. Но на этот раз команда была вся в сборе. Продуктов и дров для жертвенника было взято вдвое больше, погода стояла чудесная, и за воскресеньем шел какой-то праздничный день или, быть может, уже кончались экзамены и мы не были связаны учебным расписанием. Только ехали мы на этот раз более чем на два дня. Настроение у команды было отличное, молодость хлестала через край.

Наши скалы оказались еще приветливей, еще лучше: зелень разрослась, в «зале» цвели стенные цветы и даже какая-то пичуга устроила себе гнездо здесь. Уже через десять минут после прибытия скалы наполнились шумной возней. Часть команды купалась, часть жарила яичницу, пара голых готтентотов удила бычков, я фотографировал с разных мест это становище дикарей. Через час готовы были шашлыки, откупоренакоповский бурдюк и коричневая, голая ватага с шумом, тостами, песнями, смехом заполнила чавканьем и чоканьем весь зал. После полудня все уже были достаточно сыты и пьяны. В зале стало слишком жарко. Солнце нас могло испечь в этой безветренной каменной воронке. Команда помаленьку расплзлась: кто купаться, кто в пещеры – на прохладный песочек. К двум часам скалы были тихи и безлюдны и только храп, вырывающийся из лазов пещер, говорил о том, что в недрах их покоятся наши brave мореходы. Мне пришлось в эти часы быть вахтенным, почему я и не мог разделить сладкой доли моих товарищей. Солнце меня палило нещадно, и эти два часа вахты казались нескончаемыми. Да и спать хотелось здорово и от жары, и от вина, и от того, что поход наш начался в 4 часа утра и, следовательно, выспаться ночью не хватило времени.

Вахта моя подходила к концу, когда тишина и мирный сон скал были нарушены происшествием, совершенно необычным в нашей «морской практике».

По неписаным законам нашей команды, наш морской лексикон не включал крепких морских выражений. Одному капитану предоставлено было право в крайнем случае отпускать порцию ободряющих слов повышенного давления. Команда же, обычно, держалась языка, допустимого и в семейной обстановке. Наш капитан, Ванька Зееберг, не злоупотребляя своими

исключительными литературными правами и уж если отпускал по чьему-нибудь адресу крепкое словцо, то делал это так негромко, что только провинившийся догадывался, да и то больше по капитанской мимике губ и глаз, что морские правила нарушены и ему, виновнику, отпущена порция соленого.

А тут вдруг во время моей вахты из одной пещерной дыры началось целое извержение такой просолёной матерщины, что в первую минуту я даже опешил от неожиданности. Все, что было загнано внутрь каждого из нас дисциплиной и воспитанием, спрятано куда-то между печенью и желчным пузырем, теперь вдруг выхлестнуло наружу и расплескалось в бесконечных переливах и перезвонах здорового, многоэтажного, раскатистого российского морского мата.

И прежде чем я успел осуществить свои права вахтенного и заткнуть фонтан красноречия разбушевавшегося моряка из бурлящего матом кратера, вылезло нечто, что никак нельзя было признать ни за человека, ни за члена нашей команды, ни тем более за Женьку Кустовского. Этот четвероногий пегий комок слипшегося песка, перемешанного с матросской блузой, покрытый желтыми подпалинами, утыканный в разных местах яичной скорлупой, явно имел на одной паре конечностей нечто бывшее белыми брюками, залепленными в разных местах пятачками и заплатами из разноцветной клейкой массы. Я мог заметить только, что яичная скорлупа была одним из основных ингредиентов в составе этого странного существа и распределялась более или менее равномерно как в волосах головы, так и на тех местах, которыми четвероногие садятся, ложатся, чешутся.

Команда была разбужена и приняла живейшее участие в выяснении всех причин и следствий необычного происшествия. Все выяснилось очень скоро. Женя Кустовский забрался спать в ту самую одноместную пещеру, где были захоронены в песке наши яичные запасы, оставшиеся от прошлой неудачной поездки на скалы. Гоголь-моголь, который он устроил из 115 яиц в узкой пещерке, явился вполне удовлетворительным цементом для морского песка, его матросского костюма, волос и яичной скорлупы.

Отмывали и отстирывали мы его и Женьку до самого заката. И еще в полночь, вахтенный, сидевший у жертвенника, слышал, как то в том, то в другом уголке скалы дремавшие моряки вдруг прыскали со смеху и в полголоса в сотый раз рассказывали друг другу отдельные сценки из сегодняшней яичницы.

Перед отплытием в Керчь команда решила ничего никому не рассказывать об этом происшествии. Я много раз встречал керчан, знавших всю нашу команду, но ни разу не слышал и намека на Женькин гоголь-моголь.

Материал любезно предоставлен родственницей С.А.Векшинского – Н.С.Золотениной и подготовлен к публикации президентом РНТВО им.С.А.Векшинского С.Б.Нестеровым.

ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ

АО «Интек Аналитика»



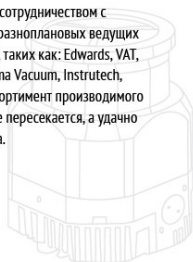
АО «Интек Аналитика» является ведущей компанией на российском рынке по поставкам вакуумного и криогенного оборудования, оказывающая своим заказчикам полный комплекс сопутствующих услуг.

Все грани вакуума

Вакуумное и криогенное оборудование

Отдел вакуумного и криогенного оборудования работает с заказчиками, занимающимися научной работой, и отвечает за большой спектр вопросов: от помощи в оснащении разнотипных лабораторий, до решения совершенно новых, впервые возникающих в проектных институтах задач при разработке разнообразных установок.

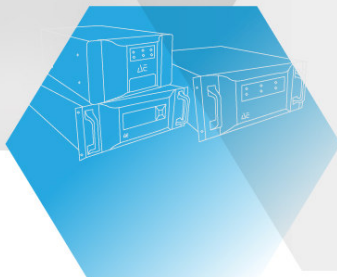
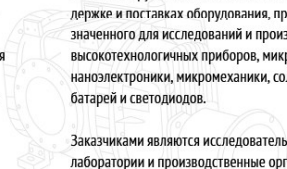
Мы гордимся нашим сотрудничеством с более чем десятком разноплановых ведущих западных партнеров, таких как: Edwards, VAT, HSR, Sumitomo, Gamma Vacuum, Instrutech, VACOM. При этом ассортимент производимого ими оборудования не пересекается, а удачно дополняет друг друга.



Промышленное вакуумное оборудование

Отдел промышленного вакуумного оборудования предлагает современные решения в области проектирования вакуумных систем для любых отраслей промышленности. Заказчиками данного направления являются металлургические и химические заводы, предприятия нефтяной и нефтехимической отрасли и другие.

Развивая собственную сервисную базу, мы научились лучше понимать требования наших заказчиков, получили большой опыт в расчете и проектировании технологических вакуумных систем. Мы первыми в России реализовали технологию «сухого вакуумирования», которая сейчас является основным трендом во многих отраслях промышленности России.



Оборудование полупроводниковой промышленности

Отдел полупроводниковой промышленности специализируется в технологической поддержке и поставках оборудования, предназначенного для исследований и производства высокотехнологичных приборов, микро и нанозлектроники, микромеханики, солнечных батарей и светодиодов.

Заказчиками являются исследовательские лаборатории и производственные организации, работающие в области гибридной микроэлектроники, солнечной энергетики, производства светодиодов, нанесения покрытий и обработки изделий в вакууме, полупроводниковой промышленности.

Другим важным направлением отдела является производство, поставка и комплектация оборудования для имитации космического пространства.



Сервисное обслуживание и ремонт

Компания «Интек Аналитика» оказывает поддержку своим клиентам, обеспечивает гарантию на все поставленное оборудование, проводит послегарантийное обслуживание и ремонт вакуумных насосов, датчиков, компрессоров, установок, теческателей и пр.

Команда профессионалов осуществляет обслуживание и ремонт следующего оборудования:

- Вакуумных насосов и датчиков компании Edwards,
- Вакуумных насосов Leybold, Pfeifer, Alcatel, Adixen,
- Поршневых компрессоров Josef Mehrer,
- Воздуходувок Lutos и Hibon,
- Теческателей Vic,
- Вакуумных печей Ipsen, Nabertherm, BMI и других марок

и другого вакуумного оборудования.

Интек является авторизованным сервисным центром Edwards (Authorized service partner).

При покупке у нас любого оборудования вы можете заказать его шеф-монтаж и пусконаладку.

Инжиниринговые возможности

Компания Интек Аналитика была основана почти 10 лет назад и начала свою деятельность как импортер зарубежного вакуумного оборудования на российский рынок. Теперь инжиниринговые возможности нашей компании позволяют нам братья за сложные проекты по созданию новых и модернизации существующих вакуумных систем.

Задачи, которые могут быть решены нашими специалистами можно классифицировать следующим образом:

- Разработка новых вакуумных систем. Одно из распространенных решений – готовые двух- и трехступенчатые откачные системы.
- Модернизация существующих вакуумных систем.
- Создание систем автоматического управления компонентами вакуумных установок.
- Сертифицированное сервисное обслуживание, гарантийный и постгарантийный ремонт вакуумных систем.
- Поставка расходных и сопутствующих материалов.
- Контроль герметичности (услуга теческаниния).



8 (800) 200-24-80
info@intech-group.ru
intech-group.ru



САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (головной офис)

197374, Санкт-Петербург, ул. Оптиков,
д.4, корп. 2, лит.А, оф. 209
+7 (812) 493-24-80, +7 (812) 493-24-81
Факс: +7 (812) 493-24-82 (автомат)

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (склад)

196084, Санкт-Петербург,
Лиговский проспект, д.260, корп.4
+7 (812) 242-12-01

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (сервисный участок)

197376, Санкт-Петербург,
ул. Профессора Попова, д. 38,
территория завода «Ригель»
+7 (812) 493-24-80 доб. 4
Факс: +7 (812) 493-24-82 (автомат)

МОСКВА

107045, Москва, Ащеулов пер., д. 9, оф. 1
+7 (495) 725-24-80
Телефон/факс: +7 (495) 236-01-63,
+7 (495) 607-41-20

НОВОСИБИРСК

630007, Новосибирск,
ул. Коммунистическая,
д.35, корп. 3, офис 13а
Телефон/факс: +7 (383) 328-13-67

ЗЕЛЕНГРАД

124498, Москва, Зеленоград,
проезд № 4922, дом 4, строение 5
+7 (495) 725-24-80
Телефон/факс: +7 (495) 236-01-63

КИЕВ

02660, г. Киев, ул. М.Расковой, 11, оф. 905
+38 (044) 569-84-85
Факс: +38 (044) 569-85-86

Новые технологии в зарубежной вакуумной технике

Д.М.Степашков, В.С.Феофанов, Т.А.Алексеенок
ООО «МИЛЛАБ»
Москва, Дмитровское ш., д. 100, стр. 2
e-mail: vf@millab.ru

Статья посвящена обзору новых и усовершенствованных вакуумных технологий, касающихся создания вакуума и герметичности вакуумных систем. Особое внимание уделяется оборудованию для создания высокого и сверхвысокого вакуума.

Представлены последние разработки европейских заводов-изготовителей: Agilent Technologies (бывши й Varian), Vacuubrand, EVAC.

New technologies in foreign vacuum equipment. D.M.Stepashkov, V.S.Feofanov, T.A.Alekseenok. This article provides an overview of new vacuum technology related to the creation of vacuum and tightness of vacuum systems. Equipment for the creation of high and ultra-high vacuum is more specifically considered.

This article presents new developments of European brands - Agilent Technologies, Vacuubrand, EVAC.

На сегодняшний день турбомолекулярные вакуумные насосы (ТМН) стали незаменимым источником для создания безмасляного высокого вакуума, как для научных, так и для промышленных применений. Поскольку серийное производство ТМН относится к достаточно сложному прецизионному приборостроению, количество мировых производителей данного оборудования ограничено. Одним из таких производителей со своей научно-исследовательской базой является интернациональная компания *Agilent Technologies Vacuum Product Division* (до 2010г., *Varian*) с главным офисом в г. Турин (Италия). Номенклатура ТМН выпускаемых Agilent включает в себя как небольшие насосы с малой и средней производительностью (от 50 л/с), так и ТМН с большой производительностью (до 2200 л/с). В последние годы Компания *Agilent Technologies* много инвестировала в программу создания новых ТМН по техническим характеристикам превосходящих ранее выпускаемые аналоги. Новый модельный ряд ТМН *Agilent Technologies* получил название *TwisTorr* и *Технология FS*. Данные насосы стали одними из самых устойчивых ТМН с механическим подвесом среди аналогов, наиболее стойкие к жестким технико-эксплуатационным условиям.



Рис. 1. TwisTorr 304 FS $1 \cdot 10^{-10}$ мбар, 250 л/с (N_2).

Примерами новых серийно выпускаемых ТМН в которых реализованы новые технологии являются TwisTorr 84 FS и TwisTorr 304 FS (с соответствующими производительностями 70 и 250 л/с) выпущенные компанией в 2012 - 2015 годах. В настоящий момент ведется работа по созданию ТМН серии TwisTorr FS с большей производительностью. Запатентованная технология TwisTorr заключается, главным образом, в особой конструкции молекулярная ступень спиральной формы с переменным углом загиба спиралей, обеспечивающих беспрецедентное сжатие лёгких газов и возможность работать при высоком форвакуумном давлении.

Керамические подшипники с консистентной смазкой расположены в форвакуумной области и исключают даже потенциальное попадание углеводородов в откачиваемый объём. Такая конструкция обеспечивает длительный период работы до планового обслуживания, а также позволяет размещать насос в любом положении.

Вершиной технологических разработок, применённых в насосе, является система плавающей подвески FS (*Технология FS*). Ротор и статор соединяются через специальную полимерную демпфирующую вставку. Эта вставка позволяет компенсировать как осевые, так и боковые колебания вращающегося ротора при старте, торможении и прорывах атмосферы, что значительно продлевает ресурс подшипников турбомолекулярного насоса.



Рис. 2. Спиральный насос IDP-10, 0,02 мбар 10,2 м³/ч.

В работах по совершенствованию форвакуумного оборудования, в частности спиральных насосов нового поколения, важной тенденцией в конструкторских разработках стал переход к системам с повышенной надёжностью, увеличенным ресурсом работы и простым сервисом. Производители стремятся снизить такие показатели как потребление энергии, уровень шума и вибрации, габаритные размеры, свести к нулю или уменьшить генерацию частиц из насоса.

Примером такой всесторонней оптимизации насос 4-го поколения, который совмещает в себе все последние достижения в области разработки насосов спирального типа. Новая технология производства торцевых уплотнений позволяет увеличить интервал межсервисного обслуживания до 22000 часов. Одноступенчатая конструкция позволяет проводить замену расходных материалов за минимальное время (20 мин). Инновационный запатентованный изолирующий клапан соленоидно-механической конструкции позволяет полностью защитить откачиваемую систему от прорыва атмосферы при отключении электропитания, особенно это важно в системах с ТМН. В конструкции насоса использованы технологии снижения вибрации. На сегодняшний день это самый тихий в Мире (50дБ) насос в серии спиральных насосов с производительностью 12-15 м³/ч.

Безмасляные мембранные насосы немецкой компании Vacuubrand дополняют линейку форвакуумных насосов Agilent. Мембранные насосы Vacuubrand представлены в двух версиях: стандартной и химически стойкой. Последняя позволяет производить откачку агрессивных газов и паров без использования криоловушек.

Отличным решением в качестве форвакуумного насоса будет мембранный насос Vacuubrand с технологией Vario. Насосы Vario – это насосы с инверторным двигателем. Скорость электродвигателя может меняться в зависимости от газовой нагрузки и требуемого вакуума, что делает их особенно удобными в качестве насоса предварительного разрежения. Запатентованная система TURBO-MODE, разработанная специально для этой задачи, позволяет оптимизировать процесс откачки.



Рис. 3. Мембранный насос MV 2 NT VARIO; 0,3 мбар 3,3 м³/ч.

Для сверхвысоковакуумных применений компания Agilent Technologies представила новый ионный насос VIP 200 производительностью 200 л/с. Благодаря оптимизированному распределению магнитного поля и новому дизайну, VIP-200 является наиболее компактным насосом в своем классе. VIP 200 достигает пика производительности в диапазоне давлений 10^{-8} мбар, в то время как обычные ионные насосы находятся на пике при более высоких давлениях (10^{-6} мбар). Среди аналогов насос обладает лучшей скоростью откачки азота и аргона. Благодаря новой технологии отжига диодов значительно уменьшилась скорость утечки водорода и увеличилась скорость откачки. Отжиг проводится при температуре 450 °С. Новый дизайн обогревателя обеспечивает высокую температурную эффективность и равномерное распределение тепла. Новый дизайн элементов: анодов, керамических изоляторов. Все диоды, включая StarCell, полностью заменяемы.

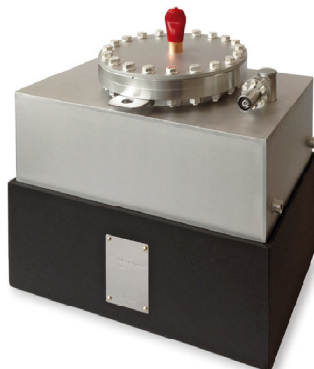


Рис. 4. Ионный насос VIP 200 10^{-11} мбар 200 л/с.

В 2015 году компания Agilent Technologies выпустила обновленные версии гелиевых течеискателей **VS MD15+**, **VS BD15+**, **VS MD30+** и **VS BD30+**. Теперь все безмасляные течеискатели снабжены комбинированной системой насосов, в которой совмещены спиральный и мембранный насосы. Такая комбинация позволяет создавать более высокий уровень сжатия газов. При использовании системы насосов существенно снижается обратный поток гелия с выхлопа насосной системы, тем самым уменьшая фон до минимального значения.

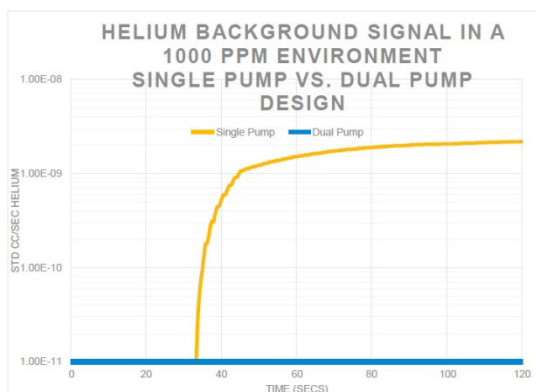


Рис. 5. Обратный поток гелия. Один насос (жёлтая линия), система насосов (синяя линия).

Также преимуществом новых течеискателей является ускоренное восстановление после нахождения большой течи. Как видно из рис.5, намного быстрее происходит регенерация атмосферы системы при использовании течеискателя, в котором применяется система из двух насосов.

Очень часто течеискатели применяются там, где дополнительный шум нежелателен. Тихая работа оборудования означает, что не нужно будет обеспечивать дополнительную шумозащиту в помещении или просить работников носить защитные наушники. Уровень шума VS MD30+ всего 60 дБ.

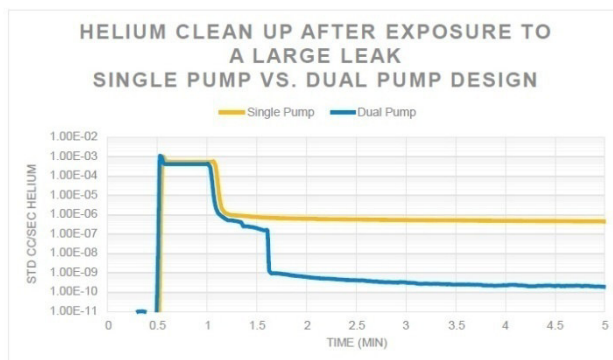


Рис. 6. Скорость очистки после обнаружения большой течи. Один насос (жёлтая линия), система насосов (синяя линия).

Еще одним трендом в развитии вакуумных технологий, в особенности в химических приложениях, является создание и усовершенствование хим. стойких вакуумных насосов.

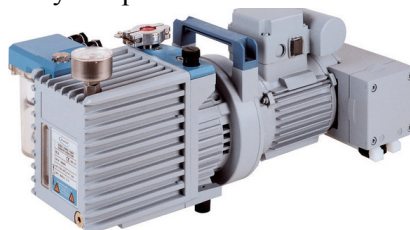


Рис. 7. Насос RC 6 HYBRID 0,002 мбар 5,9 м³/ч.

Задачу создания низкого вакуума (до 0,6 мбар) в условиях агрессивной химии выполняют химстойкие мембранные насосы. Однако в химической лабораторной практике часто требуется откачка коррозионных газов и паров до уровня среднего вакуума (порядка 10⁻³ мбар). Специально для этой задачи, компанией Vacuubrand был разработан химический гибридный вакуумный насос RC 6 HYBRID (Vacuubrand). Насос представляет собой комбинацию пластинчато-роторного (маслоуплотненного) и мембранного насоса. Мембранная ступень поддерживает под постоянным разрежением масляную ванну насоса, удаляя пары растворителей из масла и значительно снижая концентрацию кислорода и коррозионных газов в насосе. Благодаря этому повышается химическая стойкость, а необходимость смены масла снижается в 10 раз.

Рассматривая новинки вакуумной техники, стоит обратить внимание на инновации в вопросе герметизации вакуумных соединений. Швейцарская компания EVAC предлагает хомуты и фланцы новой конструкции. Звеньевая конструкция хомута позволяет наиболее равномерное аксиальное сжатие 2 соединяемых фланца и добиться этим максимальной герметизации. Звеньевые хомуты такой конструкции рассчитаны для фланцев от DN 10 до DN 2000.



Рис. 8. Металлический хомут KF.

Для установок, работающих под сверхвысоким вакуумом (порядка 10^{-11} мбар) или применяемых в крио-приложениях (температура порядка 1К), разработаны новые сверхвысоковакуумные фланцы CeFix, изготовленные из стали SUS 316L. Специальные уплотнения для этих фланцев (в зависимости от задач: Cu, Ni, Al, Al/Ag) являются многоразовыми (в отличие от CFF) и могут быть использованы несколько раз.

Компания EVACодин из немногих мировых производителей стеклянной и кварцевой вакуумной арматуры (включая оптически чистые материалы). Данная арматура может использоваться в плазменной и ускорительной технике в качестве изоляторов и т.д.

Синергия брендов компании МИЛЛАБ позволяет предлагать не только стандартные решения, но и создавать индивидуальные откачные системы в зависимости от задачи заказчика, включая разные уровни автоматизации.

Компания МИЛЛАБ является официальным дистрибьютером европейских производителей вакуумной техники: Agilent Technologies, Vacuubrand, EVAC. Более десяти лет МИЛЛАБ работает с клиентами, пользующимися вакуумным оборудованием, и знает о проблемах и потребностях в вакуумных решениях для лабораторий и предприятий. Благодаря европейским партнерам и накопленному опыту, МИЛЛАБ предлагает оптимальные решения для задач различной сложности.

Компания Agilent Technologies Inc (бывш. VarianInc) является мировым лидером в области производства вакуумного оборудования. Номенклатура Agilent включает в себя оборудование для создания вакуума во всех диапазонах: от грубого до сверхвысокого, а также средства измерения и контроля создаваемого разрежения.

ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ»

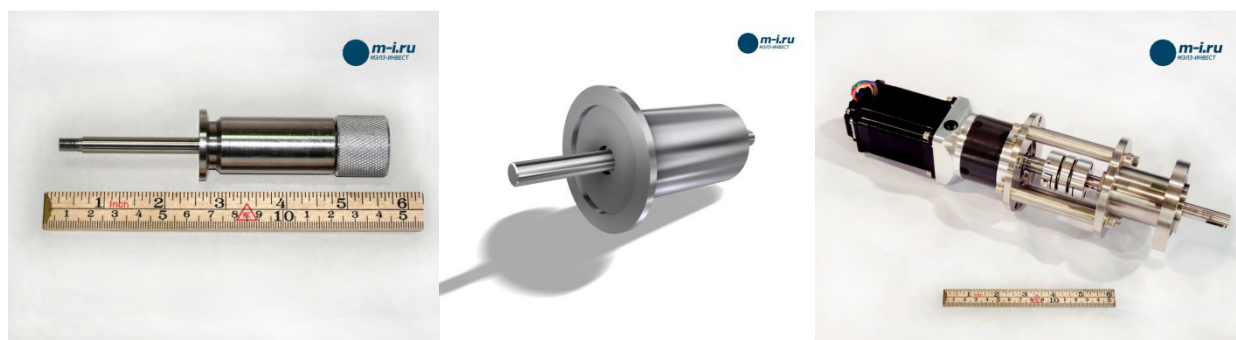
ЗАО «МЭЛЗ-ИНВЕСТ» выполняет проектирование, изготовление, сборку и запуск вакуумного технологического оборудования.

Успешно выполненные проекты:

1. Модернизация установки ННВ-6И с заменой системой откачки и расширением технологических методов. Заказчик: МГУ им. Н.П. Огарева, г. Саранск.
2. Разработка семейства установок откачки и заполнения газами изделий специального назначения ГОРН. Заказчик: РФЯЦ – ВНИИЭФ, г. Саров.
3. Разработка установки электронной лучевой сварки, плавки и резки стекла и керамики. Заказчик: МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.
4. Разработка установки металлизации керамических подложек методом пароструйного осаждения.



Мы разрабатываем и производим вакуумные вводы вращения с манжетным и магнитожидкостным уплотнением. Наши вводы вращения являются оригинальной разработкой и изготавливаются в России с использованием импортных комплектующих (подшипники, уплотнительные элементы). Это позволяет обеспечить минимальную цену и короткие сроки поставки. Разработаны стандартные решения для основных типоразмеров вакуумных фланцев.



Возможно изготовление вакуумных вводов с нестандартными фланцами по вашим чертежам. Для стандартных позиций изменение исполнений хвостовиков валов выполняется без изменения стоимости готового ввода вращения.

Более подробная информация на сайте <https://www.m-i.ru>

Применение метода магнетронного нанесения для металлизации LTCC-керамики

П.О. Предтеченский, Л.Л. Колесник

*Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана,
105005, Москва, 2-я Бауманская улица, д. 5, стр. 1*

e-mail: kolesnik@bmstu.ru

В работе представлены результаты исследования возможности применения методов тонкопленочных технологий для формирования токопроводящих дорожек на многослойных коммутационных платах, изготавливаемых на основе низкотемпературной керамики.

The application of the method of magnetron sputtering for metallization of LTCC-ceramics. P.O.Predtechenskiy, L.L.Kolesnik. The paper presents the results of a study of the feasibility of using thin-film technology to form conductive tracks on multi-layer commutation boards manufactured on the basis of low-temperature ceramics.

Low Temperature Compound Ceramic (LTCC) – это технология производства многослойных коммутационных плат с использованием специальных металлических паст. В отличие от традиционных способов изготовления плат на основе алюмооксидной керамики, в LTCC используется керамика с добавлением специальных стекол и органических добавок, что позволяет проводить обжиг на более низких температурах и существенно облегчает процесс изготовления. На данный момент вся керамика, обжигаемая при температуре менее 1000 °С, называется низкотемпературной, а в англоязычной литературе LTCC.

Благодаря своим отличным физическим свойствам, LTCC-керамика в настоящее время широко применяется в изготовлении ВЧ- и СВЧ-приборов, Wi-Fi и Bluetooth модулей мобильных телефонов, элементов радиолокационных радаров военной техники.

Для производства проводящих слоев в LTCC-структурах используются металлизационные пасты на основе серебра и золота с применением толстопленочной технологии. Использование таких паст ведет к появлению брака в токопроводящих дорожках.

При использовании высокотемпературной керамики одним из способов снижения брака является замена толстопленочной технологии формирования проводящих покрытий на тонкопленочную. Целью данной работы явилось изучение возможности использования тонкопленочной технологии при производстве коммутационных дорожек на подложках низкотемпературной керамики.

Был проведен анализ возможных браков при использовании этих технологий с целью выявления их преимуществ и недостатков. Результат этого анализа представлен в таблице 1.

Таблица 2 – Анализ видов брака токопроводящего покрытия, полученного по толстопленочной и тонкопленочной технологии [1]

Вид брака	Толстопленочные технологии	Тонкопленочные технологии
Загрязнения	+++++	+++++
Просветы керамики	++++	+
Отслаивание	++++	++
Трещины	++++	+
Царапины	++++	+
Непокрытые участки по кромкам или фаскам	+++	+
Вздутия	++	-
Комки	++	-
Посторонние включения	+++	+

Вероятность появления брака представлена количеством знаков «плюс» в соответствующей графе таблицы. Знак «минус» означает невозможность появления данного вида брака при используемой технологии.

Очевидно, что тонкопленочная технология позволяет существенно снизить вероятность брака при формировании покрытий. Использование тонкопленочной технологии позволит уменьшить количество бракованных изделий и увеличить коэффициент выхода годных.

В качестве метода получения проводящих слоев предлагается использовать магнетронное распыление с горячим катодом. Магнетронное нанесение покрытий имеет несколько важных преимуществ по сравнению с технологией металлизационных паст: простота реализации, регулируемая скорость осаждения, однородность получаемых пленок по толщине и структуре, повторяемость режимов нанесения покрытий [2].

Для проведения экспериментов по металлизации низкотемпературной керамики использовалась кафедральная лабораторная установка, внешний вид которой представлен на рис.1.

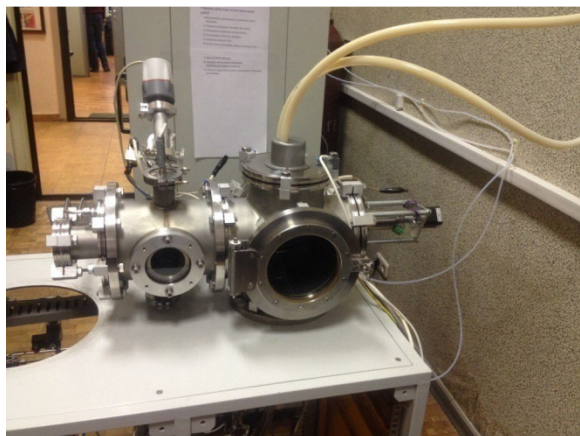


Рис.3. Внешний вид лабораторной установки для нанесения покрытий методом магнетронного распыления.

При выборе материала покрытия важно учитывать его коэффициент температурного расширения. Для исключения отслаивания покрытия от подложки при циклах нагрева-охлаждения он должен быть близким по значению к аналогичному показателю материала подложки. При формировании многослойных коммутационных плат на основе низкотемпературной керамики для формирования слоев проводят отжиг, при котором керамическая паста спекается, поэтому также важно, чтобы температура плавления материала дорожки была выше температуры отжига.

Несмотря на то, что титан не является лидером по электропроводности, он широко применяется в качестве адгезионного подслоя под токопроводящие слои. Токопроводящие слои формируют в таком случае из меди или драгоценных металлов. Коэффициент температурного расширения титана наиболее близок к коэффициенту температурного расширения алюмооксидной керамики, а температура плавления превышает предполагаемую температуру отжига низкотемпературной керамики.

В рамках эксперимента планировалось сформировать адгезионный подслоя титана, провести обжиг керамики, нанести проводящий слой из меди, а затем исследовать проводящие дорожки на предмет разрывов и величину сопротивления. Для проведения экспериментов был изготовлен шаблон из медной фольги, внешний вид которого представлен на рис. 2.



Рис. 4. Внешний вид шаблона, использовавшегося для нанесения проводящих дорожек.

Перед проведением экспериментов на ЛТСС-керамике, первоначально была проведена серия экспериментов по нанесению покрытий на подложки из алюмооксидной керамики. Целью экспериментов явилась проверка качества используемого шаблона и определения параметров режимов нанесения. Внешний вид дорожек, полученных на образце алюмооксидной керамики, представлен на рис. 3.



Рис. 5. Внешний вид тестовых проводящих дорожек, полученных на алюмооксидной керамике.

В ходе экспериментов было установлено, что для получения качественной дорожки важно обеспечивать качественное прилегание маски-шаблона, а так же были установлены параметры режимов нанесения, при которых получаемые пленки обладают однородной структурой и хорошей адгезией к подложке. Рекомендуемые параметры режимов нанесения представлены в таблице 2.

Таблица 3 –Параметры режимов нанесения пленок титана.

Материал	Ti
Ток, А	0,45-0,6
Напряжение, В	600-800
Мощность, Вт	350-420
Давление, Па	4-5

Используя полученные режимы, были проведены эксперименты по нанесению проводящих слоев на ЛТСС-керамике. Для закрепления шаблона с подложкой на подложкодержателе использовались металлические зажимы. В процессе нанесения из-за теплового излучения от горячего катода температура в камере начала расти, что привело к началу процесса обжига керамики и изменению ее структуры. Материал подложки начал размягчаться и под действием магнитов металлические зажимы начали притягиваться к мишени магнетрона, изгибая подложку. Через 200 секунд после начала нанесения между металлическими зажимами и мишенью магнетрона произошел физический контакт, что привело к короткому замыканию на блоке питания магнетрона, потуханию разряда и остановке распыления материала. Эксперимент был прерван, температура внутри камеры начала снижаться, что снова привело к структурным изменениям керамической подложки. Вследствие

воздействия цикла нагрев-охлаждение подложка начала трескаться и разрушаться. Внешний вид подложки из LTCC-керамики после разрушения представлен на рис. 4.

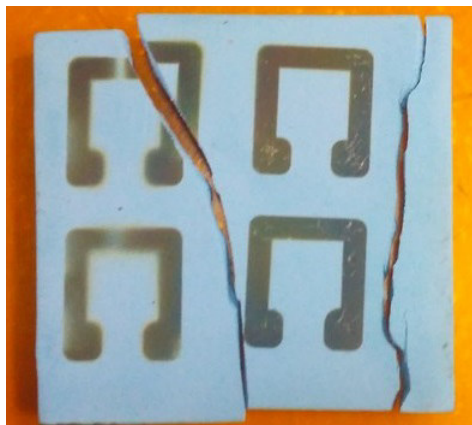


Рис. 6. Внешний вид подложки из LTCC-керамики, разрушенной в результате воздействия цикла нагрев-охлаждение.

Исследования полученных дорожек показало, что их сопротивление бесконечно, дорожки имеют разрывы и малую толщину. Это обусловлено тем, что из-за разрушения подложки нанесение проводилось в течение более короткого промежутка времени, чем требуется для формирования сплошного покрытия. Как результат в проводящих дорожках имеются непокрытые участки, препятствующие прохождению тока. Нанесение токопроводящего покрытия поверх адгезионного подслоя на разрушенной подложке не представляется возможным.

По результатам проведенных исследований можно сделать вывод, что метод магнетронного распыления может применяться для получения проводящих слоев на низкотемпературной керамике с учетом следующих ограничений:

1. Материал покрытий необходимо подбирать не только с учетом согласования коэффициентов теплового расширения с аналогичными показателями подложки, но и с учетом температуры плавления наносимого материала. Для проведения последующего отжига необходимо, чтобы температура плавления наносимого материала была выше температуры отжига керамики.
2. Система закрепления шаблонов должна обеспечивать полное его прилегание к поверхности керамической подложки и исключать возможность ее (подложки) деформации.
3. Для исключения влияния температуры технологической среды в камере на структуру низкотемпературной керамики необходимо учитывать режим обжига керамики и препятствовать преждевременному изменению ее структуры. Целесообразно использовать охлаждение самой подложки либо использовать методы нанесения с холодным катодом.

Литература

4. Колесник Л.Л., Жулева Т.С., Предтеченский П.О., Мьо Чжо Хлаинг, Зао Пхо Аунг
Отработка технологии металлизации алюмооксидной керамики для элементов электровакуумных приборов и устройств силовой электроники // Вакуумная техника и технологии – 2017: Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. / под. Ред. д-ра техн. наук А.А. Лисенкова. – Спб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. с. 208-210.
5. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by P.M. Martin. - 3rd ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. ISBN 978-0-8155-2031-3

ПОЗДРАВЛЯЕМ ЮБИЛЯРА

Нестерову Сергею Борисовичу 60 лет



Нестеров Сергей Борисович, родился 11.08.1957 г. в г. Киселевске Кемеровской области, в семье горного инженера. В 1974 г. окончил среднюю школу № 1 (ныне лицей № 1 имени академика Н.А. Доллежала) г.Подольска Московской области. В 1980 г. окончил с отличием Московский энергетический институт (МЭИ) по специальности «Криогенная техника» (инженер-криофизик). Награжден знаком ЦК ВЛКСМ и Министерства высшего и среднего специального образования СССР «За отличную учебу» (1979).

В 1978 - 2004 гг. работал в МЭИ (механик, старший механик, инженер, аспирант, ассистент, доцент, профессор). С 1994 по 2004 гг. работал первым заместителем заведующего кафедрой низких температур МЭИ на правах заведующего кафедрой. В 2004 – 2014 гг. профессор-внешний совместитель в МЭИ. Читал курсы лекций: «Основы нанотехнологии», «Криовакуумная техника», «Криостатирование энергетических систем», «Методы расчета сложных вакуумных систем». В 1985 г. защитил в МЭИ диссертацию на соискание ученой степени к.т. н. «Исследование взаимодействия газа с поверхностью твердого тела (криосорбция гелия)», в 2000 г. - диссертацию на соискание ученой степени д. т. н. «Криосорбция изотопов гелия: физические особенности и практические приложения». В 2002 г. утвержден в звании профессора по кафедре низких температур. Был членом специализированного диссертационного совета МЭИ.

С 2001 г. заместитель директора по научной работе (по совместительству) Государственного НИИ вакуумной техники им. С.А. Векшинского (с 2002 г. ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского»). С 2004 г. заместитель директора по научной работе ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского». С 2013 г. заместитель генерального директора по научной работе ОАО «НИИВТ им. С.А.Векшинского».

С 2017 г. – советник генерального директора АО «Вакууммаш» - флагмана отечественного вакуумного машиностроения.

Профессор – внешний совместитель кафедры МТ-11 («Электронные технологии в машиностроении») МГТУ им. Н.Э. Баумана с 2008 г. Читал курсы лекций: «Вакуумная и плазменная электроника», «Физико-химические основы нанотехнологии».

Председатель и сопредседатель оргкомитетов конференций «Вакуумная техника, материалы и технология» (Москва), «Вакуумная наука и техника» (Судак), «Вакуумная техника и технология» (Санкт-Петербург), «Вакуумная техника и технология» для молодых ученых (Казань), член оргкомитета конференции «Высокие технологии в промышленности России» (Москва). В период 2004 – 2014 гг. выступил с 12 пленарными докладами на международной студенческой школе-семинаре «Новые информационные технологии» по перспективным направлениям развития науки и техники (Крым, Судак).

Председатель комиссии по защите магистерских работ в МАИ. В течение ряда лет работал председателем комиссии по защите дипломных проектов в НИЯУ «МИФИ».

Член специализированных ученых советов МГТУ им. Н.Э.Баумана, МАИ и Казанского научно-исследовательского технологического университета, член редколлегий журналов «Вакуумная техника и технология», «Химическое и нефтегазовое машиностроение», «Наноинженерия» и «Наукоемкие технологии».

Член комиссии Минпромторга РФ (эксперт по вакуумной технике) по отнесению промышленной продукции отрасли нефтегазового машиностроения к промышленной продукции, не имеющей аналогов, произведенных в Российской Федерации.

Результаты научных работ представил более чем на 250 научных форумах, как в России, так и за рубежом – в США, Европе, Японии. Прочитал в МЭИ и МГТУ им. Н.Э.Баумана более 1500 лекций.

Ознакомился с опытом работы ведущих мировых фирм, специализирующихся в области вакуумной и криогенной техники: IPC Lancaster (США), APD Cryogenics (Аллентаун, США), Японское космическое агентство (Цукуба, Япония), Leybold Vacuum GmbH (Кёльн, Германия), HSR (Лихтенштейн), VAT (Швейцария), Edwards (Лутин, Брно, Чехия).

Создал инновационно ориентированную систему непрерывного профессионального образования специалистов высшей квалификации в области вакуумной науки, техники и технологии. Жизнеспособность и эффективность системы подтверждается высокими научными достижениями членов учебно-научной группы, представители которой стали лауреатами многих международных и отечественных конкурсов и грантов. Три человека стали лауреатами Государственной премии Российской Федерации для молодых ученых, четыре – награждены медалями РАН для молодых ученых, четыре – премией в области энергетики и смежных наук РАН и РАО «ЕЭС России», пять - медалями Министерства образования РФ. Подготовил 10 кандидатов наук.

С 2010 г. работал директором научно-образовательного центра «Нанотехнологии в СВЧ полупроводниковой электронике» при «НИИВТ им. С.А. Векшинского» с участием Института сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН и Московского государственного института радиотехники, электроники и автоматики.

Член комиссии института холода в Париже (2000), действительный член Международной академии холода (2003), РАЕН (2010), Академии метрологии (2016), Академии проблем качества (2017), заместитель председателя Совета Российского научно-технического вакуумного общества (2002), Президент Российского научно-технического вакуумного общества имени академика С.А. Векшинского (2015), член координационного совета Российского Союза научных и инженерных общественных объединений (2015), представитель России в международном вакуумном союзе IUVSTA, научный руководитель музея вакуумной техники (более 500 экспонатов). Музей ежегодно посещает более 200 студентов институтов, техникумов, колледжей и школьников Москвы.

Список работ в области вакуумной науки, техники и технологии, криогенной техники, нанотехнологии включает более 860 наименований, в том числе 10 монографий, 20 книг и брошюр и 19 объектов интеллектуальной собственности (патенты, программы для ЭВМ, базы данных).

Опубликовал 50 материалов, посвященных научному наследию и исторической памяти М.В.Ломоносова, Д.И.Менделеева, К.Э.Циолковского, С.А.Векшинского. Стал инициатором установления мемориальной доски в г. Пскове на доме, в котором родился С.А. Векшинский (2014), появления на карте Москвы улицы Академика Векшинского (2016), установление памятников в г.Клину и с.Спас-Угол Талдомского района, посвященных полету Д.И.Менделеева на воздушном шаре в 1887 г. Сделал все возможное для сохранения музея вакуумной техники и личной библиотеки С.А. Векшинского.

В 2005 г. стал автором идеи, инициатором, организатором, координатором, руководителем деловой программы ежегодной международной специализированной выставки вакуумного оборудования «VacuumTechExpo». За 12 лет проведения выставки в ее мероприятиях приняли участие представители более 350 фирм и организаций из 21 страны мира. Выставку ежегодно посещают около 3000 человек. В 2010 г. в рамках выставки стал инициатором, организатором и председателем жюри ежегодного конкурса «Лучший

инновационный продукт в сфере высоких технологий». Призами конкурса отмечены 67 лучших продуктов. Сформулировал девиз «Вакуумная техника, криогенная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий». Этому девизу отвечает область научных интересов: новые технологии формирования тонких пленок и методики их исследования; вакуумные технологии и технологическое оборудование; криогенная и криовакуумная техника; нанотехнология и биотехнология; вакуумные технологии и аэрокосмический комплекс; вакуумные левитационные транспортные системы.

Основные итоги научной деятельности

Стоял у истоков создания в МЭИ новых научных направлений: «Криовакуумная техника» (совместно с профессором Крюковым А.П.), «Износостойкость энергетического оборудования» (совместно с профессором Рыженковым В.А.) и «Нанотехнология». В 2001 г. впервые в МЭИ прочитан курс «Основы нанотехнологии».

Выполнены систематические экспериментальные исследования процесса криосорбции изотопов гелия на криослоях отвердевших газов. В рамках контракта РКА-NASA исследованы особенности фазового перехода при криосорбции изотопов гелия вблизи лямбда-точки. Создана база данных по криосорбции изотопов гелия на криослоях, включающая собственные экспериментальные данные и данные других авторов.

Разработаны научные основы процесса создания промышленных систем селективной откачки смесей газов.

На базе представлений о применении метода пробной частицы для анализа сложных вакуумных систем впервые создан единый, универсальный модульный алгоритм, имеющий неограниченные возможности расширения и дополнения и позволяющий проводить анализ сложных вакуумных систем с учетом одновременного размещения в моделируемой структуре множественных распределенных источников и стоков газа различных типов, непрекращающегося процесса напуска газа в систему, наличие сильных температурных перекосов и нестационарности протекающих в анализируемой системе процессов, а также взаимного влияния этих факторов друг на друга.

Выполнен комплекс экспериментальных исследований в области создания малогабаритных высокоэффективных генераторов тепловой энергии в электро-каталитических ячейках.

Разработана технология изготовления термоэлектрических материалов из субмикронных и нанопорошков сплавов теллурида висмута для высокоэффективных твердотельных преобразователей энергии.

Разработана бесперебойная технология получения вакуумплотной корундовой керамики для нужд радиоэлектроники.

Показана принципиальная возможность создания преобразователя энергии на базе вакуумных туннельных диодов.

Выполнены работы по созданию нанокompозитных материалов на основе синтетических и природных полимеров и органических производных фуллерена C₆₀ для электронной техники (совместно с профессором Елинсон В.М.).

Разработаны научные подходы к инженерии поверхности сорбентов (угли, геттеры, криослои), трековых мембран и пленок.

Разработаны подходы к созданию комплексных систем для отработки и испытаний космических аппаратов, в том числе, выполнены работы по: расчету и конструированию криоэкранов испытательных стендов; взаимодействию высокоскоростных свободномолекулярных потоков газа с гладкими и шероховатыми поверхностями; контролю герметичности изделий космической отрасли; анализу молекулярных потоков с учетом газовой выделенности поверхностей.

Выполнены работы по созданию аппаратуры для криохирургии и криотерапии, которая прошла технические и клинические испытания и рекомендована к применению в медицинской практике и промышленному производству.

Выполнен цикл работ по созданию научных основ вакуумно-левитационных транспортных систем.

Основные итоги общественной деятельности

В период работы в МЭИ был членом бюро ВЛКСМ, секретарем партийного бюро, секретарем партийного комитета энергофизического факультета.

Был активным участником стройотрядовского движения. Более двух с половиной лет провел суммарно в составе ССО «Саяны – 76», «Селигер – 76», «Шушенское-77», «Малино – 77», «Москва – 78», «Лефортово – 78», «Москва-79», «Минусинск – 80, 81, 82, 83» (главный инженер, командир факультетского отряда), «КАТЭК – 85» (главный инженер зонального отряда), «Ленинск (Байконур) – 86» (научный руководитель студенческого научно-производственного отряда).

Член Союза писателей России (2008). Член Совета Союза краеведов России (2013). Член редакционного совета журнала «Юный краевед». Почетный краевед Ряжского района (2007). Член общества исследователей Ряжского края им.В.И.Гаретовского. В 1997 г. в результате тайного голосования был избран старостой, затем представителем местного самоуправления села Поливанова Подольского района Московской области. В 2002 году организовал музей «Русская усадьба в Поливанове» и был его научным руководителем. Лично провел около 100 экскурсий. Музей посетили более 7000 человек. Более половины их них дети.

Список работ в области краеведения, культурологии, страноведения, этнографии, литературоведения включает 315 наименований.

За профессиональную деятельность награжден медалью «В память 850-летия Москвы» (1997), почетным знаком МЭИ (2000), знаком Министерства образования РФ «За развитие научно-исследовательской работы студентов» (2004), знаком Министерства промышленности и энергетики РФ с присвоением звания «Почетный радист РФ» (2007), премией С.А.Векшинского (2003), знаком «Ветеран труда МЭИ» (2004), медалью С.А. Векшинского (2007), медалью «За высокие инновационные достижения» (2008), медалью «50 лет Московской городской организации ВОИР» (2008), медалью «50 лет космонавтике» (2011), медалью В.И. Вернадского (2011), медалью «300 лет М.В.Ломоносову» (2012), дипломом имени Ю.А. Гагарина Центра подготовки космонавтов им. Ю.А. Гагарина за большой вклад в развитие отечественной вакуумной и криогенной техники (2008), благодарностью Министра образования и науки РФ соискателям Премии Правительства РФ в области образования (2006), грамотой Союза машиностроителей России за большой вклад в развитие отечественного машиностроения (2013), почетным призом группы компаний ITE «За плодотворное сотрудничество в организации Международной выставки вакуумного оборудования «ВакуумТехЭкспо» (2015), памятной медалью Русского технического общества «150 лет РТО» (2016), настольной Золотой медалью им. В.Г.Шухова (2017).

Общественная деятельность отмечена следующими наградами: знаком «За заслуги перед Подольским районом» III степени (2006), знаком «Староста Подольского района» (1997), медалью В.И. Гаретовского II степени (2008), I степени (2012), медалью «За выдающийся вклад в отечественную культуру» (2009), медалью «А.С. Грибоедов. 1794 – 1829» (2009), медалью «55 лет Московской городской писательской организации» (2009), медалью «60 лет Московской городской писательской организации» (2014), наградным знаком Союза писателей России (2014), юбилейной медалью Русской Православной Церкви «В память 200-летия победы в Отечественной войне 1812 г.» (2012), памятной медалью «В память о 200-летию Бородинского сражения» (2012), крестом Общественного Совета по содействию Государственной комиссии по подготовке к празднованию 200-летия победы в Отечественной войне 1812 года (2013), медалью «За развитие местного самоуправления» (2016), знаком «За заслуги перед Подольском» 2-й степени - 2017. Лауреат премии Губернатора Московской области «Наше Подмосковье» за 2014 год. Дипломант Московской областной губернаторской литературной премии им. М.М.Пришвина за 2014 год. Лауреат премии Администрации г.Подольска «За вклад в создание благоприятной культурной среды в г.Подольске» (2015).

Коллеги, друзья, ученики Сергея Борисовича сердечно поздравляют юбиляра и желают ему здоровья и всяческих успехов в его многогранной деятельности на благо науки и культуры России.

ПАМЯТЬ

Самойлович Михаил Исаакович

В июле 2017 года ушел из жизни доктор физико-математических наук, профессор, лауреат Государственных премий СССР и РФ Самойлович Михаил Исаакович – известный ученый, прекрасный человек, верный друг, участник многих конференций «Вакуумная наука и техника».



М.И. Самойлович оставил богатое научное наследие в области синтеза искусственных кристаллов, определения понятия метаматериалов и исследования их свойств, фундаментальных исследований структурных характеристик и нанокристаллического состояния вещества, основоположник нового научного направления по созданию фотонных кристаллов и нанокомпозитов на основе синтетического опала, руководитель многих кандидатских и докторских диссертаций, автор сотен научных публикаций в нашей стране и за рубежом.

Научно-организационная деятельность М.И. Самойловича состояла в организации и проведении Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России (материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники)» и Международного симпозиума «Тонкие пленки в электронике», которые поочередно проходили в ОАО ЦНИТИ «Техномаш» и МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Михаил Исаакович всегда был душой компании, очень доброжелательным, но и очень принципиальным человеком, не терпел дилетантства и фальши в научной работе, очень ценил дружеские отношения между коллегами. Мы всегда будем его помнить.

А.Ф. Белянин, Ю.В. Панфилов, В.М. Елинсон, С.Б. Нестеров

Евлампиев Анатолий Ильич

01 июня 2017 года на 88 году жизни скончался кандидат технических наук, бывший начальник лаборатории «Течеискание и вакуумные измерения» (далее - лаборатория течеискания), ветеран НИИВТ им. С.А. Векшинского **Евлампиев Анатолий Ильич**.



А.И. Евлампиев известный ученый в области методов и средств неразрушающего контроля (НК), крупный специалист по проблемам техники течеискания, разработчик галогенного метода контроля герметичности разнотипных вакууммируемых и газонаполненных систем и изделий, разработчик нескольких моделей галогенного течеискателя, включая и методику их промышленного применения, а также средств калибровки (калибровочная течь «Галот»). Разработки А.И. Евлампиева нашли широкое применение в самых различных отраслях народного хозяйства, в том числе в атомной промышленности, в приборостроении, в энергетике, в холодильной технике и др.

А.И. Евлампиев автор и соавтор 32-х опубликованных работ, 6-и свидетельств на изобретения, 2 учебных пособий, сборника методических рекомендаций, ОСТ 11 0808-90 «Неразрушающий контроль. Методы течеискания».

Под руководством А.И. Евлампиева и в ряде случаев при непосредственном его личном участии в течение многих лет (с 1977 по 1995 гг.) в лаборатории течеискания НИИВТ им. С.А. Векшинского проводились работы по следующим направлениям:

– усовершенствование существующих масс-спектрометрических и галогенных течеискателей создание и внедрение в серийное производство новых моделей течеискательной аппаратуры с улучшенными техническими и эргономическими характеристиками;

– разработка и внедрение в серийное производство принципиально нового прибора – электроннозахватного течеискателя;

– оценка характеристик различных методов течеискания (масс-спектрометрического, галогенного, электрозахватного и пузырькового) в замкнутых оболочках малогабаритных изделий электронной техники;

– создание автоматизированных высокопроизводительных установок контроля герметичности малогабаритных изделий с замкнутыми оболочками (ИЭТ) с потоками от течей – 10^{-10} м³·Па/с ... 10^{-3} м³·Па/с;

– изучение поведения течей под воздействием атмосферной влаги в различных условиях;

– метрологическое обеспечение техники течеискания: разработка и метрологическая аттестация в качестве образцового средства измерения второго разряда диффузионных гелиевых течей «Гелит» для промышленной калибровки;

– разработка разногазовых калиброванных течей диффузионного типа с новым проницаемым элементом, способных воспроизводить потоки гелия, аргона и водорода в широком диапазоне величин;

– теоретическая оценка чувствительности контроля герметичности, исходя из условий перетекания пробного газа в малых каналах.

Признанием значимости работ А.И. Евлампиева в области НК явилось присвоение ему в 1989 году звания старшего научного сотрудника по специальности «Оборудование производства электронной техники» и награждение в 1991 года знаком «Почетный работник электронной промышленности».

С 1996 по 2002 год А.И.Евлампиев работал в ФГУП им. Н.Л. Духова в должности ведущего научного сотрудника. В данный период при его непосредственном участии были разработаны и выпущены около десятка методических документов и инструкций по контролю приборов специального назначения. За безупречную работу в институте ему неоднократно объявлялись благодарности.

Трудовые заслуги А.И. Евлампиева перед Родиной как труженика тыла в годы войны постановлением правительства отмечены присвоением ему звания ветеран Великой Отечественной Войны и медалью «За доблестный труд в Великой Отечественной Войне 1941-1945гг.». Кроме того, в мирное время он был удостоин рядом правительственных наград - медалями «В память 800-летия Москвы» и «В память 850-летия Москвы», за долголетний добросовестный труд медаль «Ветеран труда», юбилейными медалями - «50 лет Победы в Великой Отечественной Войне», «70 лет Победы в Великой Отечественной Войне» и «За доблестный труд и в ознаменование 100-летия со дня рождения Владимира Ильича Ленина».

А.И. Евлампиев свою профессиональную деятельность успешно совмещал с общественно полезной работой в московском городском Совете депутатов трудящихся созывов 1973-1975 гг.

Анатолий Ильич был незаурядным человеком с обширным кругом интересов. Как истинный любитель музыки, он глубоко чувствовал классику, любил романсы русских композиторов. Живопись, литература, поэзия (он много знал стихов наизусть) - также входили в сферу его интересов. Увлекался спортом, предпочитая с особым интересом среди прочих волейбол и футбол.

При общении с людьми Анатолий Ильич умел создавать сердечную и творческую атмосферу, объединяя вокруг себя коллег и друзей. Мы всегда ценили в нем его выдержанность, заботу о своих сотрудниках и друзьях, душевность, готовность откликнуться на просьбы о помощи.

Анатолий Ильич навсегда останется в нашей памяти как большой ученый, добрый, спокойный и отзывчивый товарищ и друг.

Светлая память

От имени Российского Вакуумного общества выражаем искренние соболезнования родным и близким Анатолия Ильича

**Саксаганский Георгий Леонидович
(13.07.1936 – 13.08.2017)**



На 82 году жизни ушел от нас выдающийся ученый Саксаганский Георгий Леонидович. Его научные достижения в области вакуумной техники и проектирования электрофизических аппаратов широко известны научной общественности и производственникам.

Достигнутые выдающиеся научные достижения представлены в цельном комплекте монографий, которыми успешно пользуются не только в России, но за рубежом. Разработанные им научные подходы в области вакуумной техники стали классикой и являются тем фундаментом, на котором во многом развивается отечественная вакуумная техника. Именно благодаря этому стройному фундаменту родились многие молодые ученые, появились новые направления исследований.

Георгий Леонидович принимал самое активное участие в пропаганде научных знаний, что нашло отражение в многочисленных публикациях и изобретениях, чтении лекций, участии в работе научно-технических конференций и семинаров, в материалах по повышению квалификации инженерно-технических работников.

Георгий Леонидович относится к той категории ученых, которые были настолько сильно увлечены своими исследованиями и любили свою работу, что при любом общении с ним эта любовь проявлялась не только в выражениях, но и в движениях, эмоциях. С большим удовольствием воспринимались его образные слова во время докладов на научно-технических конференциях.

Речь Георгия Леонидовича была под стать его бурному темпераменту, она гипнотизировала, заставляла думать, потому что представляла собой яркий образец самой искренней заинтересованности в проведенных исследованиях. Великолепная быстрая реакция, живой ум и высочайший интеллект Георгия Леонидовича, простота в общении не оставляли никого равнодушным.

Он умел самым внимательным образом слушать собеседника, с уважением относился к мыслям коллег. Поражает его великолепное чутье нового в исследованиях других ученых и желание поддержать эти исследования, направить их в требуемое русло.

Георгий Леонидович был для нас примером отношения к своим детям и внукам.

Он любил путешествовать. При встречах рассказывал о крокодилах и черепахах, говорил, что хочет увидеть разные края и страны.

Георгий Леонидович навсегда останется в наших сердцах как великолепный человек с Большой Буквы и блестящий ученый.

В.А. Аляев, А.В.Бурмистров, Д.В.Быков, К.Е.Демихов, В.М.Елинсон, Г.Н.Иванова,
Г.Ф.Корепин, В.В.Кузьмин, С.Б.Нестеров, В.В.Одинокоев, Ю.В.Панфилов,
Л.Н.Розанов

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А		Дударева О.А.	263,266,279
Автаева С.В.	96	Е	
Акимов П.И.	293	Егоров В.К.	51
Акишин М.Ю.	193	Егоров Е.В.	51
Александров В.Ю.	293	Елинсон В.М.	255,268,274,282,287
Алексеев А.А.	33	Есаулов М.Н.	70
Алексеенок Т.А.	332	Ефимов В.Б.	110
Алтынов В.А.	220	Ж	
Аляев В.А.	152,324	Жировов Е.В.	243
Андреева Н.А.	70	Жуков Р.М.	197
Астахова Г.К.	70	З	
Асюнин В.И.	40	Завольский Н.А.	81
Аунг Тун Лин	117	Зао Пхо Аунг	176
Аунг Мьят Хейн	260	Зарвин А.Е.	90,96,100,105
Афанасьев М.С.	51	Зубков Н.П.	140
Б		Зубков П.Н.	140
Багдасарьян Н.Г.	230	И	
Багдасарян А.С.	297	Иванов В.В.	293
Базиненков А.М.	158	Иванова Г.Н.	314
Баклыков Д.А.	211	Иванова Д.А.	158
Беликов А.И.	202	Иванченко И.В.	303
Белоконев А.Н.	247	Израилов Е.К.	134
Беляева Е.В.	312,314,322	Иляков Е.В.	81,85
Белянин А.Ф.	297	К	
Борисов В.В.	297	Казенас Е.К.	70
Бурмистров А.В.	152,324	Калинин В.Н.	202
Бушин С.А.	113	Калынов Ю.К.	81
В		Каляда В.В.	90,96,100,105
Варгин А.Б.	260	Капитоненко А.И.	247
Васильев Д.Д.	187,193	Капустин А.Е.	29
Васильев Ю.К.	244	Капустин Е.Н.	29
Васильева Т.М.	260	Каракулов Р.А.	183
Вашин С.А.	36	Карпухин С.Д.	202
Веденеев В.В.	243	Карсакова М.Б.	303
Векшинский С.А.	326	Касимцев А.В.	140
Волченкова В.А.	70	Климова Н.Н.	36
Г		Кобзев В.А.	243
Газизова А.Р.	250	Колесник Л.Л.	171,176,179,338
Галкин С.С.	113	Кондратенко Р.О.	247
Гильман А.Б.	220	Копылов А.А.	117
Горобей В.Н.	131	Корепин Г.Ф.	36
Гришина И.П.	263,266	Корнеев А.В.	40
Громов А.В.	252	Коробейников А.А.	44
Гурвич Л.Г.	235	Коробейщиков Н.Г.	226
Д		Косарева К.С.	183
Давыдов С.Г.	40	Кочетков А.Ю.	240
Деулин Е.А.	122,147	Кочурова Е.В.	260
Дешева Е.А.	282	Кошик В.С.	230
Долгов А.Н.	40	Кравец Л.И.	220
Дубинин С.А.	211	Кудасова Е.О.	260
Дубровин К.А.	90	Кузькин В.И.	255,274,282

Кулагин И.С.	81,85	С	
Кулешова В.Л.	197	Саликеев С.И.	152
Куликов И.Н.	179	Самарцев А.С.	202
Куцкий Л.К.	243	Сарапулов С.А.	44
Л		Сидорова С.В.	171,211,215
Лемешко Б.Д.	44	Сильницкая О.А.	282
Ли И.П.	303	Смирнов В.А.	293
Ломунова Н.Ю.	314	Смоланов Н.А.	235
Лямин А.Н.	268,282,287	Спицын А.В.	140
Ляпин В.И.	252	Степашков Д.М.	332
Лясников В.Н.	263,266	Т	
Лясникова А.В.	263,266,279	Талызин Ю.В.	140
М		Тетерук Р.А.	128
Макеев И.В.	158	Товмаченко Д.К.	117
Малеванная Е.И.	193	Ф	
Мануилов В.Н.	81	Феофанов В.С.	332
Матанин А.Р.	187	Фомин Д.М.	131
Маркелова О.А.	263,266	Фомина М.Г.	324
Мельникова И.П.	279	Х	
Михайлов В.П.	117,122,147	Холопкин А.И.	247
Моисеев К.М.	187,193,211	Храмова А.А.	187
Мьо Мин Латт	176	Ц	
Мьо Чжо Хлаинг	176	Цветков Ю.В.	70,230
Мясников В.А.	260	Ч	
Н		Чернышенко А.А.	131
Налимов С.А.	297	Чиненов С.Т.	105
Наумова Н.О.	268	Чубаров О.Е.	243
Нейфельд Н.В.	252	Чудин В.Г.	293
Неклюдова М.В.	260	Ш	
Нестеров С.Б.	11,247,312,314,322	Шведов А.В.	287
	324	Шевлягина Н.В.	282
Николаев И.В.	226	Шевченко А.С.	81,85
О		Шешин Е.П.	293
Одинокое В.В.	162	Шкергина М.В.	235
П		Шубников А.В.	183
Панфилова Е.В.	197	Щ	
Панфилов Ю.В.	171,183,206,215	Щур П.А.	268
Петрунин С.В.	255,274	Я	
Потапов Ю.А.	293	Яковлева Т.С.	96
Предтеченский П.О.	338	Якубов Р.Х.	40
Пресняков Ю.К.	44	Якунчиков А.Н.	250
Провоторов М.В.	303	Якупов Р.Р.	152
Пронин М.А.	215	Яскин А.С.	90,100,105
Прохоров Е.П.	197	Яловнаров В.В.	252
Пшеничный А.А.	40		
Пью Ч.З.	202		
Р			
Райков А.А.	152		
Рассолова И.Б.	140		
Ребров А.К.	35		
Роенко М.А.	226		
Ротарь А.П.	158		
Рябов В.Т.	171		

**ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА
(СУДАК, 2017, 16 – 23 СЕНТЯБРЯ)**

Ответственный за выпуск
Г.Н. Иванова

Технический редактор
Е.В. Беляева

Российское научно-техническое вакуумное общество
им. академика С.А. Векшинского
РФ. Москва
www.vacuum.org.ru
e-mail: ivanova@vacuum.org.ru
Г.Н. Иванова

Подписано в печать 30.08.2017

Отпечатано в типографии ООО «Копиринг»
г.Москва. ул. Нагатинская, д.3А
e-mail: copyring@mail.ru, www.copyring.ru

усл.печ. листов: 21 Формат: А4
Тираж: 100 экз.