



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

Вакуумная наука и техника



Материалы

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

**Крым, Судак
2019, 16 – 21 сентября**

**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

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

Крым, Судак, 2019, 16 – 21 сентября

ББК 31.77
В 14
УДК 621.52

В 14 «Вакуумная наука и техника» Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2019 – 320 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
<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>	Заведующий кафедрой КНИТУ
<i>А.С. Багдасарян</i>	Консультант генерального директора ФГУП НИИР
<i>Е.В. Беляева</i>	Специалист по научно-технической информации РНТВО им. академика 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>	Проректор КНИТУ
<i>С.А. Бушин</i>	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
<i>Д.В. Быков</i>	Почетный Председатель Совета РНТВО
<i>И.А. Вершинина</i>	Директор выставки вакуумного оборудования ВакуумТехЭкспо 2019
<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>С.П. Друкаренко</i>	Первый вице-президент Международного союза научных и инженерных общественных объединений
<i>В.М. Елинсон</i>	Профессор НИУ «МАИ»
<i>А.Е. Зарвин</i>	Заведующий отделом прикладной физики НГУ
<i>Г.Н. Иванова</i>	Секретарь РНТВО им. академика С.А. Векшинского
<i>В.Н. Ильин</i>	Главный технолог НПП «ГИКОМ»
<i>В.И. Капустин</i>	Профессор МИРЭА
<i>Е.Н. Капустин</i>	Генеральный директор АО «ВАКУУММАШ»
<i>Л.Л. Колесник</i>	Ученый секретарь РНТВО им. академика С.А. Векшинского
<i>М.А. Колесник</i>	Ответственный секретарь конференции
<i>И.П. Ли</i>	Директор НТЦ ОАО «Плутон»
<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>А.С. Слепокуров</i>	Президент научно-технического союза Крыма
<i>Ю.В. Цветков</i>	Академик
<i>Е.П. Шешин</i>	Профессор МФТИ

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», Казань, Республика Татарстан
АО «Криогенмонтаж», Москва
АО «НИИВТ им. С.А. Векшинского», Москва
АО «НТК «Криогенная техника», Омск
АО «НПО им.С.А.Лавочкина», г. Химки, Московская область
АО «Плутон», Москва
ВЭИ – филиал РФЯЦ ФГУП ВНИИТФ им. Забабахина Е.И., Москва
ГБУЗ МО «МОНИКИ им. М.Ф.Владимирского», Москва
ГБУЗ МО Одинцовская Районная больница №2, г.Одинцово, Московская обл.
ДГУ, Махачкала
ЗАО «Интек Аналитика», Санкт-Петербург
Институт биоорганической химии им. академиков М.М.Шемякина и Ю.А.Овчинникова, Москва
Институт Проблем Машиноведения РАН, Санкт-Петербург
Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва
Институт физики твердого тела РАН, г.Черноголовка, Московская область
МПУ, Москва
МГТУ им. Н.Э.Баумана (НИУ), Москва
МИРЭА-Российский технологический университет, Москва
Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва
Московский физико-технический институт, г.Долгопрудный, Московская область
НИУ ВШЭ, Москва
Новосибирский государственный университет, Новосибирск
НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи», Москва
ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», Москва, Зеленоград
ОАО ЦНИТИ «Техномаш», Москва
ООО «Сверхпроводниковые нанотехнологии», Москва
ООО «Электровакуумные технологии», Москва
ООО «ЭЛТОЧПРИБОР», Москва, Зеленоград
РНТВО им. С.А.Векшинского, Москва
СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург
ФГАОУ ВПО Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва
ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский ядерный университет» (МИФИ), Москва
ФГБОУ ВО «КНИТУ», Казань, Республика Татарстан
ФГБОУ ВО Первый МГМУ им. И.М. Сеченова Минздрава России, Москва
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», Санкт-Петербург
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», Москва
ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г.Снежинск

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	9
ПРИВЕТСТВИЯ.....	10
<i>Е.Н. Капустин.</i> Инновационное развитие Российского центра вакуумного машиностроения.....	11
СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ.....	16
<i>Е.К.Казенас, Ю.В.Цветков, Г.К.Астахова, В.А.Волченкова, О.А.Овчинникова, Н.А.Андреева, Т.Н.Пенкина, М.Н.Есаулов, Е.Е.Казенас.</i> Термодинамика испарения вольфраматов щелочных металлов в вакууме.....	16
<i>В.О.Ревазов, А.С.Каторов, В.П.Селезнев, А.И.Ядровский.</i> Миниатюрный искровой разрядник с оптическим управлением.....	24
<i>А.С.Каторов, В.О.Ревазов, В.П.Селезнев.</i> Время формирования тока в вакуумных разрядниках с оптическим управлением.....	29
<i>А.Н.Долгов, С.Г.Давыдов, А.В.Корнеев, Р.Х.Якубов.</i> Использование анода миниатюрного вакуумного искрового разрядника в качестве зонда Ленгмюра для исследования процесса коммутации.....	34
<i>А.Н.Долгов, С.Г.Давыдов, А.А.Козлов, В.О.Ревазов, Р.Х.Якубов.</i> Предельные возможности газового разрядника по времени коммутации при искровом поджиге.....	38
<i>В.Б.Ефимов, Л.П.Межов-Деглин, О.Г.Рыбченко.</i> Фазовые переходы в наноразмерных образцах.....	43
<i>А.Е.Зарвин, В.В.Каляда, В.Э.Художитков.</i> Результаты протонирования аргона в сверхзвуковой струе.....	48
СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА.....	53
<i>С Б Нестеров.</i> Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2019».....	53
<i>А.В.Бурмистров, А.А.Райков, С.И.Саликеев, Е.Н.Капустин, А.А.Исаев.</i> Разработка нового типоразмерного ряда ДВН типа Рутс.....	63
<i>А.М.Базиненков, В.П.Михайлов, А.П.Ротарь, Д.А.Иванова и А.В.Казаков.</i> Исследование вакуумных характеристик магнитореологических эластомеров и их использование в вакуумной технике.....	68
<i>У.С.Гордеева, К.Е.Демихов, А.А.Очков.</i> Разработка метода расчета основных параметров турбомолекулярного вакуумного насоса с комбинированной проточной частью.....	73
<i>Д.И.Сагдеев, М.Г.Фомина, В.А.Аляев, Ф.М.Гумеров, И.М.Абдулагатов.</i> Вязкость и плотность минеральных вакуумных масел.....	77
<i>И.А.Ефимов, Д.А.Иванова, А.П.Ротарь, А.М.Базиненков.</i> Исследование газовыделения магнитореологического эластомера.....	81
<i>Р.Э.Кувандыков, Р.А.Тетерук.</i> Разработка и исследования вакуумметров с чувствительными элементами, изготовленными по технологии МЭМС.....	85
<i>А.П.Ротарь, Д.А.Иванова, А.М.Базиненков.</i> Вакуумный актуатор на основе диэлектрического эластомера с кварцем в качестве наполнителя.....	92
<i>Д.М.Фомин.</i> Метрологическое обеспечение мер потока газа в вакууме.....	96

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	101
<i>В.В.Одинокоев, В.В.Панин. Модульный принцип построения вакуумных установок для микроэлектронных технологий.....</i>	101
<i>А.Ф.Белянин, А.С.Багдасарян, С.А.Налимов. Получение пьезоэлектрических пленок AlN реактивным ВЧ-магнетронным распылением.....</i>	108
<i>С.В.Сажнев, В.И.Князев, Ю.Б.Цветков. Контроллер для получения и управления газовой смесью в технологическом вакуумном оборудовании.....</i>	116
<i>В.Т.Рябов. Инструментальные средства программирования систем управления вакуумным технологическим оборудованием.....</i>	121
<i>А.В.Фомин, В.В.Иванов, Е.М.Филоненко. Особенности технологии изготовления тонкопленочных припойных покрытий Au(80)Sn(20).....</i>	125
<i>А.Д.Купцов, С.В.Сидорова. Проблемы метода ионно-плазменного распыления цветных металлов на установке УВН-1М.....</i>	130
<i>Я.Чжо, М.Лян, К.М.Моисеев, Л.Л.Колесник, Ю.В.Панфилов. Возможности электронно-лучевой установки «ЛУЧ» для размерной микрообработки стекла и керамических материалов.....</i>	135
<i>И.В.Михайлова, В.А.Мамонтова, С.Хыдырова, М.Ю.Акишин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев. Разработка узла с двумя источниками магнетронного распыления для формирования ультратонких покрытий WSi для SNSPD.....</i>	141
<i>Ю.Б. Цветков. Фотолитография с теневым экспонированием: состояние и перспективы... </i>	146
СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ.....	157
<i>Ю.В.Панфилов, И.А.Родионов, И.А.Рыжиков, А.С.Бабуринов, Д.О.Москалев, Е.С.Лотков. Осаждение сверхтонких пленок в вакууме для изделий нанoeлектроники.....</i>	157
<i>Р.М.Жуков, А.Р.Ибрагимов, Е.В.Панфилова. Получение фотонно-кристаллических пленок с учетом коагуляции коллоидной системы.....</i>	162
<i>Е.Н.Галаганова, Д.А.Сотников. Получение нанокompозитных структур при магнетронном осаждении материала на коллоидные пленки кремнезема и исследование их свойств.....</i>	167
<i>А.А.Исаева, С.В.Сидорова. Математическое моделирование геометрических и электрических характеристик островковых тонких пленок на начальных стадиях роста....</i>	172
<i>О.Г.Андреасян, С.В.Сидорова. Математическое моделирование электропроводности островковых тонкопленочных наноструктур.....</i>	177
<i>А.И.Беликов, Чжо Зин Пью, А.И.Семочкин. Исследование ультратонких пленок MoS₂, формируемых методом физического осаждения в вакууме.....</i>	179
<i>А.В.Редьков, С.А.Кукушкин. Теоретические аспекты роста многокомпонентных кристаллических тонкопленочных покрытий из газовой фазы.....</i>	184
<i>А.Е.Шабалин, А.А.Козин. Параметры газового разряда с горячей титановой мишенью в среде аргона.....</i>	187
<i>Д.А.Сотников, Л.Л.Колесник. Нанесение пленок нитрида титана для многослойных теплозащитных покрытий и исследование их свойств.....</i>	190
<i>Д.Д.Васильев, Е.И.Малеванная, К.М.Моисеев, А.В.Антипов, Ю.Б.Вахтомин, К.В.Смирнов. Влияние энергии осаждаемого материала на сверхпроводящие свойства пленки WSi.....</i>	193
<i>С.Хыдырова, М.Ю.Акишин, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев. Обеспечение равномерности толщины ультратонких пленок WSi при магнетронном распылении из двух источников... </i>	199

<i>А.В.Антипов, В.А.Селезнёв, Ю.Б.Вахтомин, П.В.Морозов, Е.И.Малеванная, Д.Д.Васильев, К.М.Моисеев, К.В.Смирнов.</i> Исследование WSi и NbN сверхпроводниковых однофотонных детекторов в ближнем инфракрасном диапазоне.....	206
<i>Л.Л. Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зау Пхо Аунг.</i> Исследование режимов формирования металлических покрытий на керамических подложках.....	211
<i>А.И.Беликов, В.Н.Калинин, А.В.Сиков.</i> Исследование влияния режимов вакуумного осаждения на скорость роста пленок MoS ₂	218
<i>А.И.Беликов, Чжо Зин Пьо, До Тхи Ньян, Аунг Линн.</i> Вакуумное нанесение и исследование методом АСМ ультратонких пленок MoS ₂	221
СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС.....	226
<i>С.Б.Нестеров, П.Г.Смирнов, А.А.Филатов.</i> Имитация «холодного» Солнца: моделирование теплопритоков к космическому аппарату при проведении термовакuumных испытаний.....	226
<i>А.Ю.Кочетков, А.Н.Зайцев, В.С.Неверов.</i> Опытная эксплуатация высоковакуумного турбомолекулярного насоса ВГТН-400 в составе вакуумной камеры ВК-16.....	230
<i>А.Ю.Кочетков.</i> Испытания посадочного аппарата в климатических условиях поверхности Марса в термовакuumной камере.....	233
<i>Е.В.Жировов, В.А.Кобзев, О.Е.Чубаров, А.М.Зверев, Ф.А.Феилов.</i> Технологические аспекты проведения ремонтно-восстановительных работ криогенных резервуаров типа РЦГ-250/0,6, установленных на объектах космической инфраструктуры России.....	236
<i>В.В.Яловнаров, В.М.Ильин.</i> Направления развития микроохладителей Гиффорда - МакМагона и вакуумных криогенных насосов.....	239
СЕКЦИЯ 6. БИМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ.....	244
<i>Т.М.Васильева, Е.О.Кудасова, Е.В.Кочурова, Р.А.Акасов, М.Н.Васильев, Хтет Ко Ко Зау, Хтет Вэй Ян Чжо.</i> Применение низкотемпературной плазмы пониженного давления в клинической медицине и фармацевтике.....	244
<i>В.М.Елинсон, П.А.Щур, Е.Д.Кравчук.</i> Параметры рельефа антиадгезионных антимикробных покрытий, сформированных методами ионно-плазменной технологии на поверхности ПЭТФ.....	249
<i>В.М.Елинсон, П.А.Щур.</i> Влияние химического состава антиадгезионных антимикробных покрытий, сформированных методами ионно-плазменной технологии, на антифунгальные свойства поверхности ПТФЭ.....	254
<i>А.В.Шведов, В.М.Елинсон.</i> Динамический режим нанесения углеродных и фторуглеродных покрытий НЧ-плазмотроном атмосферного давления.....	259
<i>Е.А.Бычков, А.В.Щербачев, И.А.Кудашов, С.И.Щукин, С.Б.Симакин, Е.А. Митрофанов.</i> Разработка биотехнической системы помощи хирургу.....	264
<i>А.В.Демьянова, Е.А.Митрофанов, С.Б.Симакин, А.М.Сипкин.</i> Анализ возможностей применения ионно-плазменных технологий при изготовлении медицинских изделий для челюстно-лицевой хирургии. (Обзор).....	269
СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ.....	273
<i>В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко.</i> Теория термоэмиссии скандатных катодов.....	273

<i>В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов, С.О.Москаленко, Р.Р.Залялиев, Н.Е.Кожевникова.</i> Влияние микропримесей d-элементов на электронную структуру кристаллитов ВаО в катодах СВЧ приборов.....	278
<i>В.И.Капустин, И.П.Ли, С.О.Москаленко, А.В.Шуманов.</i> Теория эмиссионных свойств Pd-Ва катодов.....	283
<i>С.В.Королев.</i> Определение температуры катодно-подогревательных узлов в составе электронных вакуумных приборов и электронно-лучевого технологического оборудования.....	288
<i>П.О.Предтеченский, Л.Л.Колесник.</i> Методика косвенной оценки вакуумного состояния отпаянных электровакуумных приборов.....	292
СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ.....	
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева.</i> Памятные даты в истории развития вакуумной техники.....	296
<i>С.Б.Нестеров, Е.В.Беляева.</i> Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2018-2019).....	297
<i>С.Б.Нестеров.</i> «Трудился всю жизнь, вот и стал гением». К 150- летию открытия периодического закона Д.И. Менделеева.....	300
<i>С.Б.Нестеров, В.А.Аляев, А.В.Бурмистров, А.В.Гаврилов, М.Г.Фомина.</i> Девятая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология».....	301
Решение 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии». Санкт-Петербург, 18 - 20 июня 2019 г.....	303
<i>С.Б.Нестеров, А.В. Редьков.</i> Саксаганский Георгий Леонидович – ученый и человек.....	305
ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ.....	
АО «Интек Аналитика».....	312
ООО «Электровакуумные технологии».....	314
ПОЗДРАВЛЯЕМ ЮБИЛЯРА.....	
Аляев Валерий Алексеевич.....	315
ПАМЯТЬ.....	
Памяти Корепина Геннадия Федосиевича.....	316
Авторский указатель.....	317

ПРЕДИСЛОВИЕ

В настоящем томе публикуются материалы XXVI 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;
- биомедицинские технологии;
- эмиссионные процессы и источники заряженных частиц в приборах и устройствах;
- история вакуумной техники.

В труды конференции включено 67 материалов 143 авторов, представляющих 38 организаций из 12 городов РФ.

Приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии, появившихся в 2018 – 2019 гг.

В период с 1994 по 2019 гг. под эгидой Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского было организовано и проведено 26 конференций «Вакуумная наука и техника». Они проходили в Подмоскowie (1994 г.), Гурзуфе (1995-1999 гг.), Судак (2000-2005, 2011, 2012, 2015-2019 гг.), Адлере (2006, 2007, 2009, 2010 гг.), Дагомысе (2008 г.), Гаспре (2013 г.), Феодосии (2014 г.).

XXVI конференция посвящается 150-летию открытия периодической системы элементов Д.И. Менделеева.

Благодарим за помощь следующие организации:

- АО «Вакууммаш»
- ООО «Электровакуумные технологии»
- ЗАО «Интек Аналитика»

ПРИВЕТСТВИЯ

Участникам 26-й научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника"

Уважаемые коллеги!

От имени Российского Союза научных и инженерных общественных объединений сердечно приветствуем вас, участников научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника".

Ваша конференция выступает как авторитетная дискуссионная площадка, призванная обеспечить возможность обмена мнениями по самому широкому спектру актуальных вопросов, а также помогает в обмене опытом.

Надеемся, что сегодня пройдут яркие и открытые дискуссии, состоится творческий, полезный обмен мнениями по самым разным вопросам. Ведь именно от вас, от вашей инициативы, творческого заинтересованного участия во многом зависит успешное инновационное развитие национальной экономики, укрепление индустриальной, технологической базы страны, лидерские позиции нашего государства в мире.

Желаем вам успешной, плодотворной работы и всего наилучшего!

*Президент РосСНИО, академик РАН Ю.В. Гуляев
Вице-президент, первый секретарь РосСНИО С.П. Друкаренко*

Участникам 26-й научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов
"Вакуумная наука и техника"

Дорогие друзья!

Сердечно поздравляю вас с открытием конференции!

Успехи отечественной космонавтики во многом зависят от ваших достижений. С удовольствием посетил выставку вакуумного и криогенного оборудования "ВакуумТехЭкспо 2019".

Желаю новых свершений!

*Летчик-космонавт РФ,
вице-президент федерации космонавтики РФ
Павел Виноградов*

Инновационное развитие Российского центра вакуумного машиностроения

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

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

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

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

Сегодня я продолжу рассказывать о наших новых проектах.

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

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

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

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



Рис. 1. Спиральные насосы типоразмерного ряда НВСп.

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

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

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

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

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

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

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



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

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

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

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

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

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

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



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



Рис.4. Новая интегрированная ловушка ЛИ и увеличенный маслоотражатель.

Ловушки ЛИ выполнены в безкорпусном исполнении и устанавливаются в диффузионном насосе вместо штатного маслоотражателя. Такое решение позволяет установить ловушку сопоставимую по эффективности со стандартной (корпусной) ловушкой ЛП в действующую систему вакуумирования потребителя без дополнительных капитальных затрат, а также увеличить эффективную быстроту действия вакуумной системы за счет увеличения ее

проводимости. Аналогичное решение и по замене штатного маслоотражателя в диффузионном насосе на увеличенный.

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

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

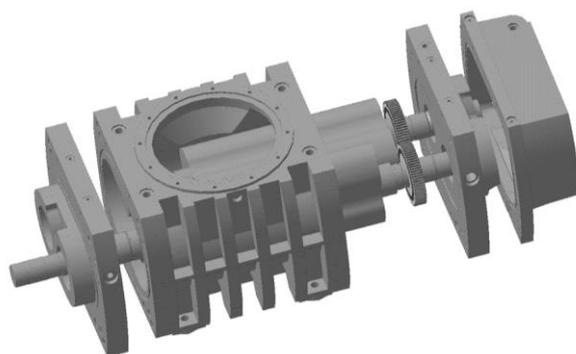


Рис.5. 3D модель узлов насоса НВД-2000.

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

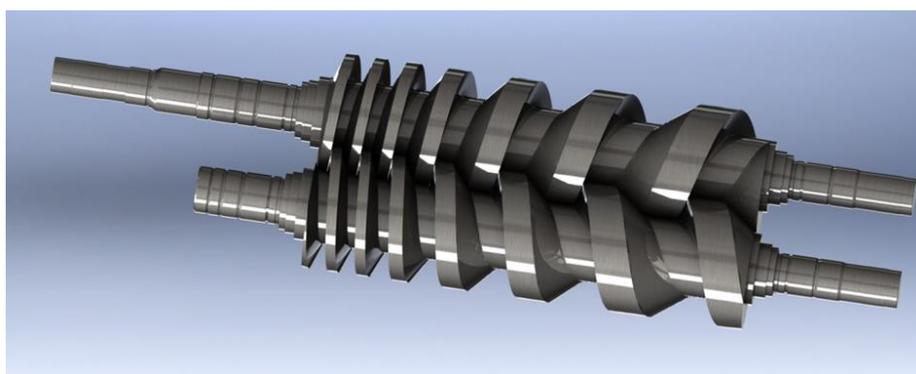


Рис.6. 3D модель винтовой пары насоса НВВ-600.

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

Но при всех преимуществах, этот насос никто в России до сих пор не производил. Имеющийся опыт по разработке и изготовлению винтовых компрессоров здесь использовать

невозможно, так как профили винтов и сложность конструкции несопоставимы. Сейчас идёт моделирование винтовых пар, подбор вспомогательного оборудования.

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

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

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

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Термодинамика испарения вольфраматов щелочных металлов в вакууме

*Е.К. Казенас, Ю.В. Цветков, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова, О.А. Овчинникова, Н.А. Андреева, Т.Н. Пенкина, *М.Н. Есаулов, **Е.Е. Казенас*
 Москва, ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
 Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), 119334, Ленинский пр-т, д. 49,
 e-mail: ekazenas@imet.ac.ru

*Москва, ФГАОУ ВПО Национальный исследовательский ядерный университет (МИФИ),
 115409, Каширское шоссе, 31, e-mail: mesaulov@mail.ru

**Москва, ФГАОУ ВПО Национальный исследовательский технологический университет
 «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), 119049, Ленинский пр-т, д. 4, e-mail: ekaterina0809@mail.ru

Приведены данные по термодинамике испарения вольфраматов щелочных металлов.

Thermodynamic vaporization of tungstates of alkaline metals in vacuum. E.K.Kazenas, Yu.V.Tsvetkov, G.K.Astakhova, V.A.Volchenkova, O.A.Ovchinnikova, N.A.Andreeva, T.N.Penkina, M.N.Esaulov, E.E.Kazenas. The data on thermodynamic vaporization tungstates of alkaline metals are presented.

Впервые Спицыным [1] качественно изучены термическая устойчивость и летучесть вольфраматов щелочных металлов. Найдено, что начало заметной убыли веса вольфраматов за счет испарения и частичного распада отмечается при следующих температурах:

Вольфрамат	Li ₂ WO ₄	Na ₂ WO ₄	K ₂ WO ₄	Rb ₂ WO ₄	Cs ₂ WO ₄
T, К	1470	1470	1270	1220	1170

Позже нами [2-6] и в работах [7, 8, 9] было подробно исследовано и показано, что вольфраматы щелочных металлов испаряются в основном конгруэнтно (табл. 1) с образованием в паре мономерных молекул Me₂WO_{4(r)} (Me=Li, Na, K, Rb, Cs).

Исследование испарения вольфраматов щелочных металлов проводилось нами с использованием метода высокотемпературной масс-спектрометрии. Применялись платиновые эффузионные камеры Кнудсена. На рис. 1 и 2 представлены схема масс-спектрометра и печной блок нагрева. Температура измерялась платино-платинородиевой термопарой, которая калибровалась по точке плавления серебра (рис. 3, 4). На рис. 5, 6, 7, 8, 9, 10 и 11 даны масс-спектры ионов (в скобках T, К) Li₂WO₄⁺ (1430), Na₂WO₄⁺ (1400), K₂WO₄⁺ (1280), Rb₂WO₄⁺ (1275), Rb⁺, WO₂⁺, WO₃⁺, Hg⁺. Опытные и расчетные масс-спектры полностью совпадали.

В таблице 1 приведены относительные масс-спектры вольфраматов щелочных металлов.

Таблица 1. Масс-спектры пара вольфраматов щелочных металлов [2-6].

Соединение	T, К	Относительная интенсивность		Соединение	T, К	Относительная интенсивность	
		Me ⁺	Me ₂ WO ₄ ⁺			Me ⁺	Me ₂ WO ₄ ⁺
Li ₂ WO ₄	1400	0,36	1,00	Rb ₂ WO ₄	1275	4,108	1,00
Na ₂ WO ₄	1400	14,5	1,00	Cs ₂ WO ₄	1170	2,96	1,00
K ₂ WO ₄	1280	12,10	1,00				

На рис. 12 и в таблице 2 приведены температурные зависимости парциальных давлений паров мономерных молекул вольфрамов Li, Na, K, Rb, Cs. Из рис. 12 следует, что летучесть вольфрамов в виде мономерных молекул увеличивается от лития к цезию. Это согласуется с изменением величин их теплот испарения (табл. 3), а именно с уменьшением теплот от лития к цезию.

В таблице 3 приведены термодинамические характеристики газообразных вольфрамов щелочных металлов, полученные в работах [2-6].

Видно, что значения теплот сублимации проявляют некоторую закономерность, а именно увеличиваются от вольфрамата цезия к вольфрамоту лития.

Таблица 2. Зависимость давления пара вольфрамов щелочных металлов от температуры (P, атм) [2-6].

Соединение	T _{пл} , К	T, К	lgP=-A/T+B	
			A	B
Li ₂ WO ₄	1013	1320-1480	17198	6,92
Na ₂ WO ₄	970	1220-1470	16392	6,77
K ₂ WO ₄	1190	1190-1300	15811	6,68
Rb ₂ WO ₄	1228	1143-1293	15305	6,40
Cs ₂ WO ₄	1217	1080-1200	14065	6,31

Таблица 3. Термодинамические характеристики газообразных вольфрамов щелочных металлов (ΔH, кДж/моль) [2-6].

Соединение T, К	ΔH ^o _{s,r} *1)	ΔH ^o _{s,0} *1)	ΔH ^o _{s,0} *2)	-ΔH _{r,0} Me ₂ WO _{4(r)}	ΔH _{at,0} Me ₂ WO _{4(r)}
Li ₂ WO ₄ 1320-1480	329	443	420	1002	3155
Na ₂ WO ₄ 1220-1470					
K ₂ WO ₄ 1190-1300	314	385	388	1095	3147
Rb ₂ WO ₄ 1143-1293	303	390	388	1159	3175
Cs ₂ WO ₄ 1080-1190	293	372	370	1202	3203
	269	337	346	1246	3240

*1) Расчет по II закону термодинамики.

*2) Расчет по III закону термодинамики.

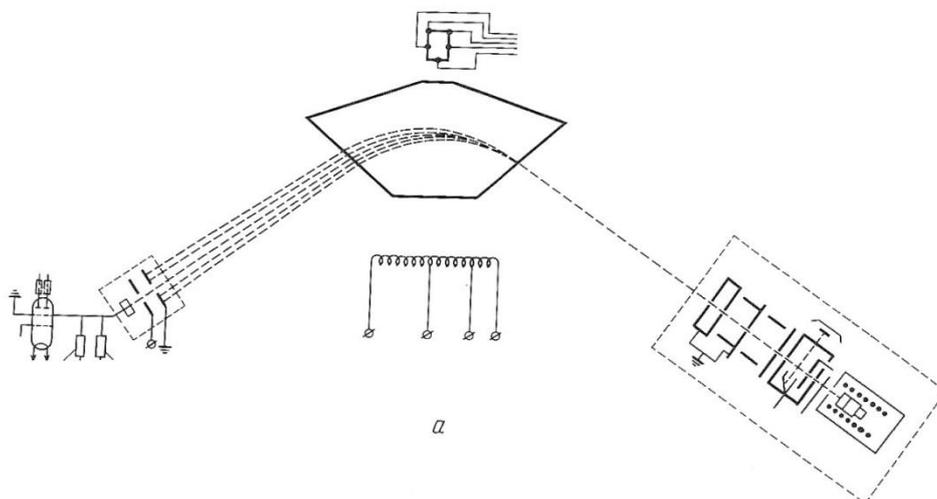


Рис. 1. Схема масс-спектрометра.

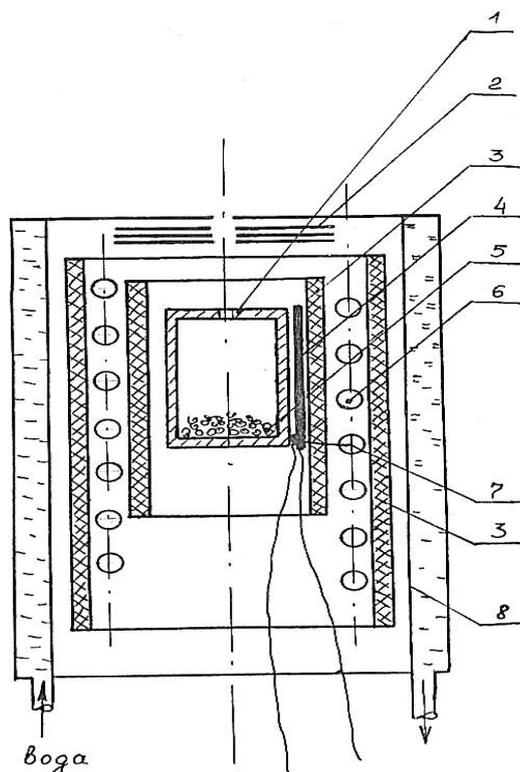


Рис. 2. Схема печного блока. (1-Эффузионная камера, 2-Экраны, 3-Керамика, 4-Платиновая пластина, 5-Исследуемое вещество, 6-Молибденовый нагреватель, 7-Термопара платина-платинородиевая, 8-Водоохлаждаемая рубашка).

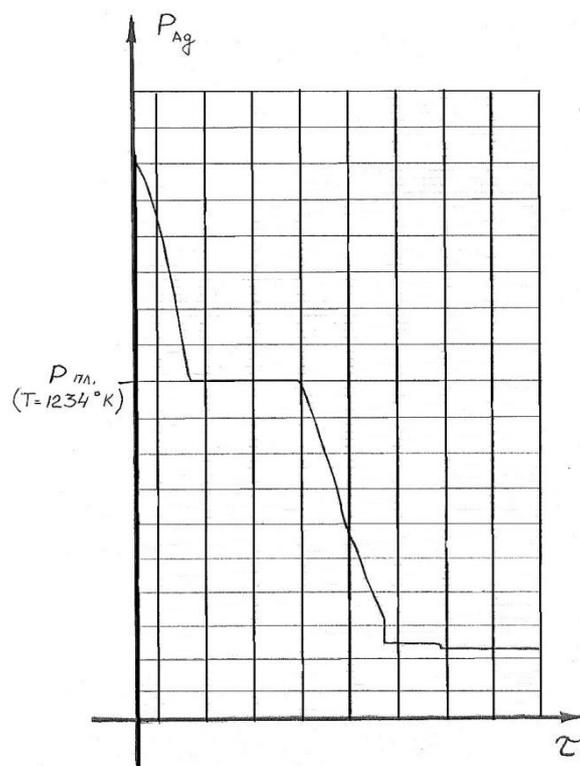


Рис. 3. Точка плавления серебра ион Ag^{107+} ($T_{пл.} = 1234 K$).

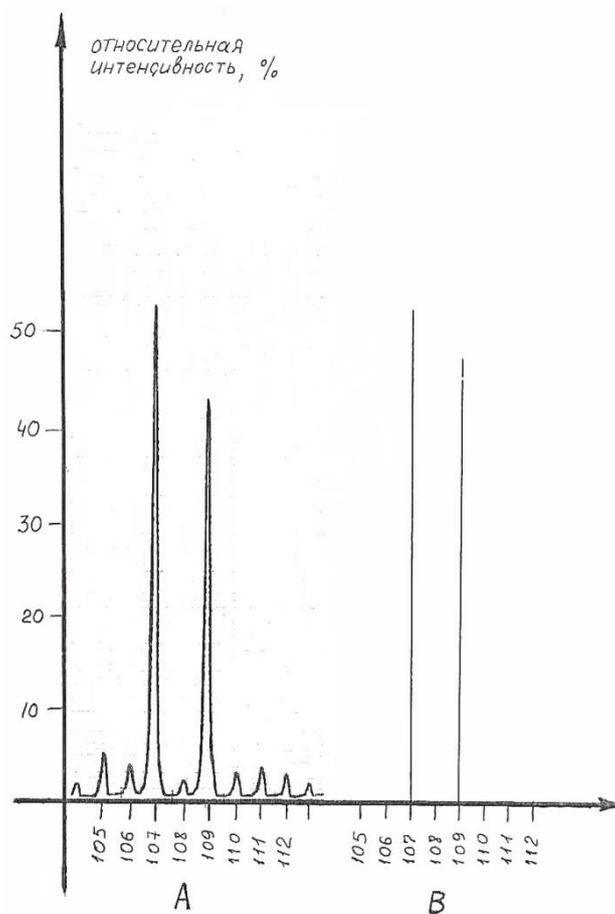


Рис. 4. Масс-спектр серебра (при 1200 К).

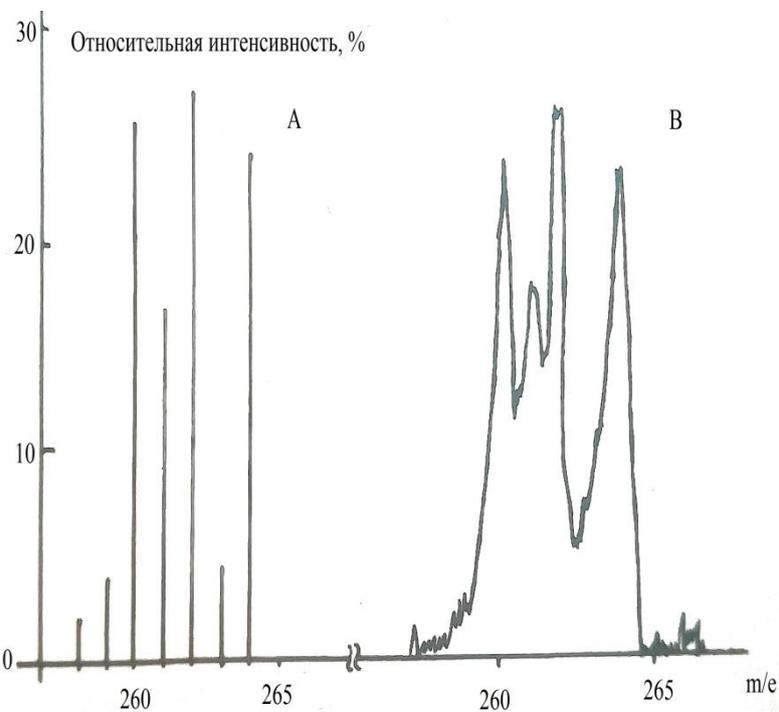


Рис.5. Масс-спектр вольфрамата лития ($Li_2WO_4^+$) ($T=1430 K$).

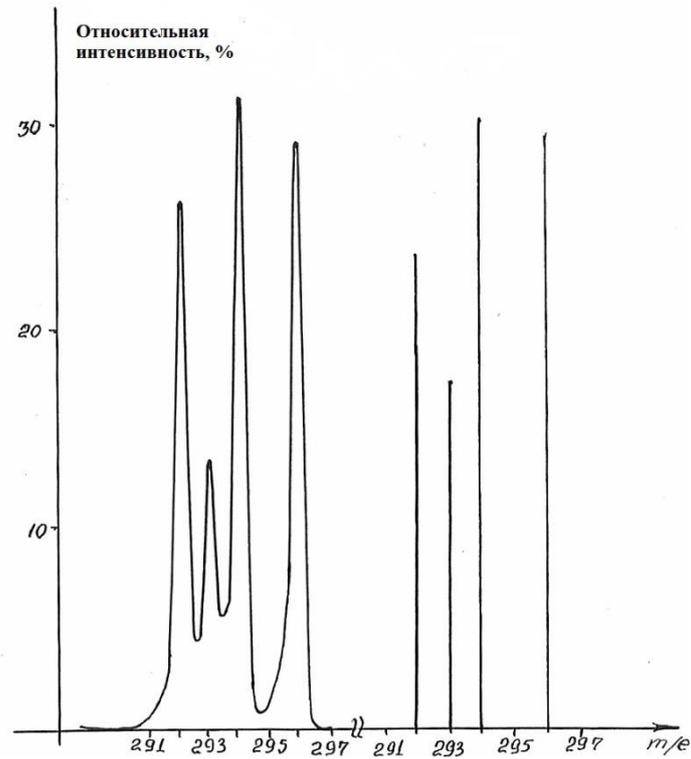


Рис. 6. Масс-спектр вольфрамата натрия (Na_2WO_4^+) ($T=1300\text{ K}$).

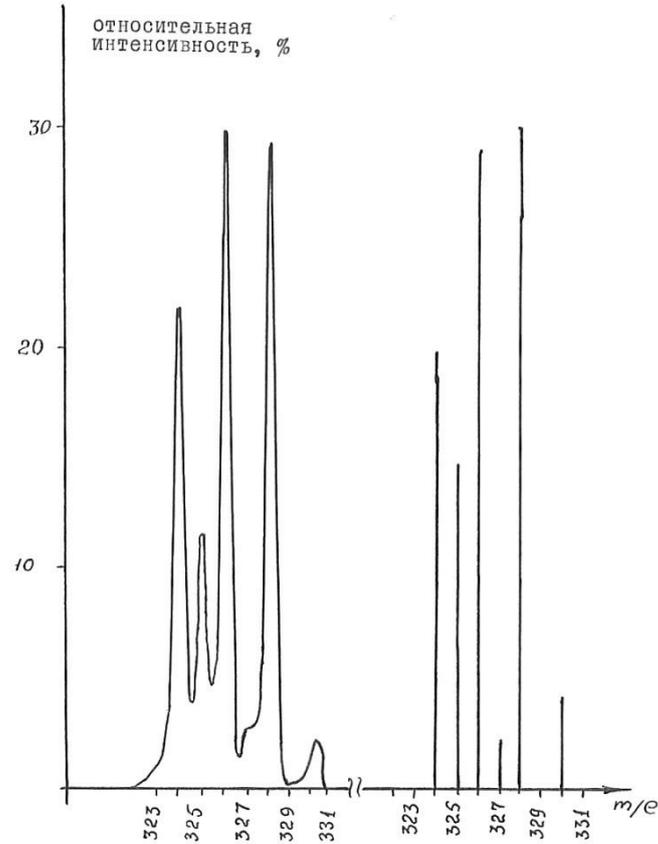


Рис. 7. Масс-спектр вольфрамата калия (K_2WO_4^+) ($T=1270\text{ K}$).

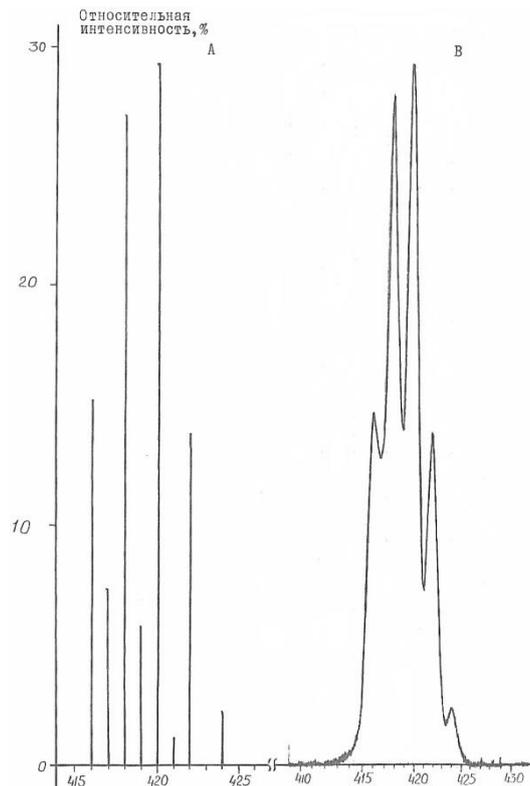


Рис. 8. Масс-спектр вольфрамата рубидия ($Rb_2WO_4^+$) ($T=1200 K$).

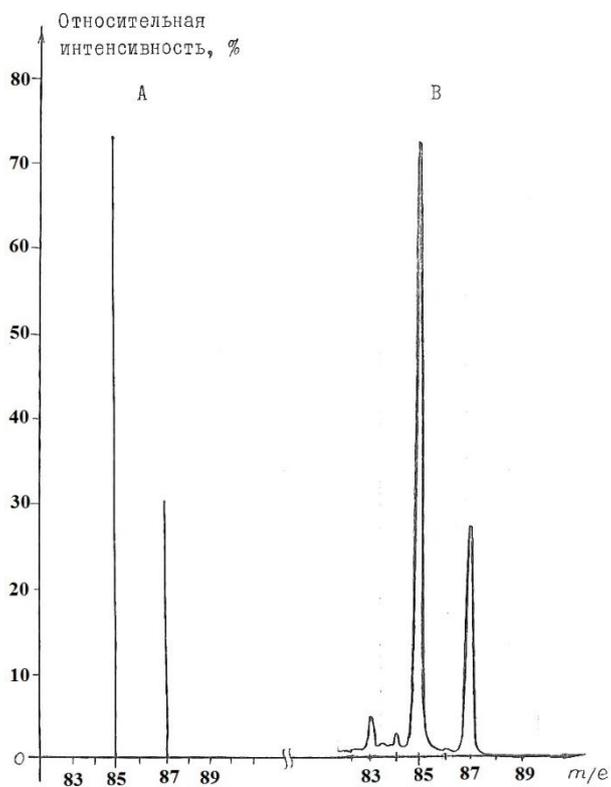


Рис. 9. Масс-спектр рубидия (Rb^+) ($T=1200 K$).

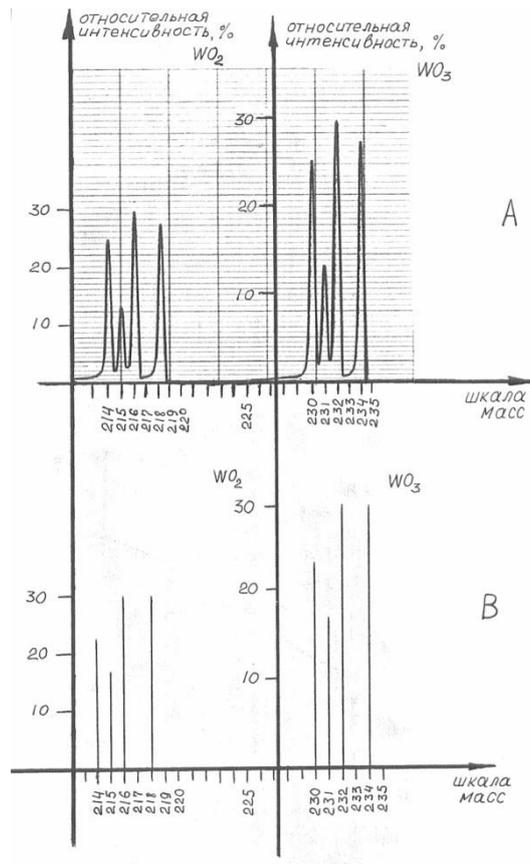


Рис. 10. Масс-спектры оксидов вольфрама (WO_2^+ , WO_3^+) ($T=1500$ K).

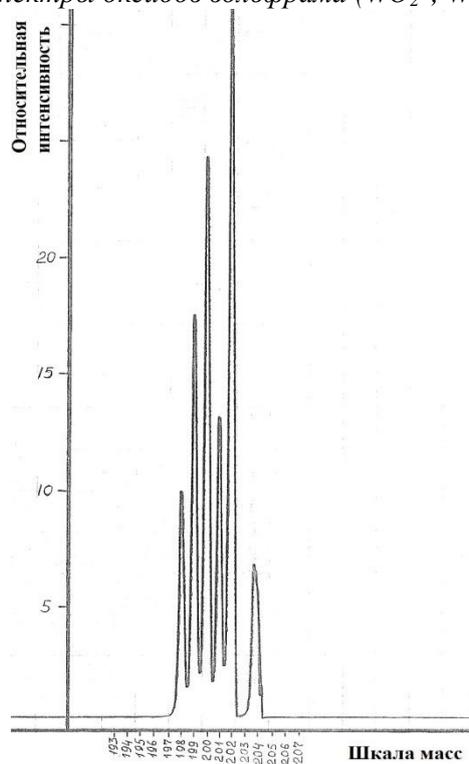


Рис. 11. Масс-спектр ртути ($T=300$ K).

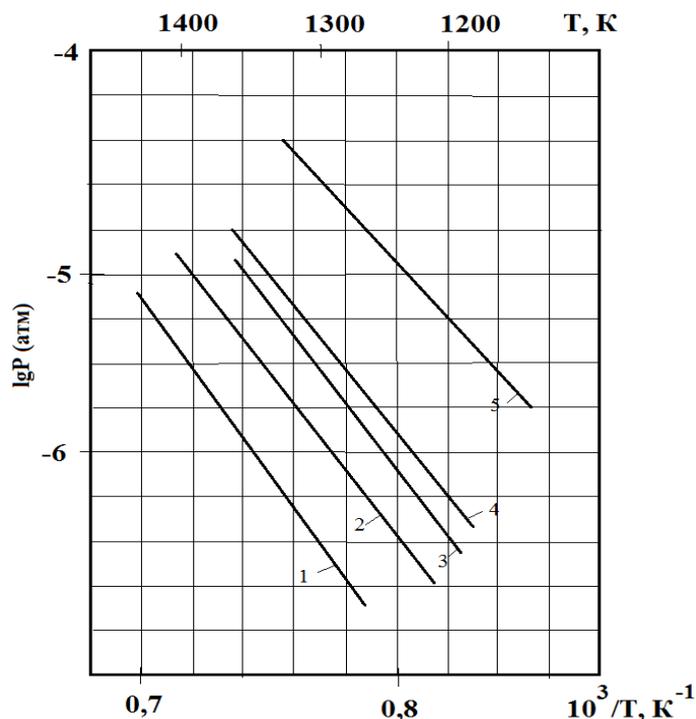


Рис. 12. Сравнительные результаты по давлению пара над вольфрамидами щелочных металлов: 1- $P(\text{Li}_2\text{WO}_4)$; 2- $P(\text{Na}_2\text{WO}_4)$; 3- $P(\text{K}_2\text{WO}_4)$; 4- $P(\text{Rb}_2\text{WO}_4)$; 5- $P(\text{Cs}_2\text{WO}_4)$.

Литература

1. Спицын В.И. Исследование термической устойчивости и летучести нормальных вольфраматов щелочных металлов // Журнал общей химии. 1950. Т. 20. № 3. С. 550-552.
2. Казенас Е.К., Самойлова И.О., Астахова Г.К. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики испарения вольфрамата лития // Известия РАН. Металлы. 2000. № 5. С. 44-46.
3. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики испарения вольфрамата натрия // Известия РАН. Металлы. 2001. № 4. С. 22-24.
4. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики испарения вольфрамата калия // Известия РАН. Металлы. 2002. № 2. С. 26-28.
5. Казенас Е.К., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики испарения вольфрамата рубидия // Известия РАН. Металлы. 2000. № 6. С. 30-32.
6. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики сублимации вольфрамата цезия // Известия РАН. Металлы. 2001. № 6. С. 14-16.
7. Yamdagni R., Pupp C., Porter R.F. Mass spectrometric study of the evaporation of lithium and sodium molybdates and tungstates // J. Inorg. and Nucl. Chem. 1970. Vol. 32. № 11. P. 3509-3523.
8. Лопатин С.И., Семенов Г.А., Кирсанов Д.О. и др. Термохимическое исследование газообразных солей кислородосодержащих кислот. II. Молибдат и вольфрамат рубидия // Журнал общей химии. 2000. Т. 70. № 3. С. 383-385.
9. Лопатин С.И., Семенов Г.А., Пилюгина Т.С. Термохимическое исследование газообразных солей кислородосодержащих кислот. V. Вольфрамат цезия // Журнал общей химии. 2000. Т. 70. № 10. С. 1590-1592.

Миниатюрный искровой разрядник с оптическим управлением

В.О. Ревазов, А.С. Каторов, В.П. Селезнев, А.И. Ядровский
Москва, ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», ул. Суцеская 22
oleglara@yandex.ru

Перспективным классом газоразрядных коммутаторов являются разрядники с оптическим управлением, которые обладают рядом преимуществ перед аналогами: гальваническая развязка коммутируемых цепей и цепей управления, малые времена задержек срабатывания, высокая стабильность и ресурс. В работе исследованы параметры разрядника в широком диапазоне давлений газа и интенсивности лазерного излучения. Показана возможность управления разрядником лазерным излучением, транспортируемым по оптоволоконной системе.

The small laser triggered spark switch. A.S.Katorov, V.O.Revazov, V.P.Seleznev, A.I.Yadrovskiy. Gas-discharge switches have a wide use in high-current pulse equipment. The new kind of this switch is a laser-triggered gas switch. These devices have many advantages over analogs: time-delay and jitter can be less than 1 ns, high stability and big resource. Here the commutation process was studied. The switch time delay was investigated for different parameters such as intensities of laser pulse (less than 10^9 W/cm²), gas pressures (near atmospheric) and voltages (up to 6 kV). It was demonstrated that the laser-triggered gas switch could work more than 10000 times with fiber-optic transportation of laser energy.

Введение

С появлением малогабаритных лазерных систем возник широкий научный и производственный интерес по созданию электрофизических установок и приборов, принцип действия которых основывается на оптическом управлении. Использование лазерного излучения для инициирования разряда в межэлектродном газовом промежутке позволяет формировать импульсный искровой разряд за малые промежутки времени и с малым временным джиттером (разбросом времени срабатывания), что находит широкое применение при синхронизации работы различных блоков мощных импульсных систем.

Основным преимуществом оптического принципа инициирования разряда по сравнению с электрическим, является возможность пространственного отделения и полной гальванической развязки коммутируемых цепей и цепей управления, что позволяет повысить защиту разрядника от ложных срабатываний при воздействии помех в виде электромагнитных импульсов высокой амплитуды. Также данный принцип потенциально обладает самым низким временным джиттером [1] и работает в широком диапазоне напряжений согласно [2,3] до 6МВ, в частотных и одиночных режимах.

Физический процесс инициирования пробоя лазерным излучением исследуется, начиная с 60-х годов XX века, однако в подавляющем большинстве работ, авторы используют лазерные системы с пространственной транспортировкой оптического излучения, что существенно ограничивает применение разрядников, основанных на данном принципе. Использование волоконно-оптической транспортировки лазерного излучения позволяет избежать долгих, утомительных юстировок и разнести электрическую систему питания лазера от разрядника на значительные расстояния [4], что существенно упрощает эксплуатацию устройства. Однако, кроме очевидных преимуществ, использование волоконно-оптической транспортировки ограничивается максимальной интенсивностью передаваемого лазерного излучения. Оптические волокна могут гарантировано передавать лазерное излучение интенсивностью порядка 10^9 Вт/см² и выше. Для транспортировки излучения с большими значениями интенсивности требуется применение специальных трудоемких мер по обработке торцов и гомогенизации лазерного излучения, вводимого в волокно, поэтому создание разрядников с оптическим запуском, коммутация в которых инициируется умеренными интенсивностями оптического излучения (порядка 10^8 Вт/см²) является актуальной задачей.

Предметом данной работы является исследование параметров разряда при различных давлениях газа и интенсивностях лазерного излучения.

Описание эксперимента и экспериментальные результаты

Оптическое излучение генерировалось импульсным твердотельным лазером с модулированной добротностью. Попадая на светоделительную пластину, лазерный луч разделялся на 2 части. Первая часть (менее 1%) поступала на фотодатчик, после чего осциллограф регистрировал лазерный импульс. Вторая (основная часть), проходя через отверстие в аноде (диаметр 1 мм), фокусировалась на поверхности катода (мишени), чем вызывала интенсивный нагрев и испарение материала катода. В межэлектродном промежутке возникала лазерная плазма, что приводило к его замыканию, протеканию тока и дальнейшей разрядке конденсатора. Осциллограф регистрировал токовый импульс.

Двухэлектродная система была помещена в герметичную вакуумную камеру, оснащенную системой откачки, системой напуска газов и вакуумноплотными вводами, которые обеспечивают подключение к внешней цепи.

Одним из ключевых параметров разрядника является электрическая прочность разрядного промежутка, то есть максимальное напряжение, при котором не происходит самопробоя. Малые габариты разрядника накладывают ограничение на величину межэлектродного расстояния, поэтому электропрочность варьировалась давлением газовой среды. В данной работе рабочим газом был выбран азот [5].

Для учета конструктивных особенностей применяемой электродной системы (геометрии электродов с малым межэлектродным расстоянием), была экспериментально получена кривая Пашена (рис. 1) для азота.

Внешний вид правой ветви кривой Пашена для применяемой в эксперименте электродной системы имеет некоторые различия по сравнению с аналогичной закономерностью для плоскопараллельных электродов в азоте [6,7].

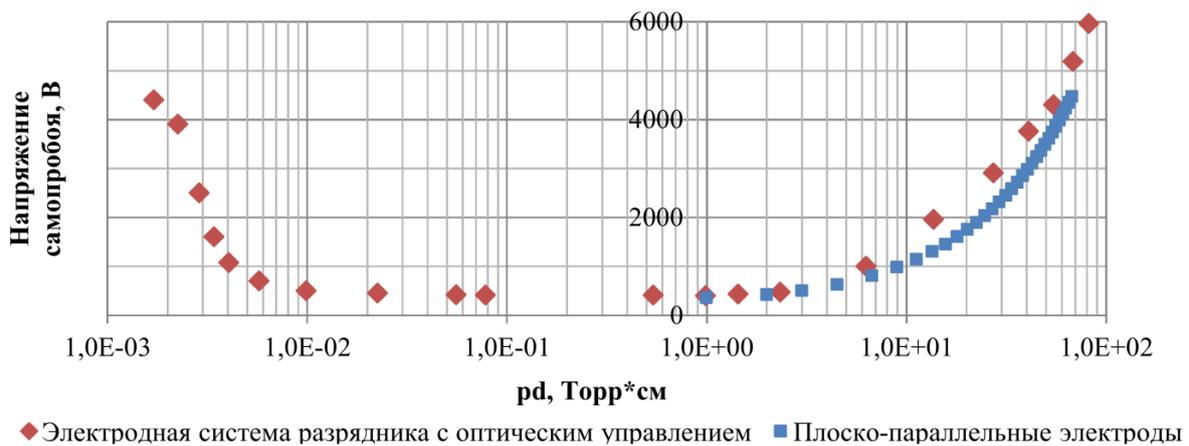


Рис. 1. Кривые Пашена для двух типов электродных систем.

Для прогнозирования напряжения самопробоя разрядника при увеличении давления была проведена аппроксимация экспериментальных результатов линейной функцией. Таким образом, численно оценить напряжение самопробоя при давлениях порядка 1 бар можно с использованием функции $U(P) = 3910 \times P + 2173$. Так, чтобы обеспечить электропрочность разрядника, например, на уровне кВ, необходимо использовать газ при давлении не ниже 1 бар.

В экспериментах, в качестве временного параметра коммутации использовалось время задержки, определяемое, как временной интервал между уровнем 0,5 амплитуды лазерного импульса и уровнем 0,1 амплитуды токового импульса на осциллограммах.

Для напряжений, составляющих 90%, 80%, 70%, 60%, 50%, 40% от напряжения самопробоя U_0 были построены зависимости времени задержки срабатывания разрядника от давления азота (рис. 2). Анализ полученных результатов показал, что на каждой из полученных зависимостей экспериментальные точки можно разделить на две группы: первая при давлениях азота до 0,7 бар, а вторая при давлениях выше 0,7 бар. В первом случае рост времени задержки

с увеличением давления минимальный и слабо зависит от величины приложенного напряжения, в то время как на втором участке наблюдается иная картина, что указывает на переход от одного механизма развития разряда к другому при давлении азота 0,7 бар.

Зависимости времени задержки от давления для различных интенсивностей лазерного излучения были получены при напряжении на электродах разрядника, равном 3 кВ. Максимальная интенсивность лазерного излучения составляла $I_{max} \approx 7 \cdot 10^8$ Вт/см². В частности при давлении $P = 1,4$ бар и интенсивности лазерного излучения составляла $I \approx 7 \cdot 10^8$ Вт/см². время задержки срабатывания разрядника составляет 70 ± 15 нс.

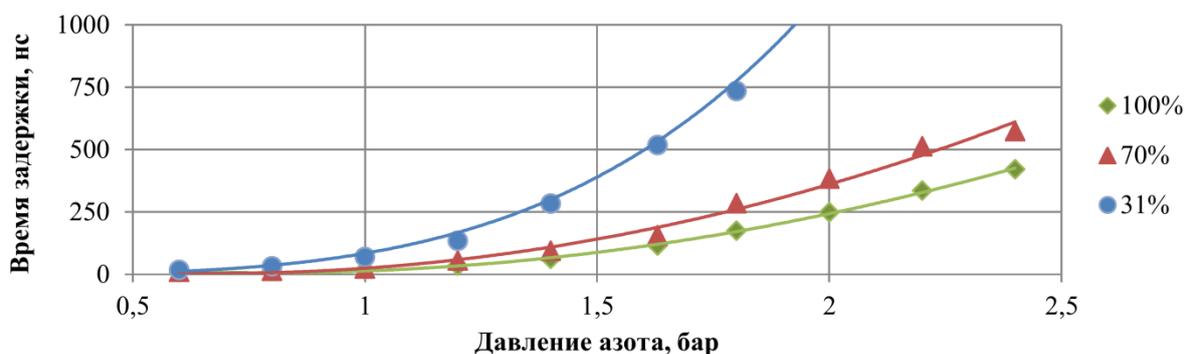


Рис. 2. Зависимость времени задержки от давления при интенсивностях лазерного излучения I_{max} , $0,7 I_{max}$, $0,3 I_{max}$.

Механизм иницирования разряда

При исследовании механизма иницирования разряда на осциллограммах перед основным токовым импульсом зафиксирован характерный предимпульс амплитудой на два порядка меньшей основного импульса (рис. 3). Для анализа параметров предимпульса коммутация разрядником иницировалась лазерным излучением с интенсивностью порядка 10^7 Вт/см². Выбор столь низкой интенсивности обусловлен тем, что при таких значениях интенсивности время задержки срабатывания разрядника велико и за время протекания предимпульса не успевает развиться основной разряд.

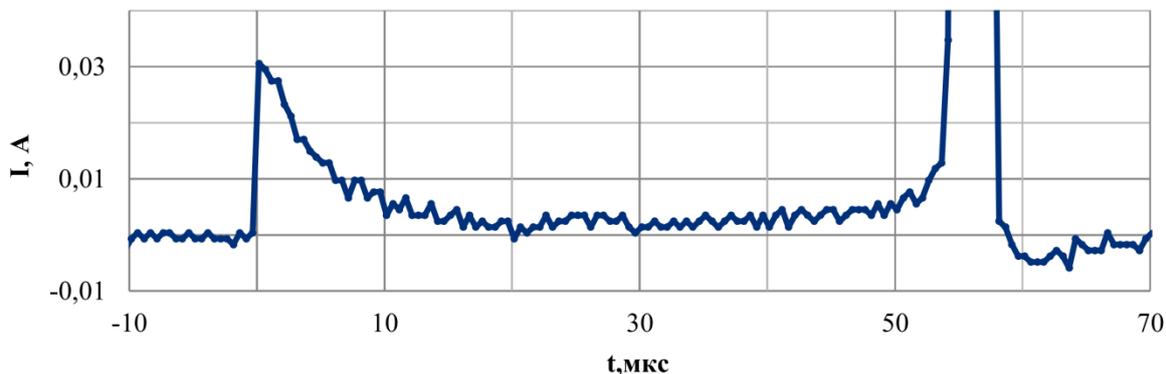


Рис.3. Осциллограмма токового предимпульса при интенсивности лазерного излучения порядка $10^7 \frac{\text{Вт}}{\text{см}^2}$.

Предимпульс возникает после попадания лазерного импульса на мишень, затем плавно затухает в течение 20 мкс. Длительность фронта предимпульса составляет 3 нс, что в три раза больше длительности фронта лазерного импульса. Время запаздывания предимпульса относительно лазерного импульса измерений составляет менее 2 нс.

Полученное значение времени запаздывания сравнимо с промежутком времени, за которое оценивается достижение электронами анода в среде азота, с давлением порядка атмосферного, во внешнем поле с напряженностью $3 \cdot 10^6$ В/м. В связи с тем, что длительность

предимпульса тока не сопоставима с длительностью импульса лазерного излучения, а также носит инерционный характер и превышает 10 мкс, то можно предположить, что он вызван током термоэлектронной эмиссии.

В газовой среде, при давлении порядка атмосферного и выше возможны ионизация газа в межэлектродном промежутке электронной лавиной или стримером. Так как $Pd \approx 100$ Торр · см, то согласно [5], основным механизмом ионизации газа будет электронная лавина. Стримерный механизм исключается. $E/p \approx 30$ в/Торр·см², а следовательно $\gamma \ll 0,01$. Таким образом, влияние вторичной ионизации на процесс развития самостоятельного разряда мало [6].

Волоконно-оптическая транспортировка лазерного излучения

Полученные выше результаты были применены при изготовлении отпаянного миниатюрного образца разрядника в едином корпусе с волоконно-оптической линией (рис. 4). Волоконно-оптическая линия (рис. 5) представляет собой систему из 2 линз, обеспечивающую коллимацию расходящегося из выходного торца волокна и фокусировку лазерного излучения интенсивностью $I \approx 5 \cdot 10^8$ Вт/см² на катод-мишень отпаянного разрядника.



Рис. 4. Разрядник с узлом ввода оптического излучения.

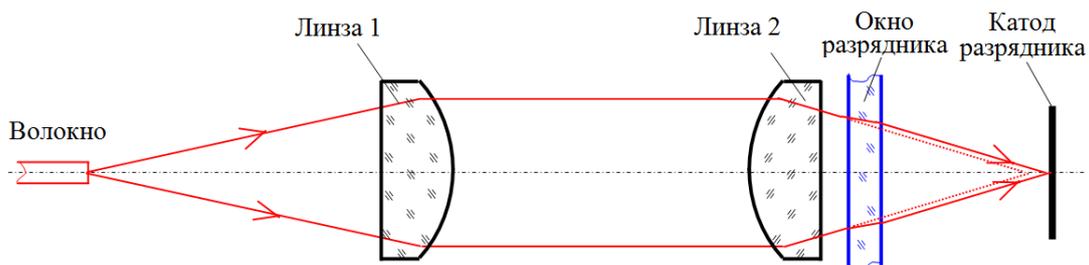


Рис. 5. Схема волоконно-оптической линии.

На рис. 6 показана экспериментальная зависимость времени задержки срабатывания разрядника от количества срабатываний в электрической схеме с амплитудой токового импульса не менее 200 А при фиксированном напряжении. Данные приведены для разрядников с разным давлением газа, соответствующим напряжениям самопробы 4,5 кВ и 6,5 кВ. В частности, при напряжении самопробы 4,5кВ и рабочем напряжении 3 кВ максимальный разброс на протяжении 10000 срабатываний составил 25 нс.

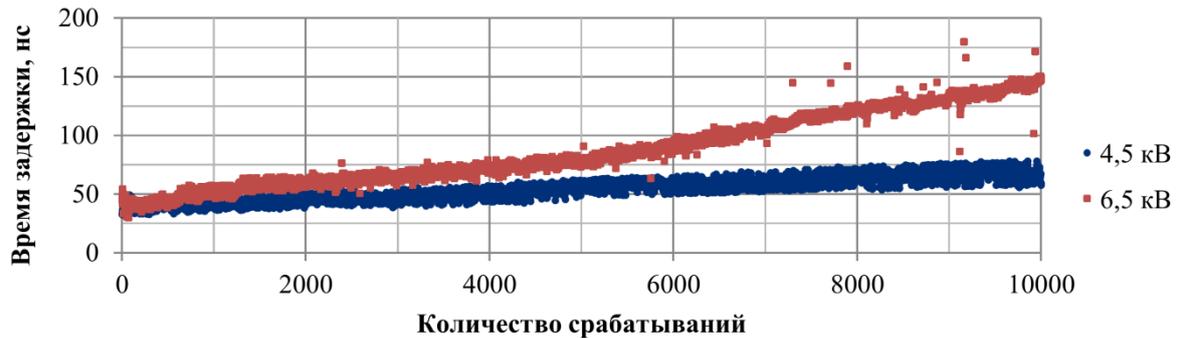


Рис. 6. Зависимость времени задержки от количества срабатываний для разрядников с разным напряжением самопробоя 6,5 кВ и 4,5 кВ.

Выводы

В работе представлена экспериментально полученная кривая Пашена для электродной системы разрядника с оптическим управлением. Получены зависимости времени задержки срабатывания разрядника от давления газа для различных напряжений и интенсивностей лазерного излучения. На основании анализа полученных результатов установлено, что процессы инициирования разряда в области давлений азота ниже 0,7 бар и выше имеют разные механизмы.

Получена совокупность экспериментальных данных, которая позволяет изменять временные характеристики разрядника, в зависимости от требуемого режима работы разрядника, варьируя давление газа во внутреннем объеме устройства.

На основании полученных экспериментальных данных, исследован разрядник с оптическим запуском, который стабильно и надежно работает на протяжении более чем 10^4 срабатываний при транспортировке лазерного излучения по волоконно-оптической линии, которая обеспечивает помехоустойчивость между цепью запуска и формирующей цепью.

Литература

1. Larson. Gas-discharge closing switches and their time jitter - IEEE Transactions on plasma science, vol. 40, no. 10, October 2012.
2. G. J. H. Brussaard and J. Hendriks, "Photoconductive operation of a laser triggered spark gap," IEEE Trans. Dielect. Elect. Insul., vol. 14, no. 4, pp. 976–979, Aug. 2007.
3. K. R. LeChien, W. A. Stygar, M. E. Savage, P. E. Wakeland, V. Anaya, D. S. Artery, M. J. Barmore, D. E. Bliss, R. Chavez, G. D. Coombs, J. P. Corley, P. A. Jones, A. K. Kipp, B. A. Lewis, J. A. Lott, J. J. Lynch, G. R. McKee, S. D. Ploor, K. R. Prestwich, S. A. Roznowski, D. C. Spencer, S. D. White, and J. R. Woodworth, "6.1-MV, 0.79-MA laser-triggered gas switch for multimodule, multiterawatt pulsed-power accelerators," Phys. Rev. Special Topics, Accelerators Beams, vol. 13, no. 3, p. 030401, Mar. 2010.
4. V. P. Seleznev, V. O. Revazov// Physics of Atomic Nuclei, 2015, Vol. 78, No. 12, pp. 1446–1450.
5. J. Ready, Effect of High Power Laser Radiation (Academic, New York, 1971).
6. Дж. Мик, Дж. Крэггс. Электрический пробой в газах. - Издательство иностранной литературы, Москва, 1960.
7. Е.Д. Лозанский, О.Б. Фирсов. Теория искры. – Атомиздат, Москва, 1975.

Время формирования тока в вакуумных разрядниках с оптическим управлением

А.С. Каторов, В.О. Ревазов, В.П. Селезнев
Москва, ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», ул. Суцневская, 22
katorovalexey@mail.ru

Представлены результаты зондовой диагностики лазерной плазмы, инициируемой на титановой мишени ($\lambda = 1064$ нм, $I \sim 10^8$ Вт/см², $P \sim 10^{-5}$ Торр). Определены скорости фронта лазерно-плазменного факела и скорости распространения среды, инициирующей коммутацию в вакуумных разрядниках с оптическим управлением для различных интенсивностей лазерного излучения. Сделаны выводы о параметрах, определяющих время формирования импульса тока в разрядниках с оптическим управлением.

The time delay of laser triggered vacuum switch. A.S. Katorov, V.O. Revazov, V.P. Seleznev.
The results of probe diagnostics of a laser plasma initiated on a titanium target ($\lambda = 1064$ nm, $I \sim 10^8$ W/cm², $P \sim 10^{-5}$ Torr) are presented. The velocities of the front of the laser-plasma and the propagation velocity of the environment, which initiates switching in laser-triggered vacuum switch for various intensities of laser radiation, are determined. Conclusions about the parameters that determine the time delay of switch current pulse in laser-triggered vacuum switch are made.

Введение

С развитием малогабаритных лазерных систем возник большой научный интерес по созданию электрофизических установок и приборов, принцип действия которых основывается на оптическом управлении. Так, с помощью лазерного импульса можно инициировать коммутацию в вакуумном разряднике за малые промежутки времени и с малым временным джиттером, что находит широкое применение при синхронизации работы различных блоков мощных импульсных систем.

В вакуумных разрядниках с оптическим управлением коммутация тока происходит в результате взаимодействия лазерного излучения с поверхностью металлического электрода – мишени. Лазерное излучение частично поглощается веществом, в результате чего происходит интенсивный нагрев и испарение материала мишени, поток заряженных частиц с электрода ионизует пар металла и формируется лазерно-плазменный факел. Скорость распространения ионизованной среды определяет временные параметры вакуумного разрядника с оптическим управлением, поэтому исследование динамики распространения среды, инициирующей коммутацию, является актуальной научно-технической задачей.

Исследование процесса инициирования коммутации в вакуумных разрядниках с оптическим управлением проводилось в два этапа. На первом этапе исследовалась динамика распространения лазерно-плазменного факела методом зондов Ленгмюра, а на втором зависимость времени формирования тока в вакуумных разрядниках с оптическим управлением от интенсивности лазерного излучения и межэлектродного расстояния.

В экспериментах использовался твердотельный лазер с длиной волны 1064 нм, обеспечивающий интенсивность лазерного излучения на мишени порядка 10^8 Вт/см². Материал мишени - титан. Давление остаточного газа порядка 10^{-6} Торр.

Зондовая диагностика

Для диагностики лазерно-плазменного факела использовался плоский зонд Ленгмюра [1,2,3], располагающийся непосредственно над мишенью, над областью фокусировки лазерного излучения на расстоянии от 1,5 до 4,5 см. Ток на зонде измерялся в RC контуре с $R = 1$ кОм, а $C = 2$ мкФ. Площадь собирающей поверхности зонда составляла 0,2 мм². Интенсивность лазерного излучения, формирующего лазерную плазму варьировалась от 2×10^8 Вт/см² до 7×10^8 Вт/см².

В экспериментах регистрировался и анализировался электронный и ионный ток на зонде. На полученных осциллограммах ионного тока имеется два характерных пика. Максимум первого пика (пик меньшей амплитуды), наблюдается уже через 120 нс после попадания лазерного излучения на мишень, что соответствует распространению частиц со средней скоростью порядка 4×10^5 м/с. Согласно [4,5] при интенсивностях лазерного излучения порядка 10^8 Вт/см² средняя направленная скорость ионов лазерно-плазменного факела порядка 10^4 м/с, что как раз соответствует средней скорости распространения частиц второго пика: 4×10^4 м/с. Различия в скоростях на порядок величины указывают на различную природу первого и второго пика, однако в связи с тем, что в разрядниках с оптическим управлением с титановыми электродами при интенсивности лазерного излучения на электроде мишени 7×10^8 Вт/см², скорости распространения среды, инициирующей коммутацию, не превышают значения 3×10^5 м/с [6], можно полагать, что частицы первого пика не приводят к закрытию разрядника и началу разрядки конденсаторов внешней коммутируемой цепи.

На осциллограммах электронного тока также наблюдаются два пика, причем первый возникает практически одновременно с лазерным импульсом – уже через 20 нс после попадания оптического излучения на мишень. Данный пик удалось зарегистрировать только при сравнительно низких потенциалах зонда. Так при потенциале «-30 В» его амплитуда достигает всего 0,6 мА, а при 100 В на фоне тока высокой амплитуды второго пика он практически неразличим. По всей видимости, появление первых пиков на осциллограммах связано с процессами, протекающими до формирования лазерной плазмы (на этапе нагрева мишени), либо вызванными ультрафиолетовым свечением лазерной плазмы и воздействием излучения на остаточный газ в вакууме.

Что же касается второго пика электронного тока, то его максимум наблюдается для различных потенциалов зонда в моменты времени от 0,7 мкс до 1 мкс после попадания лазерного импульса на мишень, причем, в отличие от второго пика ионного тока, с увеличением потенциала зонда сильно растет амплитуда тока. Из совокупности осциллограмм электронных и ионных токов при различных потенциалах зонда был получен массив вольт-амперных характеристик (ВАХ) тока на зонде. Для каждого интервала времени, пройденного с момента попадания лазерного импульса на мишень, строилась своя ВАХ.

На основе анализа массива ВАХ для различных интенсивностей лазерного излучения и расстояний от мишени до зонда были получены зависимости концентраций электронов и ионов от времени. Результаты представлены на рис. 1 и 2. Полученные зависимости с одной стороны показывают, что на фронте лазерно-плазменного факела двигаются преимущественно электроны, а с другой позволяют установить время начала роста концентраций, по которому, в свою очередь, можно определить скорость распространения частиц на фронте лазерно-плазменного факела. Эти частицы приходят на зонд в момент начала роста концентрации. В условиях эксперимента зависимость времени начала роста концентрации от расстояния между мишенью и зондом близка к линейной. По углу наклона аппроксимирующей прямой можно определить максимальную скорость распространения частиц.

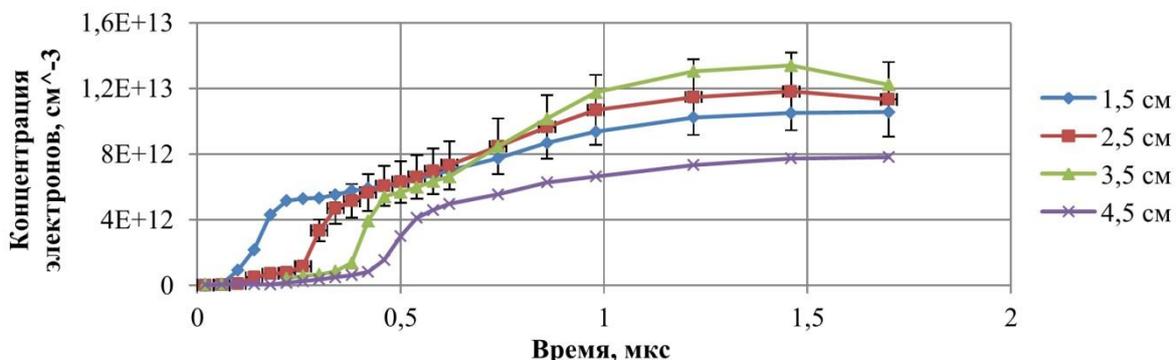


Рис. 1. Зависимость концентрации электронов от времени для различных расстояний от мишени до зонда. Интенсивность лазерного излучения 7×10^8 Вт/см².

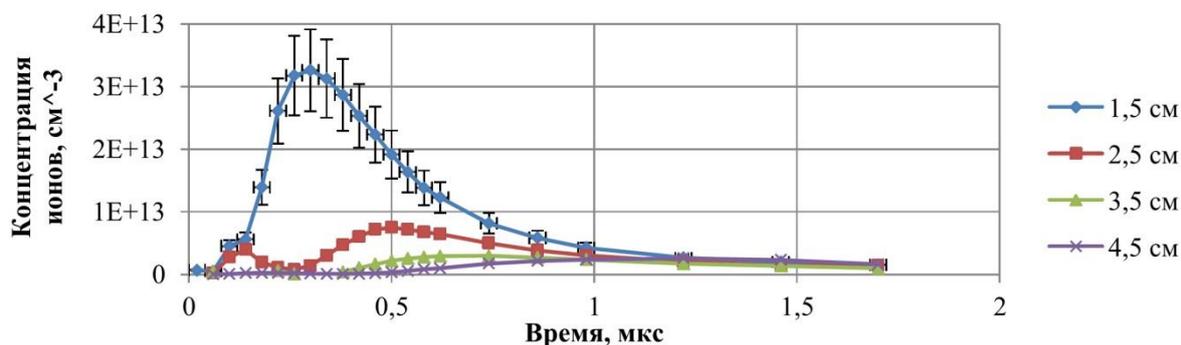


Рис. 2. Зависимость концентрации ионов от времени для различных расстояний от мишени до зонда. Интенсивность лазерного излучения 7×10^8 Вт/см².

В работе получены значения максимальной скорости распространения электронов и ионов для интенсивностей лазерного излучения от 2×10^8 Вт/см² до 7×10^8 Вт/см². С уменьшением интенсивности лазерного излучения максимальная скорость электронов падает. Так при интенсивности 7×10^8 Вт/см² ее значение составило $2,4 \times 10^5$ м/с, а при интенсивности 2×10^8 Вт/см² уменьшилось до $1,5 \times 10^5$ м/с. Что же касается максимальной скорости ионов, то в пределах погрешности эксперимента она не зависела от интенсивности.

Важно отметить, что измеренная максимальная скорость является «хвостом» распределения по скоростям. Средняя скорость будет значительно отличаться от измеренной.

Время формирования тока в разрядниках

Исследования зависимости времени формирования тока (ВФТ) в разрядниках с оптическим управлением от интенсивности лазерного излучения и межэлектродного расстояния проводились в электродной системе, располагающейся в вакууме в герметичном корпусе и включающей в себя плоскопараллельные катод и анод, изготовленные из титана. Межэлектродное расстояние 1 мм. Для прохождения лазерного излучения в электроде, противоположном электроду-мишени имеется отверстие диаметром 1 мм. ВФТ – интервал времени от момента попадания лазерного импульса на электрод-мишень до начала роста тока на осциллограмме.

На рис. 3 представлены зависимости ВФТ от интенсивности лазерного излучения для различных полярностей электродной системы. Катодный поджиг соответствует случаю, когда электрод-мишень – катод, а анодный – анод.

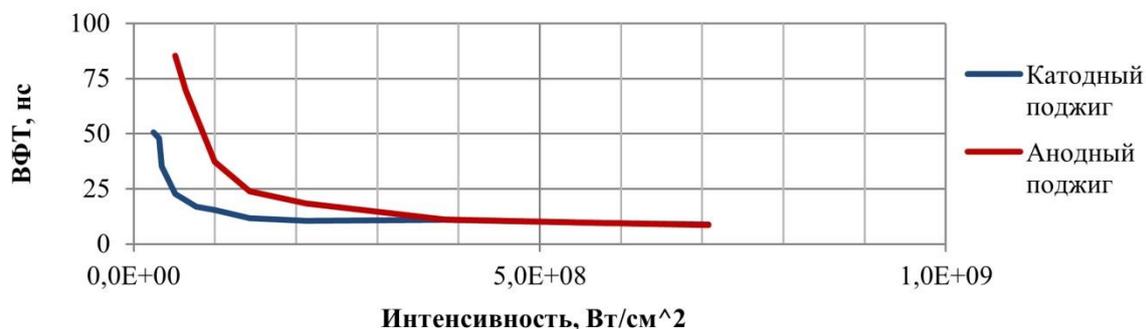


Рис. 3. Зависимость ВФТ разрядника от интенсивности лазерного излучения при катодном и анодном поджиге.

Вид зависимости для катодного и анодного поджиге совпадает (небольшие различия лишь в значениях ВФТ) и ее условно можно разделить на две зоны: первая зона соответствует интенсивностям лазерного излучения порядка 10^7 Вт/см², вторая – порядка 10^8 Вт/см² и выше.

Рассмотрим первую зону, соответствующую интенсивности лазерного излучения менее 1×10^8 Вт/см². С уменьшением интенсивности уменьшается вероятность срабатывания прибора, определяемая как отношение количества коммутаций к количеству лазерных импульсов. Так, в экспериментах при минимальных значениях интенсивности лазерного излучения вероятность срабатывания уменьшалась до 5% (только 5% лазерных импульсов инициировали разрядку конденсатора RC контура электрической схемы), а при еще более низких интенсивностях разрядник не срабатывал. Таким образом, срабатывания прибора в этой зоне нестабильны и имеют вероятностный характер. С уменьшением интенсивности лазерного излучения в первой зоне также наблюдается резкий (экспоненциальный) рост ВФТ и джиттера, определяемого, как среднеквадратичное отклонение ВФТ. Так, если при интенсивности лазерного излучения 6×10^8 Вт/см² разброс значения ВФТ не превышает 2 нс, то уже при интенсивности 4×10^7 Вт/см² более 10 нс. Более того, на осциллограммах, полученных при интенсивностях, соответствующих первой зоне, наблюдается развитие флуктуаций на переднем фронте токового импульса.

Во второй зоне интенсивности лазерного излучения составляют величину 1×10^8 Вт/см² и выше. Здесь ВФТ достаточно плавно уменьшается с увеличением интенсивности, а джиттер не превышает 2 нс. При этом прибор стабильно работает и несрабатываний не наблюдается. Анализ результатов показывает, что минимальная интенсивность лазерного излучения, при которой происходила коммутация составляет 5×10^7 Вт/см², а минимальная рабочая интенсивность (при которой прибор стабильно работает) 1×10^8 Вт/см².

Для катодного и анодного поджигов, а также для разных интенсивностей лазерного излучения были получены зависимости ВФТ от межэлектродного расстояния, которое изменялось в диапазоне от 0,9 до 5,3 мм. Для всех других рассмотренных случаев (катодный и анодный поджиги), в том числе и при интенсивностях 4×10^8 Вт/см² и 6×10^8 Вт/см², зависимость – линейная и аппроксимируется прямой линией с коэффициентом детерминации R^2 не менее 0,98, а значит, распространение среды в условиях эксперимента происходит равномерно (без ускорения). Величина, обратная тангенсу угла наклона аппроксимирующих прямых, является угловым коэффициентом зависимости координаты от времени или скоростью распространения среды, инициирующей коммутацию.

На рис.4 показаны результаты расчета скоростей распространения среды, инициирующей коммутацию для катодного и анодного поджигов при интенсивностях лазерного излучения порядка 10^8 Вт/см². Также, на рисунке показаны скорости распространения электронов и ионов на переднем фронте лазерно-плазменного факела, измеренные с помощью метода зондов Ленгмюра.

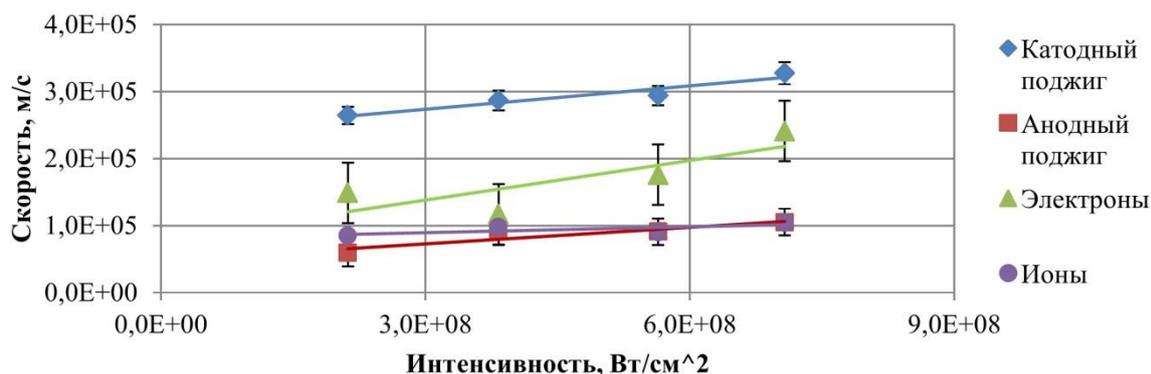


Рис. 4. Зависимость скоростей распространения среды, инициирующей коммутацию в разряднике при катодном и анодном поджиге, а также максимальных скоростей электронов и ионов на фронте лазерно-плазменного факела от интенсивности лазерного излучения.

Согласно рис. 4, в пределах погрешности эксперимента, при анодном поджиге скорость распространения среды, инициирующей коммутацию, совпадает с максимальной скоростью ионов лазерной плазмы. Различия в данных экспериментах заключаются в наличии внешнего электрического поля. В зондовых исследованиях электрическое поле отсутствует, а

направление поля в случае анодного поджига такое, что на фронте лазерно-плазменного факела двигаются, преимущественно ионы, которые создают вместе со следом идущими электронами двойной электрический слой, экранирующий плазму. В связи с тем, что ионы тяжелее электронов, внешнее поле разгоняет ионы медленнее и, относительно высокой начальной направленной скорости, на малом промежутке изменения могут быть незначительны. Таким образом, совпадение скоростей указывает на то, что при анодном поджиге коммутация тока начинается после достижения ионами лазерной плазмы противоположного электрода.

Аналогичная ситуация наблюдается и в случае катодного поджига. Однако теперь на фронте лазерно-плазменного факела будут располагаться более подвижные электроны, которые, в свою очередь, опередят слой ионов и будут двигаться с большей скоростью. Причем, согласно [6], скорость электронов будет зависеть не от величины электрического поля, а от факта его наличия (в условиях эксперимента), что, по всей видимости, объясняется особенностями расширения лазерной плазмы в вакуум.

Заключение

В работе получены зависимости ВФТ вакуумных разрядников с оптическим управлением от межэлектродного расстояния, определены скорости распространения среды, инициирующей коммутацию и показано, что ВФТ разрядников при интенсивности лазерного излучения порядка 10^8 Вт/см² определяется максимальной скоростью распространения заряженных частиц лазерно-плазменного факела.

Литература

1. D. Margarone, D. Mascali, L. Torrisci, R. Miracoli, N. Gambino, S. Gammino, G. Ciavola, L. Celona and F. Maimone// Langmuir probe diagnostics of plasma produced by laser ablation. – 35th EPS Conference on Plasma Phys. Hersonissos, 9 - 13 June 2008 ECA Vol.32D, P-2.142.
2. Brendan Doggett and James G. Lunney// Langmuir probe characterization of laser ablation plasmas – Journal of applied physics 105, 033306 (2009).
3. C.T. Chang, M. Hashmi and H.C. Pant// Study of a laser-produced plasma by langmuir probes. – Plasma Physics, vol. 19. pp. 1129 to 1138. Pergamon Press. 197:. Printed in Northern Ireland.
4. Хайдуков Е.В. Диагностика капельной и ионной компонент лазерного эрозийного факела при напылении тонких пленок. Дисс. канд. физ.-мат. наук. Шатура, 2010.
5. S.A. Abbasi, M.S. Hussain, B. Piyas, M. Rafique, A.H. Dogar, A. Qayyum. Characterization of highly charged titanium ions produced by nanosecond pulsed laser. Laser and Particle Beams, page 1 of 6, 2015.
6. Каторов А.С., Ревазов В.О., Селезнев В.П., Якубов Р.Х. Исследование процесса инициирования коммутации в вакуумном разряднике с оптическим управлением. – Технологии ЭМС – 2018. – Т. 67. – № 4.

Использование анода миниатюрного вакуумного искрового разрядника в качестве зонда Ленгмюра для исследования процесса коммутации

А.Н. Долгов, С.Г. Давыдов, А.В. Корнеев, Р.Х. Якубов
Москва, ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», ул. Суцеская 22
vniia@vniia.ru

Использование одного из электродов малогабаритного вакуумного искрового разрядника в качестве одиночного зонда Ленгмюра позволило зафиксировать с высоким временным разрешением потоки заряженных частиц и турбулентной плазмы, эмиттируемые из системы поджига, и измерить их основные параметры.

Commutation process study using vacuum spark gap anode as Lengmuir probe. A.N.Dolgov, S.G.Davydov, A.V.Korneev, R.Kh.Yakubov. The usage of one of the small scale vacuum spark gap electrodes as a single Lengmuir probe allowed to register fluxes of charged particles and turbulent plasmas with high time resolution and to measure their main parameters.

Быстродействующие малогабаритные вакуумные разрядники находят применение везде, где требуется коммутировать высоковольтные силовоточные цепи, отличающиеся низкой индуктивностью, например, при проведении фундаментальных физических исследований в области экстремальных состояний вещества [1], для скоростного фотографирования быстропротекающих процессов [2]. Соответственно физические процессы, протекающие в малогабаритном вакуумном разряднике и определяющие его свойства как коммутатора, представляют определенный интерес.

Используемый в проведённых исследованиях компактный управляемый вакуумный разрядник представляет собой трёхэлектродную коаксиальную систему, основными элементами которой являются анод, катод, поджигающий электрод и диэлектрическая шайба, разделяющая катод и поджигающий электрод. Разрядное устройство размещалось в диэлектрической оболочке, откачиваемой до давления не хуже 10^{-3} мм рт. ст. (рис.1).

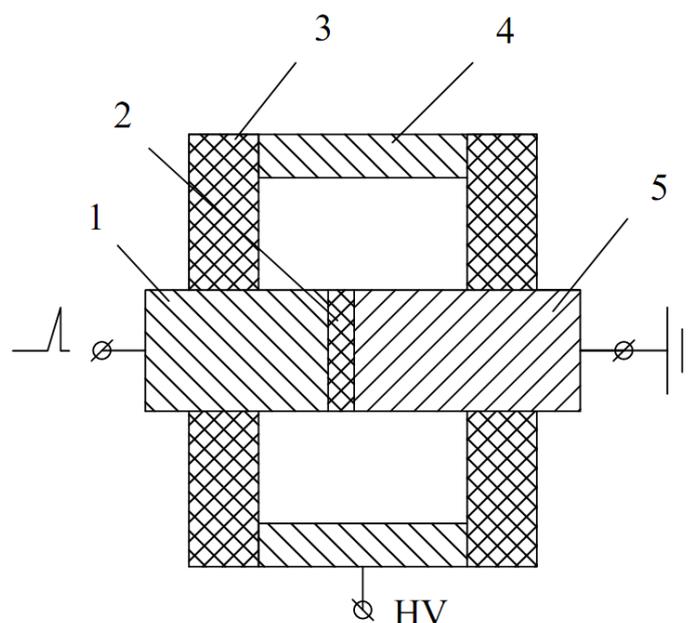


Рис.1. Конструкция вакуумного разрядника: 1 – поджигающий электрод, 2 – диэлектрическая шайба, 3 – откачанная диэлектрическая оболочка, 4 – анод, 5 – катод.

Электроды были выполнены из алюминиевого сплава, диэлектрическая шайба выполнялась из слюды толщиной 0,1 мм. Диаметр внутренних цилиндрических электродов: катода и поджигающего электрода составлял $2r=5$ мм. Внешний электрод в виде полого цилиндра имел внутренний диаметр на $2d=2$ мм больше. Высоте анода $h=4$ мм. В описываемых ниже экспериментах между диэлектрической шайбой и прилегающими электродами соосно с ними размещались дополнительно металлические прокладки, каждая толщиной 0,1 мм и соответствующего размера: между диэлектрической шайбой и поджигающим электродом - коваровая, между диэлектрической шайбой и катодом – коваровая и титановая (рис.2).

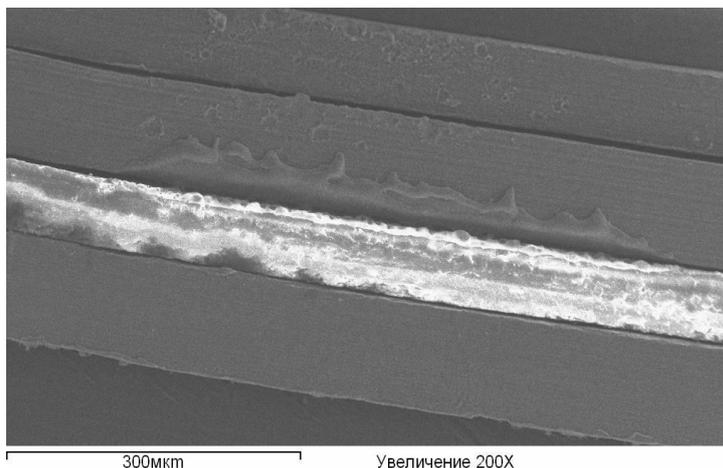


Рис.2. Изображение на электронном микроскопе. Состояние электродной системы (узла поджига) после 50 срабатываний.

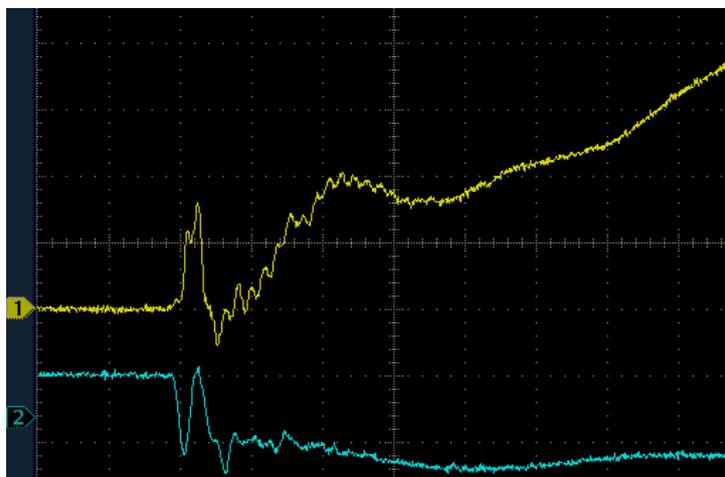


Рис.3. Осциллограмма. Развертка 100 нс/дел. Луч №1 – ток в промежутке катод-анод, чувствительность – 20 А/дел. Луч №2 – напряжение поджига, чувствительность – 2 кВ/дел.

Для инициирования разряда на поджигающий электрод подается положительный относительно катода (катод заземлен) импульс напряжения амплитудой 3,5 кВ и крутизной $(1-2) \cdot 10^9$ В/с. Происходит пробой по поверхности диэлектрической шайбы и плазма, образованная продуктами эрозии, создает проводящую среду в промежутке катод-анод. Амплитуда силы тока поджига в конфигурации составляла 7,5-10 А при длительности импульса тока около 30 нс. Анод разрядника использовался в качестве зонда Ленгмюра. Данный выбор позволил нам разместить зонд непосредственно вблизи зоны исследуемого разряда, но в тоже время не нарушить особенности конструкции разрядника, что могло бы привести к изменению протекающих при его срабатывании процессов. Синхронно с сигналом с зонда регистрировался ток в цепи поджига. В качестве положительного тока на зонд принимался ток электронов (рис.3). Серия осциллограмм сигналов с зонда, снятая для

возможно более широкого интервала значений потенциала зонда, позволяла, ввиду достаточно хорошей повторяемости сигнала, построить набор вольт-амперных характеристик (ВАХ) для различных моментов времени, отсчитываемых от начала протекания тока в цепи поджига (или старта отсчета времени).

На осциллограммах сигнала с зонда на фоне непрерывной корпускулярной эмиссии, начинающейся непосредственно с момента инициирования разряда в системе поджига, можно выделить три основных группы заряженных частиц. Примерно через 2 нс после появления тока в цепи поджига сигнал с зонда фиксирует появление потока электронов, причем вплоть до тормозящего потенциала зонда $\phi_p = -200$ В, электронный ток на зонд составляет $\sim 1 - 1,5$ А. Через 6-8 нс после старта сигнал с зонда фиксирует поток ионов, который постепенно ослабевает с ростом потенциала зонда, вплоть до потенциала зонда $\phi_p = +400$ В. Энергия ионов оценивалась по результатам экстраполяции экспериментальной ВАХ до точки, в которой ток ионов падал до нуля, и составляет ~ 600 эВ. Ионный ток достигает величины ~ 2 А. Затем зонд, судя по виду ВАХ, регистрирует поток плазмы. В интервале времени 10-30 нс после старта ВАХ зонда приобретает вид, характерный для потока плазмы, распространяющегося со скоростью, порядка или меньше скорости ионного звука [3]. Пик сигнала с зонда приходится на момент времени ~ 30 нс после старта. С момента времени примерно 70 нс после старта со скоростью, значительно превышающей скорость ионного звука (присутствует весьма заметная ступенька на электронной ветви ВАХ) [3].

Ионная ветвь характеристики для каждого из указанных моментов времени демонстрирует аномально большой ионный ток, если сравнивать вид полученной характеристики с видом ВАХ, отвечающей классической теории зонда, и учитывать теоретически ожидаемое в этом случае отношение электронного и ионного токов:

$$I_{es}/I_{is} = (M_i/m_e)^{1/2} \approx 200-300, \quad (1)$$

где M_i и m_e - массы иона и электрона, соответственно. На переднем фронте плазменного потока плавающий потенциал зонда имеет отрицательное значение, затем становится близок к нулю.

Построение электронной ветви ВАХ в полулогарифмическом масштабе дало следующий результат. Максимальная электронная температура, которая определялась по наклону переходного участка ВАХ, регистрируется в момент появления плазменного потока и составляет 30 ± 5 эВ, затем, температура монотонно убывает, достигая минимума в 2-4 эВ примерно через 100 нс после старта что вполне согласуется с продолжительностью протекания тока в системе поджига. Электронный ток насыщения на зонд, определяемый по излому на электронной ветви ВАХ, аналогично постепенно падает с ~ 1 А до 0,3 А.

Оценку концентрации электронов в плазме, окружающей зонд, по-видимому, следует производить также, как и в случае плоского зонда в разреженной плазме, используя соотношение для силы электронного тока насыщения:

$$I_{es} = en_e \langle v_e \rangle S_p / 4, \quad (2)$$

где e - элементарный электрический заряд; n_e - концентрация электронов;

$$\langle v_e \rangle = (8kT_e / \pi m_e)^{1/2}, \quad (3)$$

$\langle v_e \rangle$ - средняя скорость хаотического движения максвеллизированных электронов; k - постоянная Больцмана; m_e - масса электрона; T_e - электронная температура; S_p - площадь собирающей поверхности зонда (внутренняя поверхность анода в нашем случае). В качестве оценки плотности плазмы имеем интервал $\sim (1-3) \cdot 10^{16}$ м⁻³. Если предположить, что источник вещества практически точечный объект, например, катодное пятно, и разлет вещества происходит изотропно, то реальные значения плотности плазмы, достигающей анода, могут оказаться на порядок величины больше.

Радиус Дебая для регистрируемой плазмы с учетом сделанных замечаний составит

$$r_D \approx (\epsilon_0 k T_e / e^2 n_e)^{1/2} \approx 10^{-5} - 10^{-4} \text{ м}, \quad (4)$$

где ϵ_0 - диэлектрическая постоянная. При этом выполняется условие $d \gg r_D$. Из чего следует, что зонд работает в режиме тонкого переходного приондового слоя [4]:

$$h, r + d \gg r_D, \quad (5)$$

и формула (2) была справедливо выбрана для расчета концентрации электронов в плазме.

При рассеянии электронов на ионах длину свободного пробега можно оценить используя соотношение для сечения кулоновского рассеяния:

$$\lambda \approx 1/n_e \sigma \quad (8)$$

$$\sigma = \pi \Lambda (Ze^2/2\pi\epsilon_0 m_e V_e^2)^2, \quad (9)$$

где $\Lambda \approx 15$ – кулоновский логарифм, Z – средняя кратность ионизации атомарных частиц (можем положить $Z \approx 1$ в нашем случае без особого ущерба для дальнейших рассуждений) [5]. В интервале характерных энергий, регистрируемых для электронов, $\sim 2-30$ эВ длина свободного пробега составит $\lambda \approx 1-10^2$ м. Не стоит забывать о наличии остаточного газа с концентрацией нейтральных молекул порядка $n_0 \approx 10^{19} \text{ м}^{-3}$ и сечением рассеяния порядка 10^{-19} м^2 , что соответствует длине свободного пробега ~ 1 м. Таким образом выполняется соотношение:

$$\lambda \gg h, r_D, \quad (10)$$

т. е. зонд работает в бесстолкновительном режиме [4], следовательно он вносит в плазму пренебрежимо малые возмущения и мы с полным правом можем воспользоваться для интерпретации полученных результатов классической теорией ленгмюровского зонда, по крайней мере, для электронной ветви ВАХ.

Временное разрешение ленгмюровского зонда, как время установления дебаевской экранировки, можно оценить следующим образом [3]

$$\tau \approx 1/\omega_0, \quad (11)$$

$$\omega_0 = (e^2 n_e / 4\pi\epsilon_0 m_e)^{1/2}, \quad (12)$$

где ω_0 – круговая частота ленгмюровских колебаний. В наших условиях $\tau \approx 10^{-10}-10^{-9}$ с. Иной подход предлагает автор [6]: в качестве оценки нижнего предела временного разрешения зонда Ленгмюра следует принимать время прохождения ионами переходного слоя. При температуре ионов порядка 2-5 эВ скорость ионов составит $\sim 5 \cdot 10^3$ м/с и указанное время прохождения переходного слоя порядка $10^{-9}-10^{-8}$ с. Следовательно, мы имеем право проводить зондовые измерения в выше указанных временных рамках, по крайней мере, когда речь идет о плазме. На переднем фронте регистрируемого корпускулярного потока зонд работает как коллектор набегающих заряженных частиц, и нет необходимости ждать формирования переходного плазменного слоя.

Соотношение площадей зонда и противозонда способно оказывать влияние на ВАХ зонда. В условиях, когда $T_i \ll T_e$ может происходить, согласно расчетам, выполненным авторами [6], искажение ВАХ, если диффузия электронов из невозмущенной плазмы не успевает компенсировать потери, связанные с их уходом на зонд. Если $S_p/S_{ap} \rightarrow \infty$, где S_p и S_{ap} – площади зонда и противозонда, то ВАХ имеет четко выраженный (с изломом) выход электронного тока на насыщение. Если $S_p/S_{ap} = 1$, то кривая ВАХ на графике приобретает плавную затянутую форму. В нашем случае ситуация близка к $S_p/S_{ap} = 1$, но ВАХ тем не менее имеет четко выраженный излом электронной ветви, следовательно, ионная и электронная температуры близки.

Общая картина наблюдавшихся процессов, восстановленная по результатам зондовых исследований, непротиворечива и выглядит следующим образом. Через ~ 2 нс после появления тока в цепи пробоя на расстоянии 1 мм в радиальном направлении от области пробоя фиксируется появление потока электронов с энергиями >300 эВ, сила тока которых составляет порядка ампера. Вслед за потоком электронов следует поток ионов, распространяющийся в том же направлении. Через 4-8 нс после старта наблюдается поток ионов с энергиями до ~ 500 эВ. Фиксируемый ионный ток близок к силе тока в потоке электронов. Таким образом наблюдалось сначала убегание электронов с переднего фронта плазменного факела, формирующегося на катоде. Затем происходила эмиссия ионов из плазменного факела в направлении зонда, вероятно, под действием электрического поля убегающих электронов, т.е. явление амбиполярной диффузии. Примерно с момента времени 10 нс после старта ВАХ зонда приобретает вид, характерный для потока плазмы, распространяющегося со скоростью, порядка или меньше скорости ионного звука. На переднем фронте плазменного потока зарегистрировано разделение зарядов и электронная температура 30 ± 5 эВ, которая в дальнейшем монотонно падает до 2-4 эВ. Регистрируемая концентрация электронов в плазме составляет $\sim 10^{15}-10^{16} \text{ м}^{-3}$ и также монотонно падает со временем. С момента времени примерно 70 нс после старта со скоростью, значительно превышающей

скорость ионного звука. Вероятно, достаточно позднее формирование сверхзвукового плазменного потока, не связанного с убегающими электронами, обусловлено газокинетическим ускорением под действием электронного давления в области разряда у поверхности диэлектрика в результате разогрева плазмы в разряде.

По виду ВАХ сделан вывод о близости по величине ионной и электронной температур в плазме разряда.

Литература

1. Baginski T. A., Thomas K. A. A Robust One-Shot Switch for High-Power Pulse Applications // IEEE Trans. Power Elec. 2009. V. 24. №. 1. P.253-259.
2. Coaker B. M., Xu N. S., Jones F. J., Latham R. V. High-speed imaging of the pulsed-field flashover of an alumina ceramic in vacuum // IEEE Trans. Dielect. Elec. Ins. 1995. V2, Issue 2, P. 210-217.
3. Козлов О.В. Электрический зонд в плазме. М.: Атомиздат, 1969, -291 с.
4. Ершов А. П. Метод электрических зондов Ленгмюра. М.: Физический факультет МГУ, 2007, -26 с.
5. Франк-Каменецкий Д.А. Лекции по физике плазмы. М.: Атомиздат, 1968, -286 с.
6. Чан П., Талбот Л., Турьян К. Электрические зонды в неподвижной и движущейся плазме. М.: Мир, 1978, -202 с.

Предельные возможности газового разрядника по времени коммутации при искровом поджиге

А.Н. Долгов, С.Г. Давыдов, А.А. Козлов, В.О. Ревазов, Р.Х. Якубов
Москва, ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», ул. Суцневская 22
vnii@vniia.ru

Проанализированы результаты многочисленных экспериментов с малогабаритными газовыми разрядниками с искровым и оптическим поджигом. Показаны возможности достижения времени коммутации в пикосекундном диапазоне.

Top shortening of commutation time in gas spark gap. A.N.Dolgov, S.G.Davydov, A.A.Kozlov, V.O.Revazov, R.Kh.Yakubov. Resultes of numerous experiments with small scale spark gaps operated by electrical or optical energy impulses are analyzed. Possibilities to achieve commutation times of picosecond range are demonstrated.

Принципиальные конструкции малогабаритных разрядников с искровым поджигом и оптическим управлением, используемые в настоящее время в вакуумном исполнении [1,2] (низкого давления газа), представлены на рис.1 и рис.2. При проведении экспериментов диэлектрические оболочки разрядников откачивались до требуемого давления остаточных газов. Анод каждого из разрядников находится под постоянным напряжением 4 кВ. Для инициирования процесса коммутации **ИР** на поджигающий электрод подается положительный относительно катода (катод заземлен) импульс напряжения амплитудой 3,5 кВ и крутизной $(1-2) \cdot 10^9$ В/с. Происходит пробой по поверхности диэлектрической шайбы и плазма, образованная продуктами эрозии, создает проводящую среду в промежутке катод-анод, т.к. промежуток закорачивается – происходит коммутация прибора [3]. Для инициирования процесса коммутации **РОУ** на поверхности катода фокусируется импульс оптического излучения энергией несколько миллиджоулей и длительностью ~ 10 нс (на полувысоте), что повышает в пятне фокусировки интенсивность излучения до $\sim 10^9$ Дж/см². Образующаяся плазма закорачивает промежуток катод-анод [4].

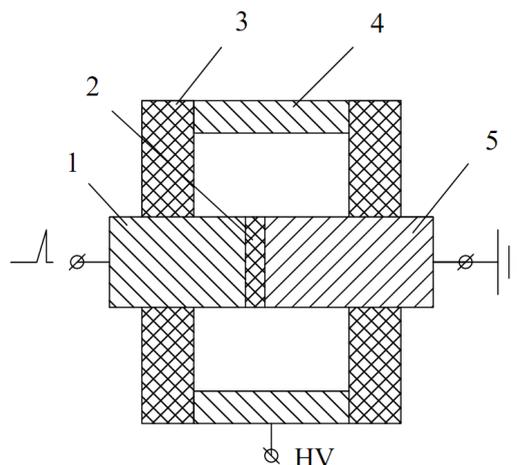


Рис.1. Конструкция искрового разрядника (ИР): 1 – поджигающий электрод, 2 – диэлектрическая шайба, 3 – диэлектрическая оболочка, 4 – анод, 5 – катод.

Физические процессы, приводящие к коммутации **ИР** и **РОУ** во многом, если не в основном, аналогичны. Причина этого обстоятельства в том, что близки по своим параметрам источники плазмы в **ИР** и **РОУ**. Плотность потока энергии в катодном пятне искрового разряда достигает (не усредненная по катодному пятну, а взятая для отдельного центра взрывной эмиссии электронов) $\sim 10^9$ Вт/см², т.е. близка к интенсивности оптического излучения в пятне фокусировки (стоит отметить – при скромных габаритах современного источника излучения, вполне сравнимых с размерами импульсного источника высокого напряжения для **ИР**), которое также как и центры взрывной эмиссии располагается на катоде. Результаты выполненных исследований показали, что параметры образующейся в обоих случаях плазмы действительно идентичны.

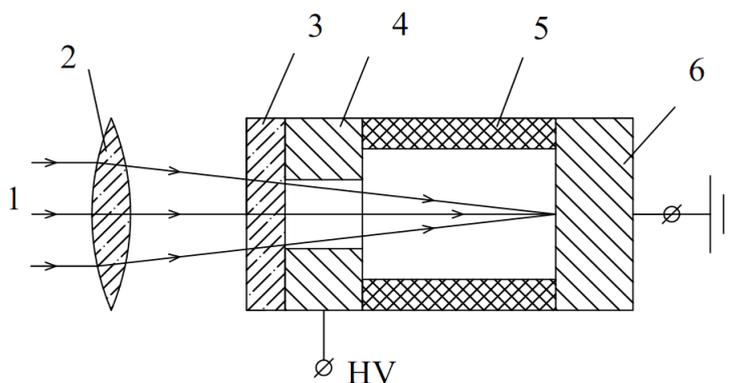


Рис.2. Конструкция разрядника с оптическим управлением (РОУ): 1 – пучок излучения, 2 – фокусирующая линза, 3 – оптически прозрачное окно, 4 – анод, 5 – диэлектрическая оболочка, 6 – катод.

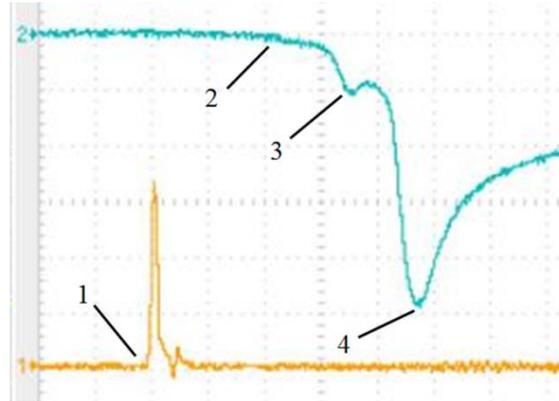


Рис.3. Характерные осциллограммы процесса коммутации тока в вакуумном РОУ с указанием выделенных точек на осциллограмме: 1 – старт лазерного импульса; 2 – момент появления в разрядной цепи тока, заметного по величине при сравнении с амплитудным значением; 3 – особенность на осциллограмме: а) излом, б) всплеск; 4 – момент достижения максимума тока в контуре. Луч №1 (желтый) – интенсивность лазерного излучения, луч №2(зеленый) – сила тока в разряде. Развертка – 50 нс/дел.

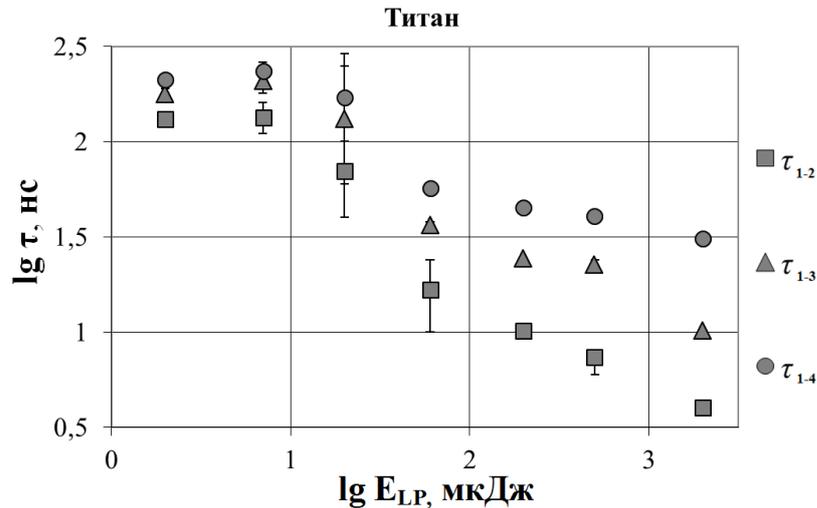


Рис.4. Зависимость временных параметров процесса коммутации тока в вакуумном РОУ от энергии управляющего импульса излучения. Указан материал катода.

По результатам измерений временных параметров процесса коммутации разрядного промежутка в вакуумном РОУ (рис.3) при различной энергии импульса управляющего излучения E_{LP} и неизменной длительности импульса излучения и площади пятна фокусировки оптического луча, были построены графики зависимости продолжительности соответствующих временных интервалов τ_{1-2} , τ_{1-3} , τ_{1-4} от величины E_{LP} (рис.4). Отметим, что зависимости $\tau_{1-2}(E_{LP})$, $\tau_{1-3}(E_{LP})$, $\tau_{1-4}(E_{LP})$ имеют практически идентичный вид. При относительно малых E_{LP} в диапазоне 2-20 мкДж (что соответствует интенсивности излучения в пятне фокусировки $q=3 \times 10^6 - 3 \times 10^7 \text{ Вт/см}^2$) временные интервалы τ_{1-2} , τ_{1-3} , τ_{1-4} меняются сравнительно слабо или даже в пределах случайной погрешности остаются неизменными. С ростом E_{LP} выше некоторого порогового значения длительность указанных временных интервалов начинает достаточно быстро сокращаться. Однако рост E_{LP} выше примерно 10 мДж ($q \approx 10^{10} \text{ Вт/см}^2$ и выше) будет означать значительное увеличение габаритов источника излучения, с одной стороны. А с другой – при столь высоком уровне интенсивности излучения для уменьшения времени коммутации предпочтительнее будет использовать взамен разрядника низкого давления (вакуумного) разрядник высокого давления с использованием эффекта оптического пробоя газа.

С ростом давления наблюдается ускорение процесса коммутации, т.е. роста проводимости в межэлектродном промежутке РОУ (рис.5).

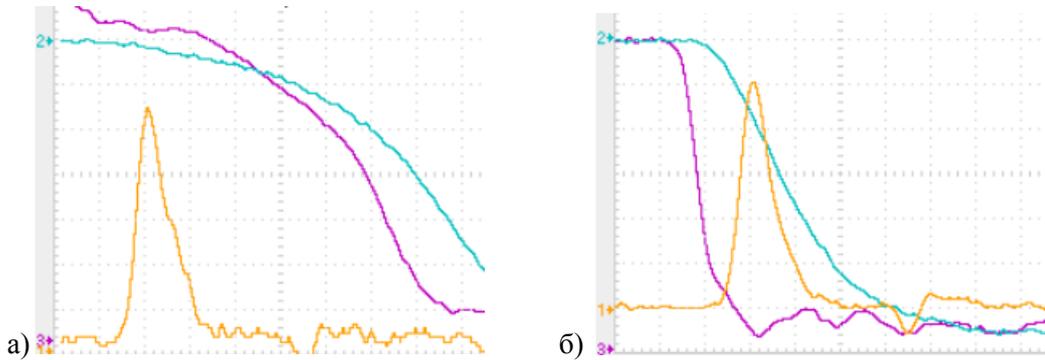


Рис.5. Давление остаточного газа: а) примерно 10^{-2} Па, б) примерно 10^0 Па; интенсивность излучения – 3×10^9 Вт/см², расстояние между электродами – 3 мм. Зарядное напряжение – 150 В, амплитуда тока – 2,8 А. Луч №1 (желтый) – интенсивность излучения, луч №2 (зеленый) – ток в разряде, луч №3 (розовый) – напряжение на разрядном промежутке. Развертка – 5 нс/дел.

При $P \approx 10^{-2}$ Па получаем $\tau_{1,2} \approx 35$ нс. При $P \approx 10^0$ Па получаем $\tau_{1,2} \approx 10$ нс. При $P \approx 10^5$ Па можно ожидать $\tau_{1,2} \approx 0,3$ нс. В этом случае разрядник можно будет без использования эффекта оптической искры применить для получения управляемых электрических импульсов пикосекундного диапазона.

Исследования зависимости временных параметров ИР от различных параметров проводились с использованием макета разрядника в варианте с двойным катодом (рис.6). Результаты проведенных исследований отражены на рис.7.

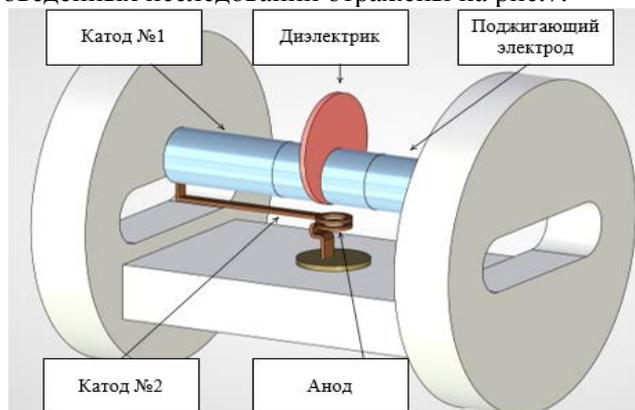


Рис.6. Изображение макета ИР в варианте с двойным катодом.

Наблюдается два типа развития разряда: быстрый для расстояния 2,5 мм от узла поджига до промежутка катод №2-анод, и медленный для расстояний от узла поджига до указанного промежутка в интервале значений 4 - 68 мм. Время задержки возникновения дугового разряда для разряда быстрого типа при давлениях остаточного газа $P > 10^{-3}$ Па обнаруживает зависимость от давления. При промежутке катод №2-анод равном 2 мм и расстоянии от данного промежутка до узла поджига 2,5 мм при давлении остаточного газа $P \approx 10^{-2}$ Па время образования проводящей среды (время задержки возникновения дугового разряда) составляет $\tau \approx 150$ нс, при давлении $P \approx 10^0$ Па - $\tau \approx 60$ нс. Если предположить, основываясь на результатах экспериментов, что $\tau = f(\lg P)$ – линейная функция, то при $P \approx 10^5$ Па можно ожидать $\tau \approx 4$ нс. В разряднике без двойного катода (рис.1) при расстоянии катод-анод равном 1 мм

проводящая среда формируется примерно за 15 нс (при давлении $P \leq 10^0$ Па). С увеличением энергетики можно ожидать перехода в область величин времени задержки, т.е. времени формирования проводящей среды, менее 1 нс. В этом случае разрядник можно будет использовать в качестве обострителя переднего фронта импульса напряжения.

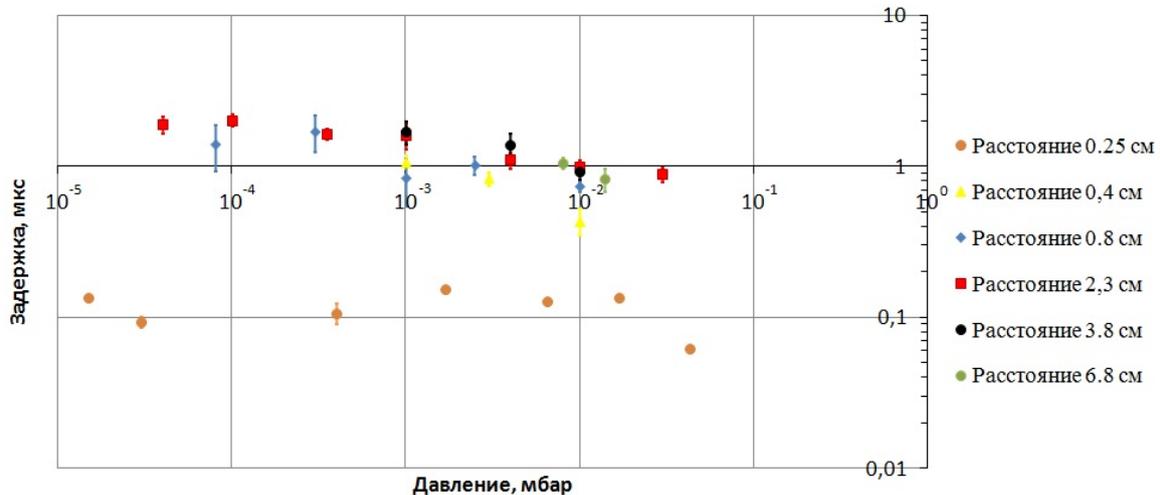


Рис.7. Зависимость задержки возникновения дугового разряда в ИР от давления остаточных газов при различных расстояниях от узла поджига до основного разрядного промежутка. Расстояние между катодом №2 и анодом равно 2 мм.

Энергетика поджига ИР в ранее проведенных экспериментах составляла $\sim 0,01$ мДж. Чтобы увеличить энергетику до уровня ~ 1 мДж (соответствующего уровню энергетики РОУ) надо увеличить коммутируемую разрядником емкость, обеспечивающую начальную стадию разряда, т.е. его возникновение, от $\sim 10^{-11}$ Ф (емкость системы электродов в узле поджига, разделенных диэлектрической шайбой) до $\sim 10^{-9}$ Ф. При вполне достижимой индуктивности $L \sim 10^{-7}$ Гн длительность импульса тока тогда составит примерно $T/2 = \pi(LC)^{1/2} \approx 30$ нс. Придется использовать двухступенчатую схему (иначе не хватит энергетики цепи, выдающей поджигающий импульс, или придется существенно увеличивать ее габариты): емкость $\sim 10^{-9}$ Ф, заряженная, например, до 3,5 кВ, коммутируется вакуумным разрядником первой ступени и разряжается через узел поджига разрядника высокого давления второй ступени.

Дальнейшие исследования покажут, возможно ли осуществить коммутацию искрового разрядника с временем задержки пикосекундного диапазона по предлагаемой схеме.

Литература

1. Асюнин В.И., Давыдов С. Г., Долгов А. Н., Козловская Т. И., Пшеничный А. А., Якубов Р. Х. // Успехи прикладной физики. 2014.Т.2. № 6. С.605.
2. Каторов А.С., Реватов В.О., Селезнев В.П., Ядровский А.И. Миниатюрный быстродействующий импульсный разрядник с оптическим управлением. – Технологии ЭМС – 2018. – Т. 66. – № 3. – С. 35–42.
3. Алферов Д.Ф., Матвеев Н.В., Сидоров В.А., Хабаров Д.А. // ПТЭ. 2004. №3. С. 94.
4. Xiaopo Mao, Zhenghao He, Xinya Xu, Ying Wang, Wenfang Fan, Huazhong Lin, Siqi Song, and Yuqing Wang. Research on the Time-Delay Characteristics of the Laser-Triggered Vacuum Switch. IEEE Transactions on plasma science, vol. 43, no. 6, June 2015.

Фазовые переходы в наноразмерных образцах

В.Б.Ефимов, Л.П.Межов-Деглин, О.Г.Рыбченко

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия
efimov@issp.ac.ru

Эксперименты, проведенные по изучению динамики фазовых переходов на наноразмерных образцах и сравнение результатов этих измерений с данными на массивных образцах показали, что температурные зависимости и скорости таких переходов существенно зависят от размеров кристаллитов. Так кристаллизация аморфной фазы в нано кластерах происходит при температурах на 10-20 К ниже, чем в массивных образцах при тех же временах отжига. При этом может принципиально меняться также и геометрия развития новой кристаллической фазы в нанокластерах по сравнению с массивными образцами.

Phase transitions in nanoscale samples. V.B.Yefimov, L.P.Mezhov-Deglin, O.G.Rybchenko. The experiments on the dynamics of phase transitions on nanoscale samples and a comparison of the results of these measurements with data on bulk samples showed that the temperature dependences and rates of such transitions substantially depend on the crystallite sizes. Thus, the crystallization of the amorphous phase in nanoclusters occurs at temperatures 10–20 K lower than in bulk samples at the same annealing times. In this case, the geometry of the growth of a new crystalline phase can also fundamentally change in nanoclusters in comparison with bulk samples.

Разработанная нами технология [1] позволяет формировать наночастицы из различных материалов (газов или жидкостей при комнатной температуре) с размерами порядка десятка нанометров [2, 3]. Суть технологии сводится к быстрому охлаждению смеси малого количества исследуемого вещества в большом количестве газообразного гелия до температур сверхтекучего гелия. Конденсация смеси происходит на поверхности сверхтекучего гелия с образованием рыхлой желеобразной (иногда напоминающей легкий туман) массы в объеме жидкого гелия – примесь-гелиевый гель. Принципиально важным для создания геля являются давления гелия существенно ниже атмосферного для создания ламинарного потока смеси и ее быстрого охлаждения в наборной трубке в процессе поступления в рабочую ячейку. В результате в сверхтекучем гелии образуются аморфные кластеры примеси с окружением атомами гелия с нано размерами. Концентрация примеси в таком геле составляет величину в несколько процентов. В процессе отогрева таких кластеров после испарения жидкого гелия более подвижные атомы гелия покидают кластеры. При дальнейшем отогреве возможно изучение динамики процессов кристаллизации таких аморфных нанокластеров (в дальнейшем именуемые как “gel” образцы) и сравнения этих результатов с процессами кристаллизации массивных образцов (“bulk”).

Проблема фазовых переходов в нано кластерах при низких температурах, формирование примесных частиц при обилии легких атомов таких как водород и гелий имеет фундаментальное значение для астрофизики, для понимания природы формирования Вселенной.

В качестве модельной среды для изучения влияния размеров образцов на процессы кристаллизации аморфной структуры, фазовых переходов при низких температурах нами был выбран этанол, формирование аморфной и кристаллических фаз в массивных образцах которого хорошо изучено. Молекулы этанола, так же как и водяные молекулы полярны, так что электрические свойства молекул этанола, равно как и поляризация ими атомов гелия как нейтрального окружения, близки к свойствам водяных молекул. Диэлектрическая константа воды при комнатной температуре $\epsilon=81$, для этанола $\epsilon=23$ для метанола $\epsilon=33$.

Стабильная кристаллическая фаза для абсолютного спирта существует в области температур ниже 160 К. Это моноклинная фаза (M) Pc , $a=5.377$, $b=6.882$, $c=8.255$ Å, $\beta=102.2^\circ$, $V=298.6$ Å³, $Z=4$, $\rho=1.025$ g/cm³, однако при быстром охлаждении жидкости формируется

аморфная фаза, поведение которой и последующие преобразования существенно зависят от состава исходного образца. Существуют две чистые формы спирта, с которыми мы проводили эксперименты: спирт ректификат (СР) с азеотропным содержанием воды ~4% и абсолютный спирт (АС) с содержанием воды <0.1%. Для АС температура плавления моноклинной фазы 159 К, в то время как для СР – 151 К. При быстром охлаждении со скоростями 1-15 К/мин моноклинная фаза не успевает сформироваться и переохлажденная жидкость (SCL) формирует ориентационно неупорядоченную кристаллическую фазу (ODC) при температурах ниже 98 К и только очень быстрое охлаждение (quench) до азотных температур со скоростями выше 30 К/мин приводит к формированию полностью неупорядоченного аморфного состояния [4]. Охлаждение жидкости до температур между 98 и 125 К приводит к формированию пластического кристалла (РС), который при росте температуры выше 125 К кристаллизуется в моноклинную фазу. Пластический кристалл (РС) представляет собой динамически разупорядоченную фазу с ОЦК решеткой, $a=5.381 \text{ \AA}$. Спирт ректификат достаточно легко формирует аморфное состояние, РС фаза для него не наблюдается [5], а переход осуществляется сразу в моноклинную фазу.

Аналогия между фазовыми переходами этанола и льда заключается в том, что вода при быстром охлаждении до низких температур из газообразного состояния также образует аморфную структуру. В зависимости от способа приготовления плотности аморфного состояния воды различаются: так определяют LDA (low density amorphous) $\rho=0.94 \text{ g/cm}^3$, HDA (high ...) $\rho=1.17 \text{ g/cm}^3$ и VHDA (very high ...) $\rho=1.25 \text{ g/cm}^3$. Аморфный лед при отогреве до температур выше жидкого азота кристаллизуются в кубическую структуру Ic, которая при температурах ~ 180 К переходит в гексагональную фазу Ih. Стоит отметить, что и в аморфных, и в кристаллических (Ic и Ih) фазах льда положение протонов (атомов водорода) полностью неупорядочено.

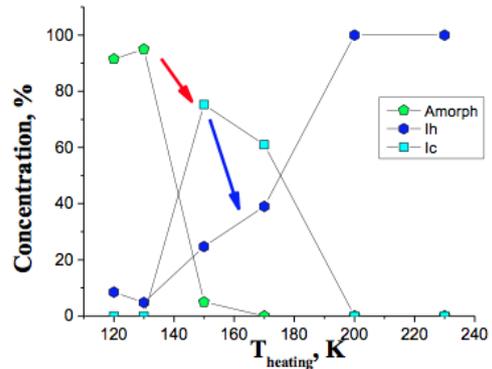
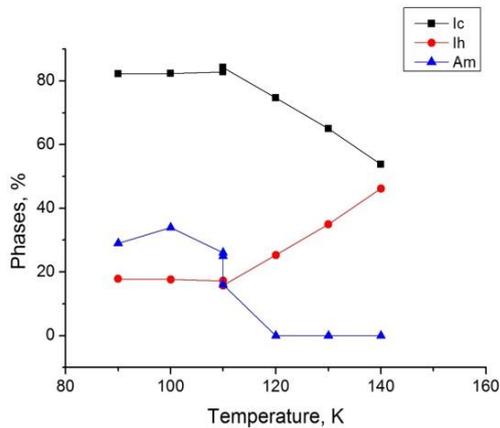
Исследование скорости роста кристаллической фазы и определение размеров кристаллитов проводилось после изотермических отжигов образцов при повышенное температуре измерениями рентгеновской дифракции. Рентгеноструктурные исследования проводили при температуре, близкой к азотной ($T_m \sim 85 \text{ K}$), при которой перестройки структуры не наблюдалось. Проверка показала, что образцы и этанола, и льда, исходно имеющие аморфную структуру, остаются стабильными при азотных температурах более полугода, спектр не меняется, никаких линий, соответствующих кристаллическим фазам, не возникает.

Для инициирования фазового перехода из аморфного в кристаллическое состояние мы повышали температуру образца до температуры отжига и выдерживали при ней определенное время. Отжиги проводились в интервале температур 105-250 К. Температура при отжиге поддерживалась с точностью $\pm 1 \text{ K}$. Затем образец охлаждался до температуры измерения – обычно 85 К. Время измерения рентгеновской дифракции обычно составляло нескольких часов.

На образцах нормального и тяжелого льда проводились качественные измерения при которых определялось количество кристаллической фазы после выдержки при определенной температуре 20 минут. Таким образом для определения активных температур фазового перехода на образцах “gel” льда вычислялись концентрации всех фаз по интенсивности рентгеновских пиков. Размеры образующихся кристаллитов оценивались по ширине рентгеновских пиков, соответствующих исследуемой фазе.

Для “gel” образцов обычного льда и кристаллизация аморфной фазы в кубическую, и фазовый переход кубическая фаза – гексагональная проходили при температурах на 10-20 К раньше, чем для образцов тяжелого льда (рис. 1 а и б). Аморфная фаза в массивных образцах льда обычно не наблюдается, так что сравнивать можно лишь фазовые переходы в таких образцах кубическая-гексагональная фаза. Такой переход в массивных образцах льда за времена порядка десятка минут [6] происходит при температурах ~ 210 К, что выше температур такого же перехода для наноразмерных образцов обычного и тяжелого льда.

Размеры образцов льда, полученного при распаде примесь-гелиевого геля можно оценить по малоугловому рассеянию нейтронов, что было нами сделано по результатам экспериментов в ILL на образцах тяжелой воды [7], и по ширине рентгеновских пиков кристаллических фаз, образующихся при фазовых переходах. И в том, и другом случае размер аморфных образцов и формирующихся из них кристаллитов 10-20 нм.

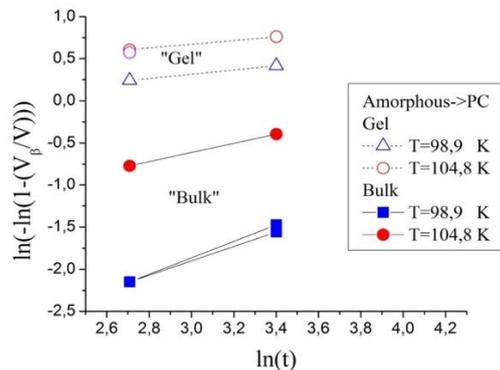
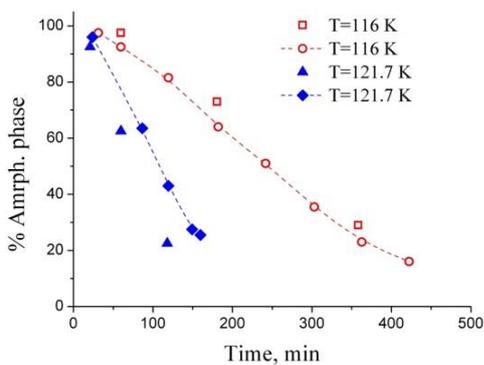


a).

б).

Рис. 1. Концентрация аморфной фазы (Am) и кристаллических кубической (Ic) и гексагональной фаз (Ih) для воды (левый график) и тяжелой воды (правый график) при отжиге образцов “gel” при разных температурах, время отжига 20 минут.

Количественные измерения динамики фазового перехода были проведены нами на образцах наноразмеров этанола. Сравнение было проведено нами на массивных образцах этанола, приготовленного из того же состава, что и нанобразцы. Динамика фазовых переходов изучалась при фиксированной температуре с изменением времени выдержки. Между двумя отжигами проводились рентгеновские измерения концентрации фаз и размеров кристаллитов при T_m . Такая процедура повторялась несколько раз до полного исчезновения аморфной фазы или завершения фазового перехода между фазами твердого этанола. Измерения на другой температуре отжига проводились уже на новом образце или на этом же для дальнейшего исследования перехода между упорядоченными фазами.



a)

б)

Рис. 2. Динамика уменьшения аморфной фазы “bulk” спирта ректификата при различных температурах (а). Разные значки соответствуют разным образцам. На правом графике (б) приведены временные зависимости кристаллизации образцов абсолютного этанола в координатах теории JMAK.

Температура интенсивной кристаллизации, при которой аморфная фаза исчезала за времена порядка часа для нанокластеров спирта ректификата была порядка 110 К, в то время как для массивных образцов $T \sim 125$ К (рис.2 а). Для спирта ректификата аморфная фаза кристаллизовалась в моноклинную фазу.

Кристаллизация аморфных образцов абсолютного спирта шла через стадию PC фазы, характерные времена для температур 100 и 105 К для “bulk” и “gel” образцов различались

(рис.2б). Для массивных образцов времена были много больше, чем для нанокластерных, но различие было не столь существенно, как для обычного спирта ректификата с азеотропным содержанием воды ~4%. Размеры нанокластерных образцов этанола приготовленных через стадию примесь-гелиевого геля имели порядок в нескольких десятков нм. Другой тип образцов “bulk” приготавливался посредством резкого охлаждения жидкого этанола до температуры жидкого азота. Размеры таких массивных образцов были несколько мм.

Теория процесса кристаллизации из аморфной фазы впервые была рассмотрена в классической работе Колмогорова [8], позднее и независимо подобные расчеты были проведены Jonson и Mehl [9], и популяризованы Avrami [10]. Теперь эта теория кратко называется по именам всех причастных к ее созданию как *ЖМАК*. Рост кристаллической фазы, соответствующий переходу фазы α в β фазу должен сопровождаться сохранением суммарного объема

$$V = V_{\alpha} + V_{\beta} \quad (1)$$

Относительное количество закристаллизовавшейся фазы запишем как:

$$x = \frac{V_{\beta}}{V} \quad (2)$$

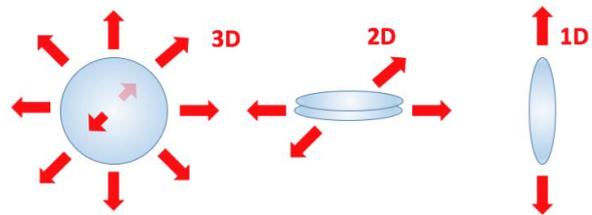
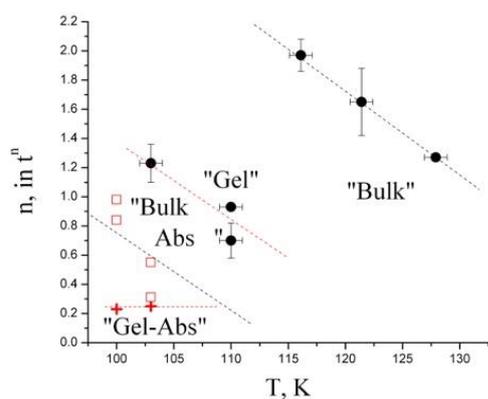
В общем виде для произвольного соотношения анизотропии роста новой фазы можно записать

$$x = 1 - \exp(-kt^n), \quad (3)$$

где k – в каком-то виде энергетическая характеристика процесса фазового перехода и t^n – временная зависимость зарождения и роста новой фазы. В конечном виде экспериментальную зависимость можно строить в логарифмических координатах

$$\ln(-\ln(1 - x)) = \ln k + n \ln t \quad (4)$$

Приведенная выше зависимость скорости роста новой фазы дает нам информацию о физической природе процесса кристаллизации. А именно, первое слагаемое, зависящее от термоактивационных процессов – о вероятности образования зародыша и скорости роста новой фазы (для трехмерного роста, например, $K = \pi \dot{N} \dot{G}^3 / 3$, где \dot{N} и \dot{G} скорость нуклеации зародышей и скорость роста радиуса сферической частицы), второе слагаемое – о природе образования зародыша и анизотропии роста новой фазы, если она присутствует. Так, анизотропия кристаллизации, например, замедленный рост по одному из кристаллографических направлений или дендритная кристаллизация дадут величину $n \sim 3$ или 2 [11]. Рост кристаллической фазы с поверхности без образования зародыша, например, уменьшит величину n еще на 1.



а)

б)

Рис. 3. Степень во временной зависимости скорости роста кристаллической фазы при разных температурах (а) и возможные геометрии роста новой фазы (б).

Проведенные исследования фазовых переходов кристаллизации аморфного этанола на образцах с разными размерами, а именно на образцах нанокластеров с размерами порядка нескольких десятков нанометров и массивных образцов(в данном случае спирта ректификата

или абсолютного спирта) показали, что кристаллизация таких образцов вполне удовлетворительно описывается теорией ЖМАК. Количество кристаллического образца описывается степенной зависимостью от времени $x = 1 - \exp(-kt^n)$, где k – энергетическая характеристика процесса кристаллизации. При кристаллизации аморфного этанола и k , и n зависели от температуры кристаллизации и были различны для абсолютного и обычного спирта ректификата.

В случае нанокластерных образцов временной показатель степени был порядка 1 для спирта ректификата, для абсолютного – меньше 1, в то время, как для массивных образцов и для ректификата, и абсолютного спирта n было порядка двойки (рис.3а). На основании этих наблюдения можно сделать вывод о различном характере зарождения кристаллической фазы для образцов разных размеров. Можно сделать предположения о механизмах возникновения зародышей (рис.3 б) – слева на право: объемный рост новой фазы из зародыша ($V \sim t^3$); преимущественный рост нового образца в плоскости ($V \sim t^2$) и дендритный рост образца ($V \sim t$). Для нанокластерных образцов формирование зародышей и дальнейший рост кристаллической фазы слабо зависит от времени, что можно объяснить ростом кристаллов с поверхности, что не требует возникновения зародышей и рост определяемый квантовым движением атомов, в то время как для массивного образца рост зерен начинается с образования зародышей в объеме образца и их последующего роста – скорее всего дендритного.

Работа была поддержана грантом РФФИ 17-02-00754.

Литература

1. V.Efimov, L.Mezhov-Deglin, Patent N 2399581, “Method of preparation of nanoparticles from gases and vapor of fluids” (2010).
2. В.Б. Ефимов, Л.П. Межов-Деглин. Приготовление ледяных нанопорошков в сверхтекучем гелии. «Вакуумная наука и техника», Материалы XXIII Научно-технической конференции, под редакцией С.Б.Нестерова, М. НОВЕЛЛА, с 39-41 (2016).
3. В.Б.Ефимов, А.Н. Изотов, О.Г.Рыбченко. Динамика кристаллизации твердого этанола. ФНТ, 44, 10, 1404-1411 (2018).
4. O.Haida, H.Suga and S.Seki, J.Chem. Thermodynamics 9, 1133 (1977).
5. M.Ramos, V.Rodriguez-Mora and R.Jimenez-Rioboo, J.Phys. Conens Mat., 19, 205135 (2007).
6. L.G.Dowell, A.P.Rinfret, Low-Temperature Forms of Ice as Studied by X-Ray Diffraction. Nature, 188, 1144-1148(1960) .
7. V.V. Efimov, L.P. Mezhov-Deglin, C. D. Dewhurst, A.V. Lokhov, and V.V. Nesvizhevsky, Neutron scattering on impurity nanoclusters in gel samples. Advances in High Energy Physics, vol. 2015, ID 808212. (<http://dx.doi.org/10.1155/2015/808212>).
8. А.Н. Колмогоров, К статистической теории кристаллизации металлов. Изв.АН СССР, Сер. Матем., 1 (3), 355-359 (1937).
9. W.A.Johnson, R.F.Mehl, Reaction kinetics in processes of nucleation and growth, Trans. AIME, 135, 416 (1939).
10. M. Avrami, Kinetics of phase change I. Journal of Chemical Physics, 7, pp. 1103-1012(1939); M. Avrami, Kinetics of phase change II. Journal of Chemical Physics, 8, pp. 212-224(1940).
11. M.Celikbilek, A.E.Ersundu, S.Aydin. Crystallization Kinetics of amorphous metarials. In book Advances in Crystallization Processes, Dr.Y.Mastai (Ed.)InTech, 2012.

Результаты протонирования аргона в сверхзвуковой струе

А.Е. Зарвин, В.В. Каляда, В.Э. Художитков
Новосибирск, Новосибирский государственный университет;
Новосибирск, НГУ, ул. Пирогова, 2
E-mail: zarvin@phys.nsu.ru

Выполнено исследование возможности формирования ионов протонированного аргона в сверхзвуковом кластированном потоке смеси аргона с водородом. Для регистрации использован метод молекулярно-пучковой масс-спектрометрии в варианте ионизации газовой смеси непосредственно в струе с последующим транспортом образовавшихся ионов через молекулярно-пучковую систему на детектор масс-спектрометра. Кроме массовых пиков ArH^+ обнаружены также ионы Ar_2H^+ , Ar_3H^+ и $(ArH)_2^+$. Сопоставлены результаты, полученные в струе и в статических условиях. Высказаны предположения о роли конденсации при образовании ионов протонированных димеров и тримеров аргона.

The results of argon protonation in a supersonic jet. A.E.Zarvin, V.V.Kalyada, V.E.Khudozhnikov. The possibility of the protonated argon ions formation in a supersonic clustered flow of an argon-hydrogen mixture was studied. For registration, the method of molecular beam mass spectrometry was used in the variant of the gas mixture ionization directly in the jet with the subsequent transport of the formed ions through the molecular beam system to the mass spectrometer detector. In addition to mass peaks of ArH^+ , ions Ar_2H^+ , Ar_3H^+ , and $(ArH)_2^+$ were also detected. The results obtained in the jet and under static conditions are compared. Assumptions have been made about the conditions for the formation of ions of protonated argon dimers and trimers.

Введение

Аргон, как и другие инертные газы, обладает крайне низкой химической активностью. Тем не менее, были обнаружены некоторые соединения с их участием. Так, с середины прошлого века велись исследования молекулярных ионов инертных газов. Согласно [1-2], молекулярный ион ArH^+ , называемый также аргонием, образуется при взаимодействии иона аргона с молекулой водорода: $Ar^+ + H_2 \rightarrow ArH^+ + H$. Этот механизм был установлен в измерениях относительного выхода протонированного аргона при низкой энергии ионизирующих электронов и постоянной напряженности запирающего ионы поля. Ионно-молекулярные реакции такого рода, которые наблюдаются как вторичные реакции в масс-спектрометрах, описываются методами современной кинетической теории [2].

Протонированные молекулярные ионы редких газов являются сравнительно стабильными. Они могут образовываться в электрических разрядах [3]. В спектральных измерениях молекула ArH^+ была впервые обнаружена в 1982 году [4].

При введении положительно заряженных ионов в плотную среду инертного газа формируются ассоциаты, представляющие собой центральный ион с взаимодействующими с ним окружающими атомами. Основной моделью, описывающей процесс формирования таких комплексов, является предположение, что положительный заряд поляризует окружающие атомы и формирует некую "шубу" вокруг себя. Как показано в [3], при внедрении положительных зарядов H^+ в плотных газообразных средах инертных газов могут формироваться молекулярные ионы ArH^+ и Ar_2H^+ . Однако авторы отметили ограничения моделей, объясняющих возникновение зарядовых комплексов исключительно поляризационными силами. Сравнительно недавно ионы ArH^+ были обнаружены при исследованиях методом масс-спектрометрии состава молекулярных пучков смесей аргона с парами воды [5]. Нас заинтересовал вопрос о возможности образования ионов протонированного аргона в сверхзвуковых кластированных потоках смеси аргона с молекулярным водородом.

Эксперимент

Работа выполнена на газодинамическом комплексе Новосибирского государственного университета [6]. Измерения производились как традиционным методом молекулярно-пучковой масс-спектрометрии (метод SEM), так и при ионизации газового потока непосредственно в струе хорошо сфокусированным электронным пучком с энергией электронов 10 кэВ. В этом варианте осуществлялся транспорт ионов через молекулярно-пучковую систему на квадрупольный масс-спектрометр HidenEpic 1000 (метод SIMS) [7].

Поскольку способ ионизации кластированных газовых потоков непосредственно в струе находится на стадии апробации, были выполнены предварительные методические измерения по проверке реальной разрешающей способности масс-спектрометра при использовании метода SIMS. Установлены пределы, в рамках которых масс-спектрометрия обеспечивает разрешающую способность не хуже 1 а.е.м., необходимую для достоверного определения соотношения между амплитудами пиков 40-й и 41-й масс.

Пример масс-спектра чистого аргона, зарегистрированного методом SIMS, приведен на рис. 1. Измерения в сверхзвуковом потоке производились за сверхзвуковым соплом, обеспечивающим развитую конденсацию с большим размером кластеров. Как показал опыт измерений авторов работы, метод SIMS обеспечивает эффективное измерение кластеров в динамическом диапазоне масс-спектрометра.

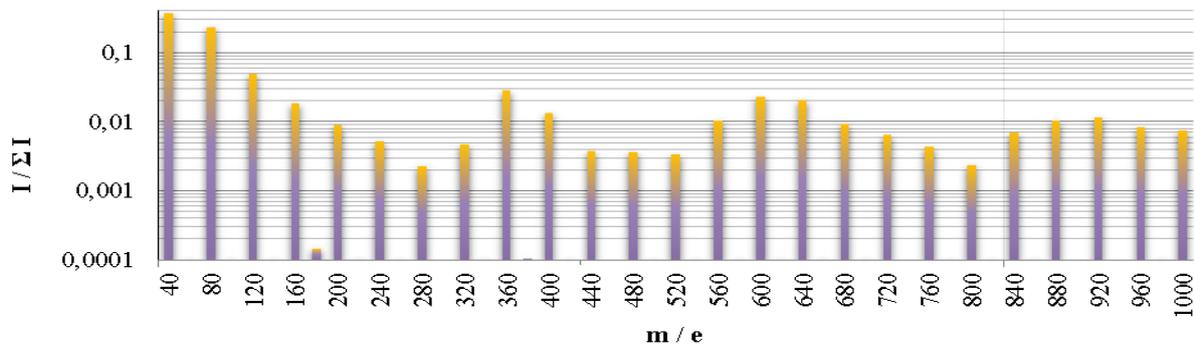


Рис. 1. Масс-спектр в струе чистого аргона. Метод SIMS. $P_0 = 70$ kPa.

В приведенном на рис. 1 режиме средний размер кластеров, оцененный по [8], составил $N = 34$. Ионизирующий поток высоковольтный электронный пучок находился на расстоянии около 30 мм от выходного сечения сопла, т.е. в условиях низкой температуры потока.

Для определения влияния конденсации на процесс формирования протонированного аргона результаты в сверхзвуковой струе сопоставлены с результатами, полученными при использовании того же метода диагностики (SIMS) в статических условиях, в зависимости от соотношения в разреженном фоновом газе концентраций аргона и молекулярного водорода.

Результаты и обсуждение

На рис. 2 приведено сравнение масс-спектров, зарегистрированных при истечении смеси 90%Ar + 10%H₂ через сверхзвуковое сопло в вакуум, двумя способами, SEM и SIMS. Фиксировалась зависимость амплитуды массового пика $m/e = 41$ от параметров газового потока, и, соответственно, размеров и доли кластеров, в сравнении с амплитудой пика аргона, $m/e = 40$. В обоих вариантах измерений кроме пика иона Ar^+ ($m/e = 40$) большой интенсивности наблюдаются также пик двукратно ионизованного аргона Ar^{++} ($m/e = 20$), а также пик малой интенсивности димера аргона, Ar_2^+ ($m/e = 80$). Кроме того, в режиме SEM обнаруживаются интенсивные пики ионов паров воды, H_2O^+ , OH^+ и атомарного кислорода, O^+ ($m/e = 18, 17$ и 16 , соответственно) обусловленные наличием паров воды в камере детектора масс-спектрометра ввиду особенностей высоковакуумной откачки секции детектора молекулярно-пучковой системы. В масс-спектре присутствуют также небольшой пик иона водорода, H_2^+ ($m/e = 2$), а также незначительный пик молекулярного азота, N_2^+ ($m/e = 28$) (все в режиме SEM). Незначительная амплитуда пика молекулярного водорода в спектре методом SEM обусловлена особенностью формирования молекулярного пучка и масс-спектрометрии смеси тяжелого и

лёгкого компонентов струи [9]. Однако главное отличие между спектрами, зарегистрированными двумя режимами, состоит в наличии в режиме SIMS интенсивного пика $m/e = 41$, который авторы отождествляют с ионом ArH^+ .

Как было отмечено выше, особенностью режима SIMS является ионизация сверхзвуковой струи в области достаточно высокой плотности по сравнению с плотностью частиц в молекулярном пучке. Сформированные в струе ионы на пути от области ионизации (электронного пучка) до скиммера молекулярно-пучковой системы сталкиваются с нейтральными частицами струи, возможно, с фоновым газом, проникающим в струю из окружающего пространства, и за скиммером бесстолкновительно доставляются на детектор масс-спектрометра. Поэтому в режиме SIMS в сверхзвуковой струе реализуется возможность взаимодействия ионизованных частиц для реакции образования ионов ArH^+ .

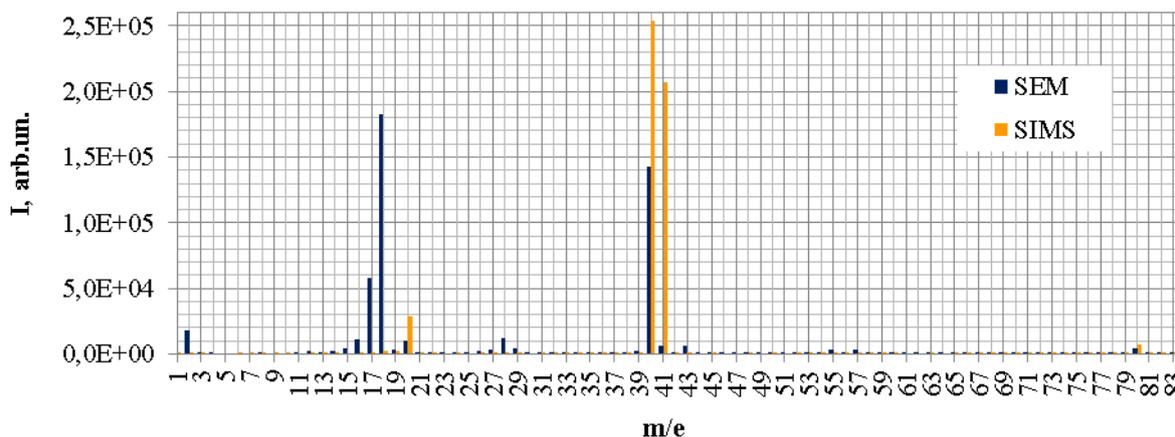


Рис. 2. Сравнение масс-спектров, полученных методами SEM и SIMS. Давление торможения $P_0 = 100$ кПа.

В отличие от SIMS, в режиме SEM при ионизации непосредственно в детекторе столкновения ионизованных частиц практически отсутствуют. Поэтому на $m/e = 41$, как и на $m/e = 27, 29, 43, 55, 57$ наблюдаются только традиционные для масс-спектрометрии следы осколков углеводородных молекул.

В режиме SIMS неожиданной оказалась высокая интенсивность пика ArH^+ при полном отсутствии в масс-спектре ионов водорода. Как показали дальнейшие эксперименты, выбранная система транспортировки ионов из струи на детектор масс-спектрометра в этом режиме не эффективна для ионов лёгких газов: водорода и гелия.

В работе при использовании метода SIMS проведены измерения соотношения интенсивностей пиков 40-й и 41-й масс в зависимости от давления торможения в камере сопла (соответственно, в зависимости от среднего размера кластеров), от состава смеси, т.е. соотношения между компонентами, аргоном и водородом. Выполнены также измерения при разных составах смеси в статических условиях, т.е. при наполнении камеры расширения до определенного давления исследуемым составом, от 100% Ag до 100% H_2 . Результаты в статических условиях сопоставлены с результатами в сверхзвуковом кластированном потоке. (метод SEM в этих условиях не может быть использован в принципе). Как и ожидалось, в статических условиях доля ионов протонированного аргона при том же соотношении концентраций компонентов смеси оказалась выше. Причиной, по-видимому, является большее число столкновений ионизованных частиц перед попаданием в скиммер и бесстолкновительным пролётом через молекулярно-пучковую систему на масс-спектрометрический детектор.

Пример соотношения ионов мономеров и малых кластеров аргона и аргона протонированного в зависимости от среднего размера кластеров, оцененного по [8] из данных по вариации давления торможения P_0 , приведен на рис. 3 (режим SIMS). Несмотря на довольно большой разброс экспериментальных данных, видно, что в кластированном сверхзвуковом потоке смеси формируются ионы не только ArH^+ , но и Ar_2H^+ и Ar_3H^+ , а также $(ArH)_2^+$. Можно

предположить, что в кластерах реализуется механизм, аналогичный описанному для плотной газовой среды [3].

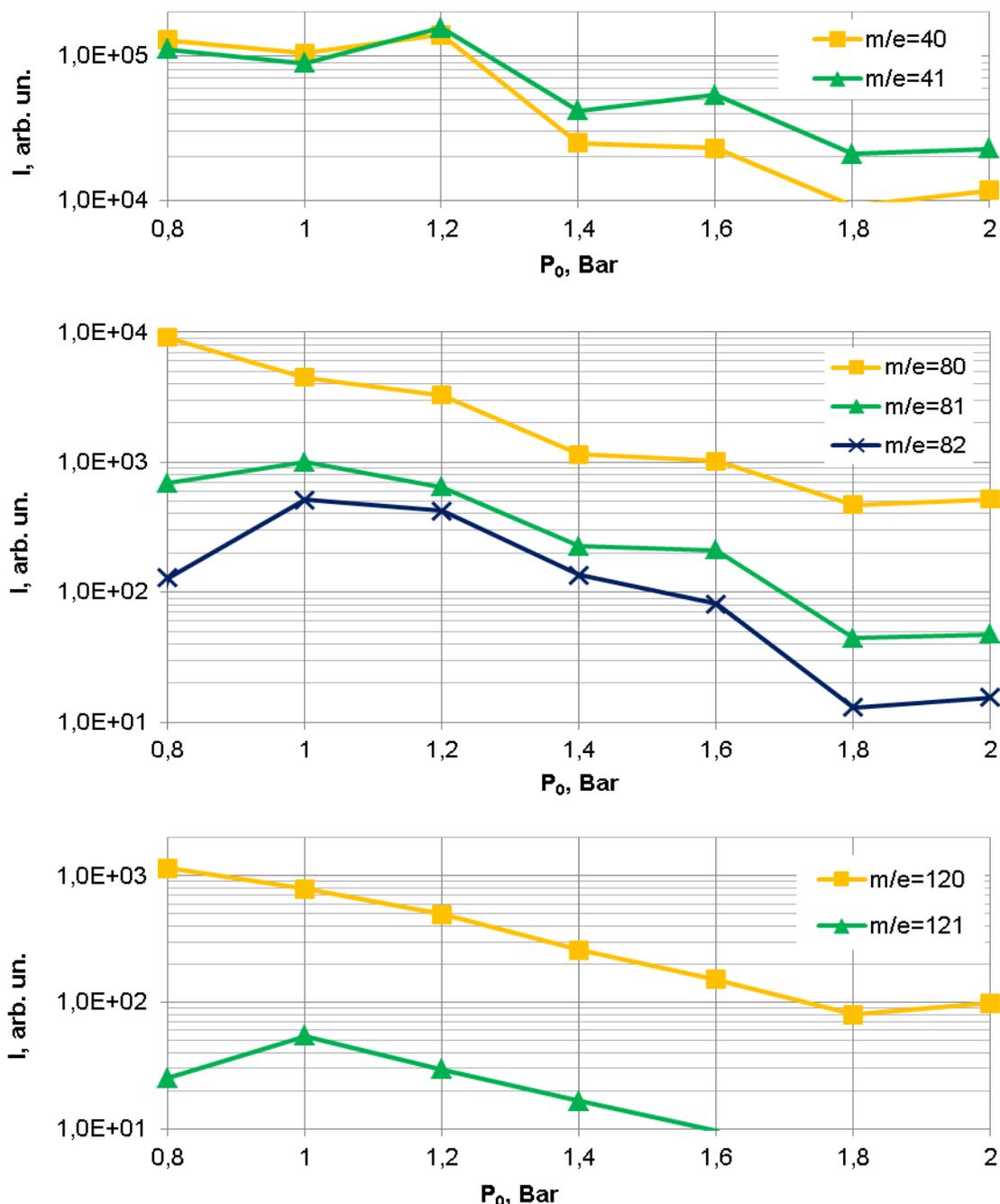


Рис. 3. Сравнение интенсивностей ионов протонированного аргона с аргоном в зависимости от давления торможения P_0 . Струя смеси 90%Ar + 10%H₂. Сверхзвуковое сопло.

Выводы

Исследована возможность формирования ионов протонированного аргона в сверхзвуковом потоке, а также в статических условиях в смесях аргона с водородом. Для диагностирования процесса использован метод ионизации смеси высоковольтным сфокусированным электронным пучком с последующим транспортом ионом с помощью молекулярно-пучковой системы на квадрупольный датчик масс-спектрометра с отключенным собственным ионизатором (метод SIMS). Показана эффективность использованного метода для инициации реакций образования протонированного аргона. Показано, что формирование ионов

ArH^+ более эффективно в выбранных статических режимах, чем в струе. В то же время в сверхзвуковом потоке обнаружены ионы Ar_2H^+ и Ar_3H^+ , а также, вследствие конденсации, ион $(\text{ArH})_2^+$.

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования центра коллективного пользования «Прикладная физика» НГУ при финансовой поддержке грантов Министерства образования и науки Российской Федерации 3.5918.2017/ITR и 3.5920.2017/ITR.

Литература

1. Stevenson D P and Schissler D O 1958 *J. Chem. Phys.* 29 282-94.
2. Gioumousis G and Stevenson DP 1958 *J. Chem. Phys.* 29 294-9.
3. Potapov S G, Sukhanov L.N. and Gusev G L 1989 *Russian J. Phys. Chem.* 63 865-76.
4. Brault J W and Davis S P 1982 *Physica Scripta* 25 268.
5. Hodorkovskii M A, Artamonova T O, Rakcheeva L P, Belyaeva A A, Shakhmin A L, Murashov S V, Timofeev N A, Mel'nikov A S, Dement'ev I A and Michael D 2009 *Tech. Phys. Rus. J. Appl. Phys.* 54(1) 1-6.
6. Zarvin A E, Kalyada V V, Madirbaev V Z, Korobeishchikov N G, Khodakov M D, Yaskin A S, Khudozhnikov V E and Gimelshein S F 2017 *IEEE Trans. Pl. Sci.* 45 819-27.
7. Chinenov S T, Zarvin A.E., Khudozhnikov V E, Kalyada V V and Yaskin A S 2018 *IOP Conf. Series: J. Phys.* 1105 012113.
8. Hagena O F 1992 *Rev. Sci. Instr.* 63 2374-9.
9. Zarvin A E, Kalyada V V and Khudozhnikov V E 2017 *Thermophys. Aeromech.* 24 671-81.

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

Десять лучших инновационных продуктов выставки «VacuumTechExpo 2019»

С. Б. Нестеров
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского
E-mail: sb.nesterov@vacuum.org.ru

Приведено краткое описание лучших инновационных продуктов выставки вакуумного оборудования «ВакуумТехЭкспо 2019».

Ten best innovative products of the exhibition "VacuumTechExpo 2019". С.В.Nesterov. A brief description of the best innovative products of vacuum equipment exhibition «VacuumTechExpo 2019» is given.

16 – 18 апреля 2019 года в Москве, в КВЦ «Сокольники» проходила очередная XIV международная выставка вакуумного и криогенного оборудования «VacuumTechExpo 2019». Организатор выставки Международная выставочная компания. Выставка проводилась при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского.

«VacuumTechExpo 2019» посетили 1 646 человек из 51 региона России и 13 стран мира. В этом году в выставке участвовала 51 компания из 8 стран: России, Беларуси, Германии, Китая, Кореи, Словакии, США и Турции. 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 «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.

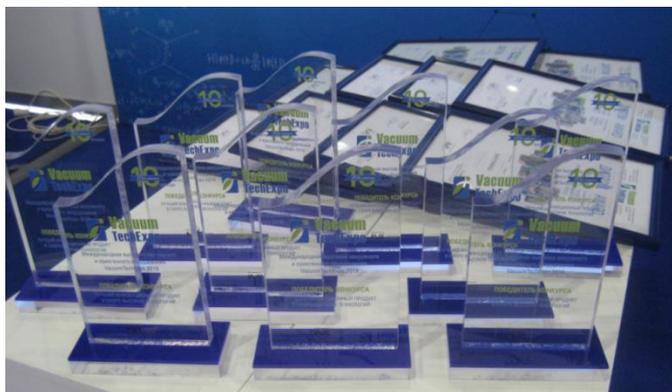


Рис.1. Призы для победителей конкурса.

АО «Вакууммаш». Казань. Насос вакуумный диффузионный НД-Э

Насосы вакуумные диффузионные паромасляные с водяным охлаждением предназначены для откачки воздуха, газов, паров и парогазовых смесей, не содержащих капельной влаги и механических загрязнений и не агрессивных к материалам конструкции и рабочей жидкости насоса.

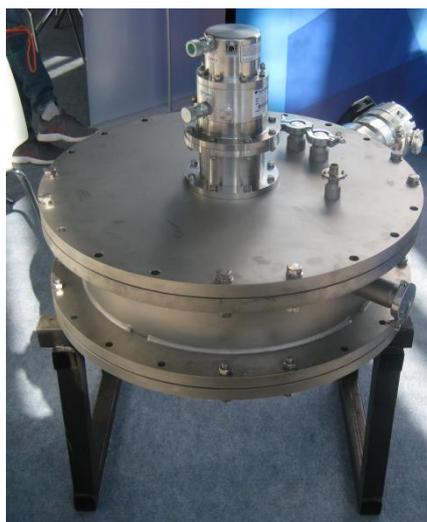


Насос НД-Э разработан в партнерстве с Leybold. Они имеют увеличенную в 2 раза быстроту действия в диапазоне давлений $10^{-2} \dots 10^{-3}$ мм рт.ст, и предназначены для промышленного применения в областях:

- вакуумной сушки;
- вакуумного напыления;
- в металлургии;
- в вакуумных печах;
- в научных исследованиях.

не уступают мировым аналогам – диффузионным насосам производства Varian, Edwards, HSR Vacuum.

КРИОСИСТЕМЫ (ООО «Современное вакуумное оборудование»). Москва. Вакуумный криогенный насос для откачки ксенона КС-630-Хе



Вакуумный криогенный насос КС-630-Хе разработан и создан компанией «Криосистемы» для откачки ксенона и предназначен для работы в составе специализированных установок по испытанию ионных двигателей с большой газовой нагрузкой по ксенону.

Разработанная конструкция насоса позволяет эффективно откачивать ксенон в диапазоне давлений $1 \cdot 10^{-5} \dots 1 \cdot 10^{-6}$ Торр. Геометрия криопанели спроектирована с учётом максимальной ёмкости (времени непрерывной работы) по ксенону.

Преимущества насоса КС-630-Хе:

- Простота конструкции насоса с минимальным количеством элементов;
- Короткое время захлаживания;
- Надёжность в работе и простота в эксплуатации и ремонте;
- Возможен полный объём проведения ремонта (в том числе и восстановление криоголовки) в сервисном центре «Криосистемы»;
- Насос КС-630-Хе является эффективным техническим решением при создании новых и модернизации вакуумных установок для испытания ионных двигателей с имеющейся системой вакуумной откачки;
- Низкая стоимость по сравнению с конкурентными решениями;

На сегодняшний день на российском рынке насос КС-630-Хе производства компании «Криосистемы» не имеет аналогов.

Leybold. Сухие винтовые насосы серии VARODRY



В серии сухих винтовых насосов **VARODRY** полностью безмасляное сжатие откачиваемой среды. Насос имеет высокоэффективное воздушное охлаждение. Низкая стоимость **VARODRY** это решение для областей, которые не являются сложными с точки зрения загрязнений.

Преимущества: низкая цена, простой ввод в эксплуатацию, компактные размеры, не требуется подвод воды, низкие эксплуатационные расходы, низкое энергопотребление, низкий уровень шума, высокая быстрота действия по водяным парам, отсутствие миграции масла в вакуумную систему.

АО «Атлас Копко». г. Химки, Московской обл. Безмасляный винтовой вакуумный насос с частотно-регулируемым приводом серии DHS-VSD+

Компания Атлас Копко разработала новый сухой винтовой вакуумный насос с воздушным охлаждением, который прошел сертификацию по классу «ClassZero» в соответствии со стандартом ISO 8573-1.

Сухие винтовые вакуумные насосы серии DHS VSD + это самые маленькие сухие винтовые насосы, которые можно найти на рынке. Это действительно безмасляный насос. В конструкции насоса смазка используется только в подшипниках. Соответствие самым жестким требованиям экологической безопасности было подтверждено в результате испытания при прохождении сертификации в лабораториях концерна TÜV Rheinland.

Конструкция насоса состоит всего из 50 компонентов. Большинство из них изготовлено из прочного и долговечного алюминия. Сердце насоса DHS VSD+ - винтовой элемент из алюминия, расположенный в литом алюминиевом корпусе. Преимуществом использования этих материалов является то, что работающий насос требует только воздушного охлаждения.

Еще одно преимущество бесконтактной технологии откачки сухого винта - это энергоэффективность и высокая производительность.



Работает насос очень тихо, уровень шума благодаря шумопоглощающему корпусу и системе привода с клиновым ремнем и VSD не более 70 дБ(А). Номинальная производительность насоса 65 и 100 м³/ч.

Насосы серии DHS имеют воздушное охлаждение, что значительно упрощает их монтаж и требования к установке. Отсутствие масла приводит к отсутствию фильтров и необходимости их замены. В результате требуемое обслуживание практически сведено к нулю. Отсутствие выбросов масла и загрязнений обеспечивается системой выпуска отработавших газов, создающей исключительную чистоту и производительность.

Насос имеет широкий диапазон применения: от вакуумной упаковки пищевых и иных продуктов до промышленных вакуумных процессов, очистки и сушки - насосы серии DHS VSD + обеспечивают чистую, долговечную и надежную откачку. И все это в сочетании с высокой экономической эффективностью.

Вакуумный насос серии DHS VSD + воплощает идеи и принципы проектирования оборудования компании Атлас Копко, направленные на создание умного, экологически безопасного, высокопроизводительного оборудования с минимальными энергозатратами.

АО «Интек Аналитика». Санкт-Петербург. Сухие вакуумные насосы EDS

Новый диапазон сухих винтовых насосов EDS производства компании Edwards отличает инновационный дизайн, который создает новый ориентир на рынке винтовых насосов. Благодаря продуманному инжинирингу, построенный в точном соответствии со стандартами и требованиями к качеству, предъявляемыми нашими покупателями, новый сухой винтовой насос предлагает бесперебойную работу и экономически выгодное решение, удовлетворяющее вашим требованиям.

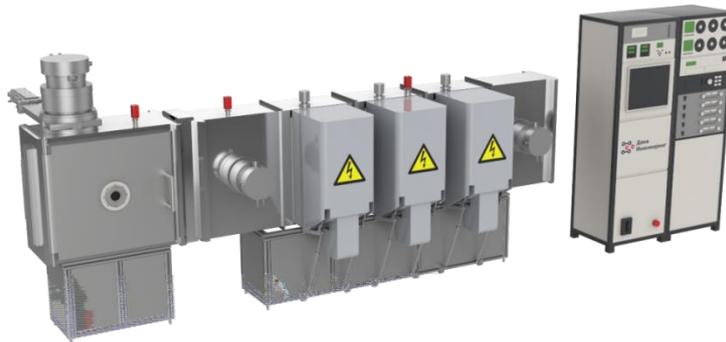
Серия EDS с водяным охлаждением надежна и эффективна. Способность насосов этой серии работать при сильном загрязнении делает эти насосы наиболее разумным выбором для использования в химической промышленности, в тяжелых промышленных технологических процессах.



Отличительные черты сухих вакуумных насосов EDS:

- Система по принципу «подключи и работай».
- Инновационная и прочная конструкция винтов.
- Сухие винты с конической резьбой.
- Высокая быстрота действия.
- Большое время безотказной работы.
- Минимальное время простоя.
- Надежная система водяного охлаждения.
- Высокая устойчивость к наличию твердых частиц загрязнений.
- Возможность усиленного воздушного охлаждения (опция).
- Система водяного охлаждения с замкнутым контуром.
- Безопасность и гибкость для процессов химической промышленности.
- Возможность настройки для использования в опасных зонах.
- Сертификация по международным стандартам в области взрывоопасности.

Дана Инжиниринг. Москва. Платформа вакуумных напылительных установок Kurchatov



Платформа вакуумных напылительных установок Kurchatov предназначена для создания высокопроизводительного напылительного оборудования. Установки, построенные на данной платформе, ориентированы для использования в серийном и крупносерийном производстве. Данная платформа построена по принципу in line: последовательное расположение загрузочной, шлюзовой и технологических камер. Ключевой особенностью данной платформы является размещение технологических устройств на боковых стенках вакуумной камеры в специальных откидывающихся отсеках, при котором значительно упрощается смена мишеней и обслуживание технологических устройств. Подложки располагаются на плоском подложкодержателе, который перемещается в технологической камере конвейерным способом. Установки на данной платформе состояются из модулей: технологические и вспомогательные камеры набираются в зависимости от технологии производства и производительности.

Преимущества

- Высокая производительность.
- Все элементы вакуумной системы изготовлены из немагнитной нержавеющей стали марок 12X18H10T/AISI321, 08X18H10/ AISI304.
- Поверхности, обращённые к вакууму, обработаны до шероховатости Ra0,8, что гарантирует минимальную дегазацию и, как следствие, сниженное время откачки.
- Возможность использования нескольких технологических устройств: магнетрон, вакуумно-дуговой испаритель, ионный источник.

- Гибкость при модернизации установки.
- Использование безмасляных средств откачки.
- Многоканальный контроль равномерности напыления и состава плазмы.

В установках платформы Kurchatov используются магнетроны, вакуумно-дуговые испарители и ионные источники протяжённой геометрии. Катоды технологических устройств выполняются как плоскими, так и цилиндрическими.

Предусмотрен нагрев подложек на всём пути их следования: от шлюзовой камеры до конца технологической.

Габариты вакуумной камеры зависят от размера зоны равномерности напыления на подложку. В зависимости от размеров технологических устройств выбираются способы контроля и управления равномерностью напыления.

Наносимые покрытия: металлы, оксиды, нитриды, карбиды. Также возможно распыление ферромагнетиков магнетронами с усиленной магнитной системой.

Области применения

- машиностроение
- декоративное производство
- приборостроение
- оптика
- микроэлектроника

ООО «ОКБМ-ТО». Калининград. Установка создания кольцевого He-Ne лазера ЛБКЯ.442352.011М

Установка создания кольцевого He-Ne лазера ЛБКЯ.442352.011М предназначена для создания кольцевого He-Ne лазера на основе оптического лазерного гироскопа методом многоступенчатого технологического процесса. Технологический процесс (длительностью до 110 час) выполняется в автоматизированном режиме, что обеспечивает проведение полного мониторинга производства изделий, повышает надежность выполнения отдельных стадий техпроцесса.

Основными конструктивными частями установки являются:

- вакуумный колпак с системой нагрева и охлаждения;
- цельнометаллическая прогреваемая (до 200°C) высоковакуумная безмасляная система откачки оптических изделий с газоанализатором;
- высоковакуумная безмасляная система откачки колпака ;
- многоканальная система напуска рабочих газов в изделия;
- система отжига геттеров в изделии на основе лазеров;
- система автоматического управления и электропитания.

Все основные части установки, кроме колпака, размещаются в едином прямоугольном корпусе с плоской верхней поверхностью.

В левой части корпуса под столешницей, размещены все основные системы установки.

В правой части выделен прямоугольный отсек, где установлены устройства системы автоматического управления и остальное электрооборудование.

Вакуумный колпак установки представляет собой разъемную вакуумную камеру, нижний фланец которой закреплен на горизонтальной поверхности стола. Верхняя часть камеры (колпак) подъемная. Конструктивно колпак представляет собой вертикально расположенный цилиндр \varnothing 500мм, имеющий сверху выпуклое дно, с нижней стороны к нему приварен фланец.

С наружной стороны на цилиндре равномерно установлен изолированный резистивный нагреватель, отделенный от рабочего объема внутренней обечайкой колпака.

Нижний фланец (плита) камеры - водоохлаждаемый.

Внутри камеры размещается до 6-ти оптических изделий.



Общий вид установки в исполнении ЛБКЯ.442352.011М-01.

Температура нагрева изделий внутри камеры контролируется двумя термоэлектрическими датчиками (термопарами), расположенными в рабочей зоне. Для обеспечения вакуумной откачки изделий и наполнения их газами через нижний фланец колпака пропущены 6 вакуумных магистралей, заканчивающихся внутри колпака сменными наконечниками.

Основные отличия установки:

- выполнение технологического процесса в автоматическом режиме работы установки позволяет повысить производительность и выход годных оптических изделий (кольцевых He-Ne лазеров);
- установка оснащена лазерной системой отжига геттеров установленных непосредственно в оптических изделиях;
- установка выпускается в 2-х конструктивных исполнениях. Дополнительная опция ЛБКЯ.442352.011М-01 оснащена узлом для проверки сорбционной емкости геттеров. Это позволяет расширить технологические возможности установки и уменьшить площадь производства кольцевых He-Ne лазеров за счет исключения дополнительной единицы оборудования;
- за 2017, 2018 годы ООО «ОКБМ-ТО» выпущено и внедрено 5 установок (4-ЛБКЯ.442352.011М и одна ЛБКЯ.442352.011М-01) для создания изделий квантовой электроники, что позволило полностью перевооружить производственный участок не останавливая производства.

Конструкция установки ЛБКЯ.442352.011М защищена патентом № 88781 «Установка для специальной электровакуумной обработки оптических изделий»

ООО «Ферри-Ватт». Казань. Индукционная плавильная печь ВАТТ-1300ВИП-С

Индукционная плавильная печь ВАТТ-1300ВИП-С предназначена для получения в вакууме инновационных алюминиевых и магниевых сплавов в индукционной печи и последующим разливом в муфельной печи, с возможностью добавления в расплав наномодификаторов и ультразвуковой обработки расплава как в процессе плавки при легировании, так и перед застыванием при разливе в формы. Общий вид и основные характеристики оборудования представлены на рисунке и в таблице соответственно. Оборудование укомплектовано линией подготовки легирующих нанопорошков, исходных компонентов плавки и приборами входного и выходного контроля сырья и готовой продукции (весы, РФА спектрометр, ударно-точечный маркировочный станок). Оборудование полностью автоматизировано и снабжено необходимыми системами контроля процесса плавки, в т.ч. контактный и пирометрический контроль температуры расплава, контроль футеровки тигля, визуальный контроль всех стадий процесса с места оператора и др. Оборудование позволяет получать высокопрочные марки сплавов с низкой зернистостью и высокой пластичностью, за

счет возможности воздействовать на размеры образующихся при затвердевании зерен, путем создания центров кристаллизации в виде равномерно распределенных наномодификаторов.

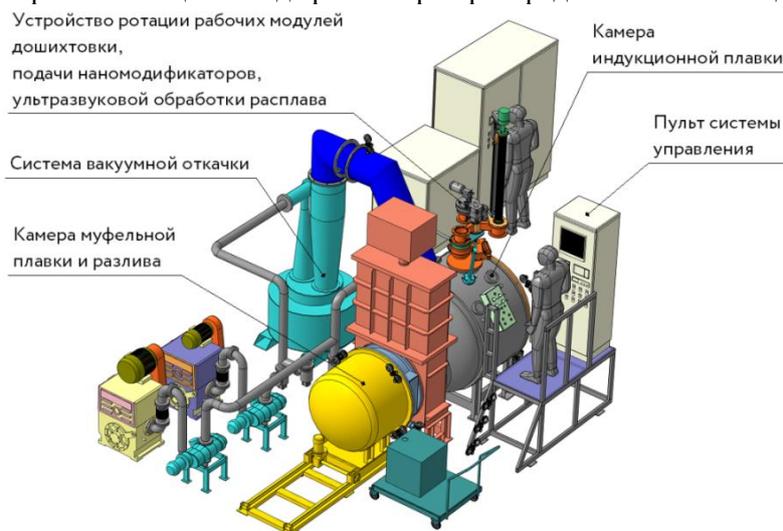


Таблица. Основные технические характеристики установки.

Ёмкость тигля по стали, кг	45
Номинальное напряжение питающей сети, В:	380
Частота тока питающей сети, Гц:	50
Число фаз: питающей сети контурной цепи	3 1
Мощность потребляемая, кВт	
Тиристорный преобразователь частоты	170
Собственные нужды, система вакуумная, охлаждение	90
Максимальная температура нагрева муфеля, °С	1150
Максимальная температура расплава, °С	1300
Остаточное давление в холодной, сухой, пустой плавильной камере, Па (мм рт.ст.)	$1,3 \cdot 10^{-2}$ ($1 \cdot 10^{-4}$)
Остаточное давление во время плавки (рабочий вакуум), Па (мм рт.ст.)	от $6,6 \cdot 10^{-2}$ до 6,6 (от $5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$)
Охлаждающая жидкость	Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72

ООО «Изовак». Минск. Беларусь. Вакуумное технологическое оборудование LIDIZ

Вакуумное технологическое оборудование LIDIZ предназначено для напыления сложных оптических покрытий для широкого круга применений.

Установка оснащена высокочастотными сеточными ионными источниками распыления, очистки и ассистирования, а также высокочастотными нейтрализаторами заряда.

Широкополосный оптический контроль по движущемуся свидетелю позволяет проводить процесс напыления в полностью автоматическом режиме и существенно увеличивает выход годных изделий.

Применение безмасляных откачных средств и ультравысоковакуумное исполнение установки вместе со шлюзовой роботизированной загрузкой позволяет добиться максимальной чистоты проведения технологического процесса напыления.



Технологические особенности:

- Полная автоматизация технологического процесса
- Ионная очистка высокочастотным сеточным источником
- Технология распыления высокочастотным сеточным ионным источником
- Ионное ассистирование высокочастотным сеточным источником
- Шлюзовая роботизированная загрузка
- Дисковый либо планетарный подложкодержатели
- Широкополосный автоматический оптический контроль по движущемуся свидетелю
- Инновационный четырехпозиционный подложкодержатель с механизмом вращения и горизонтального перемещения в процессе распыления
- Получение пленок с переменным показателем преломления
- Встраивание в чистую комнату
- Диаметр подложкодержателя – 320 мм (3x320)
- Максимальная загрузка деталей Ø30мм – 60 (180)
- Предельное остаточное давление - 2×10^{-5} Па

ООО «Буш Вакуум Руссия». Москва. Вакуумное измерительное оборудование нового поколения busch VacTest

Компания Busch Vacuum Pumps and Systems выпустила новую линейку вакуумных тестеров VacTest. Разработка, объединившая в себе новейшие достижения в области вакуумных измерений и исключительное качество изготовления, позволяет предложить линейку инновационных активных вакуумметров и контроллеров широчайшего профиля. Прочная конструкция, надежность и точность измерений – вот ключевые характеристики этих устройств, которые делают выбор оборудования Busch идеальным для управления и контроля вакуумных процессов. Новейшие технологии позволяют создавать устройства с широким диапазоном измерений – от 1600 до $5 \cdot 10^{-10}$ миллибар, обеспечивая точность на любом уровне вакуума.



Предлагаемые компанией Busch три линейки продуктов VacTest отвечают всем требованиям к измерению, контролю, управлению и регулированию вакуумной системы или процесса с точки зрения точности, а также диапазона измерений и технических возможностей.

Цифровые датчики VacTest представляют собой современные средства измерения с полным диапазоном дополнительных возможностей. Архитектура умных микроконтроллеров этих датчиков обеспечивает оптимальное сенсорное управление, а возможности настройки делают их выбор идеальным решением практически в любой области применения.

Аналоговые датчики VacTest отличаются компактным, прочным и функциональным дизайном. Благодаря безупречной точности и стабильности измерений эти датчики идеально подойдут для централизованных систем контроля и управления.

Портативный манометр VacTest – это идеальное переносное устройство для обслуживания или контроля качества вакуумного процесса. Измерительное устройство, работающее от аккумулятора, выполняет различные функции, например, использоваться в качестве USB-порта для передачи и визуализации данных, устройства регистрации данных; при этом эти манометры могут эксплуатироваться даже в условиях вакуума. Так, манометр можно поместить в герметичную упаковку для измерения давления внутри упаковки.

Для обеспечения быстрой и эффективной визуализации, анализа и сравнения технологических данных на компьютере или планшете Busch предлагает программное обеспечение VacTestexplorer. Доступны облегченная (Lite) и профессиональная (Pro) версии VacTestexplorer. Данная программа может выполнять множество функций. Например, она может использоваться для расчета класса герметичности, для удаленного управления активным сенсорным контроллером, для сравнения кривых откачки или настройки всех параметров цифровых передатчиков.



Не вызывает сомнений, что выставка «ВакуумТехЭкспо» будет и дальше содействовать развитию российской инноватики.

Литература

1. www.vacuumtechexpo.com

Разработка нового типоразмерного ряда ДВН типа Рутс

*А.В.Бурмистров, А.А.Райков, С.И.Саликеев, *Е.Н.Капустин, *А.А.Исаев*
Казань, КНИТУ, ул. К. Маркса, 68
*Казань, АО «Вакууммаш», ул. Тульская, 58
Email: burm@kstu.ru

Рассматривается конструкция двухроторного вакуумного насоса типа Рутс, входящего в линейку разрабатываемой отечественной серии насосов НВД, которая будет включать машины с геометрической быстротой действия от 500 до 5000 м³/ч. Проведенные расчеты позволили выбрать профиль ротора ДВН, обеспечивающий сочетание минимума обратных перетеканий и максимума коэффициента использования отсеченного объема. Обсуждаются технические решения, используемые в разрабатываемой машине.

Development of a new dimension-type series of Roots pumps. A.V.Burmistrov, A.A.Raykov, S.I.Salikeev, E.N.Kapustin. The design of a Roots pump included in Roots pumps domestic series NVD (mechanisms with pumping speed from 500 to 5000 m³/hour) is considered. Calculations made it possible to choose the rotor profile of the pump which provides combination of minimal backward leakage and maximal coefficient of cut-off volume use. Engineering solutions used in the developed mechanism are discussed.

Двухроторные вакуумные насосы типа Рутс (ДВН) находят широкое применение в самых различных приложениях вакуумной техники от химической промышленности и металлургии до установок имитации космического пространства и систем формирования наноструктурированных покрытий.

ДВН используют в качестве первой ступени, последовательно присоединяя к ним форвакуумные насосы различных типов, поскольку ДВН из-за особенностей принципа действия не способен продолжительно работать с выхлопом в атмосферу и ему необходимо предварительное разрежение. Долгие годы типовой агрегат включал в себя ДВН и вакуумный насос с масляным уплотнением (пластинчато-роторный или золотниковый). В последние годы в качестве форвакуумных все чаще применяют бесконтактные безмасляные насосы, например винтовые или кулачково-зубчатые [1]. Создаются агрегаты, использующие безмасляные спиральные вакуумные насосы [2].

Ведущие зарубежные производители выпускают ДВН с теоретической быстротой от 250 до 30000 м³/ч. В России лишь на АО «Вакууммаш» (г.Казань) серийно выпускаются двухроторные насосы НВД с быстротой действия 200 и 600 м³/ч [3]. В 70-80-х годах двадцатого столетия в СССР в г. Мелитополь выпускались насосы – ДВН-500 и ДВН-1500, проектировался малый насос ДВН-5 и большой ДВН- 5000.

Такая номенклатура явно недостаточна для покрытия потребности промышленности. В первую очередь, требуются отечественные насосы гораздо большей производительности. Стоит также выделить целый ряд общих недостатков отечественных машин: недостаточная защита от проникновения масла из масляных картеров в рабочую полость насоса, шум, существенно превышающий уровень зарубежных аналогов, единственный способ предотвращения перегрузки насоса – перепускной клапан. Кроме того, в ряде насосов используется неоптимальный профиль роторов, который выбирался исходя из возможностей его изготовления. Так, например, в насосах НВД-200 и НВД-600 заложен теоретически необкатываемый профиль, что приводит к тому, что при неизменном межцентровом расстоянии зазор не остается постоянным при повороте роторов. Например, при $A=75,093$ мм межроторный зазор изменяется от 0,225 до 0,322мм (рис. 1). Таким образом, и обратные перетекания через межроторный канал при повороте роторов в насосе изменяются не только за счет изменения геометрии канала, но и за счет постоянного «плавания» зазора. Соответствующие зависимости коэффициента проводимости $K_{зрр}$ также представлены на рис.1 [4].

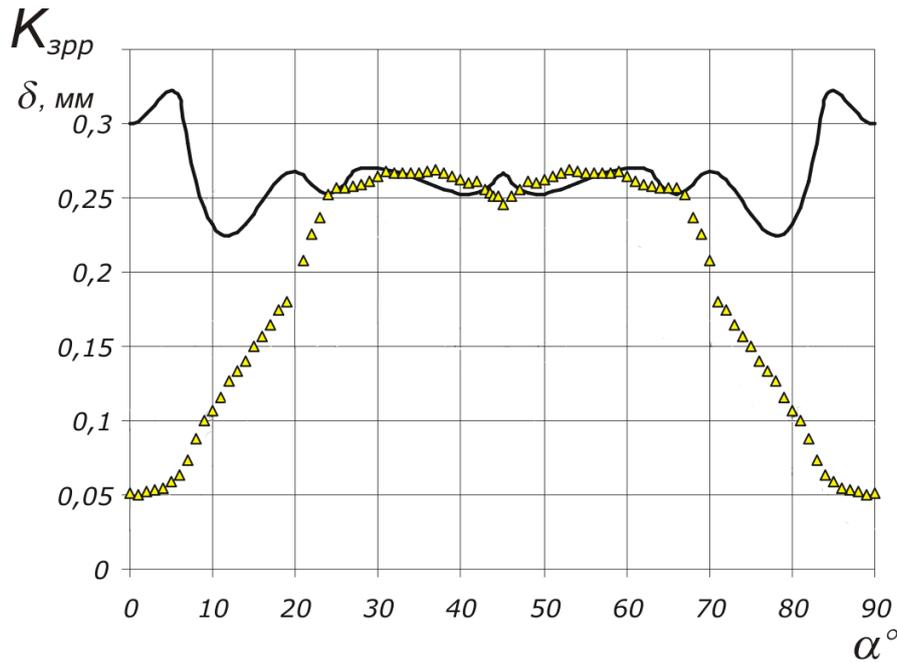


Рис. 1. Изменение зазора (линии) и коэффициента проводимости (маркеры) межроторного канала ДВН-50 с $A = 75,093$ мм.

Курс России на импортозамещение настоятельно требует разработки конструкций и освоения выпуска целого ряда современных энергоэффективных двухроторных вакуумных насосов, способных запускаться на любых входных давлениях, имеющих малый уровень шума, обеспечивающих получение действительно безмасляной откачиваемой среды, имеющих удельные характеристики на уровне лучших мировых аналогов.

С этой целью АО «Вакууммаш» совместно с КНИТУ проводят работы по созданию линейки отечественных ДВН с быстротой действия от 500 до 2500 м³/ч, с перспективой расширения до 5000 м³/ч. Первым насосом в линейке разрабатывается НВД-1000 - насос с производительностью 1000 м³/ч.

Начальным этапом разработки любой бесконтактной двухроторной машины является профилирование роторов, поскольку откачные характеристики, в первую очередь, зависят от величин объема газа, переносимого роторами за один оборот, и перетечек газа через щелевые каналы роторного механизма. Основные задачи профилирования: разработка роторов, обеспечивающих максимально возможную «герметичность» между полостями всасывания и нагнетания при обеспечении максимального коэффициента использования объема; изолированные (перевальные) объемы в зацеплении должны быть минимальными; профиль должен быть технологичен.

Как показано в работе [5] наибольшую свободу выбора формы роторов ДВН обеспечивает эллиптический профиль (рис.2), у которого независимо могут быть заданы четыре параметра. Исходя из необходимости обеспечения геометрической быстроты действия 1000 м³/ч для насоса НВД-1000 выбраны следующие значения размеров роторного механизма: $R = 77$ мм, $A = 2a = 100,1$ мм (рис. 2).

Исходя из обеспечения двух противоречивых требований – минимизации проводимости межроторного канала и обеспечения максимального коэффициента использования отсеченного объема $\chi = 1 - f_p / \pi R^2$ (f_p – площадь поперечного сечения ротора) выбраны следующие геометрические отношения $b/a = 0,87$ и $r/a = 0,657$. Профиль ротора с данными параметрами показан на рис. 2. Он имеет коэффициент проводимости межроторного канала $K_{зрр} = 0,16$, радиального $K_{зрК} = 0,069$ и коэффициент использования отсеченного объема $\chi = 0,516$.

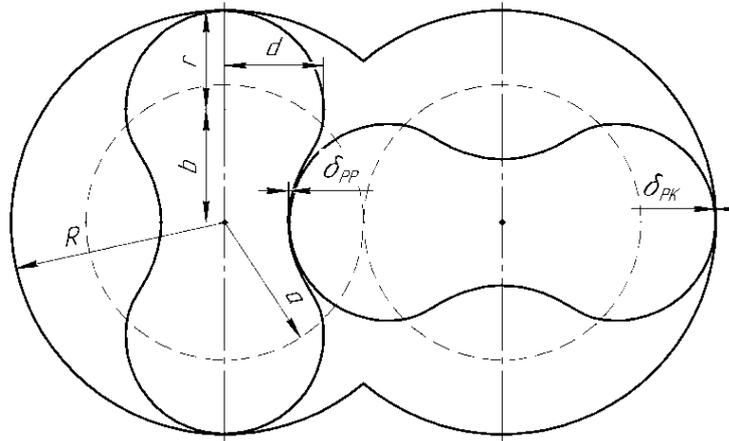


Рис. 2. Профиль роторов насоса НВД-1000.

Аналогичный по скорости действия зарубежный аналог – насос RUVAC фирмы «Leybold» [6] имеет следующие параметры: $A=106,2$ мм, $R = 80$ мм. Проведенные на координатно-измерительной машине Contura G2 фирмы Carl ZEISS замеры профиля роторов насоса RUVAC 1001, нанесенные точками на рис. 3, показали, что наиболее близкий эллиптический профиль имеет следующие размеры параметров $r = 44,17$, $d = 37,6$, $b = 35,74$, т.е. $b/a = 0,672$, $r/a = 0,831$ (рис. 4). Проведенные расчеты показали, что данные ротора имеют следующие показатели: коэффициент проводимости межроторного канала $K_{зрр} = 0,176$, радиального $K_{зрк} = 0,0857$ и коэффициент использования отсеченного объема $\chi = 0,515$.

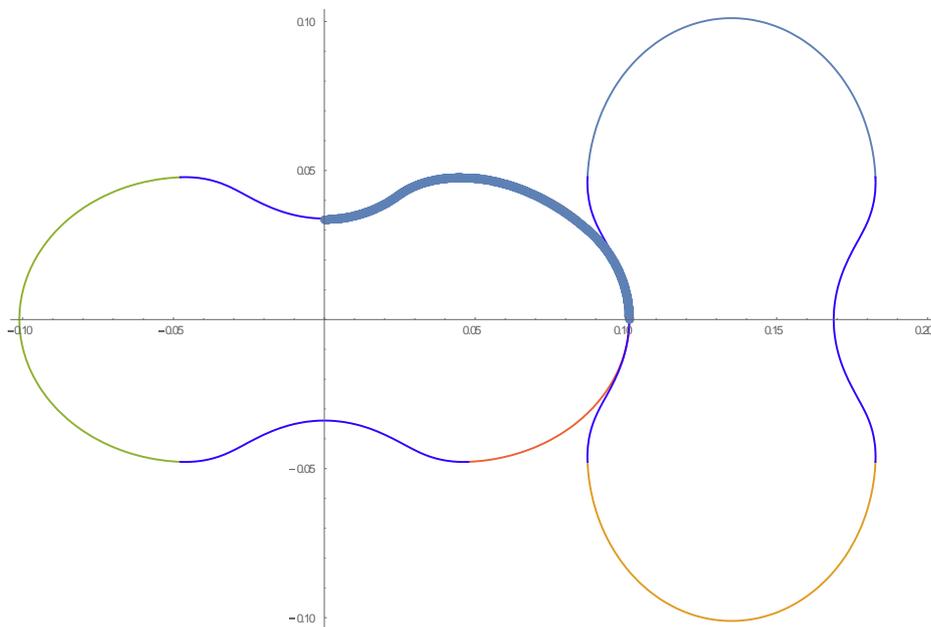


Рис. 3. Геометрия роторов насоса RUVAC 1001 фирмы «Leybold».

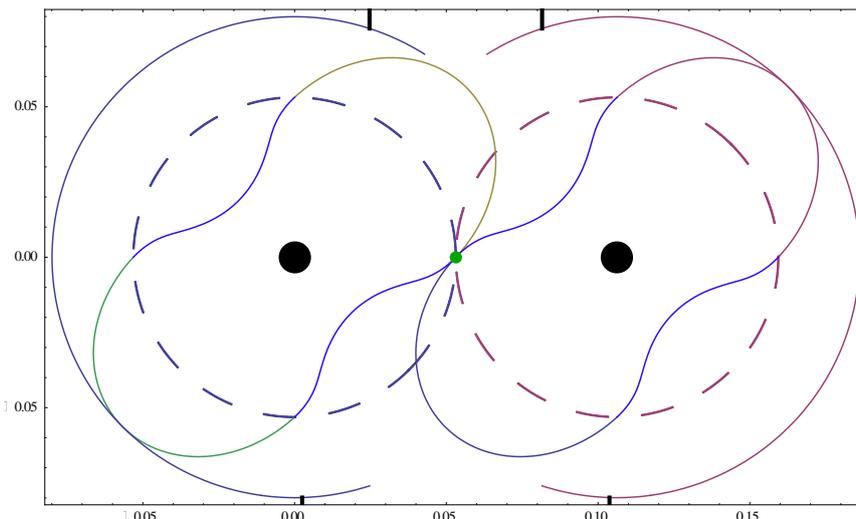


Рис. 4. Ротора с эллиптическим профилем, наиболее близким к профилю роторов насоса RUVAC 1001.

Таким образом, профиль насоса НВД-1100 в сравнении с RUVAC 1001 выигрывает по всем трем показателям. Коэффициент χ , определяющий величину отсеченного объема, для НВД-1100 больше, а коэффициенты проводимости $K_{зрр}$ и $K_{зрк}$, определяющие перетекания через межроторный и радиальный каналы соответственно, меньше.

Следующей важной задачей при проектировании насоса является разработка системы предотвращения перегрузки привода насоса при работе на повышенных входных давлениях в периодах работы связанных с набором вакуума в вакуумной системе. Это актуально, в первую очередь, в связи с тем, что в насосах типа Рутс осуществляется энергетически неэффективное внешние сжатие.

Задачу предотвращения перегрузки насоса решает частотно-управляемый привод на базе асинхронного электродвигателя (рис. 5) в отличие от насосов НВД-200, НВД-600, в которых используется перепускной механический клапан, который сильно увеличивает габариты и массу насоса. При повышении нагрузки на насос при работе на повышенных входных давлениях датчик тока, встроенный в частотный преобразователь, дает команду на уменьшение частоты вращения роторов, что снижает газовую нагрузку на привод и насос в целом.

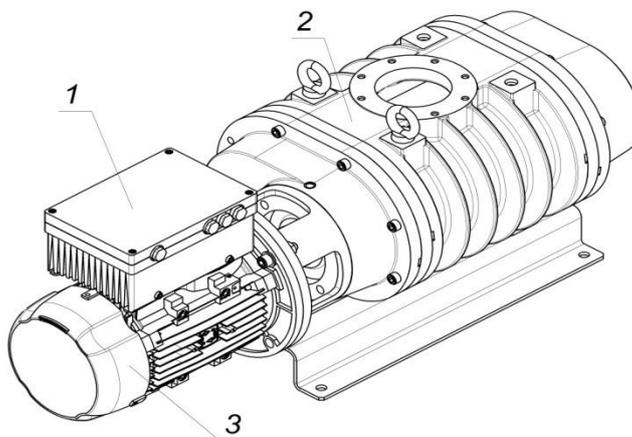


Рис. 5. Насос вакуумный двухроторный НВД-1000:
1 – частотный преобразователь; 2 – роторный механизм; 3 – асинхронный электродвигатель.

Поскольку НВД-1000 имеет воздушное охлаждение при достаточно большой мощности электродвигателя (4 кВт) актуальным стало снижение тепловыделения в опорах качения. По этой причине сдвоенные сферические шариковые подшипники и радиальные роликовые подшипники, расположенные на опорах валов НВД-200 и НВД-600, были заменены на радиальные шариковые подшипники с осевым преднатягом посредством волновой пружины сжатия для осевой фиксации вала, поскольку они обладают меньшими потерями на трение.

Во всех отечественных НВД всегда большой проблемой было попадание масла из масляных картеров в рабочую полость насоса и на роторы, по этой причине система динамических лабиринтных уплотнений между масляным картером и рабочей полостью насоса также подвергнута модернизации.

Система динамических уплотнений между рабочим объемом насоса и масляным картером представляет собой комбинацию лабиринтного уплотнения, состоящего из четырех вращающихся колец 1 и маслоотражателя 2 (рис. 6). Также имеется сеть перепускных каналов 3 для откачки воздуха из масляного картера при наборе вакуума и стекания масла из подшипников и маслоотражателя для предотвращения его попадания в рабочий объем насоса. Откачка воздуха из масляного картера осуществляется через зазоры лабиринтного уплотнения.

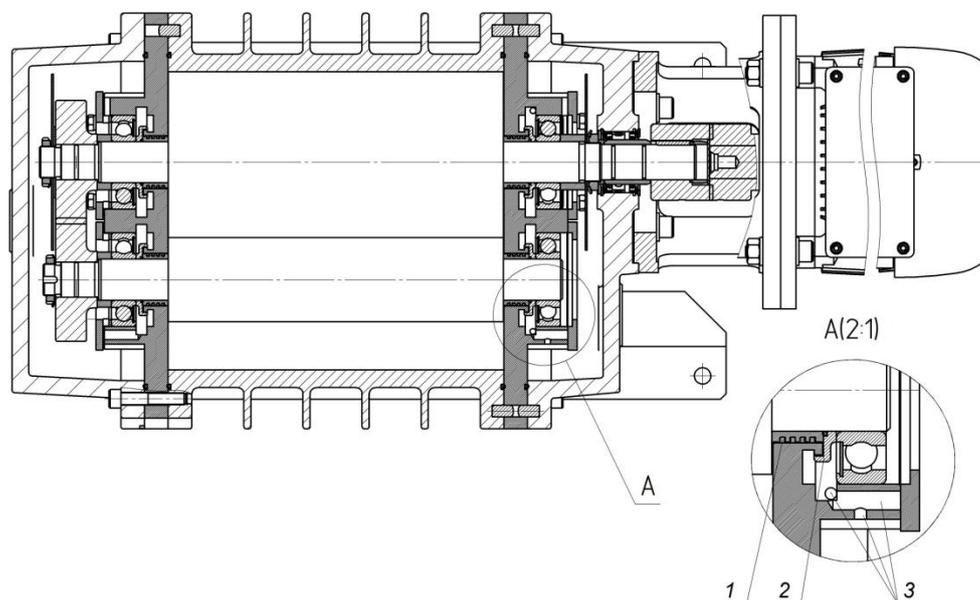


Рис. 6. Поперечный разрез насоса НВД-1000:
1 – кольцо; 2 – маслоотражатель; 3 – перепускные каналы.

Представленные в настоящей статье разработки позволяют сделать вывод о перспективности разрабатываемой линейки отечественных двухроторных вакуумных насосов и рекомендовать «сухие» агрегаты на их ДВН типа Рутс для применения в высокотехнологичных отраслях промышленного производства, требующих безмасляного вакуума.

Литература

1. Вакуумная техника: Справочник / К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
2. Бурмистров, А.В. Экспериментальное исследование откачных характеристик первого отечественного безмасляного агрегата на базе двухроторного и спирального вакуумных насосов / А. В. Бурмистров, С. И. Саликеев // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 2016, № 9(678) – С.26-30.

3. НВД-200 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://vacma.ru/products/roots_pump/nvd/382/, свободный
4. Бурмистров А.В. Создание и исследование бесконтактных вакуумных насосов: дис...докт.техн.наук / А. В. Бурмистров; МГТУ им. Н.Э. Баумана. – Москва, 2006. - 363с.
5. Бурмистров А.В., Караблинов Д.Г., Бронштейн М.Д. Влияние геометрических параметров эллиптического профиля на характеристики двухроторных вакуумных насосов типа Рутс // Компрессорная техника и пневматика. – 2004. - № 6. - С. 38-40.
6. RUVAC WS 1001 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.leyboldproducts.de/en/Products/Roots-Vacuum-Pumps/RUVAC-WS-WSU/Pumps/653/RUVAC-WS-1001>, свободный

Исследование вакуумных характеристик магнитореологических эластомеров и их использование в вакуумной технике

*А.М. Базиненков, В.П. Михайлов, А.П. Ротарь, Д.А. Иванова и А.В. Казаков
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5
E-mail: ambazinenkov@bmstu.ru, mikhailov@bmstu.ru*

Представлена модель газовыделения из приповерхностного слоя магнитореологического (МР) эластомера, который является перспективным материалом для использования в вакуумных системах. Даны результаты исследований парциальных давлений выделяющихся из МР эластомера газов. Показаны также результаты экспериментальных исследований параметров переходных процессов при работе высокоточного привода на основе МР эластомера, который одновременно является активным демпфером и может использоваться в вакууме.

Research of vacuum characteristics of magneto-rheological elastomers and their use in vacuum technology. A.M. Bazinenkov, V.P. Mikhailov, A.P. Rotar', D.A. Ivanova, A.V. Kazakov. A model of gas evolution from the surface layer of a magneto-rheological (MR) elastomer, which is a promising material for use in vacuum systems, is described. The results of research of the partial pressures of gases exhaled from the MR elastomer are given. The results of experimental studies of the parameters of transients in the operation of a high-precision drive based on MR elastomer, which is both an active damper and can be used in vacuum, are also shown.

Магнитореологические (МР) эластомеры являются перспективными материалами для использования в вакууме в качестве регулируемых герметизирующих элементов вакуумных систем. Возможно также применение в вакуумных камерах позиционирующих и виброизолирующих механизмов для повышения качества проводимых исследований и технологических процессов [1,2]. В настоящее время вакуумные характеристики МР эластомеров мало изучены, в частности, не исследованы процессы десорбции и парциальный состав выделяющихся газов с поверхности и из объема материала с учетом его сложной пространственной структуры.

Фотография МР эластомера, полученная при помощи металлографического микроскопа с увеличением в 1600 раз, представлена на рис. 1. В прозрачном силиконовом каучуке видны сферические частицы карбонильного железа размером 1...10 мкм, структурированные под действием магнитного поля в цепочки. МР эластомеры относятся к классу так называемых «умных материалов» – “smart materials”, свойства которых изменяются под воздействием магнитного поля. МР эластомеры получают диспергированием магнитного порошка в жидком силиконовом каучуке с последующей полимеризацией композиции в форме [3]. В качестве магнитного наполнителя используется порошок карбонильного железа. Для улучшения

совместимости с силиконовой матрицей порошки модифицируются поверхностно-активными веществами и кремнийорганическими соединениями. Рассмотрим модель газовыделения из приповерхностного слоя МР эластомера (рис.2).

В прозрачном силиконовом каучуке распределены сферические микрочастицы карбонильного железа, которые под действием магнитного поля структурируются в кластеры. На поверхности микрочастиц адсорбированы молекулы поверхностно-активных веществ и кремнийорганических соединений, которые при нагреве МР эластомера начинают десорбировать и диффундировать из объема эластомера к поверхности, граничащей с вакуумной средой, где их концентрация близка к нулю. Затем происходят их десорбция и откачка вакуумной системой. Кроме того, при нагреве с поверхности образца МР эластомера десорбируют атмосферные газы, растворенные в силиконовом каучуке и диффундирующие к поверхности: пары воды, азот, водород и углекислый газ.

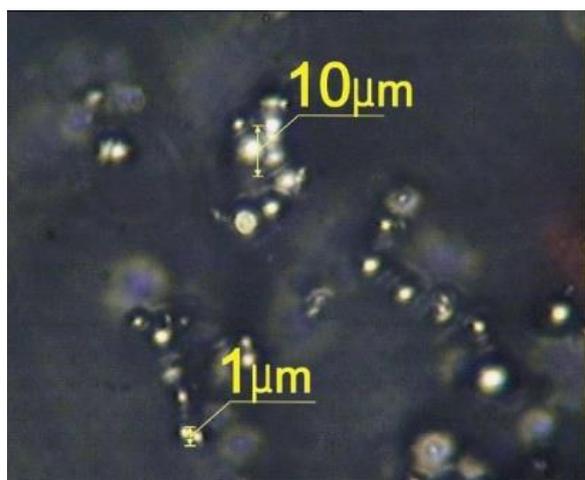


Рис. 1. Фотография МР эластомера на основе карбонильного железа

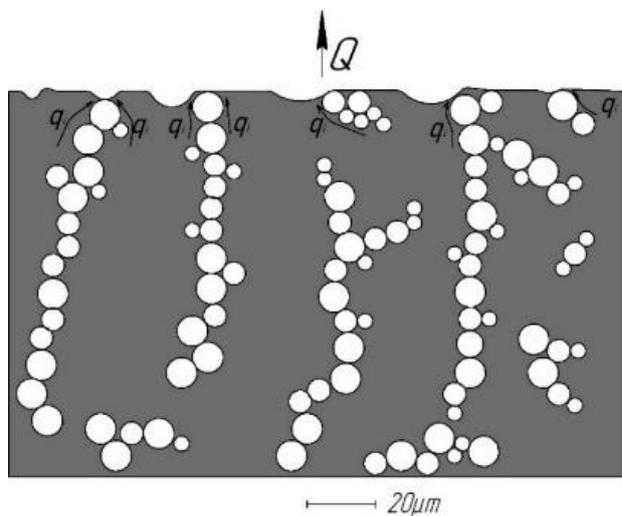


Рис. 2. Модель газовыделения из приповерхностного слоя МР эластомера

С целью изучения выделяющихся газов был проведен эксперимент с использованием откачного поста с колпаковой камерой. Для исследований образец эластомера помещался в запаянный медный штенгель. Откачка вакуумной системы проводилась в два этапа: форвакуумная откачка при помощи пластинчато-роторного насоса и высоковакуумная откачка при помощи диффузионного насоса. Процесс откачки наблюдался на экране блока системы управления, также к системе управления был подключен компьютер, присоединенный к квадрупольному масс-спектрометру.

При измерении парциальных давлений газов, оказывающих наибольшее влияние на суммарное давление в откачиваемом объеме, масс-спектрометр анализировал в каждый момент времени массы газов в диапазоне 1-200 а.е.м. Были проведены эксперименты по газовыделению МР эластомера при его следующей обработке: 1) Откачка штенгеля при комнатной температуре до предельного давления $5 \cdot 10^{-5}$ Торр; 2) Нагрев штенгеля до 150°C в течении 10 минут, выдержка при данной температуре 20 минут и последующее остывание.

Сначала был проведен эксперимент без прогрева откачиваемого объема для оценки поведения МР эластомера при обезгаживании. Было сделано предположение, что возможно сильное выделение растворенного газа даже при комнатной температуре со скачками газового потока из микропузырьков, не полностью удаленных при вулканизации МР эластомера. Эксперименты показали, что изменение давления при откачке имеет плавный экспоненциальный вид, характерный для стандартных вакуумных систем. При помощи масс-спектрометра во время откачки регистрировалось парциальное давление газов, а также записывалось текущее суммарное давление в штенгеле. По полученным с масс-спектрометра данным были построены графики-спектры давления для атомных единиц массы на каждом

интервале времени. График зависимости парциального давления при температуре прогрева 150°C приведен на рис. 3.

После анализа полученного графика были выявлены массы, имеющие максимальные значения давления (наибольшие пики на графиках), идентифицированы газы с данными массами. Выявлено, что при обезгаживании МР эластомера выделяются такие газы как водород, вода, азот и углекислый газ, также при повышении температуры появляется дополнительный газовый пик на массе 72, предположительно такую массу может иметь изопентан C_5H_{12} .

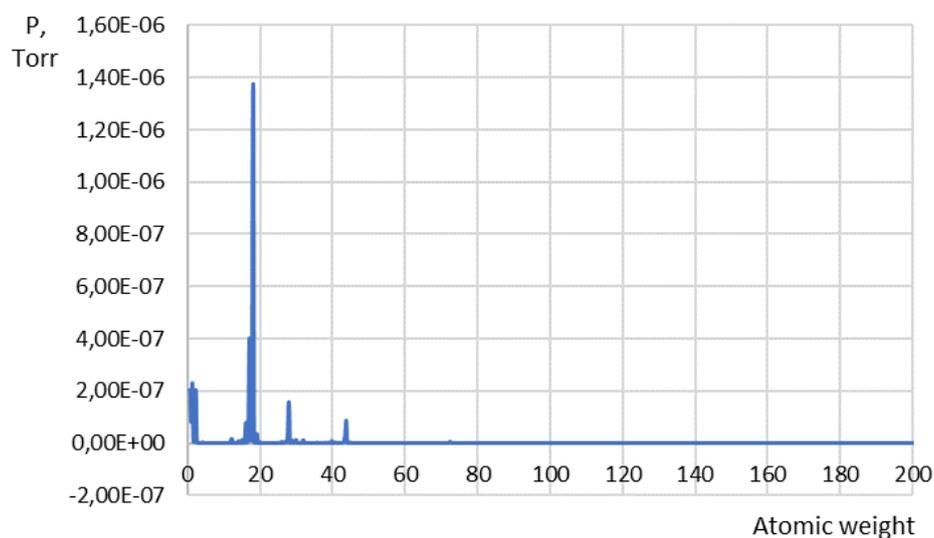


Рис. 3. График зависимости парциальных давлений газов при температуре 150°C

Для каждой из максимальных масс построены графики зависимости изменения парциального давления от времени откачки. По полученным графикам, представленным на рис. 4, можно говорить об интенсивности откачки различных газов. Видно уменьшение парциального давления газов с течением времени, что является характерной зависимостью при откачке вакуумных систем.

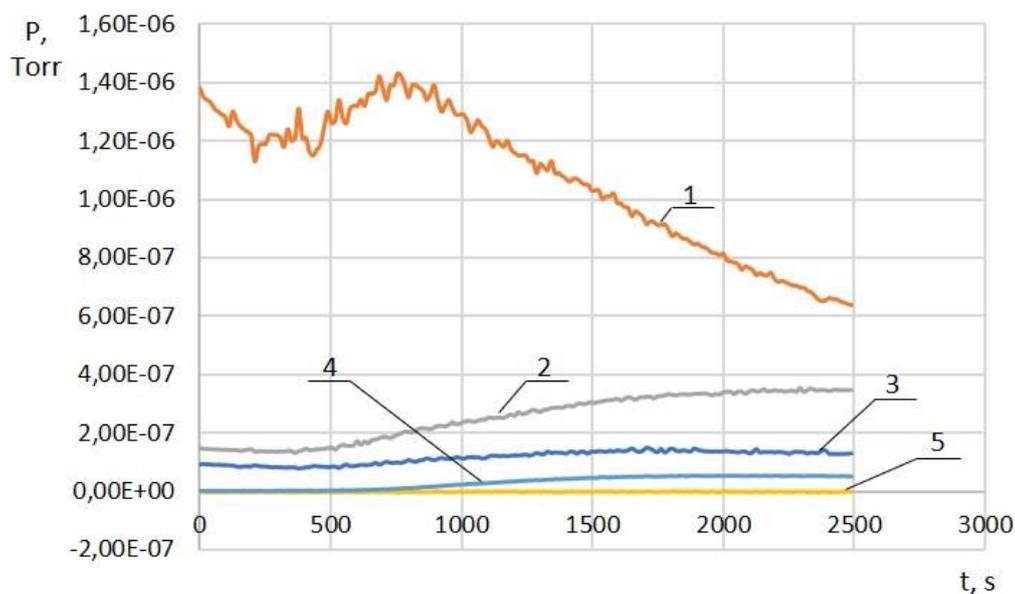


Рис. 4. Изменение парциальных давлений газов во времени при температуре 150°C для атомных масс: 1 – 18 а.е.м.; 2 – 28 а.е.м.; 3 – 2 а.е.м.; 4 – 72 а.е.м.; 5 – 44 а.е.м.

Из графиков видно, что при прогреве до 150°C процесс газовыделения интенсифицируется. С течением времени заметно, что увеличивается парциальное давление водорода, азота и углекислого газа. Парциальное давление воды с течением времени уменьшается, но виден всплеск. Данное изменение возможно из-за того, что толща МР эластомера прогрелась и начался поток газов из него, об этом же говорит и то, что парциальное давление газов начало увеличиваться.

По значениям масс максимально выделяющихся газов видно, что они входят в состав атмосферного воздуха, не являются специфическими для откачиваемого объема и МР эластомера. По графикам (рис. 4) видно, что максимальное парциальное давление имеют пары воды, это связано с тем, что все компоненты, входящие в состав МР эластомера, имеют водную основу, при откачке и прогреве пары воды диффундируют к поверхности и испаряются. При дополнительном прогреве появляется специфический газ – изопентан C_5H_{12} . Выделение данного газа возможно из модификатора (гидрофобизатор ГКЖ – 94), входящего в состав МР эластомера. Парциальное давление данного газа на два порядка ниже предельного давления вакуумной системы, таким образом можно говорить о том, что этот газ оказывает незначительное влияние на суммарное давление в камере. Применение МР эластомера в вакууме рассматривается не только в качестве регулируемого герметизатора, но и в качестве рабочего движущего элемента в системах позиционирования и активной виброизоляции.

В качестве примера применения МР эластомера в вакууме можно привести его использование в качестве активного элемента высокоточного привода для перемещения и виброзащиты внутрикамерных устройств. Решение задачи эффективной компенсации внешних вибрационных возмущений в области низких частот требует принципиально новых подходов, основанных на применении устройств, обеспечивающих активную виброизоляцию и позиционирование защищаемого объекта в субмикронном диапазоне с миллисекундным быстродействием [4-6].

Получены результаты экспериментальных исследований параметров переходных процессов при работе высокоточного привода на основе МР эластомера с замкнутой системой управления, который одновременно является активным демпфером (рис. 5). Активный демпфер представляет собой электромагнитный привод с демпфирующими свойствами, содержащий электромагнитную катушку, магнитопровод и мембрану на основе магнитореологического (МР) эластомера с жестким центром [7,8]. Создавая магнитное поле в мембране можно регулировать упругие свойства мембраны из МР эластомера и перемещать жесткий центр в осевом направлении. В результате экспериментов получены графики переходных процессов для различных значений коэффициента передачи к регулятора системы управления (рис. 6).

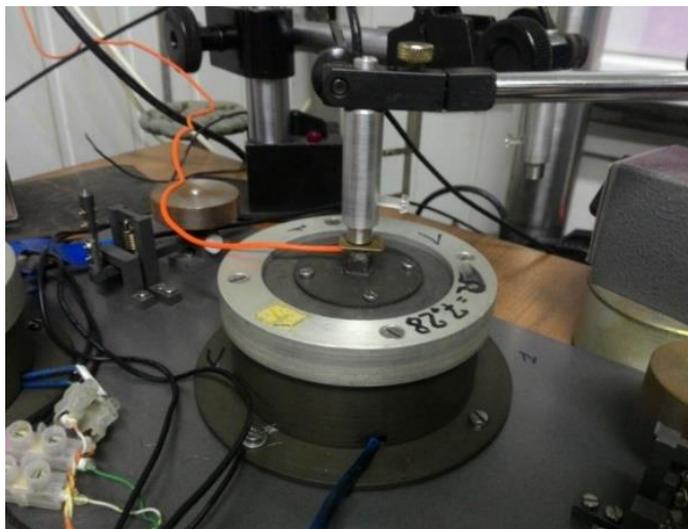


Рис. 5. Активный демпфер с установленным датчиком перемещений.

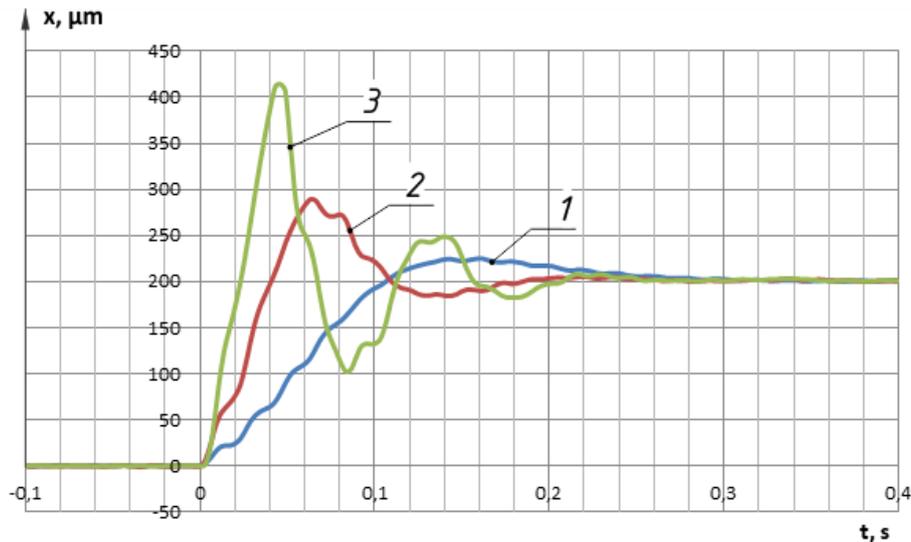


Рис. 6. Графики переходных процессов при перемещении активного демпфера с замкнутой системой управления на 200 мкм для различных значений коэффициента передачи k регулятора: 1 – 0,002; 2 – 0,005; 3 – 0,01.

Из графиков видно, что, подбирая значения коэффициента передачи k регулятора системы управления, можно задавать время переходного процесса, величину перегулирования, колебательность переходного процесса. Обеспечение эффективной виброизоляции в области резонансных частот можно обеспечить за счет использования замкнутой системы управления в активном режиме стабилизации положения платформы, что является предметом дальнейших исследований.

Благодарность

Исследования поддерживались Министерством науки и высшего образования Российской Федерации в рамках реализации базовой части государственного задания № 9.8503.2017/8.9 в сфере научной деятельности.

Литература

1. Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms: FMIA Volume 91/ Series Editor R. Moreau, Springer, 2010. 234 p.
2. Mikhailov V.P., Bazinenkov A.M. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017. Vol. 431-pp. 266 – 268. DOI: 10.1016/j.jmmm.2016.10.007.
3. В.П. Михайлов, А.М. Базиненкова, П.А. Долинин, Г.В. Степанов. Определение динамических характеристик управляемого демпфера на основе магнитореологического эластомера. Приборы и техника эксперимента. 2018, № 2, С. 1–6. DOI: 10.7868/S0032816218020209
4. Оборудование ТМС для подавления вибраций. Режим доступа: <http://sernia.ru> (дата обращения 17.06.2019).
5. Active Vibration Isolation. Accurion. Режим доступа: <http://www accurion.com> (дата обращения 17.06.2019).
6. Vibration Isolation Products. Minus K® Technology, Inc. Режим доступа: <http://www.minusk.com> (дата обращения 17.06.2019).
7. В.П. Михайлов, Тун Лин Аунг. Инженерная методика расчета и экспериментальные исследования платформы для активной виброзащиты. Труды МФТИ. 2018. Том 10, № 1, С. 92-96.
8. Михайлов В.П., Базиненков А.М. Долинин П.А., Степанов Г.В. Динамическое моделирование активного демпфера. Вестник машиностроения. 2018. - № 3. - С. 34 – 36.

Разработка метода расчета основных параметров турбомолекулярного вакуумного насоса с комбинированной проточной частью

У.С. Гордеева, К.Е. Демихов, А.А. Очков
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, 105005
tests.ibmes@gmail.com; kdemikhov@yandex.ru; aochkov@bmstu.ru

Разработан метод расчета молекулярной ступени турбомолекулярного вакуумного насоса при работе в молекулярном режиме течения газа. Разработан метод расчета основных параметров ТВН с комбинированной проточной частью, обеспечивающей основные откачные характеристики, в том числе предельное остаточное давление, быстроту действия насоса и степень повышения давления. Построена откачная характеристика насоса с комбинированной проточной частью.

Development of a calculation method of the main parameters of the multistage turbomolecular pump. U.S. Gordeeva, K.E. Demikhov, A.A. Ochkov. A calculation method of the molecular stage of the turbomolecular vacuum pump (TMP) operating in the molecular flow region is developed. The calculation method of the main parameters of the multistage TMP to provide the main pumping parameters including ultimate pressure, pumping speed, compression ratio is also developed. As a result of calculation the performance curve of the multistage TMP is obtained.

Введение

Турбомолекулярные вакуумные насосы (ТВН) нашли широкое применение в науке и различных отраслях промышленности. В связи с высокими требованиями, предъявляемыми к вакуумным системам, проблема их компоновки для обеспечения технологического процесса является актуальной. Турбомолекулярные вакуумные насосы обладают рядом преимуществ по сравнению с другими механическими вакуумными насосами, а именно не загрязняют откачиваемый объем, обеспечивают низкое предельное остаточное давление, не обладая селективностью откачки [1,2,3]. В настоящее время молекулярные вакуумные насосы отдельно используются достаточно редко, ввиду относительно небольшой быстроты действия. Для повышения эффективности откачки молекулярную ступень комбинируют с турбомолекулярной ступенью ТВН [4,5]. Существует три наиболее распространенные конструктивные группы комбинаций проточных частей: ТВН и цилиндрическая ступень с кольцевыми каналами на роторе (модель Геде рис.1а), ТВН и цилиндрическая ступень со спиральными каналами вдоль поверхности ротора (модель Хольвека рис.1б), ТВН и дисковая ступень со спиральным каналом от внешнего диаметра к центру диска (модель Зигбана рис.1в) [6,7,8]. Анализ литературы показал, что при наличии различных конструктивных схем комбинированных проточных частей ТВН не было выявлено единого метода расчета таких конструкций, что обуславливает новизну проведенного исследования.

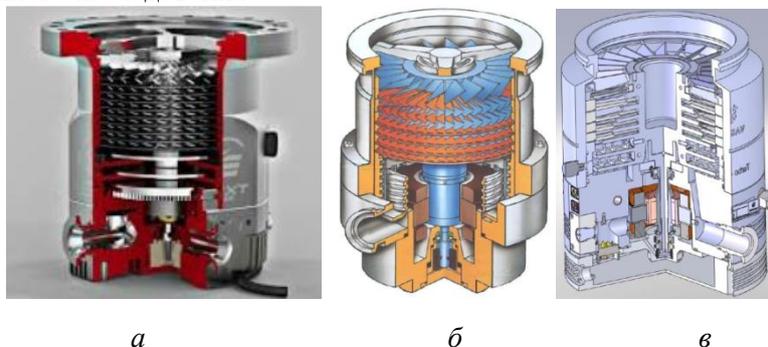


Рис. 1. ТВН с комбинированной проточной частью: а – с молекулярной ступенью Геде; б – с молекулярной ступенью Хольвека; в – с молекулярной ступенью Зигбана.

Метод расчета основных параметров ТВН с комбинированной проточной частью

Структура проточной части рассматриваемого комбинированного ТВН определяется двумя ступенями, расположенными на одном валу: турбомолекулярной и молекулярной цилиндрического типа с кольцевыми каналами на роторе.

В свою очередь турбомолекулярная ступень выполнена в виде нескольких пакетов лопаточных колес, обеспечивающих требуемую быстроту откачки [9].

Для определения геометрии рабочего колеса используются теоретические модели перехода молекул газа через колесо с учетом взаимодействия со стенками межлопаточного канала. Для определения вероятности перехода молекул газа через рабочее колесо (K_{max}) необходимо определить допустимые окружные скорости колеса (u_2), среднюю арифметическую скорость теплового движения молекул откачиваемого газа ($v_{cp,ap}$), а также геометрию рабочего канала [10].

Для определения откачных параметров колеса необходимо определить действительную максимальную быстроту действия колеса ($S_{max,действ}$) с учетом полученных геометрических параметров. Для построения откачной характеристики колес необходимо определить степень повышения давления колес каждого из пакетов (τ_{max}) [11].

$$\tau_{max} = \frac{\int_{\lambda}^1 \left[r k_{ab1} + \frac{h_1 (1-\lambda\psi)(r-\lambda)}{H_1 (1-\lambda)} \right] \int_0^{F\gamma + \beta\gamma} \frac{dx dr}{\pi F}}{\int_{\lambda}^1 \left[r k_{ab1} + \frac{h_1 (1-\lambda\psi)(r-\lambda)}{H_1 (1-\lambda)} \right] \int_0^{F\gamma - \beta\gamma} \frac{dx dr}{\pi F}} \quad (1)$$

где ψ – коэффициент толщины лопатки,

k_{ab1} – относительная ширина канала,

h_1 – толщина лопатки,

H_1 – ширина рабочего колеса,

λ – относительный диаметр колеса,

r – относительный радиус,

$\gamma, \beta\gamma$ – вероятности перехода молекул через межлопаточные каналы.

При использовании молекулярной ступени в ТВН комбинированного возможна их работа в молекулярном и вязкостном режимах течения. Для получения расчетных зависимостей основных параметров ступени рассматривается модель В. Геде [12,13].

Для определения основных параметров откачной характеристики ступени требуется определить максимальный перепад давлений в канале $(p_1 - p_2)_{max}$.

$$(p_1 - p_2)_{max} = \frac{6\eta Lu}{h^2} \quad (2)$$

где η – коэффициент динамической вязкости,

L – длина канала,

u – частота вращения ротора,

h – высота канала.

Далее необходимо определить максимальную быстроту откачки канала S_{max} .

$$S_{max} = \frac{mRT}{Mp_2} \quad (3)$$

где m – максимальное количество газа, откачиваемое каналом при равенстве давлений;

R – универсальная газовая постоянная;

T – температура откачиваемого газа;

M – молекулярная масса откачиваемого газа.

Для определения быстроты действия всего насоса необходимо связать между собой геометрические, скоростные и откачные параметры канала молекулярной частив [14].

$$x_1 - x_2 = \frac{h^2}{6\eta(u_1+u_2)}(p_1 - p_2) + \left[\frac{h}{\theta(u_1+u_2)} + \frac{mRTh}{Mb3\eta(u_1+u_2)^2} \right] * \ln \frac{p_1 - \frac{2mRT}{Mb(u_1+u_2)}}{p_2 - \frac{2mRT}{Mb(u_1+u_2)}} \quad (4)$$

где $x_1 - x_2$ – длина канала;
 $u_1; u_2$ – скорость стенок;
 θ – коэффициент внешнего терния;
 b – ширина канала.

А также необходимо определить максимальное отношение давлений τ_{max} .

$$A \left(\tau_{max} + \frac{1}{\tau_{max}} - 2 \right) + B(\tau_{max} - 1) - Clg\tau_{max} + lg^2\tau_{max} = 0 \quad (5)$$

$$\text{где } A = \frac{(2\pi rh)^3}{Lb(2,303h)^2};$$

$$B = \frac{Suh\theta(2\pi r)^3}{b(2,303h)^2};$$

$$C = \frac{(u_1+u_2)2\pi r\theta}{2,303h}.$$

Для построения откачной характеристики насоса определяется быстрота действия насоса с комбинированной проточной частью S_N [15].

$$S_N = S_{\text{раб.}} + \frac{Q_{\text{гв.вс.}}}{p_1} \quad (6)$$

где $Q_{\text{гв.вс.}}$ – поток газовыделений во входном сечении насоса.

Результаты

Разработанный метод расчета использован для получения откачной характеристики ТВН с комбинированной проточной частью, представленной на рис 2.

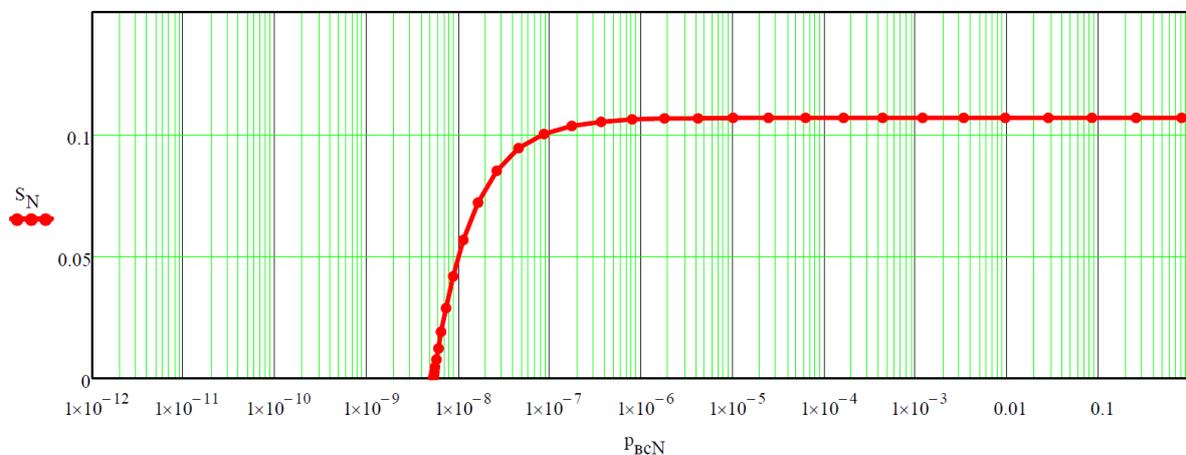


Рис 2. Откачная характеристика ТВН с комбинированной проточной частью.

Заключение

В связи с тем, что ТВН наиболее часто применяются в промышленной и исследовательской практике, увеличение скорости действия и предельного остаточного давления, обеспечиваемого насосом, являются наиболее важными задачами. Комбинированные схемы проточной части ТВН обладают наибольшим потенциалом для эффективного выполнения поставленных задач.

Разработанный метод расчета позволяет определить основные параметры ТВН с комбинированной проточной частью такие как: степень повышения давления каждой ступенью, перепад давления, скорость действия насоса.

В результате использования данного метода получена откачная характеристика ТВН с комбинированной проточной частью.

Литература

1. Демихов, К. Е., Никулин, Н. К., Свичкарь, Е. В. Перспективы развития комбинированных турбомолекулярных вакуумных насосов. Инженерный журнал: наука и инновации, (5), - 2013, 36-36.
2. Демихов К. Е. Современные направления развития высоковакуумных механических насосов //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2014. – №. 5 (98).
3. Фролов, Е. С., Автономова, И. В., Васильев, В. И., Никулин, Н. К., Пластинин, П. И. Механические вакуумные насосы. Производственное издание. Машиностроение. -1989.
4. Демихов К. Е. Основные подходы к выбору критериев оптимальности при проектировании высоковакуумных механических насосов //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2015. – №. 4 (103).
5. Демихов К. Е., Очков А. А. Программное обеспечение оптимизации основных параметров турбомолекулярных вакуумных насосов //Инженерный журнал: наука и инновации. – 2013. – №. 5. – С. 17.
6. Вакуумная техника / К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др. / под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. М.: Машиностроение, 2009. 590 с.
7. Демихов К.Е., Никулин Н.К. Оптимизация высоковакуумных механических насосов. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2010. 255 с.
8. Демихов К. Е. Особенности оптимизации проточной части высоковакуумных механических насосов в широком диапазоне давлений //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2012. – №. 3.
9. Демихов К. Е., Очков А. А. Универсальная математическая модель процесса откачки газа молекулярным вакуумным насосом //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2017. – №. 6 (117).
10. Демихов К. Е., Очков А. А. Определение эффективного диапазона давлений газа на стороне всасывания турбомолекулярного вакуумного насоса //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2016. – №. 5 (110).
11. Демихов К. Е., Очков А. А., Полежаев А. Влияние различных параметров проточной части цилиндрического молекулярного вакуумного насоса на его характеристики //Машины и установки: проектирование, разработка и эксплуатация. – 2015. – №. 3. – С. 1-8.
12. Демихов К. Е., Очков А. А., Цакадзе Г. Т. Метод расчета оптимальных параметров комбинированного молекулярного вакуумного насоса //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2017. – №. 5 (116).
13. Свичкарь Е. В., Никулин Н. К., Демихов К. Е. Методика расчёта откачной характеристики высоковакуумной системы с турбомолекулярным вакуумным насосом //Омский научный вестник. Серия «Авиационно-ракетное и энергетическое машиностроение». – 2018. – Т. 2. – №. 1.

14. Becker W. The turbomolecular pump, its design, operation and theory; calculation of the pumping speed for various gases and their dependence on the forepump //Vacuum. – 1966. – Т. 16. – №. 11. – С. 625-632.
15. Демихов К. Е., Очков А. А. Определение эффективного диапазона давлений газа на стороне всасывания турбомолекулярного вакуумного насоса //Вестник Московского государственного технического университета им. НЭ Баумана. Серия «Машиностроение». – 2016. – №. 5 (110).

Вязкость и плотность минеральных вакуумных масел

*Д.И.Саздеев, М.Г.Фомина, В.А.Аляев, Ф.М.Гумеров, *И.М.Абдулагатов*
Казань, КНИТУ, ул. Карла Маркса, 68, E-mail: sagdeev@mail.ru
**Махачкала, ДГУ, ул. Гаджиева, 43-а, E-mail: ilmutdina@gmail.com*

Исследованы коэффициенты динамической вязкости и плотность восьми вакуумных масел, относящихся по принятой классификации к минеральным вакуумным маслам нефтяного происхождения (VM-1, VM-II, VM-3, VM-5, VM-6, VM-1C, VM-8, VM-9)

Viscosity and density of mineral vacuum oils. D.I.Sagdeev, M.G.Fomina, V.A.Alyayev, F.M.Gumerov, I.M.Abdulagatov. Coefficients of dynamic viscosity and density of eight vacuum oils are investigated. These oils are related to mineral vacuum oils of oil origin (VM-1, VM-II, VM-3, VM-5, VM-6, VM-1S, VM-8, VM-9) according to the accepted classification.

В настоящее время в вакуумной технике нашли широкое применение вакуумные рабочие жидкости (ВРЖ) различного происхождения, представляющие собой сложные смеси. В связи с этим экспериментальное исследование физико-химических свойств ВРЖ является актуальной практической задачей. Обзор существующих вакуумных рабочих жидкостей и их полная характеристика с приведением теплофизических и физико-химических свойств полностью приведен в работах [1-3].

По химической природе вакуумные рабочие жидкости подразделяются на минеральные (продукты глубокой переработки нефти) и синтетические (силиконовые жидкости, полифениловые эфиры, агрессивно-стойкие жидкости, жидкости на основе углеродсодержащих органических соединений).

По своему предназначению они подразделяются на следующие группы: для механических вакуумных насосов с масляным уплотнением, для пароструйных диффузионных и бустерных насосов, для турбомолекулярных насосов.

Нами были исследованы коэффициенты динамической вязкости и плотность восьми ВРЖ, относящихся по принятой классификации к минеральным вакуумным маслам нефтяного происхождения (VM-1, VM-II, VM-3, VM-5, VM-6, VM-1C, VM-8, VM-9) [4]. Характеристика исследованных минеральных вакуумных масел представлена в таблице 1.

Исследование вязкости и плотности вышеприведенных вакуумных масел при атмосферном давлении в интервале изменения температур от 298 К до 473 К было проведено на экспериментальной установке для совместного измерения коэффициента динамической вязкости и плотности [5-10]. Измерение коэффициента динамической вязкости проводилось методом падающего груза в относительном варианте, а измерение плотности - методом гидростатического взвешивания.

Таблица 1. Характеристика минеральных вакуумных масел при T=293,15 К и атмосферном давлении.

№ n/n	Наименование образца	Технические условия	Плотность ρ_4^{20} кг/м ³	Вязкость $\nu_{20} \cdot 10^6$ м ² /с	Показатель преломления** n_D^{20}	Месторождение нефти
1	ВМ-1	ГОСТ 23013-78	883,74	417,03	1,4836	Бакинское
2	ВМ-1И	ГОСТ 23013-78	891,81	369,76	—	Туркменское
3	ВМ-3	ГОСТ 23013-78	879,88	30,524	1,4830	Бакинское
4	ВМ-5	ГОСТ 23013-78	883,07	424,48	—	Бакинское
5	ВМ-6	ГОСТ 23013-78	884,42	168,63	—	Бакинское
6	ВМ-8	ТУ 38.410451-83	864,17*	304,22*	1,4779	Зап. сибирское
7	ВМ-9	ТУ 38.401561-86	861,92*	285,78*	1,4754	Зап. сибирское
8	ВМ-1С	ТУ 38.401561-86	858,18*	130,76*	1,4745	Зап. сибирское

* – измерения производились при температуре T=298,15 К,

** – измерения производились на рефрактометре марки ИРФ-23.

Основное выражение для расчета плотности методом гидростатического взвешивания

На экспериментальной установке, представленной в работе [4], для измерения плотности жидкостей использован метод гидростатического взвешивания. Измерения проведены при температурах от 293 К до 473 К при атмосферном давлении и рассчитаны по основному расчетному выражению

$$\rho_T = \frac{m - m_3 - (m_2 - m_1) - \rho_{T_0}^C \cdot (V_{T_0}^C + 0,5V_T^H)}{V_T^n + 0,5 \cdot V_T^H} \quad (1)$$

где m – масса подвесной системы, приведенная к пустоте; m_1 – масса соленоида без подвесной системы; m_2 – масса соленоида с подвесной системой; m_3 – поправка на магнитные свойства окружающей среды и упругость подводящих проводов соленоида и датчика; $\rho_{T_0}^C$ – плотность исследуемой жидкости в зоне сердечника при $T_0=293$ К.

Основное выражение для расчета коэффициента динамической вязкости методом падающего груза

Измерение времени падения грузов и слежение за положением груза при проведении эксперимента осуществлялось электронно-следающей системой.

Уравнение для расчета η_T в широкой области изменения температур было получено на основе метода обобщенных переменных (метод анализа размерностей) в виде:

$$\eta_T = \exp A_T \quad (2)$$

где

$$A_T = [-a_0 + \ln W_T + (1 - a_2) \cdot \ln \delta_T + a_2 \cdot \ln D_T + (1 + a_1) \cdot \ln \rho_T + a_1 \cdot \ln G_T] \cdot (2a_1 + 1)^{-1},$$

W_T – скорость падения груза; $\delta_T = D_T - d_T$ – кольцевой зазор; G_T – приведенный вес груза; D_T – внутренний диаметр трубки; ρ_T – плотность исследуемой жидкости при параметрах опыта. Постоянные a_0, a_1, a_2 были определены калибровкой и оказались равными $a_0 = -3.2505$, $a_1 = -0.9981$, $a_2 = 3.9696$.

Влияние температуры на геометрические размеры элементов систем измерения вязкости и плотности учитывалось введением поправок.

Расчёт неопределённости результатов измерения коэффициента динамической вязкости ($\eta_{ж_t}$) и плотности ($\rho_{ж_t}$) проведен в соответствии с рекомендациями по выражению неопределённости измерений ГОСТ Р 54500.3-2011 [11, 12], область применения которых включает проведение фундаментальных и прикладных исследований и разработок в науке и технике. Так, расширенная неопределённость при 95% уровне доверия составила для результатов измерения: плотности $\pm 0,17\%$; коэффициентов динамической вязкости $\pm 1,5\%$. Приведённые значения являются максимальными и получены для наихудших условий проведения эксперимента.

Результаты экспериментальных исследований

Результаты обработки экспериментальных исследований коэффициентов динамической вязкости и плотности при атмосферном давлении приведены в табл.2. и табл.3.

Для точного представления измеренной плотности исследованных образцов вакуумных масел при атмосферном давлении была использована квадратичная функция

$$\rho(T) = a_0 + a_1 \cdot T + a_2 \cdot T^2. \quad (3)$$

Результаты аппроксимации измерений плотности образцов вакуумных масел представлены в таблице.2. Расхождения в среднем не превышают $\pm 0,5\%$, что лежит в пределах суммарной ошибки измерений.

Таблица 2. Результаты аппроксимации измерения плотности минеральных вакуумных масел.

Марка вакуумного масла	Коэффициенты уравнения (3)			
	a_0	a_1	a_2	R^2
ВМ-1	$1,07575 \cdot 10^3$	$-6,77167 \cdot 10^{-1}$	$7,66622 \cdot 10^{-5}$	$9,99978 \cdot 10^{-1}$
ВМ-1И	$1,07801 \cdot 10^3$	$-6,40606 \cdot 10^{-1}$	$2,28887 \cdot 10^{-5}$	$9,99953 \cdot 10^{-1}$
ВМ-3	$1,06344 \cdot 10^3$	$-6,01172 \cdot 10^{-1}$	$-8,96359 \cdot 10^{-5}$	$9,99978 \cdot 10^{-1}$
ВМ-5	$1,05540 \cdot 10^3$	$-5,71173 \cdot 10^{-1}$	$-5,80864 \cdot 10^{-5}$	$9,99989 \cdot 10^{-1}$
ВМ-6	$1,06429 \cdot 10^3$	$-6,01010 \cdot 10^{-1}$	$-4,64396 \cdot 10^{-5}$	$9,99960 \cdot 10^{-1}$
ВМ-8	$9,62772 \cdot 10^2$	$-1,46490 \cdot 10^{-1}$	$-6,29957 \cdot 10^{-4}$	$9,98313 \cdot 10^{-1}$
ВМ-9	$9,93271 \cdot 10^2$	$-3,38073 \cdot 10^{-1}$	$-3,54858 \cdot 10^{-4}$	$9,98296 \cdot 10^{-1}$
ВМ-1С	$8,27229 \cdot 10^2$	$5,18531 \cdot 10^{-1}$	$-1,44456 \cdot 10^{-3}$	$9,96030 \cdot 10^{-1}$

Температурную зависимость вязкости можно представить с помощью известного уравнения типа Аррениуса-Андраде, которое изменено для расширения температурного диапазона [10-16]

$$\eta(T) = b_0 \cdot \exp\left(\frac{b_1}{T_r}\right) \text{ или } \ln \eta(T) = \ln b_0 + \left(\frac{b_1}{T_r}\right), \quad (4)$$

где $T_r = T/100$, b_0 – коэффициент, соответствующий вязкости $\eta = \eta_\infty$ при высокотемпературном пределе ($T \rightarrow \infty$), $b_1 = \varepsilon_a/R$ и $\varepsilon_a = \Delta H$ – энергия активации потока (энтальпия активации), где T – температура, К. Выражение (4) теоретически подтверждается теорией абсолютных скоростей Эйринга-Гласстона и др. [12]. Это уравнение успешно использовалось ранее для представления экспериментальных данных о вязкости для водных растворов [14–18] и ионных жидкостей [19]. Как видно из уравнения (4), энтальпия активации может быть непосредственно рассчитана с использованием экспериментальных данных вязкости по наклону прямой линии.

Для некоторых жидкостей и жидких смесей экспериментальная кривая $\ln \eta = f(T_r^{-1})$ не является прямой линией при высоких температурах, что хорошо показано в работах [19, 20], и соотношение Аррениуса-Андраде (4) может быть слегка изменено для расширения температурного диапазона

$$\eta(T) = b_0 \cdot \exp\left(\frac{b_1}{T_r} + \frac{b_2}{T_r^2}\right) \text{ или } \ln \eta(T) = \ln b_0 + \frac{b_1}{T_r} + \frac{b_2}{T_r^2}, \quad (5)$$

Для удобства аппроксимации используем модифицированное уравнение для расчета коэффициента динамической вязкости, которое после логарифмирования примет вид

$$\ln \eta(T_r) = b_0 + b_1 \cdot T_r + b_2 \cdot T_r^2 + b_3 \cdot T_r^3 + b_4 \cdot T_r^4 + b_5 \cdot T_r^5 \quad (6)$$

Результаты измерений коэффициента динамической вязкости минеральных вакуумных масел были обработаны полиномами пятой степени относительно T_r , коэффициенты которых приведены в таблице. 3.

Расхождения в среднем не превышают $\pm 3\%$, что лежит в пределах суммарной ошибки измерений.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №18-19-00478).

Таблица 3. Результаты аппроксимации измерений вязкости минеральных вакуумных масел.

Марка вакуумного масла	Коэффициенты уравнения (6)						
	b_0	b_1	b_2	b_3	b_4	b_5	R^2
ВМ-1	$1,706 \cdot 10^2$	$-1,660 \cdot 10^2$	$6,852 \cdot 10^1$	$-1,474 \cdot 10^1$	$1,632 \cdot 10^0$	$-7,371 \cdot 10^{-2}$	0,99
ВМ-1И	$1,651 \cdot 10^2$	$-1,605 \cdot 10^2$	$6,630 \cdot 10^1$	$-1,428 \cdot 10^1$	$1,585 \cdot 10^0$	$-7,173 \cdot 10^{-2}$	1,00
ВМ-3	$4,097 \cdot 10^2$	$-4,981 \cdot 10^2$	$2,467 \cdot 10^2$	$-6,166 \cdot 10^1$	$7,728 \cdot 10^0$	$-3,874 \cdot 10^{-1}$	0,99
ВМ-5	$1,695 \cdot 10^2$	$-1,638 \cdot 10^2$	$6,712 \cdot 10^1$	$-1,433 \cdot 10^1$	$1,574 \cdot 10^0$	$-7,055 \cdot 10^{-2}$	1,00
ВМ-6	$1,537 \cdot 10^2$	$-1,495 \cdot 10^2$	$6,144 \cdot 10^1$	$-1,314 \cdot 10^1$	$1,446 \cdot 10^0$	$-6,491 \cdot 10^{-2}$	1,00
ВМ-8	$-5,100 \cdot 10^2$	$7,048 \cdot 10^2$	$-3,757 \cdot 10^2$	$9,820 \cdot 10^1$	$-1,267 \cdot 10^1$	$-6,477 \cdot 10^{-1}$	0,99
ВМ-9	$-5,392 \cdot 10^2$	$7,446 \cdot 10^2$	$-3,967 \cdot 10^2$	$1,036 \cdot 10^2$	$-1,334 \cdot 10^1$	$6,811 \cdot 10^{-1}$	0,99
ВМ-1С	$1,836 \cdot 10^2$	$-1,907 \cdot 10^2$	$8,364 \cdot 10^1$	$-1,900 \cdot 10^1$	$2,209 \cdot 10^0$	$-1,041 \cdot 10^{-1}$	0,99

Литература

1. Амосова Л.М., Цейтлин А.Б., Ширяев А.Т. Рабочие жидкости для вакуумных насосов. М.: ЦИНТИхимнефтемаш (ХМ-6), 1989. 28 с.
2. Шагиахметов Р.А. Рабочие жидкости вакуумных насосов. // Вакуумная техника и технология. 1993. т.3. №3, 4. С. 59-62.
3. Вакуумная техника: справочник / К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
4. Сагдеев.Д.И., Борисов В.Б., Путиловский Ф.Д., Мухамедзянов Г.Х. Вакуумные масла. Плотность и коэффициент динамической вязкости. ГСССД Р 258-87. Рекомендуемые справочные данные. 18 декабря 1987. 17 с.
5. Sagdeev D.I., Fomina M.G., Alayev V.A., Musin R.Z., Abdulagatov I.M. Density of working liquids for diffusion vacuum pumps. J. Chem. Eng. Data, 2018, v.63, p.1698-1705.
6. Sagdeev D.I., Fomina M.G., Mukhamedzyanov G. Kh., Abdulagatov I.M. Experimental study of the density and viscosity of polyethylene glycols and their mixtures at temperatures from 293 K to 473 K and at atmospheric pressure. J. Chem. Thermodynamics, 2011, v.43, №12, p.1824-1843.
7. Sagdeev D.I., Fomina M.G., Mukhamedzyanov G. Kh., Abdulagatov I.M. Experimental study of the density and viscosity of n-heptane at temperatures from 298 K to 470 K and pressure up to 245 MPa. Int. J. Thermophys., 2013, v.34, №1, p.1-33.
8. ГОСТ Р 54500.3-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Неопределенность измерения. Руководство по выражению неопределенности измерения. 2012.
9. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement; ISO: Geneva, Switzerland, 1993, (ISBN 92-67-10188-9).
10. M. Schmidt, H. Lipson (2012), Eureka Formulize (Version 0.97) [Computer software]. Nutonian Inc., Cambridge, MA. Retrieved 14 June 2012. <http://www.nutonian.com/>

11. Tomida D, Kenmochi S, Tsukada T, Qiao K, Bao O, Yokoyama C. Viscosity and thermal conductivity of 1-hexyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate and 1-octyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate at pressures up to 20 MPa. *Int. J. Thermophys.* 2012; 33: 959 -969.
12. S. Glasstone, K. Laidler, E. Eyring, *Theory of Rate Processes* (McGraw-Hill, New York, 1941).
13. R.H. Stokes, R. Mills, *Viscosity of Electrolytes and Related Properties* (Pergamon Press, New York, 1965).
14. T. Erday-Gruz, *Transport Phenomena in Aqueous Solutions* (John Wiley & Sons Inc., New York, 1974).
15. Abdulgatov IM, Azizov ND. Densities, apparent molar volumes, and viscosities of concentrated aqueous NaNO₃ solutions at temperatures from 298 to 607 K and at pressures up to 30 MPa, *J. Sol. Chem.* 2005; 34: 645-685.
16. Abdulgatov IM, Azizov ND. Viscosity of aqueous calcium chloride solutions at high temperatures and high pressures. *Fluid Phase Equilib.* 2006; 240: 204-219.
17. I Abdulgatov IM, Azizov ND. Viscosity of aqueous LiI solutions at 293 - 525 K and 0.1-40 MPa. *Thermochimica Acta* 2005; 439: 8 -20.
18. Abdulgatov IM, Zeinalova AB, Azizov ND. Viscosity of aqueous Ni(NO₃)₂ solutions at temperatures from (297 to 475) K and at pressures up to 30 MPa and concentration between (0.050 and 2.246) mol·kg⁻¹. *J. Chem. Thermodyn.* 2006; 38: 179-189..
19. Grimes CE, Kestin J, Khalifa HE. Viscosity of aqueous KCl solutions in the temperature range 25-150 °C and the pressure range 0-30 MPa. *J. Chem. Eng. Data* 1979; 24: 121-126.
20. J. Kestin J, Shankland IR. Viscosity of aqueous NaCl solutions in the temperature range 25-200 °C and in the pressure range 0.1-30 MPa. *Int. J. Thermophys.* 198; 5: 241-263.

Исследование газовыделения магнитореологического эластомера

*И.А. Ефимов, *Д.А. Иванова, **А.П. Ротарь, ***А.М.Базиненков*
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5; dj3dmark@gmail.com,
Ivanova_D_A@bk.ru, **anastasia.rotari15@gmail.com, *ambazinenkov@bmstu.ru*

Магнитореологический эластомер является перспективным композиционный интеллектуальным материалом для механизмов точных перемещений и виброизоляции объектов, в том числе и в условиях вакуума, за счет его способности быстро и обратимо менять свои вязко-упруго-пластические свойства при приложении внешнего магнитного поля.

В работе представлено исследование газовыделения магнитореологического эластомера. Разработана испытательная вакуумная камера для исследуемых образцов. Получены графики изменения давления в камере во время процесса обезгаживания. Получены данные о парциальном составе выделяющихся газов. Установлено, что большинство из них входит в состав атмосферы, однако помимо них присутствуют другие, не учтенные газы.

Exploration of gas emission of magneto-rheological elastomer. I.A.Efimov, D.A.Ivanova, A.P.Rotar, A.M.Bazinenkov. Magneto-rheological elastomer (MRE) is the perspective smart composite material. It is used in precision positioning and vibration control systems.

The article describes research of gas emission of MRE. Experimental vacuum vessel was designed. Graphs of pressure changes in vessel and partial composition of evolving gases were obtained.

Магнитореологический эластомер (МРЭ), относящийся к классу «Smartmaterials» (интеллектуальные материалы), представляет собой управляемый композиционный материал. В его состав входит эластичная полимерная матрица (например,

силикон) и наполнитель из магнитоактивного материала (например, микрометровые частицы карбонильного железа). Так же в состав МРЭ входят поверхностно-активные вещества (ПАВ), формирующие на поверхности частиц тонкий слой, улучшающий совместимость матрицы и наполнителя.

Главная особенность МРЭ – зависимость его вязкоупругих свойств от величины и направления внешнего магнитного поля. Благодаря сочетанию высокой эластичности материала, обеспечиваемой полимерной основой, и возможности управления материалом магнитным полем, МРЭ получили широкое распространение в системах виброизоляции прецизионного оборудования, работающего как при атмосферном давлении, так и в условиях вакуума.

В настоящее время ведётся разработка различных систем виброизоляции на основе МРЭ. На кафедре МТ11 МГТУ им. Н.Э. Баумана ведётся разработка платформы активной виброизоляции на основе МРЭ [1].

Актуальным является применение систем активной виброизоляции в высоком и сверхвысоком вакууме. Помимо этого, так же осуществляются работы по созданию управляемых вакуумных уплотнений на основе МРЭ. Однако, нет информации о влиянии МРЭ на качество рабочей вакуумной технологической среды. По этой причине проведение данного исследования можно считать актуальным.

Суть исследования заключалась в помещении образцов МРЭ в вакуум, их прогреве, а также наблюдении за изменением давления в системе и парциального состава газовой среды.

Исследование проводилось на базе АО«НПК «Плутон» (г. Москва) на исследовательском откачном посту (рис. 1). Откачной пост оборудован пластинчато-роторным и геттеро-ионным магниторазрядным насосами, позволяющими достичь давлений порядка 10^{-5} Па. Вакуумная система оснащена динамическим масс-спектрометром, позволяющим отслеживать парциальные давления газов, образующих рабочую среду в откачиваемом объеме. Система управления откачным постом обеспечивает автоматизированный контроль процесса нагрева и выдержки температуры реципиента.

Для проведения исследования газовой выделения была специально разработана и изготовлена цилиндрическая вакуумная камера с металлическим уплотнением (рис. 2), которая может быть установлена в штенгельное гнездо откачного поста [2]. Образцы в камере помещались на проволочные держатели, приваренные к верхнему фланцу камеры (рис. 3).

Всего было проведено два исследования: откачка и прогрев двух образцов при температуре 100°C и откачка и прогрев двух образцов при температуре 200°C . В обоих случаях нагрев длился 15 минут (красная точка на графиках), после чего следовала выдержка при заданной температуре в течение 30 мин и неконтролируемое охлаждение. Параллельно с этим проводился мониторинг и запись показаний масс-спектрометра [3].



*Рис. 1. Общий вид откачного поста
1 – крепление для штенгелей,
2 – колпаковая вакуумная камера,
3 – блок системы управления.*



*Рис. 2 – Камера на откачном посту
1 – камера, 2 – штенгель,
3 – держатель штенгелей.*

После загрузки образцов и установке камеры на стенд начинался процесс откачки. При достижении давления порядка 10^{-7} Торр в магнитооразрядном насосе (что соответствовало давлению около $4 \cdot 10^{-4}$ Торр в камере) начинался процесс прогрева.

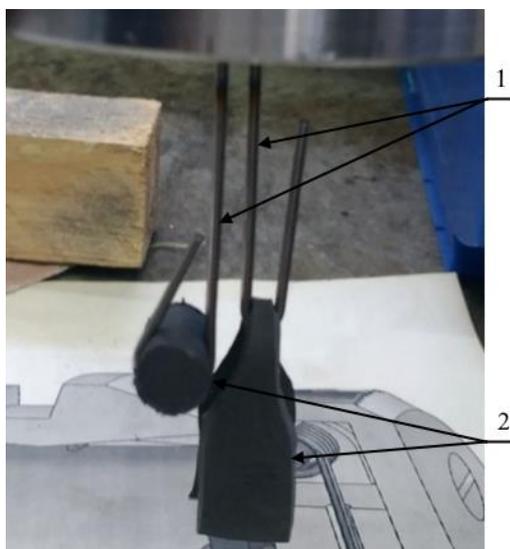


Рис. 3. Закрепление образцов на крышке. 1 – держатели, 2 – образцы.

На графиках ниже представлена зависимость суммарного давления в камере от времени в течение процесса прогрева при температурах 100°C (рис. 4) и 200°C (рис. 5).

Видно, что порядок давлений в начале процесса прогрева примерно схож. При достижении температуры прогрева давление начинает расти, причем рост имеет близкий к линейному характер, что, возможно, свидетельствует о начале выделения газа из пор эластомера. По истечении ~ 20 минут выдержки рост давления практически прекращается, что может говорить о замедлении процесса выделения газа из пор материала. Сравнивая результаты различных температурах прогрева, заметно, что при температуре прогрева 200°C суммарное давление в системе достигает порядка 10^{-3} Торр. Вакуум при таком давлении уже нельзя считать высоким.

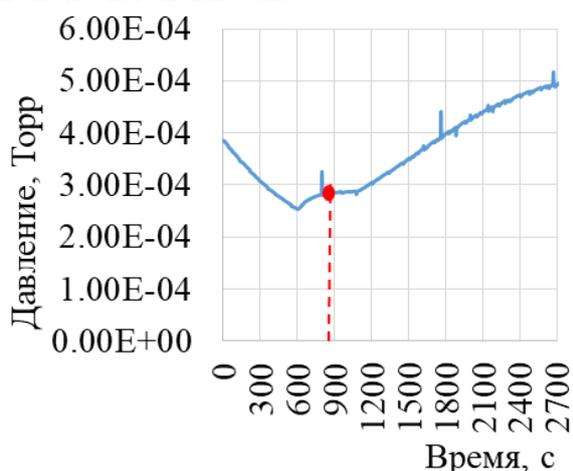


Рис. 4. График давления в камере при прогреве до 100°C .

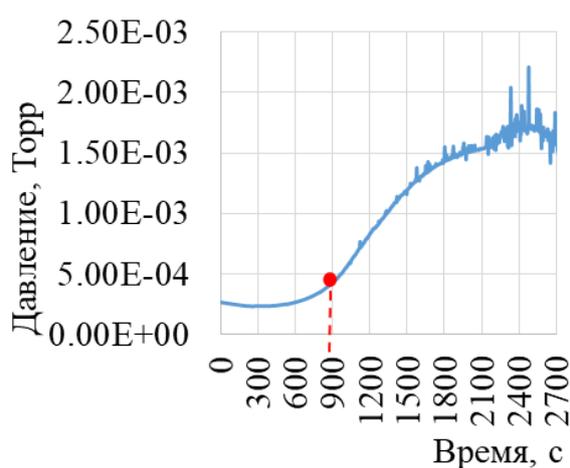


Рис. 5. График давления в камере при прогреве до 200°C .

Таким образом можно утверждать, что из МРЭ выделяется значительное количество газов. Возможно, при использовании более мощных вакуумных насосов, возможно достичь более низких давлений. Однако, можно утверждать, что применение МРЭ данного состава в высоком и, тем более, сверхвысоком вакууме затруднительно.

Теоретически улучшить вакуумные характеристики материала можно, найдя способ уменьшить пористость материала матрицы. Помимо этого, можно заменить матрицу другим полимером, обладающим меньшим газовыделением. Однако, стоит учесть, что при подборе материала-заменителя вязкоупругие свойства эластомера могут ухудшиться, что является интересной задачей для дальнейшего исследования.

Для определения источника газов были проанализированы графики парциальных давлений выделяющихся газов, полученные с помощью масс-спектрометра (рис. 6 и рис. 7).

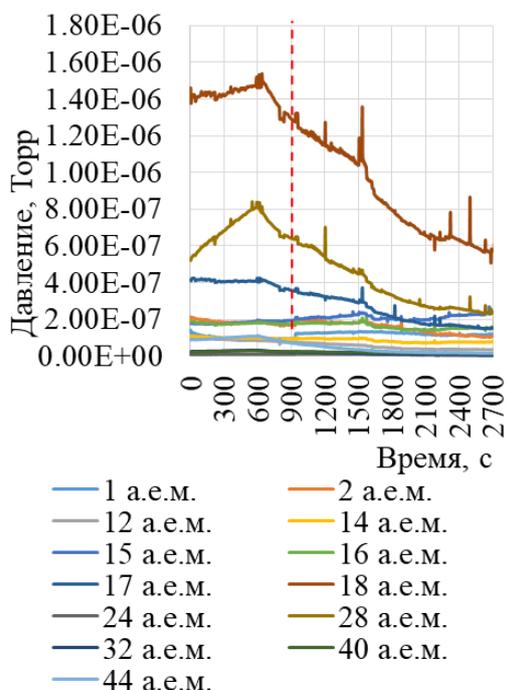


Рис. 6. парциальные давления газов в камере при прогреве до 100⁰С.

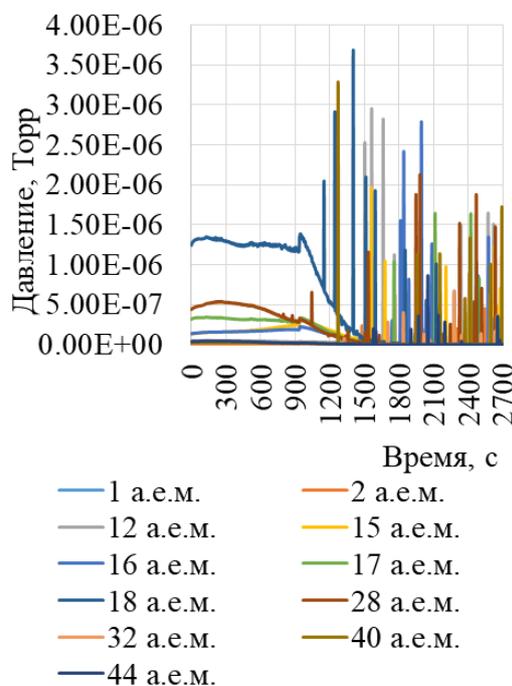


Рис. 7. парциальные давления газов в камере при прогреве до 200⁰С.

Из графиков видно, что парциальные давления газов уменьшаются с течением времени, что свидетельствует о постепенном уменьшении потока выделяющихся газов. Все давления имеют порядок $10^{-6} \dots 10^{-7}$ Торр.

При прогреве до температуры 200⁰С (рис. 7), общий график парциальных давлений довольно неинформативен из-за одиночных всплесков. Однако заметно, что парциальные давления некоторых газов значительно превосходят давления других. При анализе данных зависимостей парциальных давлений для каждого газа от времени установлено, что азот и водяной пар достигают давлений порядка $10^{-4} \dots 10^{-5}$ Торр.

Также по графикам видно, что в момент начала выдержки для многих газов наблюдается скачкообразный прирост давления, что, предположительно, объясняется выходом газа из пор материала, который к тому моменту достаточно прогрелся.

При анализе данных также установлено, что сумма парциальных давлений отслеживаемых газов на два порядка ниже суммарного давления в камере. Это свидетельствует о том, что существуют ещё газы, выделяющиеся в процессе обезгаживающего прогрева, которые оказывают большее влияние на давление в откачиваемой камере.

Заключение:

В результате работы спроектирована и изготовлена вакуумная камера, позволяющая проводить испытания на лабораторном откачном посту без внесения изменений в его конструкцию. Помимо этого, камера также может быть установлена на другом откачном посту благодаря внедрению в её конструкцию стандартного штенгеля.

На основании данных, полученных в ходе исследования, можно утверждать, что использованные образцы МРЭ выделяют значительно количество газа, что приводит к

заметному приросту давления. С увеличением температуры прогрева наблюдается увеличение потока газовой выделения. Однако, вместе с тем с увеличением температуры прогрева поток газовой выделения спадает быстрее.

Большинство выделяющихся из материала газов входят в состав атмосферы, что объясняется его пористой структурой. Наиболее интенсивно из МРЭ выделяются водяной пар и азот.

Однако, при сравнении суммы парциальных давлений проанализированных газов с общим давлением в камере, становится очевидно, что существуют другие газы, помимо описанных, чье парциальное давление вносит значительный вклад в суммарное газовыделение МРЭ.

Литература

1. В.П. Михайлов, Г.В. Степанов, А.М. Базиненков, А.С. Кузнецов, И.К. Зобов. Магнитореологические устройства активной виброизоляции и позиционирования для нанотехнологического оборудования // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Приборостроение». – 2010. – С. 138-148.
2. Иванова Д. А., Ефимов И. А., Ротарь А. П. Разработка вакуумной камеры для исследования вакуумных характеристик магнитореологического эластомера. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 8 – 12 апреля, 2019, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2019.– № гос. регистрации 0321900970.– URL: studvesna.ru/go=articles&id=2609 (дата обращения: 01.06.2019)
3. Руководство по эксплуатации анализатора остаточных газов Extorr серии ХТ: [Электронный ресурс]. URL: <http://www.extorr.ru> (дата обращения 20.07.2019)

Разработка и исследования вакуумметров с чувствительными элементами, изготовленными по технологии МЭМС

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

Статья посвящена разработке чувствительных элементов, преобразователей и вакуумметров, созданных по технологии МЭМС и предназначенных для измерений абсолютного давления в широком диапазоне от 10^{-3} до 10^5 Па.

***Development and researches of MEMS vacuum gauges. R.E. Kuvandykov, R.A. Teteruk.**
The article is devoted to the development and research of sensitive elements, transducers and vacuum gauges created by MEMS technology and intended for absolute pressure measuring in a wide range from 10^{-3} to 10^5 Pa.*

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

1. Отсутствие отечественных эталонов сравнения для проведения сличений между государственными первичными эталонами ГЭТ 49-2016 и ГЭТ 101-2011, проведения межлабораторных сравнительных испытаний, а также проведения международных сличений.

2. Отсутствие серийно выпускаемых отечественных высокоточных СИ, соответствующих эталонам 1 и 2 разрядов по ГОСТ 8.107-81. С 2008 года по настоящее время прошли испытания в целях утверждения типа всего два вакуумметра отечественного

производства, причем их метрологические характеристики не удовлетворяют требованиям к эталонам 1 и 2 разрядов [1].

3. Санкционные ограничения, введенные западными странами, не позволяют осуществлять закупку целого ряда высокоточных СИ иностранного производства.

Для решения указанных проблем ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» было предложено разработать отечественные вакуумметры, к которым предъявлены следующие требования:

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

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

Было принято решение разработать два типа опытных образцов: вакуумметр, основанный на резонансном методе измерения давления и вакуумметр, основанный на мембранно-емкостном методе с применением компенсации и компрессии. На этапе написания технического задания были сформулированы требования к метрологическим характеристикам разрабатываемых опытных образцов, которые приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики опытных образцов.

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

Чувствительный элемент вакуумметра (рис. 1), принцип действия которого основан на измерении жесткости газовой пружины (резонансного типа), конструктивно представляет из себя пластину на подвесах, расположенную между стационарными плоскостями.

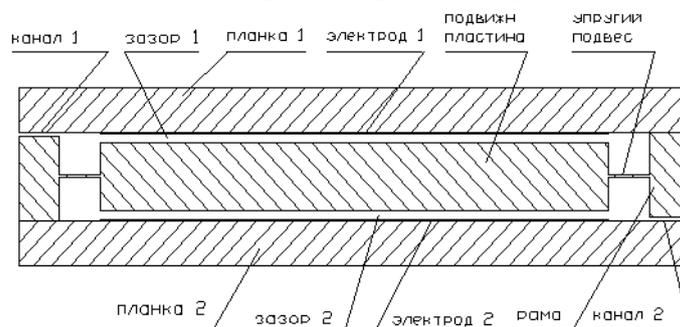


Рис. 1. Эскиз чувствительного элемента резонансного типа.

Газовые пружины образуются плоскостью электродов №1 и №2, а также кремниевой подвижной пластиной, как изображено на рис. 2.

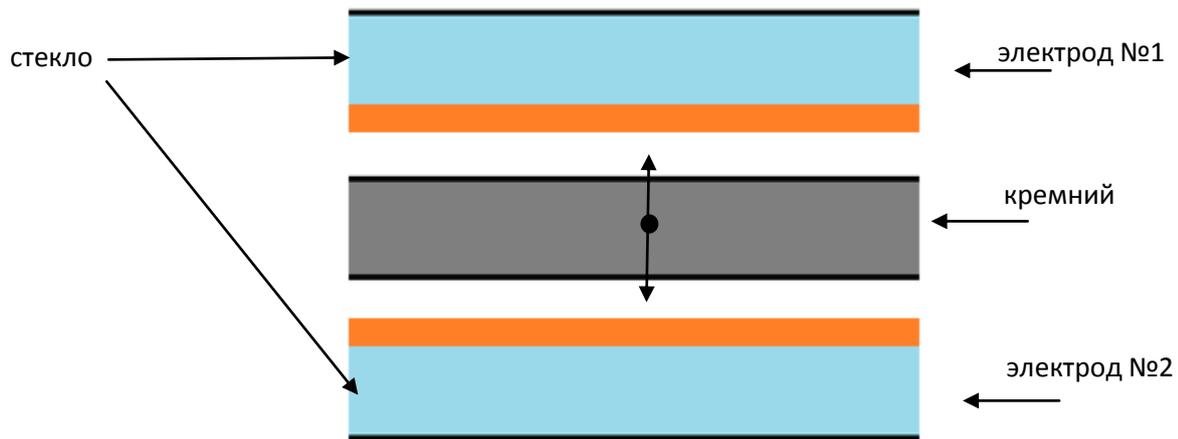


Рис. 2. Конструкция чувствительного элемента резонансного типа.

Метрологически значимые размеры чувствительного элемента резонансного типа изображены на рисунке 3.

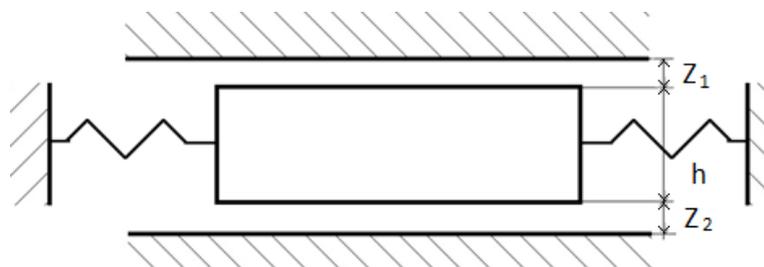


Рис. 3. Метрологически значимые размеры чувствительного элемента.

где: h – толщина подвижной пластины;
 Z_1 – исходное значение величины зазора (газовая пружина) №1;
 Z_2 – исходное значение величины зазора №2.

Резонансная частота колебаний пластины зависит от жесткости газовой пружины.

$$f_p^2 = \frac{G_M + G_{п}}{4 \cdot \pi^2 \cdot m}, \quad (1)$$

где G_M – механическая жесткость подвеса, $G_{п}$ – пневматическая жесткость газовой пружины, m – масса подвижной пластины.

Электрическая схема преобразователя давления резонансного типа представлена на рис.4.

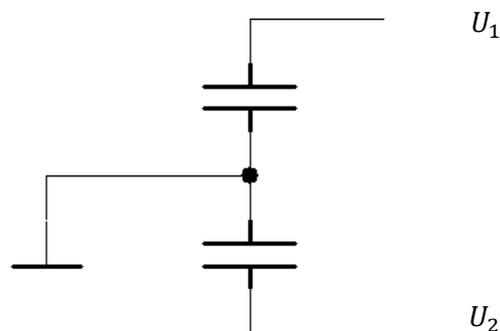


Рис.4. Электрическая схема преобразователя давления резонансного типа.

В общем случае параметры движения пластины описываются следующим выражением:

$$m * \frac{d^2y}{dt^2} + B * \frac{dy}{dt} + G * y - \frac{\epsilon * \epsilon_0}{2 * (Z+y)^2} * (U_1^2 - U_2^2) * S = 0, \quad (2)$$

где $y = a \cdot \sin(\omega \cdot t)$ - функция движения пластины, a - амплитуда колебаний, ω - циклическая частота колебаний, B - коэффициент силы вязкого трения газовой среды, G - жесткость, ϵ - диэлектрическая проницаемость газовой среды, ϵ_0 - диэлектрическая постоянная, U_1 и U_2 - электрические напряжения на электродах.

Также зависимость резонансной частоты колебаний пластины от давления газа можно получить методом малых перемещений, приравняв количество энергии, запасаемой в газовых пружинах изменению энергии колебательной системы. В этом случае зависимость измеряемого давления газа от частоты колебаний пластины выглядит следующим образом

$$P = 2 * \pi^2 * \rho * h * Z * f^2, \quad (3)$$

где ρ - плотность материала пластины.

Зависимость давления от квадрата частоты колебаний линейна:

$$P = K * f^2, \quad (4)$$

где $K = 2 * \pi^2 * \rho * h * Z$ - коэффициент преобразования, может быть вычислен из плотности материала и значений геометрических размеров подвижной пластины.

На рис. 5 изображена экспериментальная зависимость давления от квадрата частоты, полученная в ходе испытаний опытного образца.

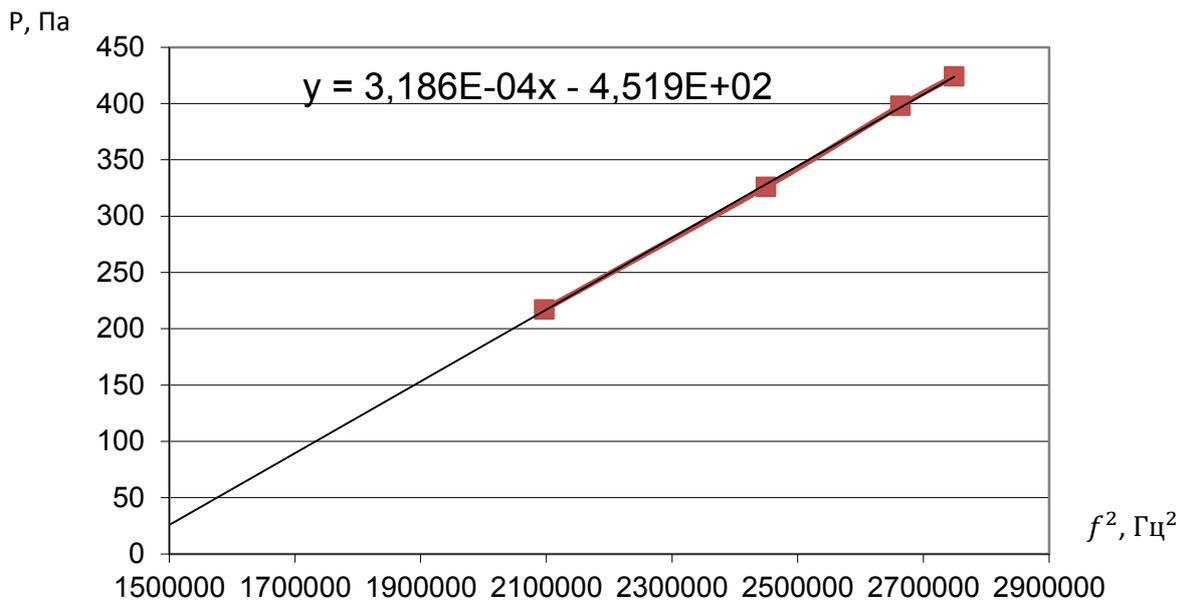


Рис. 5. Экспериментальная зависимость давления от квадрата частоты колебаний.

На графике также отображена функция аппроксимации, из которой видно, что тангенс угла наклона прямой равен $3,18 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}^2}$. Это значение совпадает с вычисленным ранее значением коэффициента преобразования K .

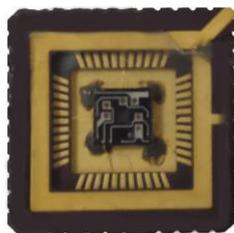


Рис. 6. Чувствительный элемент резонансного типа.



Рис. 7. Датчик давления по технологии МЭМС.

Второй тип чувствительного элемента, изготовленного по технологии МЭМС, основан на измерении давления газа компенсацией электростатическим давлением и конструктивно представляет из себя мембрану с плоскопараллельно расположенными электродами (рис. 8).

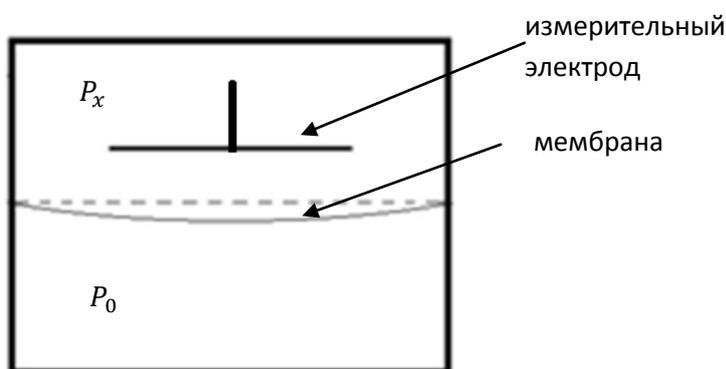


Рис. 8. Конструкция компенсационного преобразователя.

Деформация мембраны, возникающая при подаче измеряемого давления газа, компенсируется электростатическим отрицательным давлением (при подаче постоянного напряжения на измерительный электрод). Формула преобразования выглядит следующим образом:

$$P = \frac{\epsilon_0}{2 \cdot Z^2} * U^2, \quad (5)$$

где ϵ_0 - диэлектрическая постоянная, h – величина зазора между мембраной и плоскостью измерительного электрода, U – значение постоянного напряжения, при котором наступила компенсация деформации мембраны.

Третий тип чувствительного элемента, изготовленного по технологии МЭМС, конструктивно схож с чувствительным элементом резонансного типа, с той разницей, что измеряется не жесткость газовой пружины, а величина энергопотерь (работа против сил трения со стороны газа) при колебательных движениях пластины. Принцип действия чувствительного элемента данного типа поясняется на рис.9.

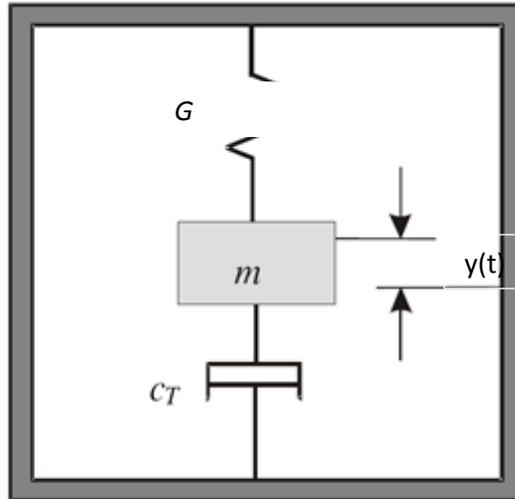


Рис. 9. Принцип измерения величины энергопотерь при колебательных движениях пластины чувствительного элемента.

Составная пластина массой m на механическом подвесе жесткостью k совершает вынужденные колебания $z(t)$, приближенные по форме к гармоническим. При движении на плоскость пластины действует сила со стороны газа, пропорциональная абсолютному давлению газа. Для поддержания определенной амплитуды вынужденных колебаний требуется восполнять энергию, затраченную на работу против сил со стороны газа. Энергия восполняется электростатическим приводом $y(t)$. Количество восполняемой энергии пропорционально абсолютному давлению газа.

Результаты градуировки вакуумметра, использующего чувствительный элемент, реализующий принцип измерения энергопотерь, представлены на рис.10.

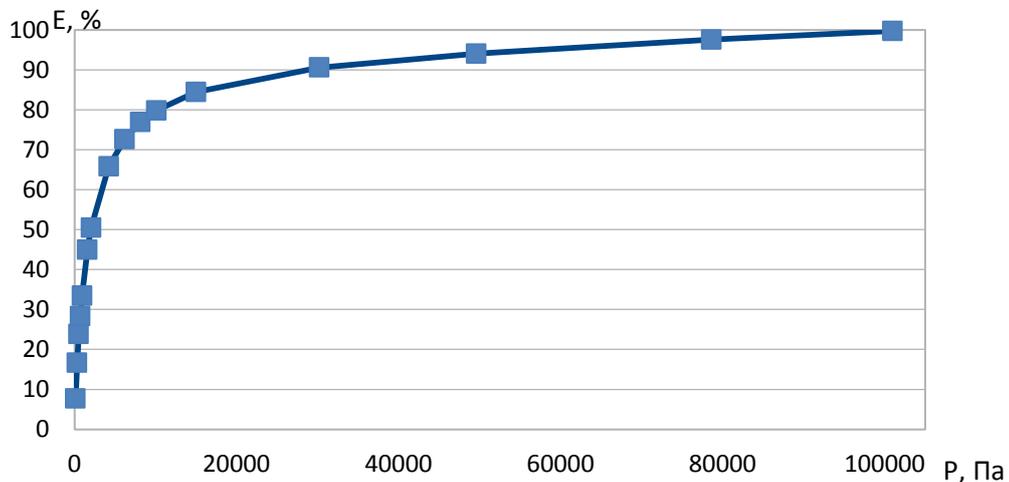


Рис. 10. Зависимость энергопотерь от давления.

По оси x отображается давление в паскалях, по оси y - энергопотери в условных единицах (%). Можно отметить, что с возрастанием давления энергопотери возрастают нелинейно.

На рис. 11 представлен график, позволяющий оценить чувствительность метода (первая производная кривой градуировки) в зависимости от абсолютного давления газа.

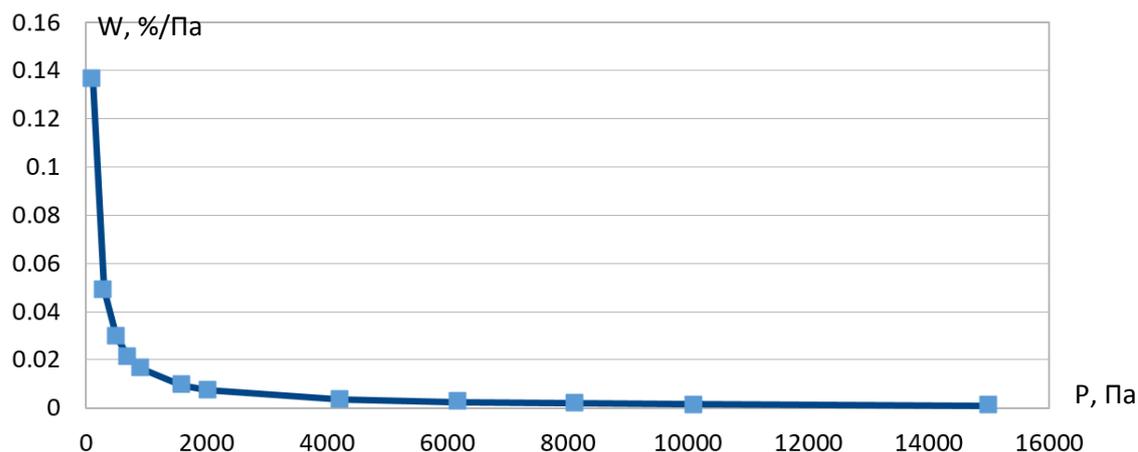


Рис. 11 . Чувствительность метода в зависимости от абсолютного давления газа.

Из графика видно, что чувствительность снижается на два порядка при давлениях больше 10000 Па. Результаты калибровки вакуумметра, реализующего метод измерения энергопотерь, были проведены с использованием эталонного вакуумметра MKS Baratron и представлены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты калибровки вакуумметра.

Значения МЭМС-вакуумметра, Па	Значения эталона, Па	Относительная погрешность, %	СКО, %
60.68	60.64	0.1	0.6
91.7	91.81	-0.1	0.4
111.6	111	0.6	0.3
301.5	301.7	-0.1	0.1
600.3	599.5	0.3	0.4
897.4	893	0.4	0.3

Внешний вид вакуумметра, использующего преобразователи, изготовленные по технологии МЭМС, изображен на рис. 12.



Рис. 12. Вакуумметр резонансного типа.

Результаты исследований позволяют сделать вывод, что разработанные образцы удовлетворяют требованиям технического задания, что позволяет продолжить работы над созданием серийно производимого широкодиапазонного прецизионного вакуумметра, использующего сразу несколько чувствительных элементов, изготовленных по технологии МЭМС и реализующих различные принципы измерения абсолютного давления.

Литература

1. В.Н.Горобей, А.Я.Гаршин, Р.Э.Кувандыков. «Резонансный вакуумметрический преобразователь, созданный по технологии МЭМС» Вакуумная техника и технологии -2017. Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием 06.06.2017 г.

Вакуумный актуатор на основе диэлектрического эластомера с кварцем в качестве наполнителя

А.П. Ротарь, Д.А. Иванова, А.М. Базиненков
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1,
anastasia.rotari15@gmail.com; ivanova_d_a@bk.ru; bazinenkov@mail.ru

Современное оборудование часто требует прецизионного перемещения объектов как при атмосферном давлении, так и в условиях вакуума. Вакуумное оборудование подвергается целому ряду внешних возмущений, которые негативно сказываются на технологическом процессе и непосредственно влияют на качество изготавливаемой продукции. Перспективная разработка в данной сфере - актуаторы на основе диэлектрических эластомеров, отличающиеся малым временем реакции (миллисекунды), простой и дешевой реализацией. Успешная реализация зависит от понимания его поведения и свойств, зависящих от выбора материалов матрицы и наполнителя. Чаще всего, в качестве наполнителя используется дорогостоящий титанат бария. В данной работе рассматривается вариант использования кварца как более дешевого наполнителя.

Vacuum actuator based on dielectric elastomer with quartz as a filler. A.P.Rotari, D.A.Ivanova, A.M.Bazinenkov. Modern equipment requires precision movement of objects both at atmospheric pressure and in vacuum conditions. In addition, vacuum equipment is subject to a variety of external disturbances that adversely affect the process and directly affect the quality of the manufactured products. Prospective development in this area are actuators based on dielectric elastomers, characterized by a short reaction time (milliseconds), simple and cheap implementation. Successful implementation depends on the understanding of its behavior and properties depending on the choice of matrix and filler materials. Most often, expensive barium titanate is used as a filler. This paper discusses the use of quartz as a cheaper filler.

Современное машиностроительное оборудование все чаще требует прецизионного перемещения объектов как при атмосферном давлении, так и в условиях вакуума. Для обеспечения точного перемещения и виброизоляции объектов широкое распространение получили механизмы точных перемещений (актуаторы) на основе «смарт»-материалов и, в частности, управляемых магнито- и электроактивных материалов, жидкостей и полимеров.

Полимеры, которые претерпевают изменение формы или объема при воздействии на них с помощью внешнего электрического поля, называются электроактивными полимерами (ЭАП). Эти активные вещества могут быть классифицированы в соответствии с их принципом работы: ионные ЭАП, в которых перемещение ионов при электрической активации отвечает за изменение формы или объема, и электронные ЭАП, в которых при активации смещаются электрические заряды, а возникающие электростатические силы приводят к электромеханическим изменениям формы или объема материала. [1]

Диэлектрические эластомеры (ДЭ) являются одними из наиболее перспективных представителей электронных электроактивных полимеров, так как они могут обеспечивать большие деформации и выдерживать высокие нагрузки. Управление свойствами этого материала, заключенного между электродами, происходит при помощи внешнего электрического поля: электрическое напряжение (несколько киловольт) подается на два проводящих электрода, диэлектрический слой сжимается по мере того, как по-разному поляризованные электроды притягиваются друг к другу. Кроме того, электрострикция, происходящая в диэлектрической среде, способствует общей деформации ДЭ. [2]

При выборе материала матрицы ДЭ важно учесть следующие требования: высокая диэлектрическая проницаемость, широкий диапазон рабочих температур, высокая электрическая прочность, низкое значение модуля Юнга, поэтому в качестве матрицы ДЭ используются синтетические или натуральные каучуки, также матрица может быть реализована

путем смешивания одного, двух или более материалов. Наиболее перспективными на сегодняшний день считаются ДЭ с матрицами на основе трёх видов полимеров: силикон, акрил и полиуретан, а другие материалы, например, натуральный каучук, практически не исследуется в виду более низких показателей требуемых свойств (таблица 1)

Таблица 1 - Электрические и механические характеристики материалов матрицы.

№	Материал матрицы	Модуль Юнга, МПа	Диэлектрическая проницаемость	Электрическая прочность, кВ/мм	Диапазон температур
1	Силикон	0,1..10	2-5	50..350	-100..200°C
2	Акрил	0,6	4-6	45..250	-10..80°C
3	Полипропилен	17	6-7	160	-

На основе анализа работ [3,4], в которых представлены исследования влияния материалов, входящих в состав ДЭ, на его свойства, для изготовления опытных образцов было решено использовать в качестве матрицы силиконовый компаунд, так как он обладает наилучшей совокупностью свойств: высокой электрической прочностью (27 кВ/мм), высоким значением модуля упругости (10 МПа) и широким диапазоном рабочих температур (от -60 до 200°C), а также относительным удлинением при разрыве до 165%. [3]

ДЭ могут быть улучшены добавлением в матрицу эластомернаполнителей, диэлектрические свойства которых высоки и способны улучшить диэлектрические характеристики эластомеров в несколько раз. Поэтому в качестве наполнителя было решено использовать мелкодисперсный порошок титаната бария, который может обладать относительной диэлектрической проницаемостью до 3000 [4].

Изготовление высокодиэлектрического мелкодисперсного порошка титаната бария является трудоёмкой и дорогостоящей операцией, поэтому целью работы было испытать образец, в котором в качестве наполнителя использовался более дешёвый и доступный диэлектрик – кварц.

Немаловажным для свойств является смешивания материала матрицы и материала наполнителя в правильных пропорциях. Смешивание нескольких материалов производится с целью улучшения ее характеристик, но часто улучшение одного параметра приводит к ухудшению других характеристик материала. Существует, например, сильная корреляция между диэлектрической проницаемостью и электрической прочностью: увеличение диэлектрической проницаемости обычно сопровождается уменьшением электрической прочности

Конструкция актуатора для исследования была выполнена по схеме «конденсатор» (рис.1), идентичная конструкции плоского конденсатора, но с ДЭ, зажатым между парой электродов, является наиболее легко реализуемой в лабораторных условиях.



Рис. 1. Конструкция актуатора по схеме «Конденсатор».

Многослойная конструкция (рис.2) в свою очередь представляет собой последовательно соединённые между собой актуаторы конструкции «конденсатор». Количество установленных слоев влияет на линейный размер актуатора и, следовательно, на абсолютный ход при перемещении [5].

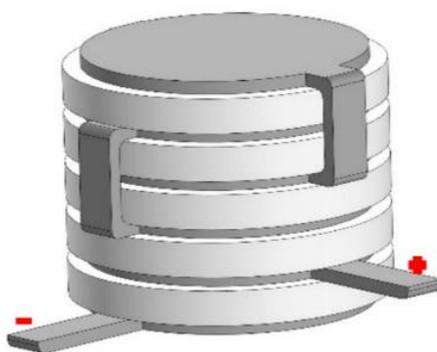


Рис. 2. Многослойная конструкция актуатора.

Выбор материала для электродов является основной проблемой, связанной с изготовлением актуаторов на основе ДЭ. Это обусловлено тем, что они не только должны выдерживать высокие электрические поля (до сотен кВ/мм), но они также должны быть хорошо совместимыми и поддерживать хороший электрический контакт при деформации. Самый очевидный вариант электродов – две металлические пластины, возможен, но их огромным недостатком является большая жесткость таких электродов, что обычно ограничивает значение максимальной возможной деформации механизма.

Механизмы точных перемещений характеризуют такие показатели как: погрешность, диапазон перемещений, нагрузочная способность, число степеней подвижности и постоянная времени и с течением времени требования к данным показателям растут.

При разработке экспериментальной конструкции актуатора на основе ДЭ необходимо учесть следующие факторы: конструкция должна быть универсальной и подходить для использования как однослойного, так и многослойного эластомера с различным количеством слоёв, конструкция должна быть выполнена из диэлектрического материала для обеспечения изоляции с целью защиты от пробоя при больших напряжениях, конструкция должна обладать высокой жесткостью, должны быть исключены зазоры и люфты, а также обеспечена простота изготовления.

На основании данных требований была спроектирована конструкция механизма точных перемещений, представленная на рис. 3.

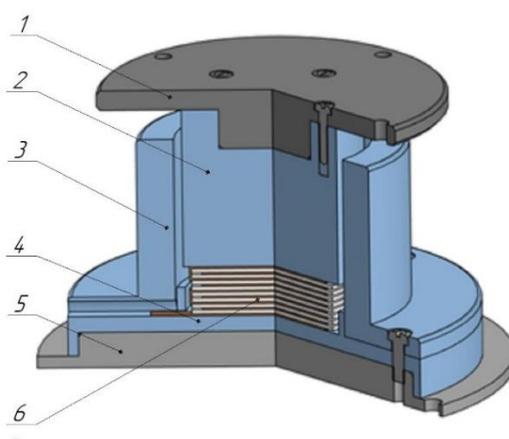


Рис. 3. Конструкция актуатора.

1- верхний фланец; 2 - шток; 3 – корпус; 4 - нижний фланец; 5 – диск; 6 – ДЭ.

Полученная конструкция может использоваться для диэлектрических эластомеров диаметром не более 40 мм и высотой не более 30 мм.

Исследование характеристик актуатора проводилось с изготовленными образцами актуатора на основе одно-, двух-, четырёх- и восьмислойного ДЭ.

В ходе эксперимента к электродам прикладывалось напряжение в диапазоне от 0 до 2000 В. Индуктивным датчиком положения снималась серия параллельных наблюдений количеством 150 шт. На основе данных, полученных в ходе эксперимента, были построены графики среднего значения перемещений в зависимости от прикладываемого к электродам актуатора напряжения, учитывая количество слоёв ДЭ (рис. 4, 5).

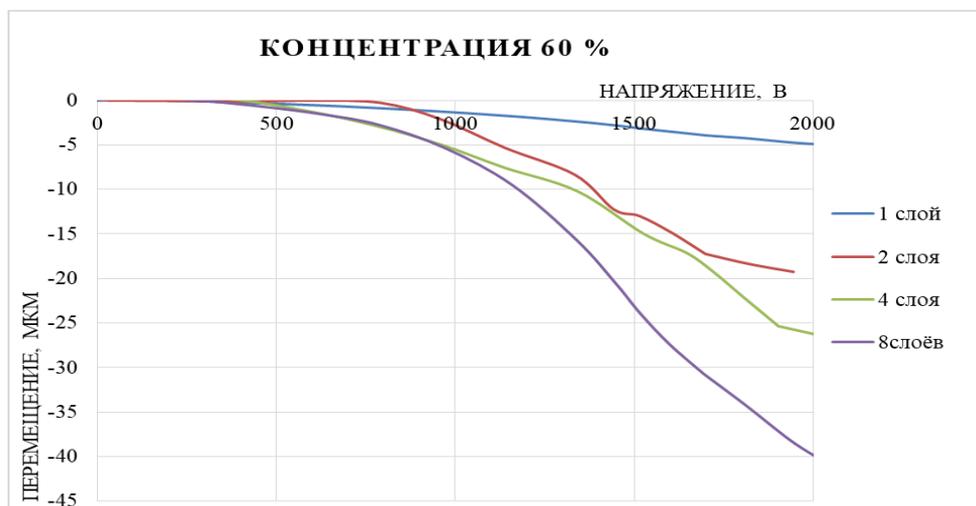


Рис. 4. График перемещения ДЭ в зависимости от напряжения на электродах ДЭ с концентрацией кварца 60%.

При исследовании характеристик ДЭ с концентрацией кварца в материале матрицы равной 60% (рис. 4) были получены следующие максимальные значения перемещений: для 1 слоя -5,01 мкм, для 2 слоёв -19,25 мкм, для 4 слоёв -26,32 мкм, для 8 слоёв -39,81 мкм. Для исследования влияния увеличения концентрации материала-наполнителя в материале матрицы были изготовлены и таким же образом исследованы в актуаторе образцы с концентрацией кварца 80% (рис. 5).

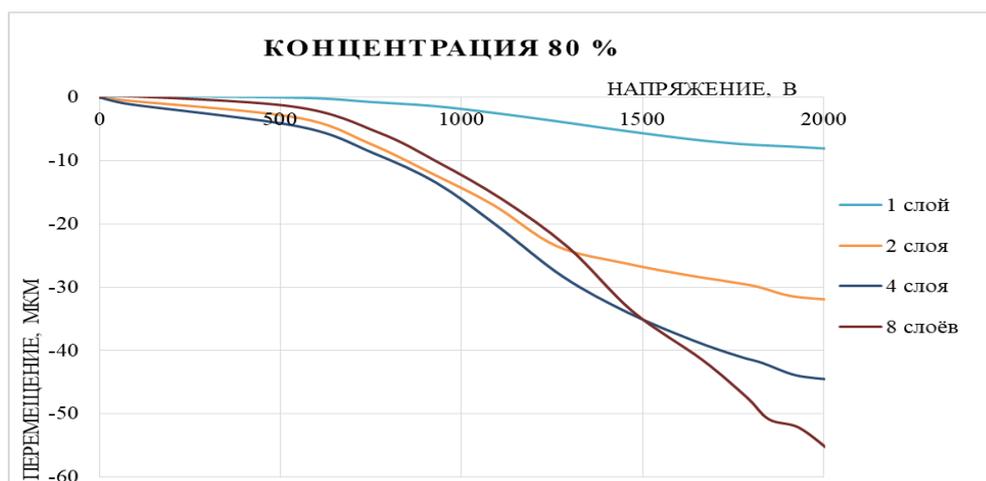


Рис. 5. График перемещения ДЭ в зависимости от напряжения на электродах ДЭ с концентрацией кварца 80%.

Увеличение концентрации кварца привело к увеличению максимального значения перемещения примерно в 1,6 раза: -8,08 мкм, -30,55 мкм, -44,12 мкм, -54,86 мкм для одного, двух, четырёх и восьми слоёв соответственно.

Построенные зависимости доказывают, что увеличение количества слоёв позволяет увеличить диапазон перемещения устройств на его основе, либо уменьшить рабочее напряжение, необходимое для достижения определенного значения перемещения.

При исследовании характеристик актуатора на основе аналогичных образцов ДЭ с титанатом бария- «классическим» наполнителем ДЭ, были получены следующие результаты: для одного слоя -15,39 мкм, для двух слоёв -35,35 мкм, для четырёх слоев -39,11 мкм, для восьми -68,24 мкм.

Сравнение полученных результатов для ДЭ на основе титаната бария и кварца позволяет сделать вывод, что для изготовления ДЭ кварц можно считать более дешёвым аналогом титаната бария. Таким образом, используя кварц в качестве наполнителя, можно добиться результата на 8-ми слоях ДЭ на 15 мкм хуже, но уменьшив затрат на изготовление в разы.

Литература

1. Prahlad H, Pelrine R, Kornbluh R, von Guggenberg P, Chhokar S, Eckerle J Programmable surface deformation: thickness-mode electroactive polymer actuators and their applications. Proc SPIE 5759:102 2005.
2. Brochu P., Pei Q. Dielectric Elastomers for Actuators and Artificial Muscles In L. Rasmussen Electroactivity in Polymeric Materials Springer Sciens+Business Media New York, 2012 -56c. DOI 10.1007/978-1-4614-0878-9_1.
3. Planck M. An experimental investigation of electromechanical response in a dielectric acrylic elastomer// Applied Physics A, 2003-4c.
4. In SeongYoo. Artificial Muscles, Made of Dielectric Elastomer Actuators- A Promising Solution for Inherently Compliant Future Robots//Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg 2012 – 12c.
5. Jung MY, Chuc NH, Kim JW, Koo IM, Jung KM, Lee YK, Nam JD, Choi HR, Koo JC Fabrication and characterization of linear motion dielectric elastomer actuators. Proc SPIE 6168:616824 2006.

Метрологическое обеспечение мер потока газа в вакууме

Д.М. Фомин

*Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», пр. Московский, 19
E-mail: vacuum@vniim.ru*

В статье рассматриваются принципы работы мер потока газа в вакууме, метрологическое обеспечение и основные проблемы, возникающие при эксплуатации.

***Metrological support of test leaks in vacuum. D.M.Fomin.** The article discusses work principles of test leaks in vacuum, metrological support and main problems arising during operation.*

Меры потока широко применяются в различных областях промышленности для калибровки аппаратуры, предназначенной для контроля герметичности и газовыделений вакуумных систем и выпускаемых изделий. Например, параметры анализатора течеискателя масс-спектрометрического гелиевого настраивают с помощью установленной внутри прибора (или в испытываемой вакуумной системе) меры потока (течи гелиевой).

В настоящее время утверждены в качестве средств измерений и внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (Госреестр СИ) следующие типы мер потока (течи гелиевые), приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Меры потока (течи гелиевые), внесенные в Госреестр СИ.

п/п	Наименование СИ	Диапазон значения воспроизводимого потока, Па·м ³ /с	Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения потока, %
1.	Гелит 1	$7 \cdot 10^{-10} - 2 \cdot 10^{-8}$	±15
2.	Гелит 2	$3 \cdot 10^{-11} - 7 \cdot 10^{-10}$	±20
3.	10xxxx	$1 \cdot 10^{-9} - 9 \cdot 10^{-6}$	±15
4.	Fx4xxx	$1 \cdot 10^{-10} - 3 \cdot 10^{-5}$	±15

Меры потока позволяют настроить течеискатель для получения корректной количественной характеристики герметичности. До внесения течеискателей масс-спектрометрических гелиевых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений с их помощью определяли качественную характеристику течеискателей (в том числе пределы допускаемой относительной погрешности).

Основное уравнение, используемое в течеискателях масс-спектрометрических гелиевых для расчета величины потока натекания Q , имеет вид [1]

$$Q = Q_{ЭТ} \cdot \frac{\alpha_{изм.} - \alpha_{\phi}}{\alpha_{изм.эт.} - \alpha_{\phi}} \quad (1)$$

где $Q_{ЭТ}$ – величина потока течи гелиевой, установленной в течеискатель или в вакуумную систему, указанная в свидетельстве о поверке (калибровке) течи;

$\alpha_{изм.}$ – значение потока пробного газа от вакуумной системы или выпускаемого изделия, измеряемое течеискателем в реальном времени;

$\alpha_{изм.эт.}$ – значение потока пробного газа от течи, установленной в течеискатель (или в вакуумную систему), измеряемое течеискателем;

α_{ϕ} – фоновый сигнал.

Как видно из формулы, мера потока вносит значительный вклад в точность и достоверность полученных в ходе испытаний результатов, поэтому метрологическое обеспечение данного оборудования является необходимым для повышения точности результатов испытаний.

Самыми распространёнными мерами потока являются диффузионные и капиллярные. Принцип действия диффузионных течейлучше всего рассмотреть на примере мер потока (течей гелиевых) Гелит 1 и Гелит 2. Отличием в конструкции модификаций является различный материал проницаемого элемента – кварцевое стекло (Гелит 1) и молибденовое стекло (Гелит 2).

Диффузионная мера потока (рис. 1) представляет собой герметичный металлический баллон (1), с одной стороны которого имеется трубка (3) для присоединения к испытуемой вакуумной системе или вакуумной системе течеискателя. Внутри баллона трубка присоединена к проницаемому элементу, представляющему собой шарообразную колбу (2) из молибденового или кварцевого стекла. Стенки баллона, трубки и проницаемый элемент образуют замкнутый объем, заполненный гелием до давления от 6 до 100 кПа. В процессе работы происходит диффузия гелия через стенки колбы проницаемого элемента. Толщина стенки, площадь поверхности проницаемого элемента, а также давление гелия в баллоне определяют диапазон воспроизводимого потока.

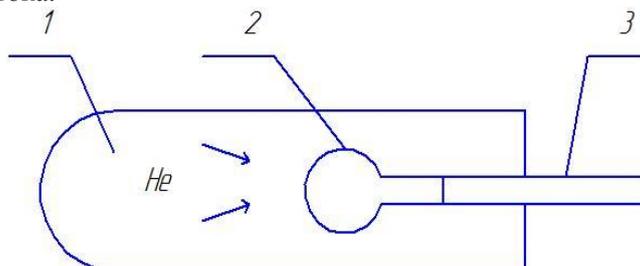


Рис. 1. Диффузионная мера потока.

Капиллярная мера потока имеет похожую конструкцию, но вместо проницаемого элемента устанавливают капилляр, изготовленный из различных материалов (стекло, фторопласт, металл и др.). Пробный газ заполняется при давлении от 0,1 до 1 Мпа, в некоторых случаях давление достигает 10 Мпа. Основным преимуществом капиллярных течей является возможность заполнения любыми видами газов, которые не засоряют капилляр и не вступают в химическую реакцию с его поверхностью.

В настоящее время в РФ эталоном наивысшей точности для проведения поверки (калибровки) мер потока является Государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме в диапазоне $1,0 \cdot 10^{-12} \dots 1,00 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВЭТ 49-2-2006). Суммарная погрешность эталона характеризуется средним квадратическим отклонением результата измерений ($S_{\Sigma 0}$): в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ не более 0,1-0,015; в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ не более 0,015. В эталоне реализованы три измерительных блока с различными принципами действия – жидкостно-механический измерительный блок с диапазоном измерений от $1 \cdot 10^{-7}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$; кумуляционный измерительный блок с диапазоном измерений от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \cdot 10^{-4} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$; редуктометрический измерительный блок с диапазоном измерений от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-5} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$. Эталон содержат и применяют в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Основной проблемой при эксплуатации мер потока является разница температуры измеряемого потока и температуры самой меры потока. Необходимость введения температурной поправки в значение потоков, воспроизводимыми мерами потока, обусловлено тем, что, как правило, температура, при которой эксплуатируется течь не совпадает с температурой её калибровки. [2]

В работе [2] предложена температурная поправка в следующем виде:

$$Q_T = Q_K \frac{T}{T_K} e^{-\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_K} \right)} \quad (2)$$

где Q_T – поток, воспроизводимый мерой потока при температуре $T, \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$;

Q_K – поток, воспроизводимый мерой потока при температуре её поверки (калибровки) $T_K, \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$;

T, T_K – абсолютные температуры, К;

E – энергия активации для проницаемого материала элемента меры потока, кал/моль;

R – универсальная газовая постоянная.

Для определения поправок с помощью данной формулы необходимо определение значений активации для проницаемых элементов мер потока (например, кварцевого или молибденового стекла и фторопласта).

В настоящее время производители чаще всего указывают среднее рассчитанное значение температурной поправки для конкретной модели меры потока. Как правило, значение температурной поправки составляет 3%/К. Также производители обязательно указывают значение потока в единицах измерений и температуру поверки (калибровки). Для пересчета потока необходимо использовать следующую формулу:

$$Q_T = Q_K \left(1 + \frac{K_T}{100} \right)^{(T-T_K)} \quad (3)$$

где Q_T – поток, воспроизводимый мерой потока при температуре $T, \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$;

Q_K – поток, воспроизводимый мерой потока при температуре её поверки (калибровки) $T_K, \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$;

K_T – температурная поправка, указанная производителем;

T – температура эксплуатации меры потока, К;

T_K – температура поверки (калибровки) меры потока, К.

Однако, температуру можно не учитывать, если значение потока задано как молекулярный расход, т.е. проникновение количества вещества (моль) за единицу времени [3]. В нашей стране пока еще не распространено выражение потока в единицах измерений моль/с, однако мировым вакуумным обществом было принято решение о постепенном переходе на измерение потока (особенно для эталонного оборудования) именно в единицах измерений моль/с, что позволит нивелировать температурную зависимость при измерениях.

Для точных измерений с помощью мер потока необходимо использовать устройства для стабилизации температуры (термостаты воздушные или водяные, тепловые экраны и т.д.). В статье [2] экспериментально установлено, что для диффузионных мер потока типа Гелит 1 и Гелит 2 выдержка в течение 15 минут при вновь установленной температуре достаточна для температурной стабилизации измеряемого (воспроизводимого) потока.

Следующей проблемой при эксплуатации мер потока является влияние фоновых потоков. Фоновые потоки оказывают существенное влияние на точность и достоверность результатов измерений. Данные потоки обусловлены двумя основными причинами – фоновыми потоками измерительной системы (течеискателя, непосредственно самой вакуумной системы и т.д.) и фоновыми потоками, поступающими непосредственно со стенок патрубков мер потока. С первым видом потоков можно успешно бороться с помощью, например, прогрева системы, чистки, продолжительной откачки, а также «обнулением» фонового сигнала с помощью современных средств течеискания.

Второй вид фонового сигнала возникает по причине неправильного хранения мер потока – долгого хранения на воздухе с открытым патрубком, а еще большее влияние оказывается в случае хранения длительное время меры потока с закрытым патрубком с помощью вакуумного клапана. В этом случае происходит накопление пробного газа в проницаемом элементе и значение потока на какое-то неопределенное время может значительно вырасти на величину от 30% до 100% по сравнению с номиналом. К сожалению, современные течеискатели, как правило, создают достаточно низкий вакуум на входе, что не позволяет быстро откачать накопленный пробный газ в проницаемом элементе, что создает дополнительную погрешность при измерениях с помощью данной меры потока.

Экспериментально доказано, чем длительнее откачка патрубков мер потока, тем выше достоверность измеренных потоков и ниже погрешность измерений.

Исходя из вышеперечисленного очень важно соблюдать правильные условия хранения мер потока, а в особенности перед проведением поверки (калибровки), т.к. неправильное хранение может существенно зависить значение потока на неопределенное время, в результате пользователь может получить некорректное номинальное значение потока.

Также серьезной проблемой является разработка и серийный выпуск мер потока, отечественного производства с возможностью наполнения различными газами (водород, азот, аргон, фреон и т.д.). Данные меры потока необходимы для калибровки щуповых течеискателей. Также необходимо проведение государственных испытаний с целью утверждения типа для определения метрологических характеристик данных мер потока. На данный момент в Госреестре РФ нет утвержденных в качестве СИ мер потока с возможностью наполнения другим газом, кроме He4.

В 2019 году компанией ООО «Вактрон» по заказу ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были разработаны и изготовлены новые капиллярные меры потока – течь гелиевая (азотная) ВАКТРОН ВКТ с возможностью заполнения как гелием, так и азотом.

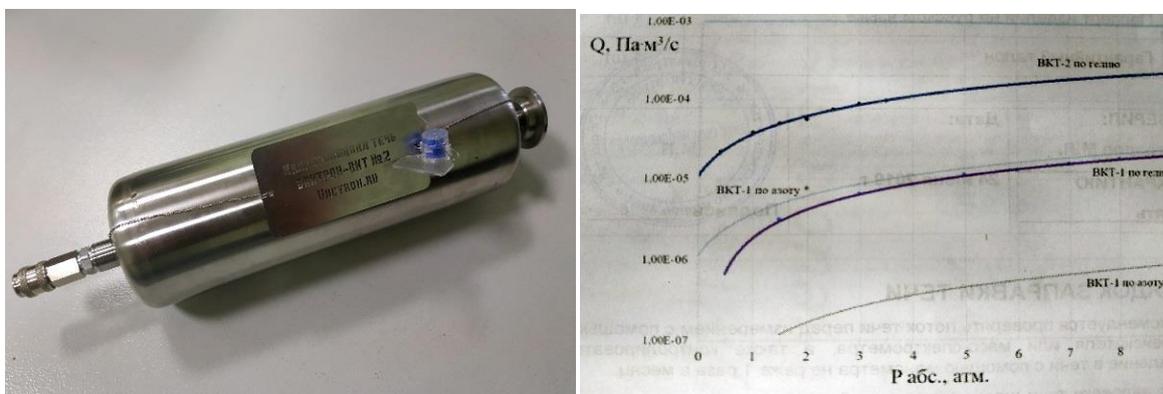


Рис. 2. Внешний вид течи ВКТ и график зависимости потока от давления внутри баллона течи.

Основным преимуществом новых мер потока является возможность регулировки потока за счет повышения или понижения давления пробного газа внутри баллона. Истечение меры потока возможно как на вакуум, так и на атмосферу. Также стоит отметить простоту самостоятельно заполнения баллона пробным газом. Предварительные испытания подтвердили заявленные производителем характеристики.

Своевременное метрологическое обслуживание, а также соблюдение правил эксплуатации и хранения мер потока в вакууме, позволит существенно повысить точность проводимых измерений с помощью данного оборудования, тем самым повысить качество производимой продукции, сократить вероятность принятия ошибочного решения в отношении испытуемых объектов.

Литература

1. Кузьмин В.В., Аляев В.А. Техника измерения вакуума: монография – Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009.
2. Афанасьева Л.А., А.И. Евлампиев, И.В. Творогов Метрологическая аттестация диффузионных гелиевых калиброванных течей // Вакуумная техника и технология. Том II, № 1, 1993.
3. Handbook of Vacuum Technology. Second edition. Edited by Karl Jousten, 2016.

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Модульный принцип построения вакуумных установок для микроэлектронных технологий

В.В. Одинокоев, В.В. Панин

*Москва, Зеленоград, ОАО «Научно-исследовательский институт точного
машиностроения», Панфиловский проспект, д. 10
e-mail: vodinokov@niitm.ru*

Представлен модульный принцип создания вакуумно-плазменного оборудования для микроэлектронных технологий с использованием различных вариантов загрузки-выгрузки пластин в рабочий модуль (реактор): установки с поштучной ручной загрузкой-выгрузкой пластин, с поштучной загрузкой-выгрузкой пластин из шлюзовой камеры манипулятором, с поштучной загрузкой-выгрузкой пластин манипулятором из кассеты-в-кассету в шлюзовой камере, а также оборудование кластерного типа. Рабочие модули установок обеспечивают высокие требования к процессам плазмохимического травления.

The modular principle of vacuum systems creating for microelectronic technologies. V.V.Odinokov, V.V.Panin. The modular principle of creating vacuum-plasma equipment for microelectronic technologies using various options for loading and unloading substrates into a working module (reactor) is presented: systems with single manual loading and unloading substrates, with single loading and unloading substrates from a loadlock by a manipulator, with single loading and unloading substrates with a manipulator from a cassette-to-cassette in a loadlock, as well as cluster type equipment. Working modules of systems provide high requirements to the processes of plasma etching.

Введение

В производстве интегральных схем (ИС) с использованием вакуумных технологий на выход годных ИС существенное влияние оказывает воспроизводимость остаточной газовой среды в вакуумной камере (реакторе), а также исключение попадания на поверхность рабочих пластин инородных частиц (пылинок) при напуске и откачке рабочего объема реактора. Особенно эти факторы негативно оказывают влияние на выход годных ИС с увеличением уровня их интеграции.

На производительность вакуумных установок в большей степени влияет потеря рабочего времени на откачку вакуумного объема до предельного давления и напуск воздуха для его разгерметизации.

Поэтому при проектировании вакуумных установок для современных микроэлектронных технологий необходимо уделять особое внимание перечисленным выводам.

Существуют различные варианты загрузки-выгрузки кремниевых пластин в реактор вакуумного технологического оборудования, представленные на рис. 1:

- поштучная ручная загрузка-выгрузка пластин или группы пластин в рабочий модуль – реактор (рис. 1а);
- поштучная загрузка-выгрузка пластин манипулятором в реактор из шлюзовой камеры (рис. 1б);
- поштучная загрузка-выгрузка пластин манипулятором в реактор из кассеты-в-кассету из шлюзовой камеры (рис. 1в);
- поштучная загрузка-выгрузка пластин манипуляторами в несколько рабочих модулей – реакторов из нескольких шлюзовых камер из кассеты-в-кассету и с использованием

СМИФ (стандартный механический интерфейс) контейнеров – «кластерная система» вакуумного оборудования (рис. 1г).

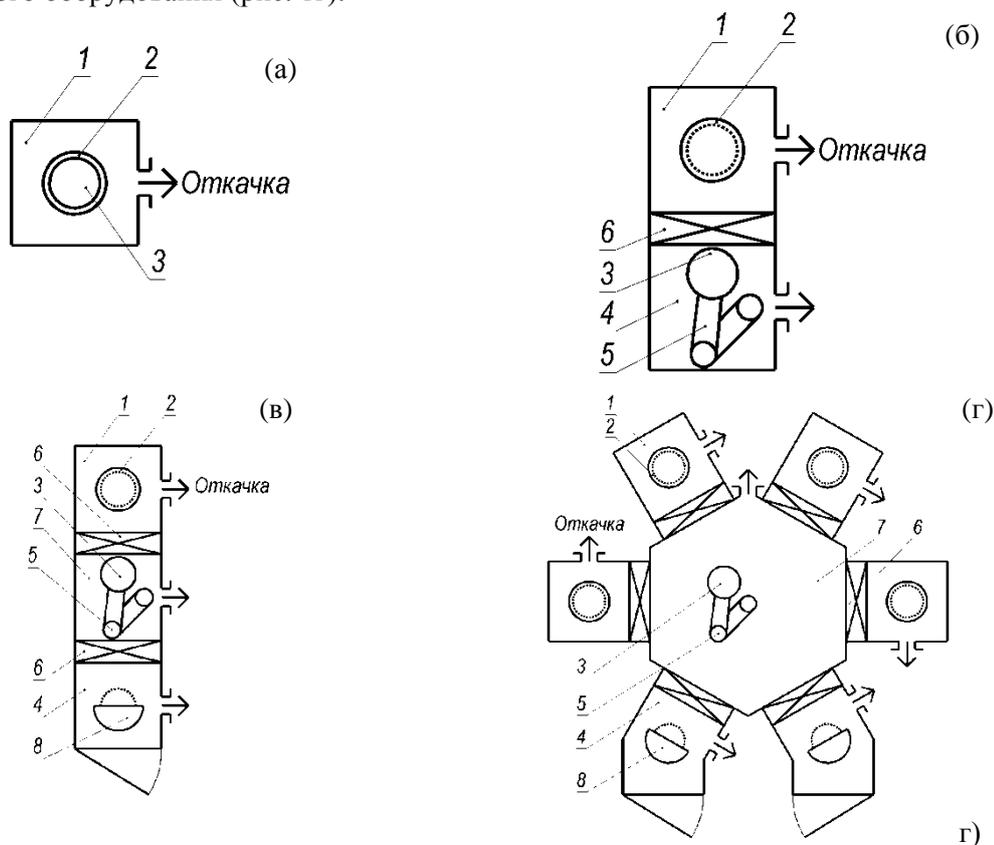


Рис.1. Варианты модульной компоновки вакуумно-плазменных установок.

*1 – рабочий модуль, 2 – столик, 3 – пластина;
4 – загрузочный модуль (шлюзовая камера), 5 – манипулятор, 6 – целевой затвор,
7 – модуль транспортирования, 8 – кассета с пластинами.*

Таблица 1. Варианты модульной компоновки вакуумных установок с точки зрения производительности и выхода годной продукции.

№	Вариант модульной компоновки	Производительность	Выход годных
1	Поштучная ручная загрузка-выгрузка пластин или группы пластин в рабочий модуль – реактор (Рисунок 1а)	Низкая	~40 – 60%
2	Поштучная загрузка-выгрузка пластин манипулятором в реактор из шлюзовой камеры (Рисунок 1б)	Средняя	~60 – 70%
3	Поштучная загрузка-выгрузка пластин манипулятором в реактор из кассеты-в-кассету из шлюзовой камеры (Рисунок 1в);	Высокая	~80 – 90%
4	Поштучная загрузка-выгрузка пластин манипуляторами в несколько рабочих модулей – реакторов из нескольких шлюзовых камер из кассеты-в-кассету и с использованием СМИФ контейнеров – «кластерная система» вакуумного оборудования (Рисунок 1г).	Высокая	~95 – 98%

Основные характеристики

В таблице 1 представлены варианты модульного проектирования вакуумных установок с учетом повышения их производительности и выхода годной продукции.

Поштучная ручная загрузка-выгрузка пластин или группы пластин в рабочий модуль – реактор применяется при обработке небольших партий пластин, а также при невысоких требованиях к остаточной вакуумной среде (рис. 2). Это оборудование имеет небольшую производительность, так как достаточно много времени тратится на откачку до высокого вакуума рабочей камеры и на разгерметизацию её перед выгрузкой пластин. При вскрытии рабочего модуля (реактора) на атмосферу происходит смена состава газовой среды, что ведет к невоспроизводимости рабочей газовой среды и создает дополнительное образование частиц пыли в камере, что существенно влияет на привносимую дефектность и выход годных ИС.



Рис. 2. Фотография модуля установки с поштучной ручной загрузкой-выгрузкой пластин.

Для технологии микрoeлектронных производств на пластинах диаметром от 100 до 200 мм необходимо снизить привносимую дефектность и тем самым повысить выход годных изделий. Для этого необходимо применять шлюзовую камеру с расположенным в ней манипулятором, который транспортирует необработанную пластину в рабочий модуль – реактор и возвращает обратно после обработки. За счет небольшого времени на откачку и разгерметизацию небольшого объема шлюзовой камеры увеличивается производительность установки в целом.

В качестве примера по такой схеме была создана установка травления мелкой щелевой изоляции в кремнии, оборудованной поштучной загрузкой-выгрузкой пластин манипулятором в рабочий модуль (реактор) из шлюзовой камеры (рис. 3). При этом рабочий модуль (рис. 2) использовался для стыковки с модулем загрузки-выгрузки из шлюзовой камеры.

Загрузка и выгрузка пластин 13 диаметром от 100 до 200 мм происходит с помощью манипулятора 12 из шлюзовой камеры 1. Предельное давление достигается с помощью средств вакуумной откачки через откачные патрубки 7, 10 и 11. Через затвор 2 манипулятор транспортирует пластину на рабочий стол в рабочем модуле – реакторе 9. Охлаждаемый столик имеет канал подачи гелия 6 под пластину и через согласующее устройство подключен к генератору с частотой 13,56 МГц. Индуктор 4 через согласующее устройство подключен к генератору с частотой 13,56 МГц. Процессные газы подаются в реактор через газовый «душ» 3 и 5. Передача мощности от индуктора в реактор происходит через толстый кварцевый диск. Продукты реакции удаляются средствами вакуумной откачки через откачные патрубки 7 и 10. После завершения технологического процесса манипулятор перемещает обработанную пластину в шлюзовую камеру для ее выгрузки и загрузки новой необработанной пластины.

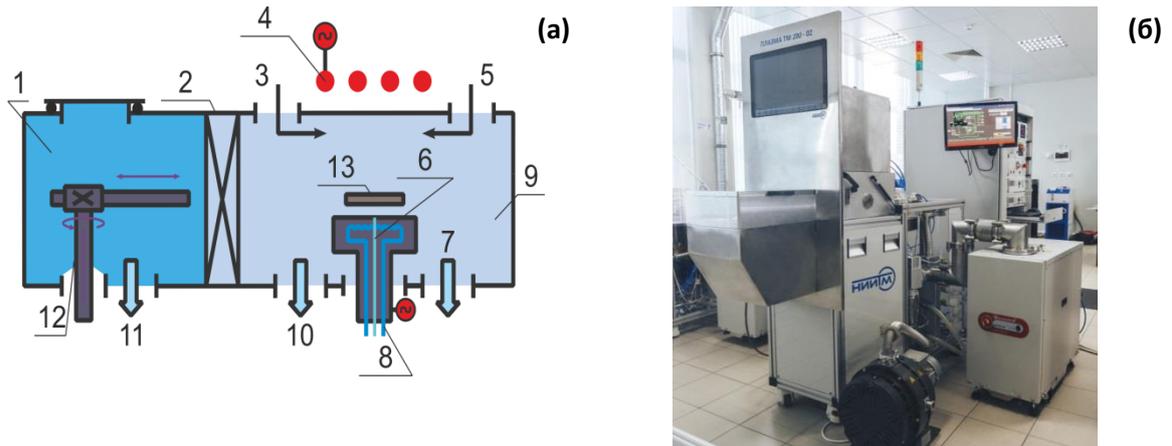


Рис. 3. Схема (а) и фотография общего вида (б) установки травления мелкой щелевой изоляции в кремнии.

На установке реализован процесс травления гладких щелей шириной 1 мкм на глубину 2 мкм в кремниевой пластине (рис. 4). Мощность верхнего генератора не превышала 1000 Вт, а нижнего – 160 Вт. Процесс проходил при давлении в реакторе от 2 до 5 Па. Продолжительность процесса не превысила 180 с.

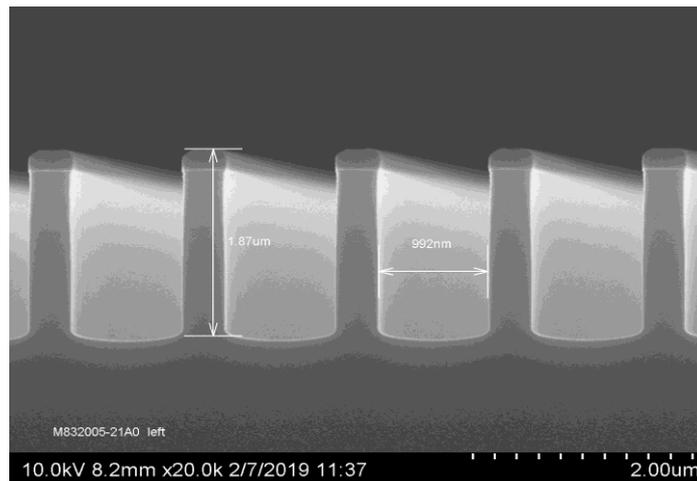


Рис. 4. РЭМ-изображение результатов формирования щелей в кремниевой пластине.

Для увеличения производительности такого вида оборудования использовалась компоновка по схеме рис. 1в. Применялся загрузочный модуль со шлюзовой камерой с расположенной в ней кассетой из 25 пластин. Манипулятор поштучно транспортирует необработанные пластины из кассеты в рабочий модуль (реактор) и возвращает обратно после обработки (рис. 5).

Загрузка и выгрузка пластин 3 диаметром от 100 до 200 мм происходит с помощью манипулятора 11 из шлюзовой камеры 1 с кассетой 13. Предельное давление достигается с помощью средств вакуумной откачки через откачные патрубки 8, 10 и 12. Через затвор 2 манипулятор транспортирует пластину на рабочий стол в реакторе. Охлаждаемый столик имеет канал подачи гелия 7 под пластину и через согласующее устройство подключен к ВЧ-генератору с частотой 13,56 МГц. Источник плазмы 4 применяется для генерации радикалов и ионов, получаемых при прохождении газа 5 через индуктор 6, подключенный через согласующее устройство к генератору с частотой 13,56 МГц. Продукты реакции удаляются средствами вакуумной откачки через откачные патрубки 8 и 10. После завершения технологического процесса манипулятор перемещает обработанную пластину в шлюзовую камеру для ее выгрузки и загрузки новой необработанной пластины.

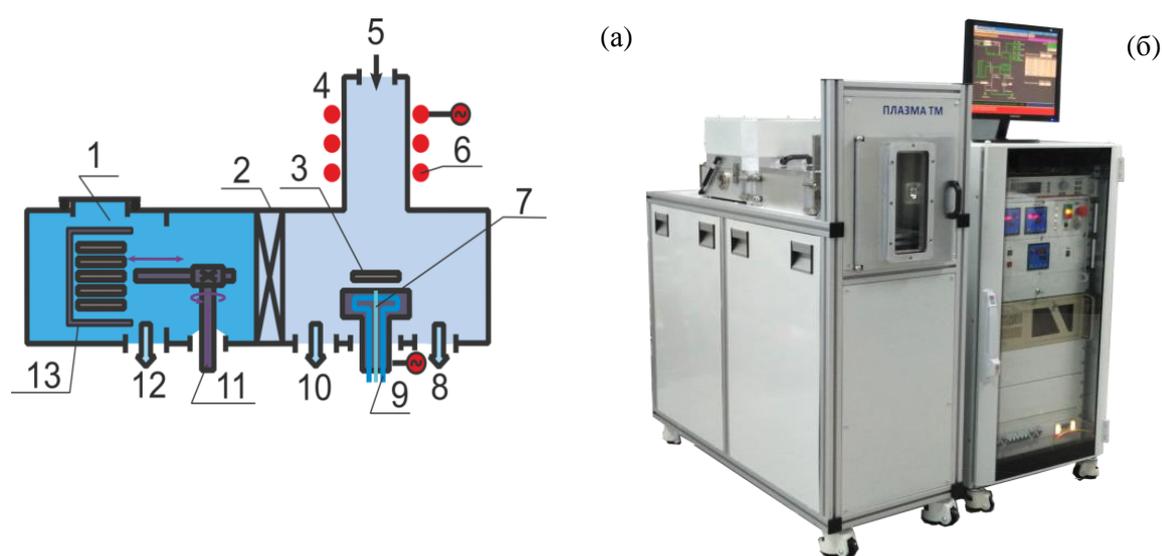


Рис. 5. Схема (а) и фотография общего вида (б) установки глубокого анизотропного травления кремния.

На установке реализован процесс анизотропного травления отверстий с разным аспектным отношением в кремниевой пластине через фоторезистивную маску толщиной 2,2 мкм (рис. 6) Мощность генератора источника плазмы не более 1200 Вт, а мощность генератора рабочего стола не более 90 Вт. Процесс проходил при давлении в реакторе от 2 до 5 Па. Время подачи травящего реагента SF_6 не превысило 3 с, а осаждающегося реагента C_4F_8 – 6 с. Получены значения неоднородности процесса травления в пределах 2 – 3 % глубоких отверстий и щелей с большим аспектным соотношением (более 15) и низкой шероховатостью стенок, при скорости травления кремния до 5 мкм/мин.

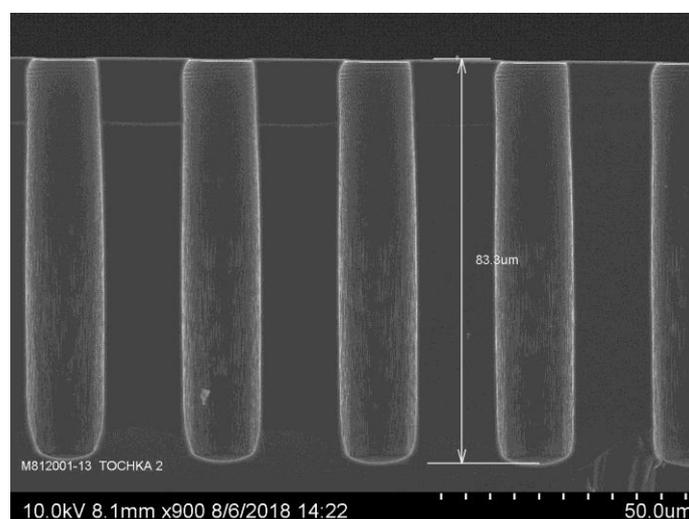


Рис. 6. РЭМ-изображение результатов травления отверстий в кремниевой пластине.

Оборудование данного типа и компоновки соответствует производству ИС с уровнем технологии ~ 180 нм. Установки удобно встраиваются в производство с «чистыми» комнатами (рис. 7).



Рис. 7. Фотография установок, размещенных в «чистой» комнате.

Развитие микронанотехнологий с увеличением степени интеграции с топологическими нормами 80 – 40 нм, а в дальнейшем до 20 – 10 нм на пластинах диаметром 200 – 300 мм предъявляет к вакуумно-плазменному оборудованию ещё более высокие требования. Во-первых, само оборудование должно размещаться в «чистом» помещении и перенос кассет между установками должен осуществляться в почти герметичных переносных контейнерах (СМИФ). Транспортирование пластин из кассеты-в-кассету должно происходить в вакууме или в «обезпыленной» зоне (боксе).

Перемещение пластин между шлюзовыми системами и рабочими модулями должно обеспечиваться одним или несколькими манипуляторами, которые располагаются в модуле транспортирования. Манипуляторы при своем движении не должны выделять частицы, которые могут попасть на поверхность пластин. В транспортном модуле поддерживается более низкое давление, чем в рабочих модулях и этим обеспечивается вакуумная «блокировка» рабочих модулей друг от друга. Этот вид оборудования называется «кластерным».

Управление кластерными установками обеспечивается двухуровневой микропроцессорной системой управления (МСУ). Верхний уровень обеспечивает работу шлюзовых систем, загрузку-выгрузку пластин между кассетами и перемещение пластин в модуле транспортирования и передачу их в рабочие модули. Каждый рабочий модуль управляется индивидуальной МСУ.

На рис. 1г и рис. 8 изображены схема и фото разработанной кластерной установки четырьмя рабочими модулями.



Рис. 8. Фотография общего вида кластерной транспортной системы.

Вывод

Таким образом, в зависимости от требований технологических процессов и уровня топологических норм, могут быть различные варианты загрузки-выгрузки пластин в рабочий модуль – реактор специального технологического оборудования для микроэлектронных технологий, а именно: поштучная ручная загрузка-выгрузка, поштучная загрузка-выгрузка из шлюзовой камеры манипулятором, поштучная загрузка-выгрузка манипулятором из кассеты-в-кассету в шлюзовой камере, а также оборудование кластерного типа. При этом используются различные модули, что является прогрессивным решением при создании другого технологического оборудования.

Достигнуты хорошие технологические результаты работы на установках травления мелкой щелевой изоляции в кремнии и глубокого анизотропного травления кремния. Микропроцессорная система управления установками обеспечивает контроль параметров процесса и поддерживает их стабильность согласно установленным значениям. Это обеспечивает хорошую воспроизводимость технологических процессов.

Созданы несколько рабочих модулей: глубокого анизотропного травления кремния, травления мелкой щелевой изоляции в кремнии, очистки пластин от органических загрязнений в СВЧ разряде и атомно-слоевого осаждения. Разрабатываются модули нанесения пленок в магнетронном разряде (PVD), быстрого термического отжига (RTA), осаждения пленок из газовой фазы (CVD) и атомно-слоевого травления (ALE). Модули взаимозаменяемы на портах модуля транспортирования установки.

Размещение оборудования данного типа в чистых производственных помещениях позволит повысить производительность и значительно снизить привносимую дефектность на пластины, что приведет к значительному повышению выхода годных ИС с более высокими требованиями к технологической топологии.

Литература

1. Одинокое В.В., Панфилов Ю.В. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности // Наноинженерия. 2011. №11. С. 7 – 18.
2. Патент РФ 2679863 от 13.02.2019. Манипулятор для перемещения полупроводниковых пластин.
3. Одинокое В.В., Долгополов В.М., Иракин П.А., Панин В.В. Технологическое оборудование для глубокого травления кремния, мелкощелевой изоляции, удаления фоторезиста и атомно-слоевого осаждения. Электроника и микроэлектроника СВЧ 2018. № 1 (1). С. 24-29.
4. Новые вакуумно-плазменные процессы и оборудование для микроэлектроники. Одинокое В.В. Вакуумная техника и технология. 2018. Т. 28. № 1. С. 2.1-2.8.

Получение пьезоэлектрических пленок AlN реактивным ВЧ-магнетронным распылением

А.Ф. Белянин, ***А.С. Багдасарян, С.А. Налимов

Москва, ЦНИТИ «Техномаш», РФ, 121108 ул. Ивана Франко 4, e-mail:belyanin@cniitm.ru

* Москва, НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи, РФ, 127051,
Сухаревская пл. 4, стр. 1

** Москва, Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,
РФ, 125009 Моховая ул. 11-7

Представлены условия получения текстурированных пленок AlN на подложках различных материалов методом реактивного ВЧ-магнетронного распыления. Электронной микроскопией, рентгеновской дифрактометрией, энергетической дисперсионной спектроскопией и спектроскопией комбинационного рассеяния света показано влияние условий получения на строение пленок. Представлены результаты использования пленок AlN в качестве пьезоэлектрического слоя устройств на поверхностных акустических волнах. Показана возможность контроля пьезоэлектрической эффективности пленок AlN по спектрам комбинационного рассеяния света.

AlN piezoelectric film production by reactive high-frequency magnetron sputtering. A.F. Belyanin, A.S. Bagdasarian, S.A. Nalimov. The conditions for obtaining textured AlN films on substrates of various materials by the method of reactive HF-magnetron sputtering are presented. Electron microscopy, X-ray diffractometry, energy dispersion spectroscopy and Raman spectroscopy have shown the effect of the preparation conditions on the film structures. The results of using AlN films as a piezoelectric layer of devices based on surface acoustic waves are presented. The possibility of controlling the piezoelectric efficiency of AlN films by Raman spectra is shown.

Введение

Актуальность проблемы создания наноструктурированных материалов связана с тем, что значительная часть синтезированных однородных материалов, не пригодна для практического применения, так как они часто характеризуются неприемлемыми параметрами функциональных свойств в конкретных устройствах. Под наноструктурированными понимают материалы, элементы структуры которых (размер частиц кристаллической фазы в смеси аморфной и кристаллической составляющих вещества, размер кристаллитов) составляют нанометровый диапазон. Понимание особенностей получения наноструктурированных материалов, способствует созданию веществ с заданными функциональными свойствами.

В промышленности все большее значение приобретают не массивные материалы, а пленки, позволяющие улучшать функциональные свойства материалов и эксплуатационные характеристики устройств на их основе за счет варьирования состава и строения слоистых структур. Для изготовления устройств электронной техники перспективны слоистые структуры на основе веществ, характеризующихся комплексом уникальных свойств. К таким веществам относится AlN, который обладает свойством автоэлектронной эмиссии, является пьезоэлектрическим и широкозонным полупроводниковым материалом и имеет высокие твердость, теплопроводность, скорость распространения звука. Пленки AlN перспективны для разработки устройств микро-, акусто- и эмиссионной электроники, в частности, находят применение при создании полупроводниковых приборов, автоэмиссионных катодов, устройств на объемных и поверхностных акустических волнах (ПАВ) [1–5].

AlN является сильным пьезоэлектриком, но пьезоэлектрические свойства проявляются только при высокой концентрации упорядоченной кристаллической фазы. Широкое применение устройств, включающих в качестве функциональных сред тонкие пленки AlN, сдерживается сложностью синтеза пленок заданного строения [2, 5–7]. Для решения проблемы получения веществ с упорядоченным атомным строением перспективны методы распыления, в частности, магнетронное распыление, при применении которого нет ограничений по

температуре синтеза и требований к материалу подложек [8, 9]. Недостатком выращивания пленок методом магнетронного распыления является получение многофазного материала, что требует тщательной отработки условий синтеза и контроля свойств получаемых веществ. Понимание особенностей кристаллизации и фазовых превращений при выращивании пленок методами распыления, способствует созданию слоистых структур с управляемыми значениями функциональных свойств и эксплуатационных характеристик.

Цель работы – исследование взаимосвязи условий синтеза пленок AlN со строением и пьезоэлектрическими свойствами.

Методика эксперимента

Получение пленок AlN. Пленки AlN выращивали методом реактивного ВЧ-магнетронного распыления Al при следующих условиях: состав газа – Ar + (40–60)% (по объему) N₂; давление газа в реакционной камере 0,6–0,9 Па; напряжение ВЧ-разряда (частота 13,56 МГц) 250–350 В; мощность ВЧ-разряда 0,5–2,5 кВт; расстояние между мишенью и подложкой 60–100 мм; температура подложки 400–1020 К; напряжение электрического смещения на подложкодержателе +45 – –60 В. На подложках различных материалов выращены пленки AlN толщиной от 10 нм до 10 мкм. В качестве подложек использовали аморфные (плавленый кварц С-5; стекло К-8; ситалл С-50) и кристаллические материалы (поликристаллический корунд (поликор 22ХС); монокристаллы различной ориентации – сапфир (Al₂O₃{0001} и Al₂O₃{01 $\bar{1}$ 2}); галлий-гадолиниевый гранат (Gd₃Ga₅O₁₂{111}); кремний (Si{111})).

Методы исследования пленок AlN. Строение и состав пленок AlN анализировали с использованием растрового и просвечивающего электронных микроскопов (РЭМ и ПЭМ) Carl Zeiss Supra 40-30-87 и JEM 200С; лазерного спектрометра комбинационного рассеяния света (КРС) LabRAM HR 800 (линия 632,8 нм He-Ne лазера; мощность лазера < 300 мВт; площадь исследуемой поверхности образца ~4–6 мкм², анализируемая глубина образца от поверхности ~3 мкм) и рентгеновского дифрактометра Rigaku D/MAX-2500/PC (CuK α -излучение, графитовый монохроматор). Анализ элементного состава пленок проводили с использованием энергетического дисперсионного спектрометра, входящего в состав РЭМ Carl Zeiss Leo 1430 VP. Образцы для ПЭМ готовили химическим растворением подложки.

Изготовление устройств на ПАВ. Эквидистантные встречно-штыревые преобразователи (ВШП) тестовых устройств на ПАВ формировали фотолитографией методом контактной печати (установка проекционного экспонирования AUR-Carl Zeiss) из пленок Al толщиной 0,2 мкм, осажденных методом ВЧ-магнетронного распыления на поверхности AlN слоистой структуры подложка/AlN. Для увеличения адгезии, перед осаждением Al, методом термического испарения наносили пленку V толщиной ~0,05 мкм.

Результаты и их обсуждение

Строение пленок AlN. Методом ПЭМ установлено, что пленки AlN состояли из кристаллической и рентгеноаморфной фаз. Полностью аморфные пленки AlN получали только при положительном электрическом смещении на подложкодержателе. Состав аморфной фазы пленки существенно отличался от стехиометрического. Рентгеновские дифрактограммы пленок AlN (пространственная группа *R $\bar{3}m$*) толщиной > 0,2 мкм показали, что кристаллиты AlN аксиально текстурированы по кристаллографическому направлению <0001>. До толщины ~20 нм пленки рентгеноаморфны и образованы кристаллитами размером < 1 нм (рис. 1,а). Пленки толщиной 20–30 нм образованы нанокристаллитами конической формы в виде пирамид, основания которых имеют псевдогексагональную форму (рис. 1,б, где светлые полосы – аморфная фаза). Сформированные пленки AlN имели столбчатое строение, под которым подразумевается однородное ориентирование кристаллитов, имеющих форму волокон, проявляющихся на сколах пленки (рис. 2,а). Столбчатое строение (аксиальная текстура) указывает на нетангенциальный механизм роста пленок AlN. Размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения) синтезированных пленок, рассчитанный по уширению дифракционных максимумов на рентгеновских дифрактограммах,

составлял 25–65 нм. Размер кристаллитов не зависел от степени кристалличности AlN (концентрации кристаллической фазы в смеси аморфной и кристаллической составляющих вещества). Интенсивность (I) дифракционных максимумов AlN на рентгеновских дифрактограммах пропорциональна степени кристалличности пленок. Степень кристалличности изменялась в зависимости от условий выращивания в пределах 0–95 об.%. Наклон оси текстуры относительно нормали к поверхности подложки изменялся в пределах 0–12°, в зависимости от направления потока пленкообразующих частиц, формируемого магнетронной распылительной системой.

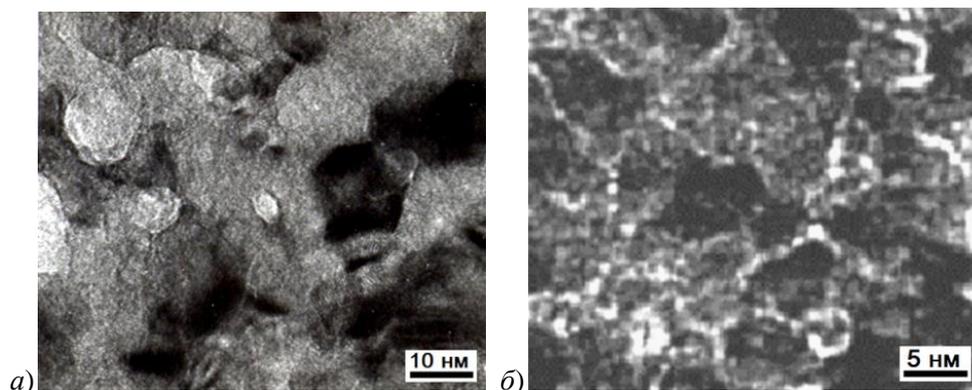


Рис. 1. ПЭМ-изображение выращенных на подложках из плавного кварца пленок AlN толщиной: а) 7 нм; б) 30 нм.

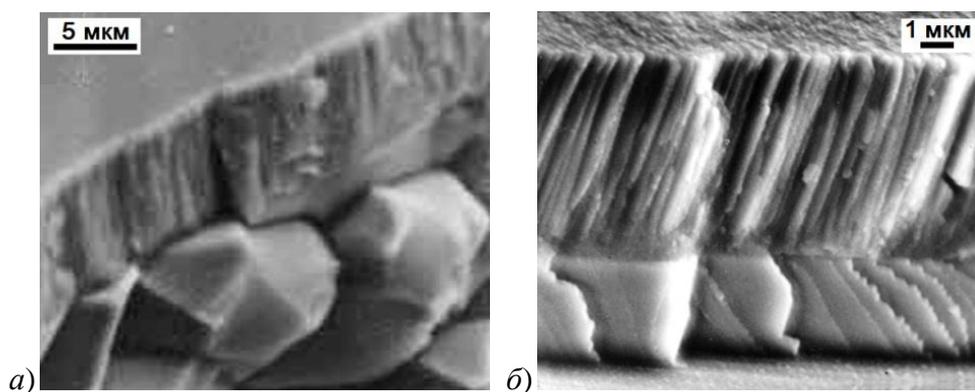


Рис. 2. РЭМ-изображение сколов пленок AlN, выращенных на подложках из: а) поликора; б) $Al_2O_3(01\bar{1}2)$.

Образование кристаллитов пленок AlN происходит вдоль направления потока атомов и ионов независимо от материала подложки. Кристаллическая фаза пленок AlN имела строение от разупорядоченного до аксиальной текстуры с разориентацией кристаллитов относительно оси текстуры $<0,5^\circ$. Высокая степень текстурированности характерна для пленок AlN, полученных при содержании азота в газовой смеси > 50 об.%. Разориентация кристаллитов в плоскости подложки составляла $< 2,5^\circ$, поэтому, в ряде случаев формировалась ограниченная текстура, которая проявлялась в пластинчатом строении скола. Строение скола пленки AlN, полученной на подложке из $Al_2O_3(01\bar{1}2)$, показывает перехода от пластинчатого строения в столбчатое при изменении условий синтеза (рис. 2,б). Схема строения пленок, содержащих разупорядоченную и аксиально текстурированную кристаллические фазы дана на рис. 3,а. При формировании пленок AlN на подложках различных материалов при температурах 600–900 К проявляется ограниченная текстура (рис. 3,б). Для указанных пленок разориентация кристаллитов относительно оси $<0001>$, перпендикулярной поверхности подложки, составляла $0,4\text{--}0,5^\circ$, а в плоскости параллельной подложке (относительно направления $[1\bar{1}00]$) – $0,8\text{--}2,0^\circ$.

Пленки, имеющие волокнистую или пластинчатую структуру проявляют пьезоэлектрические свойства.

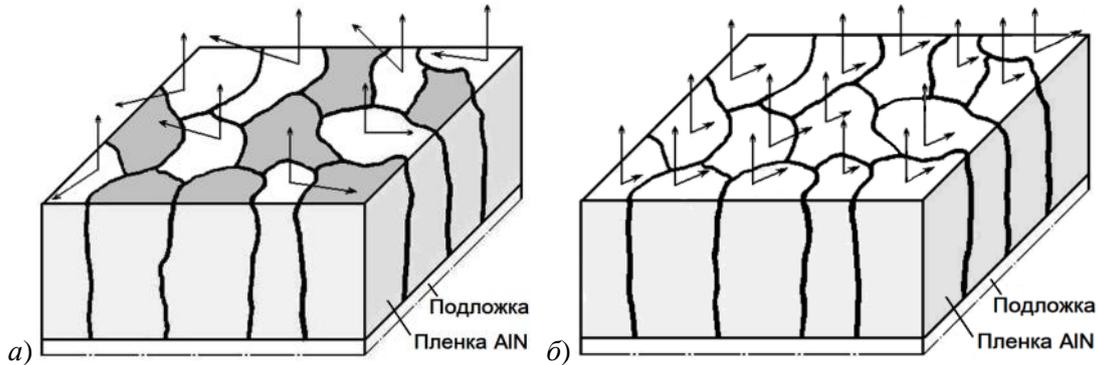


Рис. 3. Распределение ориентаций для кристаллитов относительно кристаллографических направлений $\langle 0001 \rangle$ (перпендикулярно поверхности пленки) и $[1 \bar{1} 00]$ (в плоскости пленки):
 а) аксиальная текстура (темные – поверхности кристаллитов, не имеющих преимущественного ориентирования); б) ограниченная текстура.

Формирование текстурированных по $\langle 0001 \rangle$ пленок во многих случаях не зависело от кристаллографического ориентирования монокристаллических подложек (рис. 4,а). При проявлении эпитаксии на рентгеновских дифрактограммах, в зависимости от температуры синтеза пленок AlN, изменялись интенсивности дифракционных максимумов 0002 и $11 \bar{2} 0$ (рис. 4,б). На оси ординат (рис. 4,б) представлены значения интенсивности дифракционных максимумов 0002 и $11 \bar{2} 0$ (I_{hkl}/I_0), приведенные к толщине пленок (h). Изменение направления ориентирования кристаллитов от $\langle 0001 \rangle$ до $\langle 10 \bar{1} 0 \rangle$ при различных условиях синтеза наблюдали при получении пленок AlN вакуумным испарением в работе [10].

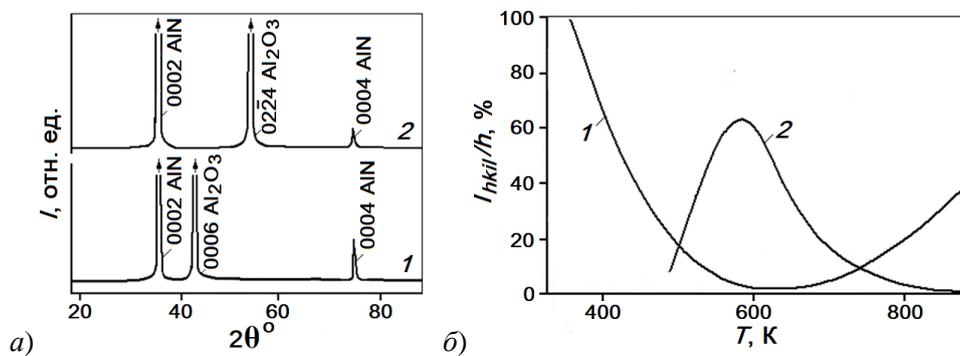


Рис. 4. а) Рентгеновские дифрактограммы пленок AlN толщиной $\sim 1,5$ мкм, выращенных при температуре 400 К на подложках из сапфира различной ориентации: 1 – $Al_2O_3(0001)$; 2 – $Al_2O_3(01 \bar{1} 2)$. б) Зависимости интенсивности дифракционных максимумов 0002 (1) и $11 \bar{2} 0$ (2) на рентгеновских дифрактограммах пленок AlN от температуры подложки из $Al_2O_3(01 \bar{1} 2)$.

Методы распыления основаны на создании неравновесных условий кристаллизации, при которых преобладает нетангенциальный рост (рост перпендикулярно к поверхности подложки). Образование текстурированных пленок на неориентирующих подложках в неравновесных условиях при использовании методов распыления характеризуется как формирование пленки в условиях потери морфологической устойчивости.

Для анализа состава и строения пленок AlN с высокой концентрацией рентгеноаморфной фазы применяли спектроскопию КРС. Рентгеноаморфное строение приводит к уширению и смещению полос на спектрах КРС, характерных для кристаллического строения, и появлению дополнительных полос. Положение, форма и интенсивность полос на спектрах КРС отличаются для пленок AlN, сформированных различными методами (методы

сублимации, вакуумного испарения и другие) [11–15]. Спектры КРС рентгеноаморфных пленок AlN толщиной 0,1–0,3 мкм характеризуются размытыми слабыми полосами при сдвиге КРС $\Delta\nu$ равном 636–639; 690–692; 776–796 и ~ 842 см⁻¹ (рис. 5,а,б), положение, ширина и интенсивность которых зависят от температуры подложки, определяющей концентрацию и размер кристаллитов. Полосы средней интенсивности вблизи $\Delta\nu \sim 436$ –461; ~ 487 –491 и ~ 602 –605 см⁻¹ относятся к подложке (рис. 5,а). В зависимости от температуры синтеза на спектрах КРС пленок AlN наблюдаются размытые слабые полосы при $\Delta\nu$ 815, 655, 764, 827, 866 см⁻¹ (820 К); 619, 655, 694, 746, 789, 824, 869 и 885 см⁻¹ (920 К); 619, 664, 823 и 885 см⁻¹ (1020 К), причём кристаллическая и рентгеноаморфная фазы дают на спектрах КРС различные полосы: 610, 659, 895, 910 см⁻¹ и 514, 650, 746, 765, 790 см⁻¹, соответственно.

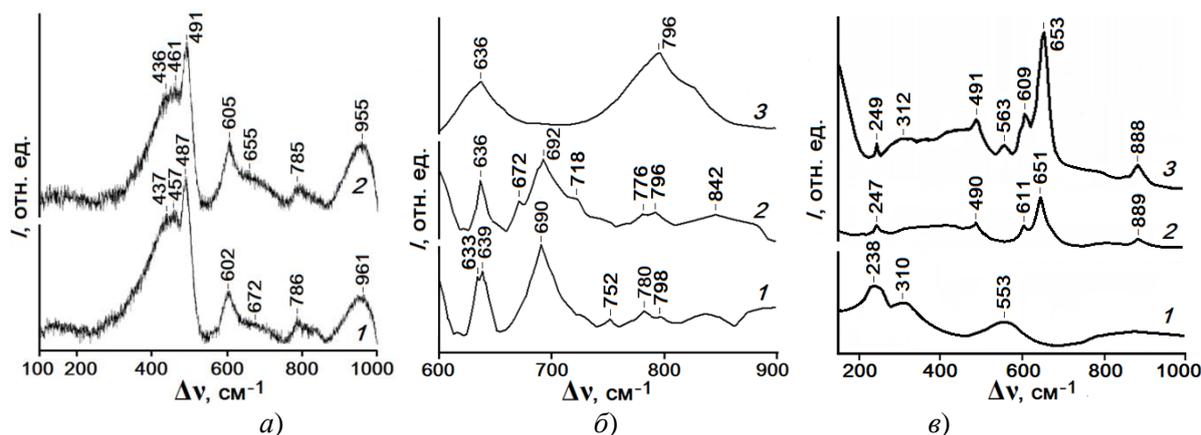


Рис. 5. Спектры КРС пленок AlN, выращенных при различных условиях на подложках из:
 а) стекла (концентрация N₂ в газовой смеси: 60 % (1); 50 % (2); толщина пленок $\sim 0,15$ мкм);
 б) Si (температура подложек: 570 К (1); 620 К (2); 720 К (3); толщина пленок $\sim 0,2$ мкм);
 в) плавленого кварца (толщина пленок: $\sim 0,5$ мкм (1); 1,5 мкм (2); 3,2 мкм (3); температура подложек 570 К).

На спектрах КРС пленок AlN толщиной $\sim 0,5$ мкм наблюдали размытые полосы в области $\Delta\nu$ 238, 310 и 553 см⁻¹ (рис. 5,в, кривая 1). У пленок AlN толщиной > 1 мкм, обладающих большой концентрацией поликристаллической текстурированной по $\langle 0001 \rangle$ фазы, на спектрах КРС наблюдаются полосы при $\Delta\nu$ 247–249 см⁻¹ (E_2 – колебательная мода пр. гр. $P6_3mc$) (уширение полос $\Delta\nu_{1/2} \approx 20$ –25 см⁻¹), 563 см⁻¹ ($\Delta\nu_{1/2} \approx 50$ см⁻¹), 609–611 см⁻¹ (A_1) ($\Delta\nu_{1/2} \approx 50$ см⁻¹) и 651–653 см⁻¹ (E_2) ($\Delta\nu_{1/2} \approx 35$ –50 см⁻¹) (рис. 5,в, кривые 2,3). Положение полос на спектрах КРС зависило от строения пленок, обусловленного методами (условиями) их синтеза и значительно отличалось от теоретических [14]. Пленкам AlN, полученным методом сублимации, на спектрах КРС соответствовали полосы при $\Delta\nu$ 549, 653, 790, 891 и 930 см⁻¹ [12]. При осаждении методом вакуумного испарения пленок AlN при температуре 1020 К на подложках из Si{111} спектроскопия КРС показала полосы при $\Delta\nu$ 610, 655, 667, 825, 893 и 910 см⁻¹ [15]. Полосы на спектрах КРС меняют форму и положение в зависимости от состава и строения пленки, отражающих изменения в электронных зонах. Анализ состава, проведенный с использованием энергетической дисперсионной спектроскопии, показал следующее содержание химических элементов на поверхности слоистой структуры Si/AlN (толщина пленок AlN $\sim 0,2$ мкм) (табл. 1). Наличие Si указывает на островковое строение пленок.

Таблица 1. Состав поверхности слоистой структуры Si/AlN, сформированной при различных температурах синтеза пленок AlN.

Температура подложки, К	Состав поверхности, весовые %			
	N	Al	Si	O
520	34,6	46,2	12,7	6,5
570	33,5	51,6	6,1	8,8
620	32,9	46,5	11,7	8,9
720	27,9	35,6	24,4	12,2

Пьезоэлектрические характеристики пленок AlN. AlN проявляет пьезоэлектрические свойства только в случае высокой концентрации кристаллической фазы и ее упорядоченного строения. Упорядоченное строение характерно для монокристаллических и текстурированных материалов [16]. При изготовлении устройств акустоэлектроники с использованием пленок AlN актуален вопрос контролирования их пьезоэлектрической эффективности [2, 5, 17]. С использованием звукопроводов (подложек) из различных материалов и пьезоэлектрических пленок AlN были изготовлены линии задержки на ПАВ. При приложении электрического потенциала к ВШП, возникающая акустическая волна движется по подложке (может быть монокристалл, аморфный или поликристаллический материал) и пленке AlN, представляющей сочетание аморфной и кристаллической (разного строения) фаз. Было исследовано влияние материала подложек и строения пленок AlN на рабочую частоту (f) и вносимые потери (γ , несогласованный режим) линий задержки (табл. 2 и 3). В таблицах приведены величины, характеризующие строение пленки AlN (J – степень кристалличности, L – размер кристаллитов, σ – разориентация кристаллитов).

Таблица 2. Влияние строения пленок AlN, выращенных на подложках из аморфных материалов, на параметры линий задержки на ПАВ.

Материал подложки	Параметры пленки AlN			Параметры линии задержки	
	J , %	L , нм	σ , град	f , МГц	γ , дБ
Стекло	59	63	2,2	40,5	35
Ситалл	51	44	2,4	54,4	36
Ситалл	28	45	2,3	54,0	38

Таблица 3. Влияние строения пленок AlN, выращенных на подложках из кристаллических материалов, на параметры линий задержки на ПАВ.

Материал подложки	Параметры пленки AlN			Параметры линии задержки	
	J , %	L , нм	σ , град	f , МГц	γ , дБ
Поликор	34	38	2,6	72,3	45
Gd ₃ Ga ₅ O ₁₂ {111}	35	51	3,4	41,6	40
Al ₂ O ₃ {0001}	95	58	0,9	71,0	33
Al ₂ O ₃ (01 $\bar{1}$ 2)	90	60	1,2	74,9	33

Измерения образцов, полученных при различных условиях, показали, что имеет место влияние на измеряемые параметры устройств на ПАВ концентрации кристаллической фазы в пленках AlN. Хорошие (сравнимые с монокристаллическими материалами) пьезоэлектрические свойства для изготовления устройств на ПАВ проявлялись у текстурированных пленок AlN, имеющих степень кристалличности $> 30\%$ и разориентацию кристаллитов $< 3^\circ$.

Было проведено сравнение результатов измерений линии задержки, сформированной на слоистой структуре Al₂O₃(01 $\bar{1}$ 2)[$\bar{2}$ 110]/AlN{0001} ([$\bar{2}$ 110] – направление распространения

ПАВ, пленка AlN получена реактивным ВЧ-магнетронным распылением) с результатами аналогичных исследований устройств на структуре $Al_2O_3(01\bar{1}2)[\bar{2}110]/AlN(11\bar{2}0)$, полученной методом эпитаксии. В отличие от эпитаксиального роста пленки магнетронным распылением синтезировали при температуре 400–750 К [3, 17]. Сравнение показало, что параметры линий задержки на ПАВ с пленками AlN, выращенными реактивным ВЧ-магнетронным распылением, лучше. Вносимые потери линии задержки на эпитаксиальной структуре с периодом ВШП равным 36 мкм превышают величину 55 дБ (несогласованный режим), что на ~20 дБ больше, чем линия задержки с пленкой AlN в 3 раза меньшей толщины, выращенной реактивным ВЧ-магнетронным распылением. Измеренное значение коэффициента электромеханической связи k^2 обеих структур (k – волновое число) примерно одинаково ~0,12% при одинаковых толщинах пленок AlN, что свидетельствует о высоком структурном совершенстве полученных магнетронным распылением пленок AlN.

При относительной толщине kh ($k = 2\pi/\lambda$, где $\pi = 3,14$, λ – длина ПАВ) пленки AlN порядка 1,0 и более измеренная экспериментально скорость ПАВ релеевского типа незначительно (< 3%) отличается от расчетной, что свидетельствует о близости значений упругих постоянных пленок AlN, выращенных эпитаксиально и методом реактивного ВЧ-магнетронного распыления. Расхождение экспериментальной и теоретической зависимостей при толщинах до ~50 нм выращенных магнетронным распылением пленок AlN объясняется малой степенью кристалличности пленки в начале роста. Для сравнительной оценки влияния изменений толщины пленки AlN и значений упругих постоянных выполнен расчет зависимости скорости ПАВ от толщины пьезоэлектрической пленки kh при изменении значений упругих постоянных пленки AlN для ориентационного соотношения $Al_2O_3\{0001\}[10\bar{1}0]/AlN\{0001\}$. Рассчитанная зависимость влияния изменения упругих постоянных C_{22} и C_{33} ($\pm 7\%$) пленки AlN значительно сильнее влияет на скорость ПАВ, чем толщина пленки AlN.

Спектроскопия КРС позволила проводить экспресс анализ (съемка занимает несколько минут) в процессе выращивания пленки и корректировать технологический процесс в зависимости от материала подложки и конструкции устройства на ПАВ. Под конструкцией устройств понимается взаимное расположение звукопровода (подложки), пьезоэлектрической пленки AlN и ВШП (подложка/AlN/ВШП или подложка/ВШП/AlN). В случае использования конструкции подложка/ВШП/AlN пьезоэлектрическую пленку AlN приходится наращивать на поверхности материалов различного состава и строения (в нашем случае это Al и материал подложки), от которых и зависит концентрация и текстурированность кристаллической фазы, разориентация кристаллитов, а, следовательно, пьезоэлектрическая эффективность пленки. Съемка спектров КРС показала возможность контролировать пьезоэлектрическую эффективность пленок AlN по интенсивности и уширению полосы при $\Delta\nu$ 653 cm^{-1} , интенсивность которой прямо пропорциональна степени кристалличности и упорядочения кристаллической фазы.

Заключение

Методом реактивного ВЧ-магнетронного распыления выращены пленки AlN толщиной от 10 нм до 10 мкм. Установлено, что пленки AlN состоят из рентгеноаморфной и аксиально текстурированной по <0001> кристаллической фаз. Основным фактор, определяющий достижение и воспроизводимость необходимых физико-химических свойств пленок AlN, в частности, пьезоэлектрических – это строение пленки. С использованием электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии, энергетической дисперсионной спектроскопии и спектроскопии КРС изучено влияние условий синтеза на состав и строение текстурированных пленок AlN.

Показаны спектры КРС пленок AlN с различным содержанием и строением кристаллической фазы. Степень кристалличности пленок AlN изменялась в зависимости от условий выращивания в пределах 0–95 об.%. Показано влияние условий синтеза на степень кристалличности и ориентирование кристаллитов относительно подложки. Рассмотрена возможность проявления эпитаксиального роста. Пьезоэлектрическую эффективность пленок определяли на макетах линий задержки на ПАВ. Представлены результаты исследования влияние строения пленок AlN слоистого звукопровода на параметры линий задержки на ПАВ.

Показана возможность контролировать пьезоэлектрическую эффективность пленок AlN по спектрам КРС.

Представленные исследования выполнены при поддержке РФФИ (гранты 18-07-00282 А и 18-29-02076 МК).

Литература

1. Belyanin A.F., Nalimov S.A., Luchnikov A.P., Bagdasaryan A.S. Properties of planar structures based on polycluster films of diamond and AlN // В сборнике: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 6. Сер. "6th International Conference: Modern Technologies for Non-Destructive Testing" 2018. С. 012041. Doi:10.1088/1757-899X/289/1/012041.
2. Iqbal A., Mohd-Yasin F. Reactive Sputtering of Aluminum Nitride (002) Thin Films for Piezoelectric Applications: A Review // Sensors. 2018. 18 (6): 1797. doi:10.3390/s18061797
3. Spitsyn B.V., Blaut-Blachev A.N., Bouilov L.L., Zhirnov V.V., Bormatova L.V., Givargizov E.I., Belyanin A.F., Pashchenko P.V. Field emitters based on Si tips with AlN coating // Diamond and Related Materials. 1998. № 7. № 2–5. P. 692–694.
4. Белянин А.Ф., Борисов В.В., Багдасарян А.С. Наноструктурированные углеродные материалы в эмиссионной электронике // Российский технологический журнал. 2017. Т. 5. № 3(17). С. 22–40.
5. Yasar E., Hrkac V., Zamponi C., Piorra A., Kienle L., Quandt E. Low temperature aluminum nitride thin films for sensory applications // AIP Advances. 2016. 6(7). 075115; doi: 10.1063/1.4959895
6. Wang C.C., Chiu M.C., Shiao M.H., Shieua F.S. Characterization of AlN thin films prepared by unbalanced magnetron sputtering // Journal of The Electrochemical Society. 2004. V. 151 № 10. P. 252–256.
7. Kumari N., Singh A.K., Barhai P.K. Study of Properties of AlN Thin films deposited by reactive magnetron sputtering // International journal of thin films science and technology. 2014. V. 3. № 2. P. 43–49. Doi.org//10.12785/ijtfst/030203
8. Самойлович М.И., Белянин А.Ф. Наноструктурированные пленки AlN: получение, строение и применение в электронной технике // Инженерная физика. 2006. № 5. С. 51–56.
9. Бабад-Захряпин А.А., Кузнецов Г.Д. Текстурированные высокотемпературные покрытия. М.: Атомиздат. 1980. 176 с.
10. Wang J., Chen D., Xu Y., Liu Q., Zhang L. Influence of the crystal texture on Raman spectroscopy of the AlN films prepared by puls laser deposition // Journal of spectroscopy. 2013. V. 2013. Article ID 103602. <http://dx.org/10.1155/2013/103602>
11. Oliveira C., Otani C., Maciel H.S., Massi M., Noda L.K., Temperini M.L.A. Raman active E₂ modes in aluminum nitride films // Journal of materials science: materials in electronics. 2001. V. 12. P. 259–262.
12. Liu L., Liu B., Edgara J.H., Rajasingam S., Kuball M. Raman characterization and stress analysis of AlN grown on SiC by sublimation // Journal of applied physics. 2002. V. 92. № 9. P. 5183–5188.
13. Jagannadham K., Sharma A. K., Wei Q., Kalyanraman R., Narayan J. Structural characteristics of AlN films deposited by pulsed laser deposition and reactive magnetron sputtering: A comparative study // Journal of vacuum science & technology A. 1998. V. 16. № 5. P. 2804–2815.
14. Fillipidis L., Siegle H., Hoffmann A., Thomsen C., Karch K., Bechstegt F. Raman frequencies and angular dispersion of polar modes in aluminum nitride and gallium nitride // Physica status solidi (b). 1996. V. 190. P. 621–627.
15. Vispute R.D., Narayan J., Wu H., Jagannadham K. Epitaxial growth of AlN thin films on silicon (111) substrates by pulsed laser deposition // Journal of applied physics. 1995. V. 77, № 9. P. 4724–4728.
16. Xu J., Thakur J.S., Hu G., Wang Q., Danylyuk Y., Ying H., Auner G.W. Angular dependence of surface acoustic wave characteristics in AlN thin films on a-plane sapphire substrates // Applied physics A. 2006. V. 83. P. 411–415.
17. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С. Слоистая структура на основе пленок поликластерного алмаза и AlN для устройств на поверхностных акустических волнах // Успехи современной радиоэлектроники. 2017. № 3. С. 30–38.

Контроллер для получения и управления газовой смесью в технологическом вакуумном оборудовании

С. В. Сажнев, В.И. Князев, *Ю.Б. Цветков

Москва, Зеленоград, ООО «ЭЛТОЧПРИБОР» Панфиловский проспект, д.10,
sazhnev@eltochpribor.ru; gas@eltochpribor.ru

*Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., д.5,
tsvetkov@bmstu.ru

Рассмотрен вопрос получения многокомпонентной газовой смеси из нескольких однокомпонентных стандартных источников газов. Решалась задача высокоточного поддержания процентного соотношения составных частей смеси при сохранении заданного давления в рабочей камере вакуумного оборудования. Показана методика экспериментального подбора коэффициентов ПИД-регулирования при работе контроллера газовой смеси.

Controller for gas mixture production and control in technological vacuum equipment. S.V.Sazhnev, V.I.Khyazev, Y.B.Tsvetkov. The article considers the issue of obtaining a multi-component gas mixture from several one-component standard gas sources. The problem of high-precision maintenance of the percentage ratio of the components of the mixture while maintaining the specified pressure in the working chamber of the vacuum equipment is solved. The method of experimental selection of PID-control coefficients during operation of the gas mixture controller is shown.

Потребность в развитии методов и оборудования для создания газовых смесей с точным содержанием газовых компонентов с ростом, усовершенствованием и многообразием промышленных технологий со временем только возрастает. Это обусловлено широким применением газовых смесей в промышленности, науке и медицине. Однако в каждом из методов получения газовых смесей имеются свои достоинства и недостатки. Обзор существующих методов смешения газов содержится в работе [1].

Для поддержания процентного соотношения составных частей смеси при сохранении заданного давления в рабочей камере вакуумного оборудования нами использовался метод динамического перемешивания газов [2, 3]. Основным достоинством этого метода является простота применения, высокая точность при широком диапазоне концентраций и оперативность приготовления газовых смесей.

Целью настоящей работы является получение и управление многокомпонентной газовой смесью на базе автоматического контроллера КГС-3 «Элточприбор». Моделировалась задача подачи газовой смеси с фиксированным соотношением концентраций газов в вакуумную камеру установки плазменного напыления магнетронного типа систем газотермического напыления в электронной промышленности.

Внешний вид контроллера с газовой системой представлен на рис. 1.



Рис. 1. Контроллер газовой системы КГС-3 и газовая система.

Газовая схема, с которой работал контроллер КГС-3, эквивалентна газовой схеме рис.2.

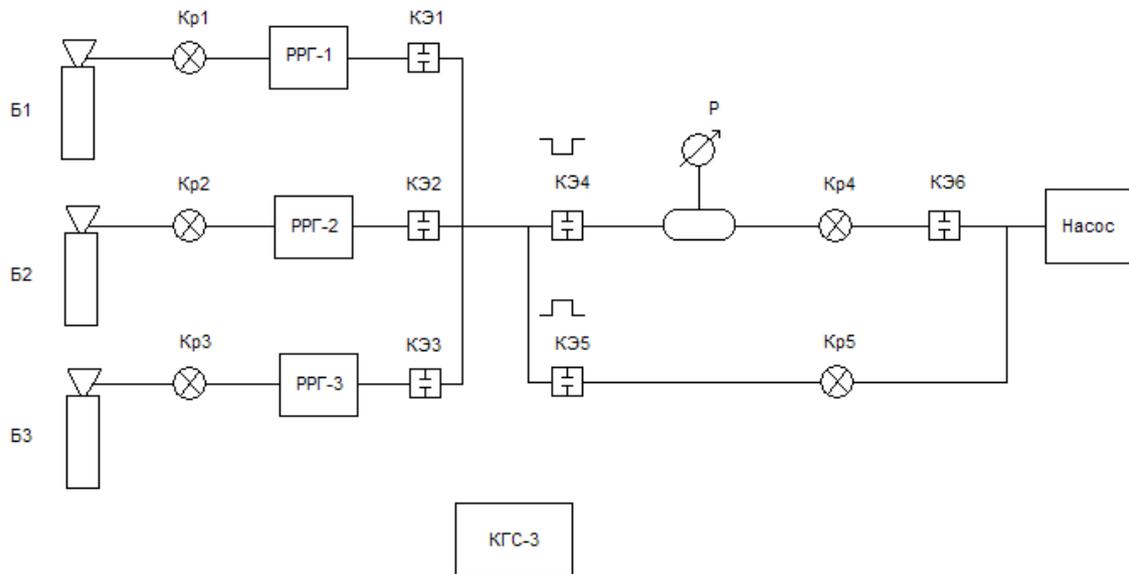


Рис.2. Газовая схема.

В газовую систему входят: две газовых панели, баллон объемом 1л, имитирующий вакуумную камеру установки плазменного напыления магнетронного типа, датчик давления Р типа АИР-10Н-ДИВ, форвакуумный насос типа НВР-4.5Д (рис.2).

В первой газовой панели установлены три цифровых регулятора расхода газа (РРГ) «Элточприбор» с диапазонами расходов $D1 = 18$ л/ч, $D2 = 9$ л/ч, $D3 = 3.6$ л/ч и три электромагнитных клапана SMC XSA1-12V. Во второй газовой панели установлены три электромагнитных клапана SMC XSA1-12V и вакуумный натекатель Кр5. К этой панели подсоединен форвакуумный насос, баллон совместно с датчиком давления Р и вакуумным натекателем Кр4.

Газовая система представляет собой газовый смеситель трех компонентов газа, работающий по методу динамического перемешивания газов с помощью цифровых регуляторов расхода газа, и включает в себя основной канал с вакуумной камерой, в качестве которой служит баллон и байпасный канал. Вакуумные натекатели Кр4 и Кр5, включенные в основной и байпасный каналы, настроены таким образом, чтобы и при откачке форвакуумным насосом каналы имели равные пневмосопротивления.

Использование байпасного канала, у которого пневмосопротивление равно по величине пневмосопротивлению основного канала, позволяет подавать предварительно сформированную газовую смесь в вакуумную камеру без нежелательных скачков давления в камере с помощью соответствующей коммутации электромагнитных клапанов.

Эти скачки обусловлены процессами при установлении задания расхода газа в РРГ в начальный момент времени, когда происходят колебания расхода газа. Влияние этих колебаний можно устранить, пропуская газовую смесь через байпасный канал.

При испытаниях контроллер работал в режиме автоматического поддержания давления воздуха в баллоне величиной 20 кПа, имитируя газовую смесь путем регулирования расхода воздуха тремя РРГ с использованием сигнала обратной связи от датчика давления. Воздушная смесь имитирует постоянный состав газовой смеси с $C1 = 58.8\%$, $C2 = 29.41\%$, $C3 = 11.79\%$, $Q_m = 22$ и 30 л/ч, где $C1,2,3$ – соответствующие объемные концентрации компонентов газовой

смеси, Q_m – максимальный расход газовой смеси. Контроллер управляет РРГ так, что при регулировании потока газовой смеси концентрации $C_{1,2,3}$ сохраняются постоянными.

Контроллер позволяет незначительно изменять величины концентраций компонентов смеси относительно выше приведенного базового состава C_1, C_2, C_3 для соответствующих им D_1, D_2, D_3 для $Q_m = 22$ л/ч при условии фиксации величины одной из концентраций согласно таблице 1.

Таблица 1.

$C_1(\%)$	$C_2(\%)$	$C_3(\%)$	$dC(\%)$
58.80	29.41	11.79	0 база
58.80	27.41	13.79	± 2 $C_1 = \text{const}$
58.80	31.41	9.79	± 2 $C_1 = \text{const}$
62.80	29.41	7.79	± 4 $C_2 = \text{const}$
54.80	29.41	15.79	± 4 $C_2 = \text{const}$
68.80	19.41	11.79	± 10 $C_3 = \text{const}$
48.80	39.41	11.79	± 10 $C_3 = \text{const}$

Давлению воздуха величиной 20 кПа соответствует сигнал с датчика давления величиной $U_d = 2.26$ В на нагрузочном резисторе с сопротивлением 498 Ом, а атмосферному давлению соответствует $U_d = 3.30$ В.

Для поддержания давления в баллоне величиной 20 кПа в контроллере используется метод ПИД-регулирования с напряжением задания для датчика давления $U_{зад} = 2.26$ В. Коэффициенты ПИД-регулятора K_p, K_i, K_d подбираются экспериментально, где K_p – пропорциональный, K_i – интегральный, K_d – дифференциальный коэффициенты. Для данной газовой системы оптимальными являются значения $K_p = 12.5; K_i = 5; K_d = 0$.

Переходные процессы от вакуума до давления 20 кПа в баллоне для различных коэффициентов K_p, K_i при включении ПИД-регулятора в контроллере представлены на рис.3 и рис.4 соответственно.

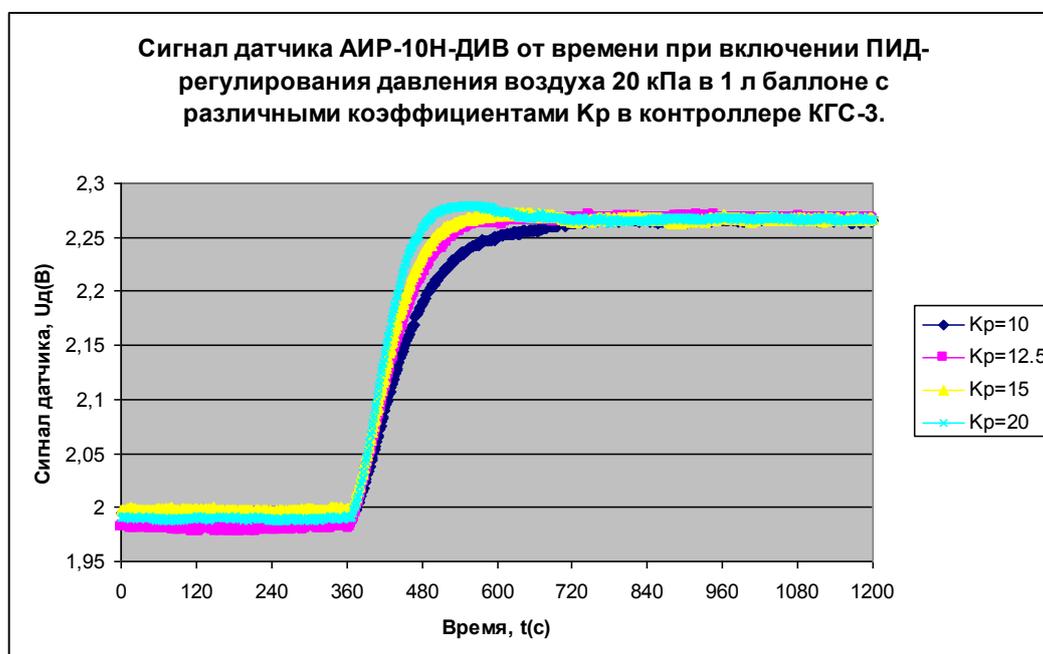


Рис.3. Включение ПИД-регулятора при различных K_p .

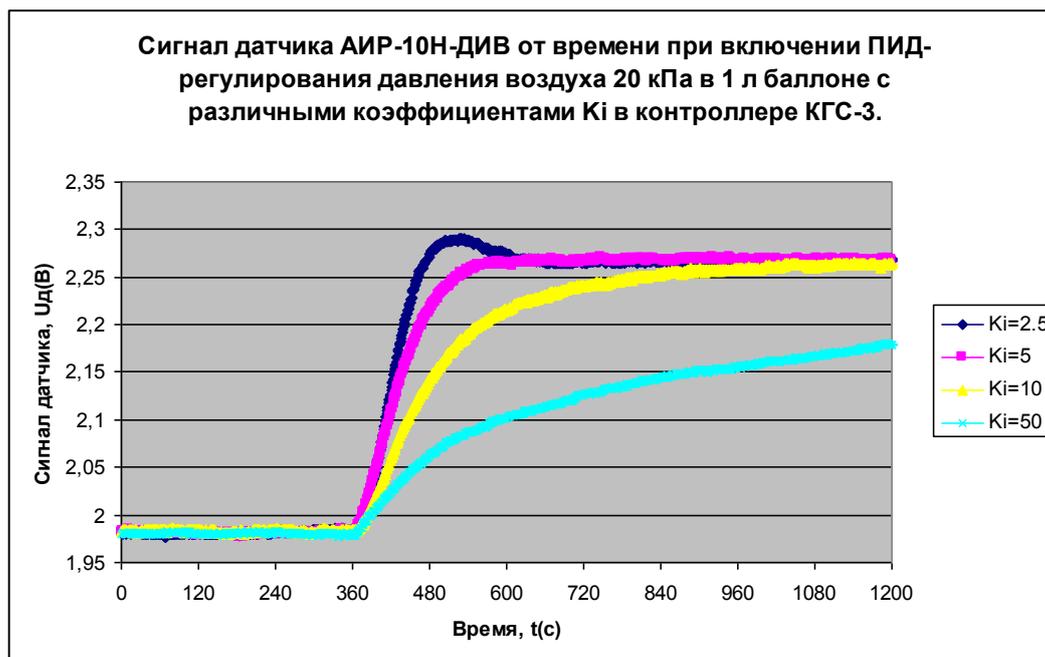


Рис.4. Включение ПИД-регулятора при различных K_i .

При выборе ПИД-коэффициентов следует отметить, что K_i не должен принимать нулевое значение. В этом случае ПИД-регулятор не работает.

Для K_d лучше выбрать нулевое значение, т.к. при флуктуации сигнала датчика давления начинает резко изменяться задание расхода газовой смеси, что приводит к нежелательным колебаниям давления в регулируемой газовой системе.

На рис.5 представлена регистрация сигнала датчика давления от времени на панели контроллера. Первый импульс представляет переходы от вакуума в баллоне к регулируемому давлению 20 кПа и обратно при включении и выключении ПИД-регулятора в контроллере. Второму импульсу соответствует напуск атмосферы в баллон и откачка воздуха до вакуума без включения ПИД-регулятора.

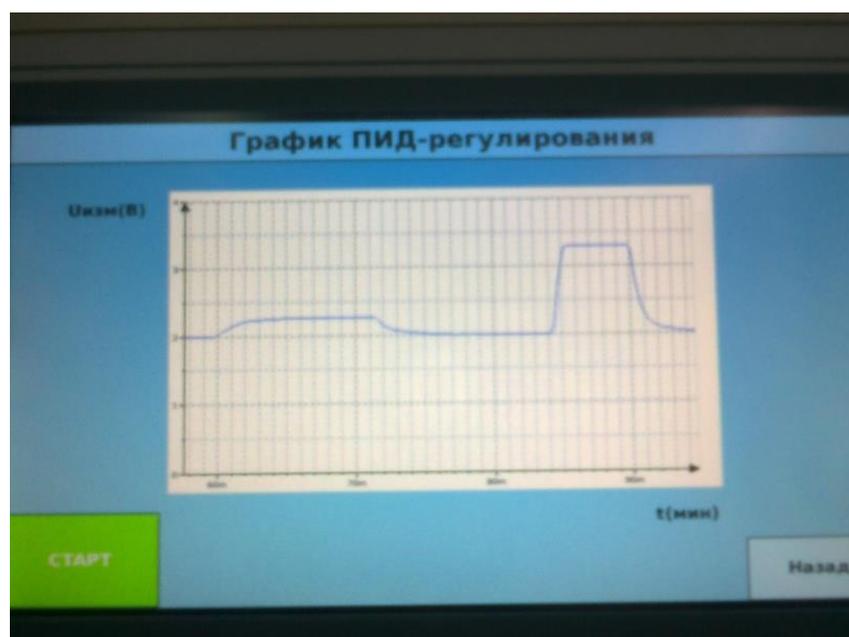


Рис.5. Сигнал датчика давления АИР-10Н-ДИВ от времени. В одном делении по оси времени 1 мин при длине всей шкалы 32 мин.

Контроллер может управляться от внешнего ПК. При этом передается управление заданием расхода газовой смеси S заданного состава C_1, C_2, C_3 , режимами работы электромагнитных клапанов КЭ1...КЭ6. Управление происходит по протоколу MODBUS RTU при скорости обмена 19200 бит/с, 8N1.

Выводы

1. В процессе испытаний продемонстрирована устойчивая работа контроллера КГС-3. Контроллер управлял газовой системой в течение нескольких суток непрерывно, не менее 8 часов в сутки во всех предусмотренных режимах работы контроллера: «Ручной», «Авто», «Авто +», управление от ПК.

2. Для каждой газовой системы следует подбирать коэффициенты ПИД-регулирования экспериментальным путем. Достаточно подобрать K_p и K_i , а K_d сделать нулевым. Коэффициент K_i не может быть нулевым.

3. Для каждой газовой системы экспериментально подбирается длина временной шкалы графика ПИД-регулирования и масштаб оси напряжения датчика давления в пределах от 0 до 10 В.

4. При заданных значениях базового рецепта газовой смеси и диапазонов регулирования РРГ возможна незначительная коррекция состава газовой смеси. Подбор газовой смеси следует осуществлять заранее и можно выполнить в режиме работы контроллера «Ручной». После этого следует использовать РРГ с надлежащими диапазонами регулирования расходов газов D_1, D_2, D_3 . Проверка правильного выбора D_1, D_2, D_3 по заданным параметрам C_1, C_2, C_3, Q_m осуществляется внутренней компьютерной программой контроллера КГС-3.

6. Контроллер КГС-3 может управлять газовой системой как автономно, так и в режиме внешнего управления от ПК или микроконтроллера, входя в состав общей технологической системы.

Литература

1. В.Л. Бондаренко, Н.П. Лосяков, Ю.М. Симоненко, О.В. Дьяченко, Т.В. Дьяченко. «Методы приготовления смесей на основе инертных газов». Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2012, с. 41-53.
2. Еремина Б.Г. «Газовый анализ», ГНТИХЛ, Л., 1955, с. 88.
3. Платонов И.А., Колесниченко И.Н., Новикова Е.А., Муханова И.М. «Получение газовых смесей известного состава динамическими методами» Сорбционные и хроматографические процессы, ВГУ, 2017, т. 17, №3, с. 378-387.

Инструментальные средства программирования систем управления вакуумным технологическим оборудованием

В.Т. Рябов

Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5

v_ryabov@mail.ru

Предложен шаблон информационно-управляющей сети для вакуумного технологического оборудования и описаны инструментальные средства для программирования центрального, узлового и локальных контроллеров, работающих и взаимодействующих в рамках предложенного шаблона. Рациональное распределение функций между контроллерами сети позволяет избежать перегрузки отдельных контроллеров

Tools of programming of control systems of vacuum processing equipment. V.T. Ryabov.
The template of management information network for vacuum technology equipment is offered and work benches are described for programming of central, nodal and the local controllers working and interacting within the offered template. Rational distribution of functions between controllers of network allows to avoid an overload of separate controllers.

Вакуумное технологическое оборудование должно управляться достаточно развитой информационно-управляющей сетью. Отдельные подсистемы и элементы оборудования, как правило, имеют собственные контроллеры со встроенными системами энергообеспечения и автоматического управления. Например, турбомолекулярные насосы фирмы Эдвардс комплектуются контроллерами, питающими и управляющими самим насосом и его ближайшим окружением. Для получения в вакуумной камере технологической среды с заданным парциальным составом часто используют специальный клапан-бабочку, регулирующий скорость откачки высоковакуумного насоса. Такие клапаны оборудованы собственным контроллером, способным поддерживать заданное давление в вакуумной камере, автоматически подбирая положение заслонки. В программное обеспечение контроллера помимо алгоритма поддержания заданного давления входит и алгоритм обучения. При этом контроллер сам подбирает константы закона автоматического управления.

Технологический процесс обработки, в конечном итоге, реализуется в результате взаимодействия нескольких алгоритмов, зашитых в различных контроллерах. Контроллеры взаимодействуют между собой по последовательным каналам связи или обмениваясь элементарными сигналами аналогового или дискретного контроля и управления (АК, ДК, АУ, ДУ).

SCADA-системы, которые часто применяют для программирования таких сетей, подчас нерационально распределяют функции отдельных контроллеров. Они перегружают центральный контроллер, оставляя периферийным только функции сбора информации, приема и реализации управляющих воздействий. Центральный контроллер собирает и обрабатывает весь массив информации, отображает состояние объекта, рассчитывает управляющие воздействия. И все это, для адекватного управления технологией, он должен делать в «жестком» реальном времени.

Для рационального распределения функций отдельных контроллеров предлагается использовать шаблон информационно-управляющей сети, представленный на рис. 1 и инструментальные средства программирования отдельных контроллеров.

Основными функциями центрального контроллера здесь является выдача команд на запуск отдельных процессов директивной технологии, связь с сегментами сети высшего уровня, организация человеко-машинного интерфейса, запись и хранение файла истории технологического процесса. Эти функции не требуют работы центрального контроллера в жестком реальном времени с миллисекундной дискретой. Он может функционировать под управлением операционной системы общего применения: WindowsXP, 7,8, 10.

Центральный контроллер по протоколу Modbus связан с узловым. Узловой контроллер работает под FleshDOS в жестком реальном времени с дискретой в одну миллисекунду. Он

является сервером по отношению к центральному контроллеру, принимает от него команды и по запросам отправляет информацию о состоянии объекта управления.

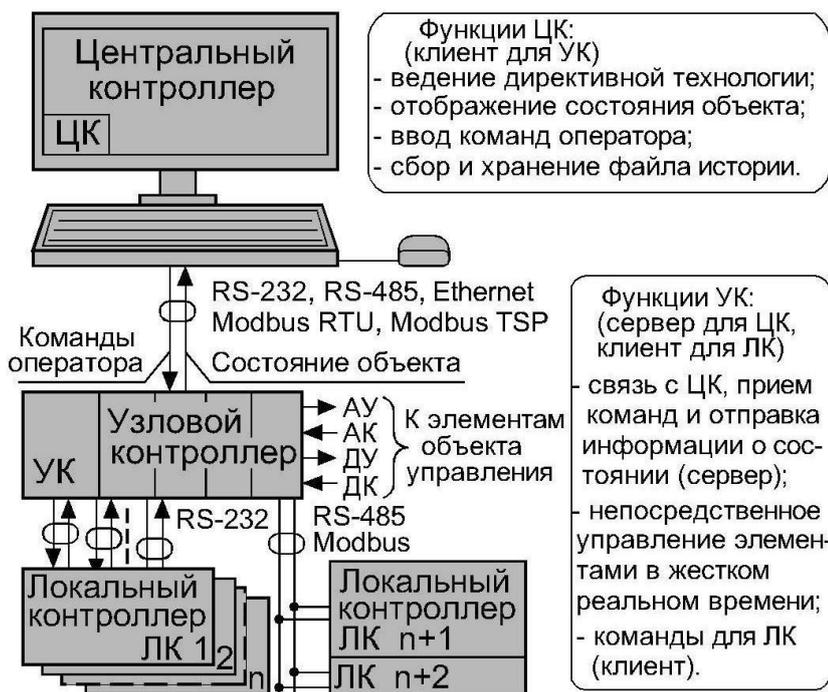


Рис. 1. Шаблон информационно-управляющей сети для автоматизации вакуумного технологического оборудования.

Узловой контроллер непосредственно управляет элементами оборудования с помощью сигналов аналогового и дискретного контроля и управления или обмениваясь с ними по последовательным каналам связи. При этом он может сформировать радиально-кустовую или магистральную сеть (рис. 1).

На узловой контроллер возложена важнейшая функция, он поддерживает выполнение директивной технологии в жестком реальном времени. Наш опыт показывает, что типовой программируемый логический контроллер (PLC) с частотой процессора около 40 МГц способен при рациональном распределении функций проводить диспетчеризацию процессов технологии с дискретой в 1 миллисекунду. Обмен с элементами оборудования узловой контроллер ведет в виде целых чисел с разрядностью не более 16-и бит, протокол Modbus также пересылает 8..16-и разрядные слова. Поэтому программное обеспечение узлового контроллера может использовать только целочисленные переменные, что существенно повышает производительность процессора.

Перевод переменных, необходимые расчеты в реальных числах, отображение состояния объекта на мониторе – функция центрального контроллера.

Программное обеспечение для центрального контроллера удобно писать в среде Delphi, для которой есть открытая библиотека Modbus/TCP, которую можно скачать с сайта [1]. Мы пользовались версией delphimodbus-1.5.2, интегрированной в Delphi 7. В Delphi удобно создавать человеко-машинный интерфейс. Имеются стандартные органы управления и индикации, есть возможность внедрять созданные рисунки, при необходимости использовать анимацию. Можно перехватывать и обрабатывать системные сообщения, локализовать и устранять последствия некоторых аппаратных сбоев. На рис. 2. показан скриншот интерфейса оператора автоматизированной установки вакуумного напыления, созданный в среде Delphi 7.

Имеются вкладки различных методов нанесения тонкопленочных покрытий, отображена вкладка термического испарения. Слева отображены реализуемые процессы с отображением времени их начала и окончания, справа органы управления установкой.

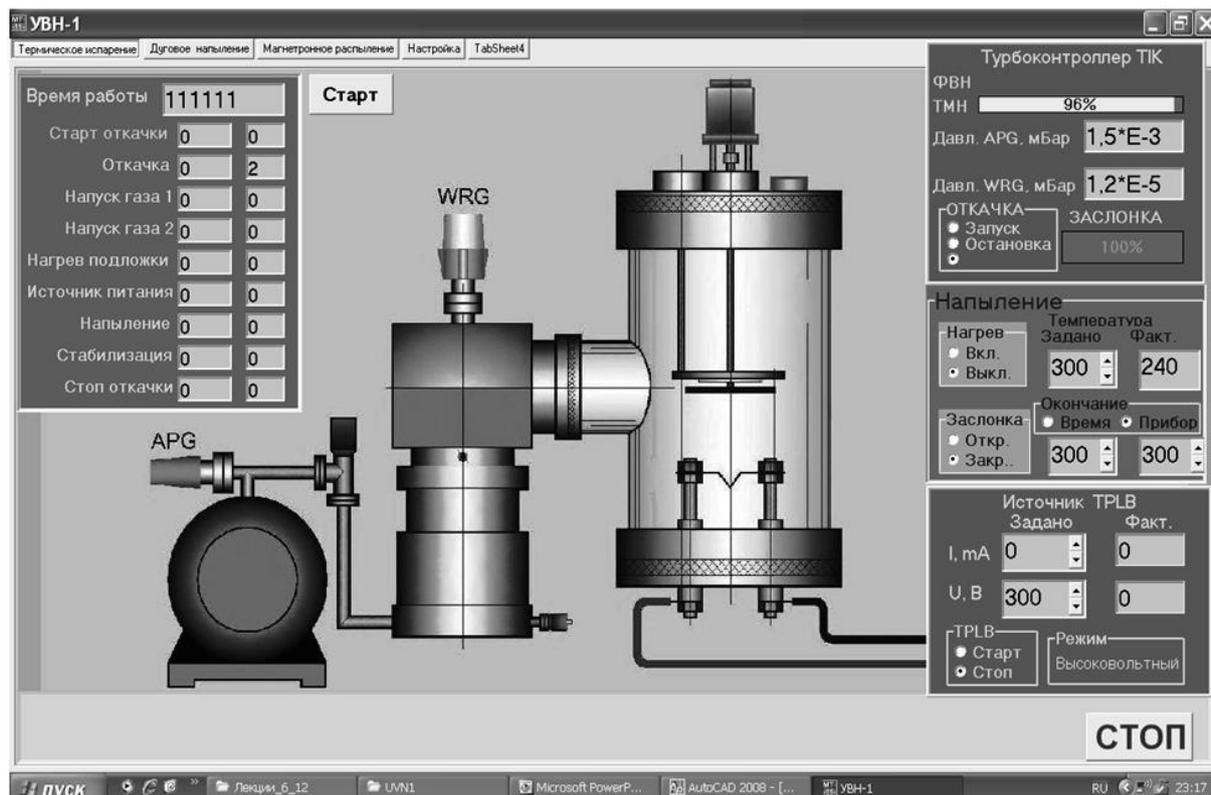


Рис. 2. Экран центрального контроллера автоматизированной установки вакуумного напыления UVN-1.

Для программирования узловых контроллеров мы использовали компилятор Borland C 3.1. При этом мы умышленно не использовали средства объектно-ориентированного программирования. Этот выбор объясняется универсальностью языка, наличием у многих PLC развитых библиотек на C, допустимостью непосредственной работы с пространством памяти ввода-вывода, возможностью делать вставки на ассемблере и проводить двухэтапную трансляцию ассемблера с целью последующего редактирования.

На рис. 3 представлена структура информационно-управляющей сети установки вакуумного напыления UVN-1, соответствующей предлагаемому шаблону. В качестве узлового контроллера использовался PLC фирмы Advantech ADAM-5510/TCP.

Дважды в секунду центральный и узловой контроллеры обмениваются между собой кадром – массивом информации в пятьдесят 16-и разрядных слов. Из протокола Modbus используются только две команды: записать в регистры и прочитать регистры. Кадр жестко форматирован. Младшая часть содержит информацию о состоянии установки. Она заполняется контроллером, считывается и отображается на экране компьютером. Старшая часть кадра содержит код команды и информацию, необходимую для ее выполнения. Эта часть памяти обмена заполняется компьютером, а считывается контроллером, который выполняет предписываемые команды.

Узловой контроллер выполняет в сети роль сервера по отношению к компьютеру – клиенту. Цикл обмена инициируется клиентом. В свою очередь узловой контроллер является клиентом для ряда локальных. С контроллером вакуумной системы TICPLC взаимодействует только элементарными сигналами включения форвакуумного и турбомолекулярного насоса, низко и высоковакуумного вакуумметра и получает информацию скорости вращения турбомолекулярного насоса. Непосредственно управляет насосами и вакуумметрами контроллер TIC в соответствии с алгоритмами запуска и остановки насосов. Эти алгоритмы «защиты» в контроллер специалистами фирмы, производящей насосы, поэтому обеспечивают наилучшие условия их эксплуатации.

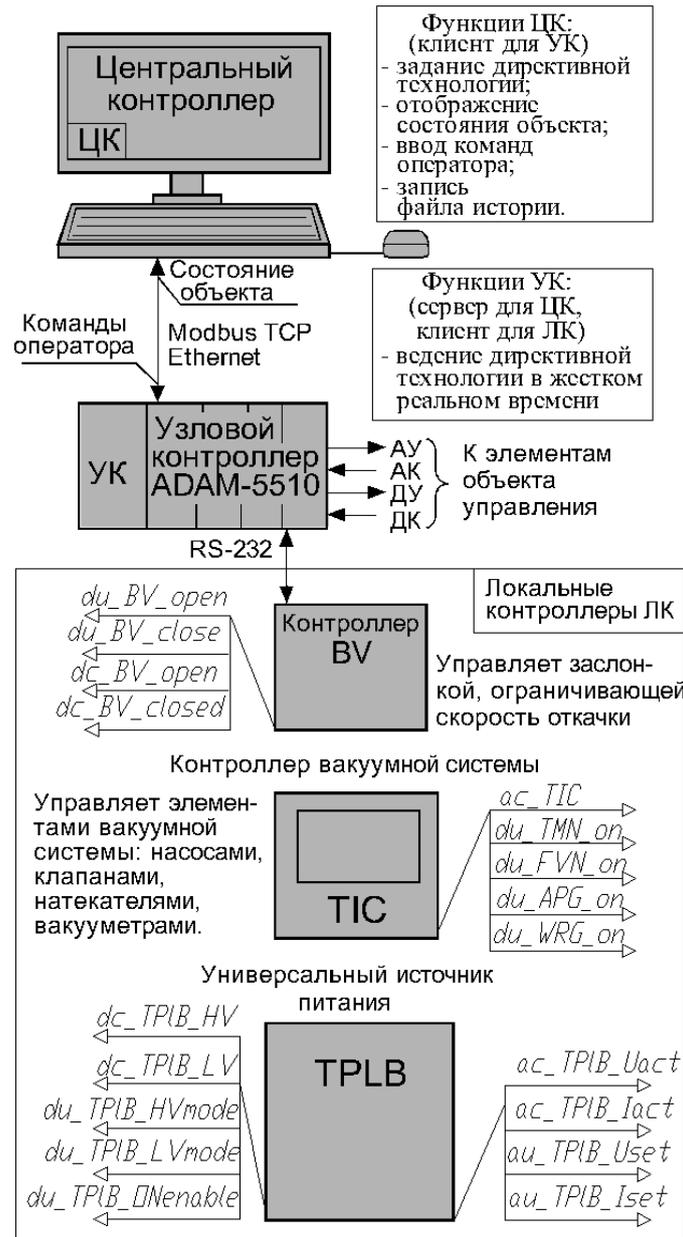


Рис.3. Структура информационно-управляющей сети для автоматизации установки вакуумного напыления UBH-1.

Также элементарными сигналами обмена узловой контроллер связан с контроллером универсального источника питания TPLB, который управляет источниками напыления и распыления. С контроллером клапана бабочки BV узловой контроллер связан последовательным каналом RS-232 со специальным протоколом и элементарными сигналами управления и контроля полного открытия и закрытия. Обмен по последовательному каналу позволяет позиционировать и контролировать положение заслонки клапана, подавать команды поддержания давления в камере на заданном уровне и на обучение контроллера этому процессу. Специальный протокол обмена приобретен не был, использование языка С позволило написать канальный и прикладной уровень этого протокола.

Литература

1. URL: https://osdn.net/projects/sfnet_delphimodbus/downloads/DelphiModbus-stable/

Особенности технологии изготовления тонкопленочных припойных покрытий Au(80)Sn(20)

А.В. Фомин, В.В. Иванов, Е.М. Филоненко

г. Снежинск, ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», ул. Васильева
13,dep5@vniitf.ru

В настоящей работе представлены результаты разработки технологии получения тонкопленочных припойных покрытий Au(80)Sn(20) при помощи электронно-лучевого нанесения чередующихся слоев олова и золота. На основании исследований фазообразования в изготавливаемых покрытиях разработана схема напыления, позволяющая получить припой, свойства которого удовлетворяют требованиям процесса пайки лазерных диодов к теплоотводящему основанию.

The features of Au(80)Sn(20) thin-film solder coatings. A.V.Fomin, V.V.Ivanov, E.M.Filonenko. This paper presents the results of the technology development for production of thin-film solder coatings Au(80)Sn(20) using electron-beam deposition of tin and gold alternating layers. Based on studies of phase formation in manufactured coatings, a deposition scheme is developed, which allows obtaining solder meeting the requirements for soldering of laser diodes to the heat sink.

Введение. Сплав Au(80)Sn(20) с температурой плавления 280 °С представляет собой эвтектику в системе золото-олово [1]. Данный сплав является одним из важнейших материалов для создания современных приборов оптоэлектроники. Его уникальные свойства находят применение в частности в производстве лазерных излучателей на основе мощных полупроводниковых лазерных диодов (ЛД). На сегодняшний день сплав Au(80)Sn(20) представлен на российском рынке в виде фольги, лент, навесок и паяльных паст [2], однако для таких задач как «flip-chip» монтаж полупроводникового лазерного кристалла его оптимально использовать в виде тонких пленок, нанесенных непосредственно на соединяемые компоненты.

В рамках создания производства полупроводниковых лазерных излучателей в РФЯЦ-ВНИИТФ одной из важных задач являлась разработка собственной технологии, позволяющей получать припой Au(80)Sn(20) в виде покрытий толщиной не более 10 мкм непосредственно на теплоотводящих элементах. Для решения данной задачи был выбран электронно-лучевой метод послойного напыления чередующихся слоев золота и олова, позволяющий получать пленки с субмикронным рельефом и с большой точностью контролировать стехиометрический состав припоя [3].

1. Установка электронно-лучевого осаждения. Для проведения процессов вакуумного нанесения припойных покрытий Au(80)Sn(20), а также буферных и адгезионных слоев была использована установка электронно-лучевого осаждения металлов, позволяющая с необходимой точностью контролировать толщины чередующихся слоев золота и олова с помощью кварцевых измерителей. Один из вариантов конфигурации вакуумной камеры установки приведен на рис. 1.

Размещение и передвижение теплоотводов в камере обеспечивается за счет планетарной карусели, разработанная конструкция которой приведена на рис. 2. Карусель состоит из трех сегментов сферической поверхности, в каждом из которых выполнены 8 отверстий для закрепления оснастки с теплоотводами.

Результаты исследований получаемых покрытий позволяют утверждать, что выбранное нами техническое решение внутренней камеры установки позволило добиться равномерного нанесения покрытий с разбросом значений толщин не более $\pm 5\%$, при этом количество одновременно загружаемых теплоотводов может составлять порядка 4500 шт.



Рис. 1. Конфигурация вакуумной камеры установки:

A – держатель карусели, B – карусель (без сегментов), C – кварцевый измеритель толщины пленок, D – кварцевые нагреватели, E – электрод тлеющего электрического разряда, F – щиты (экраны), G – термopара, H – шеврон вакуумной системы, I – заслонка, J – электронно-лучевой испаритель с 6 тиглями.

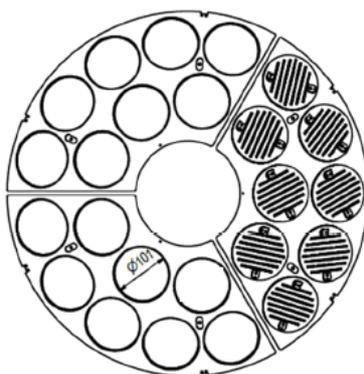


Рис. 2. Изображение 3-х-сегментной карусели с отверстиями и технологической оснасткой.

2. Особенности получения припоя Au(80)Sn(20). Согласно [4] сплав Au(80)Sn(20) при комнатной температуре имеет эвтектическую структуру, состоящую из фаз Au₅Sn (ξ) и AuSn (δ). Микроструктура сплава включает в себя дендриты ξ и ξ^2 - Au₅Sn, окруженные матрицей состава ($\xi+\delta$).

В методе получения припоя при помощи нанесения чередующихся слоев золота и олова вышеназванные фазы образуются непосредственно во время операции пайки при нагреве полученной композиции. Равномерность распределения фаз ξ и δ в объеме покрытия будет зависеть от соотношения толщин чередующихся слоев и определять поведение припоя в течение всего времени монтажа.

Для установления оптимального соотношения слоев золота и олова были исследованы различные схемы напыления, в том числе и существующие [5]. Полученные припойные покрытия исследовались на предмет характера их оплавления. Температурный диапазон исследований, а также скорость нагрева покрытий выбирались как типичные для пайки лазерных диодов с использованием припоя Au(80)Sn(20) – (280 – 340) °С.

Результаты исследований, включающих визуальный, рентгеноспектральный и дифференциально-сканирующий калориметрический анализы позволили однозначно установить критерии выбора соотношения толщин чередующихся слоев, составляющих композицию припоя. Характер плавления припоя в случае неоптимального соотношения

толщин слоев золота и олова может быть продемонстрирован на примере покрытия Au(80)Sn(20) толщиной 3 мкм, полученного согласно одной из исследуемых схем напыления.

Было отмечено, что при прохождении температуры образования эвтектики (280 °С) образуется расплав, сохраняющийся вплоть до температуры 300°С. Увеличение температуры свыше 300°С или времени выдержки при температуре 300°С свыше 5 секунд приводило к появлению локальных участков кристаллизации и дальнейшей быстрой кристаллизации всего объема покрытия. Типичные снимки поверхности покрытий образцов, сделанные после оплавления при температуре 300 °С в течение 5 секунд, приведены на рис.3. По данным рентгеноспектрального микроанализа локальные участки кристаллизации являются крупными кристаллами δ -фазы, что является отклонением от микроструктуры сплава эвтектики.

На снимках поперечных сечений припойных покрытий наблюдается частичное расслоение фаз, составляющих эвтектику в объеме припоя, при этом фаза δ преимущественно сконцентрирована на границе раздела припой-барьерная металлизация (рис. 4).

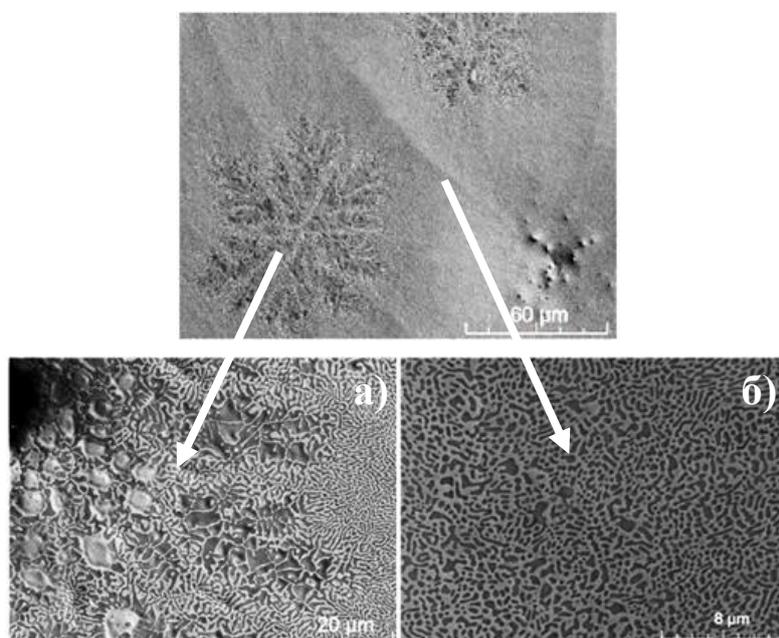


Рис. 3. Снимки в отраженных электронах поверхности покрытия AuSn толщиной 3 мкм, выдержанного при температуре 300 °С в течение 5 с, присутствуют области а) – локального участка кристаллизации, б) – эвтектической структуры.

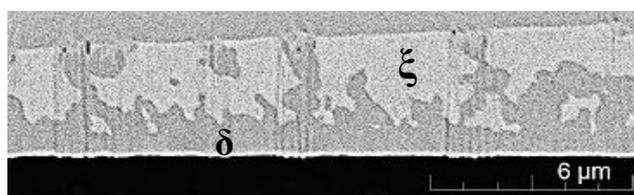


Рис. 4. Снимок в отраженных электронах поперечного сечения припойного покрытия Au(80)Sn(20) толщиной 3 мкм, демонстрирующий неравномерное распределение фаз, составляющих эвтектику в объеме припоя.

Наблюдаемый неравномерный характер распределения фаз, составляющих эвтектику, в совокупности с визуальным анализом стадий оплавления позволяют говорить об отсутствии гомогенного плавления полученного припоя при температуре образования эвтектики и выше.

С использованием подобных покрытий был произведен монтаж линеек лазерных диодов (ЛЛД) на теплоотводящие элементы, однако из-за вышеуказанных особенностей смачивание металлизации ЛЛД осуществлялось лишь частично, воспроизводимое качество пайки не было достигнуто (рис. 5)



Рис. 5. Внешний вид паянного шва с удаленной ЛЛД. Область слева – отсутствие смачивания металлизации ЛЛД припоем золото-олово, полосы – следы контакта эмиттеров ЛЛД, темные и светлые участки произвольной формы – осколки ЛЛД, оставшиеся после демонтажа.

Дальнейшие шаги разработки технологии были направлены на увеличение стабильности расплава во время операции пайки за счет модификации существующих схем нанесения чередующихся слоев золота и олова. С учетом литературных данных о кинетике диффузионных процессов в паре золото-олово [6] было подобрано оптимальное соотношение значений толщин чередующихся компонентов припоя, а также установлены необходимые температурные режимы напыления слоев [7]. Толщина полученных покрытий согласно разработанной схеме Au(80)Sn(20) составила (5,5-6) мкм.

Дифференциально-сканирующая калориметрия припойных покрытий, демонстрирует начало их плавления при температуре образования эвтектики (280°C) и последующую стабильность расплава вплоть до температуры 340°C (рис. 6а). Результаты электронной микроскопии поверхности и поперечного сечения покрытий, оплавленных при 340 °C демонстрируют типичную структуру эвтектического сплава AuSn при комнатной температуре (рис. 6б).

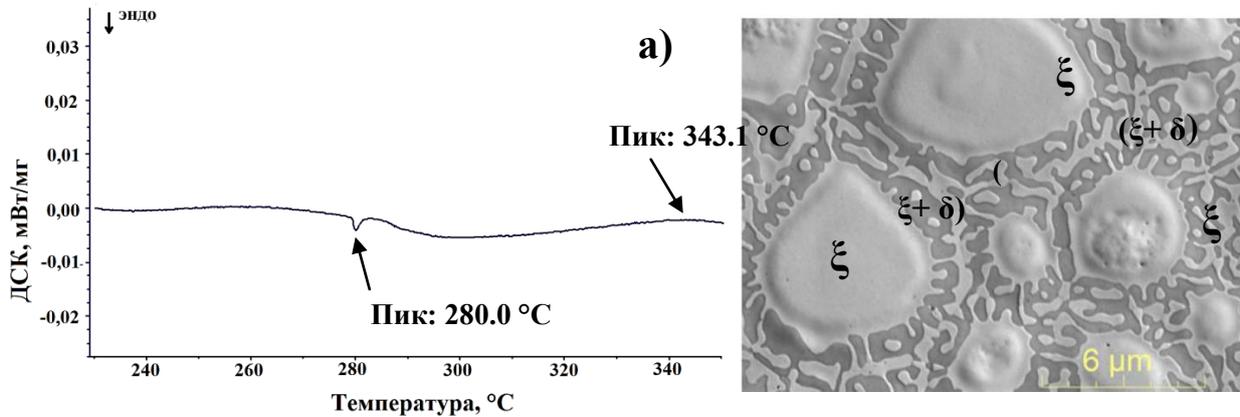


Рис. 6. Результаты анализа для покрытий Au(80)Sn(20) толщиной 5,5 мкм:
а) – ДСК-кривая, полученная в диапазоне температур (100 – 400) °C;
б) – типичный снимок поверхности покрытия Au(80)Sn(20) 5,5 мкм при температуре 340 °C, демонстрирующий эвтектическую структуру: дендриты фазы ξ , окруженные матрицей ($\xi + \delta$).

С использованием данного тонкопленочного припоя были отработаны режимы монтажа ЛЛД к теплоотводам. Исследования получаемых паянных швов между ЛЛД и теплоотводом позволяют отметить хорошее смачивание металлизации ЛЛД полученным эвтектическим припоем, а также равномерное распределение фаз припоя, составляющих эвтектику (рис. 7).

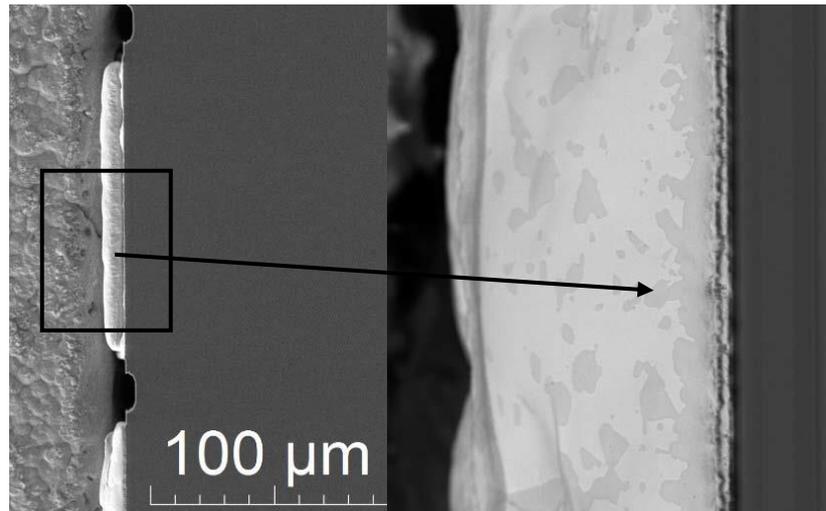


Рис. 7. Снимок паяного соединения ЛД с теплоотводом, демонстрирующий хорошее смачивание припоем соединяемых поверхностей.

Выводы. Задача создания технологии получения тонкопленочных припойных покрытий Au(80)Sn(20) была успешно решена методом электронно-лучевого нанесения чередующихся слоев золота и олова. Выбранное техническое решение внутренней камеры установки позволило достичь равномерного нанесения покрытий на теплопроводящие элементы лазерных излучателей при разбросе значений толщин не превышающем 5%.

Результатом исследований покрытий Au(80)Sn(20), получаемых при различных соотношениях толщин чередующихся слоев золота и олова, стала разработка схемы напыления припоя, позволившая получить покрытие Au(80)Sn(20) суммарной толщиной 5,5 мкм, состав которого отвечает эвтектическому в системе золото-олово, при этом характер распределения фаз, составляющих эвтектику во всем объеме полученного покрытия является равномерным в течение всего времени осуществления монтажа ЛД.

Разработанная технология была успешно внедрена для производства лазерных излучателей на базе мощных полупроводниковых лазерных диодов.

Литература

1. Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник //М.: Машиностроение. -1997. – С. 586.
2. Кондратюк Р. Припой 80Au20Sn – свойства и особенности применения// Электроника: наука, технология, бизнес. – 2015. – № 10. – С. 154 – 160.
3. McNulty J.C. Processing and Reliability Issues for Eutectic AuSn Solder Joints //International Microelectronics and Packaging Society – 2008. – P.909-916.
4. Matijasevic G.S, Lee C.C., Wang C. Y. Au-Sn alloy phase diagram and properties related to its use as a bonding medium // Thins solid films. – 1993. – Vol. 223. – P. 276-287
5. Katz A. et al. Bonding method using solder composed of multiple alternating gold and tin layers: Пат. 5197654 США. – 1993.
6. Yamada T. et al. Formation of intermetallic compound layers in Sn/Au/Sn diffusion couple during annealing at 433 K // Journal of material science. – 2004. – Т. 39 - №7. – С. 2327 – 2334.
7. Способ пайки лазерных диодов: Пат.2691152Россия, МПКВ23К 1/005, В23К 35/26, H01L 21/02, H01L 21/58 (2006.01) ГК «Росатом», ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. Академ Е.И.Забабахина» / Фомин А.В., Смирнов Е.В. Филоненко Е.М // Бюл. – 2019. – №17.

Проблемы метода ионно-плазменного распыления цветных металлов на установке УВН-1М

А. Д. Купцов, С. В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, кафедра МТ-11
E-mail: alex-kouptsov@yandex.ru

Показана актуальность использования источников альтернативной энергетики – солнечных фотоэлементов (СФЭ). Изучены методы формирования нижнего слоя проводящего электрода СФЭ. Выявлены проблемы при работе методом ионно-плазменного распыления. Предложена конструкторская модернизация установки для нивелирования проблем ухудшающих качества получаемых покрытий. Изготовлена внутрикамерная оснастка. Проведена пуско-наладка модуля на установке УВН-1М.

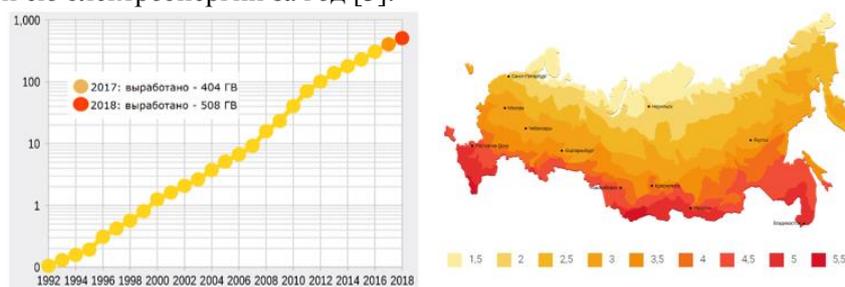
Ion-plasma sputtering of non-ferrous metals on the vacuum unit UVN-1M. A.D. Kuptsov, S.V. Sidorova. The urgency of using alternative energy sources - solar cells (SC) is shown. The methods of forming the lower layer of the SC conductive electrode are studied. Problems of using the method of ion-plasma sputtering are identified. A design upgrade of the installation for leveling problems impairing the quality of the coatings is proposed. Equipment for vacuum camera is made. The module on the vacuum unit UVN-1M is implemented.

Введение

Исчерпание полезных ископаемых Земли и развитие общества в численности и интеллектуально, заставляют находить все более эффективные, дешевые и простые источники энергии. Благодаря инновационным технологиям и развитому инженерному делу, человек смог придумать большое количество решений, как получать электричество. Так в 20-ом веке люди смогли преобразовывать бесконечную (по сравнению с жизнью на Земле) солнечную энергию в пригодную для человека тепло- и электроэнергию.

На рис. 1 представлена инсоляция солнечной энергии по России. В результате реакции синтеза на Солнце, звезда производит 180...386 трлн. кВт [1]. Большая часть излучается в пространство. Из-за отражения, рассеивания и поглощения атмосферой и аэрозолями проходит и достигает поверхности Земли лишь малая часть [2].

При этом объем солнечной энергии, которую получает Россия за три дня, больше произведенной ею электроэнергии за год [3].



а) б)
Рис. 1. Инсоляция солнечной энергии по России [2].

а – кривая роста выработки солнечной энергетики; б – уровень солнечной энергии, получаемый российскими регионами ($\text{кВт}\cdot\text{ч}/\text{м}^2$).

Для преобразования энергии используют множество различных конвертеров (солнечные коллекторы и концентраторы, фотоэлементы, жидкостные и химические конвертеры), в которых содержится большое число элементов микро- и нанoeлектроники [4–6]. Например, металлизированные контактные слои, передающие поток электронов – электроэнергию, которая через инвертор солнечной батареи трансформируется из постоянного тока в переменный [7].

Технологический анализ солнечного фотоэлемента

В рамках данной работы рассматривался однокаскадный солнечный фотоэлемент, структура которого представлена на рисунке 2. Объектом исследования СФЭ является нижний электрод. Материал нижнего электрода – медь [8].

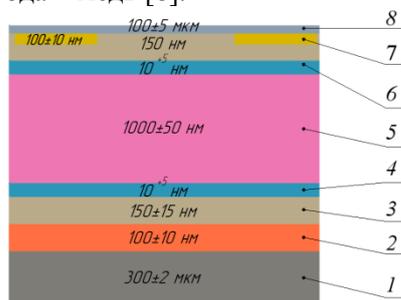


Рис. 2. Структурная схема однокаскадного фотоэлемента.

*1 – подложка (Si); 2 – нижний электрод (Cu); 3 – прозрачный проводящий оксид (ITO);
4 – n-слой (Si+P); 5 – i-слой (a-Si:H); 6 – p-слой (Si+B); 7 – сетка верхнего электрода (Al);
8 – антиотражающее покрытие (SiO₂).*

Таким образом, структура солнечного элемента содержит 8 слоев. Каждый слой имеет свою толщину и допуск на размер.

Выбор метода формирования токопроводящего слоя фотоэлемента

Покрытие нижнего электрода солнечной панели является не менее важной частью всего каскада на подложке. Поскольку толщина данного слоя находится в пределах 100 нм, то необходимо обеспечить малую неравномерность ($\pm 5 \dots 7$ нм) по всей площади покрытия, чтобы покрытия не имели ступенчатую форму.

Чистота покрытия очень важна, ведь наличие окислов и диэлектрических загрязнений может пагубно влиять на протекания тока через контакты.

Адгезия слоя к подложке монокристаллического кремния должна быть такой, чтобы составляющие фотоэлемента не отслаивались друг от друга от перепадов температуры.

Скорость роста пленки нижнего электрода не играет ключевой роли, но плотность упаковки всех атомов в совокупности окажет влияние на величину адгезии, неравномерности и проводящих свойств покрытия.

В таблице 1 представлены характеристики наиболее распространенных методов металлизации.

Таблица 1. Методы металлизации.

Принцип осаждения	Ионное распыление	Дуговой разряд	Термическое испарение	Взрыв
Рабочее давление, Па	10^{-2}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-4}
Скорость осаждения, нм/сек	1 ... 500	100 ... 50000	100 ... 1000	≤ 1000
Энергия осаждения, эВ	3 ... 5	0,1 ... 10	0,1 ... 0,3	1 ... 1000
Коэффициент ионизации	0,01	0,2 ... 1	0	0,1 ... 0,5
Нагрев подложки, К	293 ... 693	293 ... 693	373 ... 973	293

Продолжение таблицы 1

Наличие капельной фазы	Нет	Да	Нет	Нет
Равномерность покрытия	Хорошая	Низкая	Плохая	Плохая
Степень чистоты пленки	Не высокая	Хорошая	Высокая	Хорошая
Адгезия пленок	Хорошая	Удовл.	Удовл.	Хорошая
Ресурс мишени	Многokrатное использование	Многokrатное использование	Единичное использование	Многokrатное использование
Σ по весовым коэффициентам	3,30	2,70	2,65	3,00

Расшифровка:

Весовые коэффициенты

	Высокий показатель	0,5
	Средний показатель	0,35
	Удовлетворительный показатель	0,15

Проанализировав данные из таблицы 1 и работ [9, 10], выберем для дальнейшего использования метод магнетронного напыления, т.к. он обладает теми характеристиками, которые необходимы для получения хорошего токопроводящего покрытия в солнечных панелях: малая толщина покрытия, равномерная и чистая структура с малым коэффициентом неравномерности.

Технологическое оборудование УВН-1М

На кафедре МТ11 МГТУ имени Н. Э. Баумана имеется установка УВН-1М. Модель установки представлена на рис. 3.



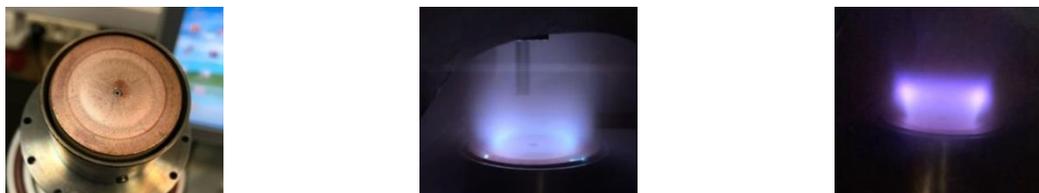
Рис. 3. Вакуумная технологическая установка УВН-1М.

1 – насос механический; 2 – датчик Пирани APG; 3 – насос турбомолекулярный; 4 – заслонка «бабочка»; 5 – датчик широкодиапазонный WRG; 6 – камера вакуумная; 7 – модуль магнетрона; 8 – баллон с газом; 9 – компьютер; 10 – шкаф питания.

В процессе нанесения пленок и формирования полупроводниковых и проводниковых структур на данной установке насос 1 сухой спиральный XDS 10 обеспечивает в камере 6 объемом 1,5 литра низкий вакуум, датчик 2 Пирани APG обеспечивает контроль при предварительной откачке насоса 1. При достижении определенного давления в камере включается насос 3 турбомолекулярный EXT75DX, контролируемый датчиком 5 широкодиапазонным WRG. Заслонка «бабочка» 4 обеспечивает безопасность турбомолекулярного насоса. При достижении высокого вакуума в камеру из баллона 8 подается инертный газ аргон, после чего через управление программой на компьютере 9 зажигается плазма на магнетроне 7. Питание установки обеспечивается электрическим шкафом 10 [8].

Изучение проблем метода МР

При анализе литературы [11–13] и работе на установке УВН-1М основные проблемы при отработке технологии в рамках исследовательских и научных работ можно разделить на три группы: окисление мишеней; искровой разряд; смещение плазмы и ее пульсации. Проблемы магнетронного распыления, обнаруженные при работе источника магнетронного распыления на УВН-1М, представлены на рис. 4.



а) окисление мишени; б) искровой разряд; в) смещение плазмы.

Рис.4. Иллюстрации проблем метода магнетронного распыления

Конструкторское решение проблем метода МР

Вышеперечисленные проблемы можно решить с помощью изготовления дополнительной оснастки – заслонка с вводом вращения. Заслонка позволит выполнять тренировку мишени, а также будет происходить выход на режим модуля распыления. Изготовленная оснастка представлена на рис. 5.



Рис. 5. Оснастка установка УВН-1М.
1 – система ввода вращения заслонки; 2 – камера вакуумная; 3 – подложкодержатель;
4 – заслонка; 5 – модуль магнетрона.

Было принято решение, что ввод вращения заслонки будет обеспечивать шаговый двигатель компании «Электропривод». Также необходимо подобрать соответствующие компоненты (контроллер и блок питания) для правильного управления двигателем.

После изготовления и сбора оснастки была проведена серия из 12 экспериментальных откачек вакуумной системы до давления $5,00 \cdot 10^{-3}$ Па. По 6 откачек с новым и старым фланцем. По результатам откачек были построены кривые откачек (рис. 6) на холодную (установка и насосы имели комнатную температуру, до начала эксперимента не запускались) и на горячую (насосы были разогреты и выведены на режим, соответственно имели ббольшую температуру, чем в серии на холодную).

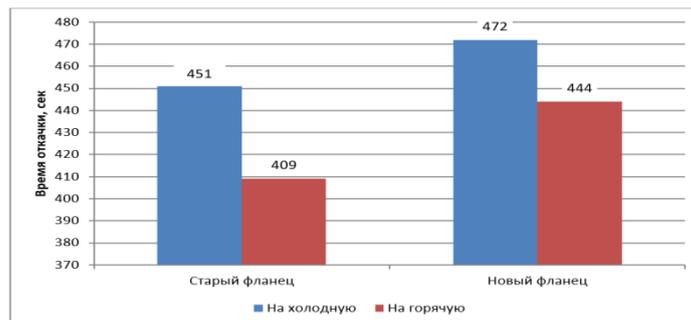


Рис. 6. Сравнение времен откачки вакуумной системы с новым и старым фланцами.

Таким образом, опыт показал, что $\delta_1 = 42$ с, $> \delta_2 = 28$ с, где δ_1, δ_2 – разница времен откачки старого и нового фланцев. Разница времен с новым фланцем уменьшилась на $\sim 35\%$, что говорит о более стабильной работе установки в различных температурных режимах, что обеспечит воспроизводимость получаемых покрытий.

Заключение

В результате тестирования и анализа работы источника магнетронного распыления выявлены такие проблемы, как окисление мишени, смещение и пульсация плазмы, искровой разряд. Для улучшения качества получаемых покрытий проведена модернизация технологической оснастки – разработан и изготовлен новый фланец-подложкодержатель с вводом вращения заслонки посредством шагового двигателя. Проведен анализ и выбор подходящего ШД – FL57STH76-1006A, а также компонентов: источник питания – EDR-75, контроллер управления – SMSD-1.5. В результате проведенных пуско-наладочных работ модернизированного технологического модуля выявлено, что дельта времен откачки с новым фланцем уменьшилась на 35 %.

Литература

1. Энергия нашего Солнца. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://spacegid.com/energiya-nashego-solntsa.html#ixzz5p58gyu5E> (Дата обращения: 26.05.2019).
2. Лукутин Б. В., Муравлев И. О., Плотников И. А. Системы электроснабжения с ветровыми и солнечными электростанциями//Томск: Изд-во Томского политехнического университета. – 2015.
3. Кто и как занимается солнечной энергетикой в России. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://robo-hunter.com/news/skromnie-uspehi-kto-i-kak-zanimaetsya-solnechnoi-energetikoi- v-rossii8441> (Дата обращения: 26.05.2019).
4. Развитие солнечных технологий в мире. Аналитический центр Российской Федерации. Информационная справка, 2013. 10с.
5. Виды и типы солнечных батарей. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://batsol.ru/vidy-i-tipy-solnechnyx-batarej.html> (Дата обращения: 13.09.2018).
6. Солнечная энергетика. Презентация. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://portal.tpu.ru:7777/SHARED/n/NASA/Education/NiVIE/Tab/p2.pdf> (Дата обращения: 13.09.2018).
7. Инвертор для солнечных батарей. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://sovetingenera.com/eco-energy/sun/invertor-dlya-solnechnyx-batarej.html> (Дата обращения: 13.09.2018).
8. Купцов А. Д. Металлические тонкопленочные покрытия для солнечных панелей. XXV Научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов. // «Вакуумная наука и техника». Судак, 16 – 22 сентября 2018 г. – С. 187-192.
9. Панфилов Ю.В. Лекции по курсу «Элионные процессы и нанотехнологии»: Библиотека Наноинженерии.
10. Никитин М.М. Технология и оборудование вакуумного напыления. – М.:

- Металлургия, 1992.
11. Ефремов А. М., Светцов В. И., Рыбкин В. В. Вакуумно-плазменные процессы и технологии. – Иваново: Иван. гос. химико-технол. ун-т, 2006. – 260 с.
 12. Купцов А. Д. Проблемы магнетронного распыления при обработке технологии формирования тонкопленочных покрытий меди в вакууме. VIII Международная научная конференция для молодых ученых «Наукоемкие проекты и технологии в машино- и приборостроении, медицине». Саратов, 3 – 5 декабря 2018 г.
 13. Купцов А. Д. Анализ и решение проблем при магнетронном распылении на установке УВН-1М. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 8 – 12 апреля, 2019, Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана. – М.: ООО «Квантор Форм», 2019. – № гос. регистрации 0321900970. – URL: studvesna.ru?go=articles&id=2595 (Дата обращения: 20.04.2019).

Возможности электронно-лучевой установки «ЛУЧ» для размерной микрообработки стекла и керамических материалов

*Я. Чжо, М. Лян, К.М. Моисеев, Л.Л. Колесник, Ю.В. Панфилов
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1
e-mail: k.moiseev@bmstu.ru, kolesnik@bmstu.ru, panfilov@bmstu.ru*

В статье представлены современные применения и преимущества электронно-лучевой технологии в обработке стекла и керамических материалов. Рассмотрена конструкция и технологические возможности вакуумной установки «ЛУЧ» для электронно-лучевой плавки, сварки и размерной микрообработки электровакуумного стекла и керамических материалов, в том числе LTCC керамики.

Possibilities of the electron-beam machine «LUCH» for dimensional microprocessing of glass and ceramic materials. Y. Zhuo, M. Liang, K.M. Moiseev, L.L. Kolesnik, Yu. V. Panfilov. The article presents the modern applications and advantages of electron beam technology in the processing of glass and ceramic materials. The design and technological capabilities of the vacuum machine «LUCH» for electron beam melting, welding and dimensional microprocessing of vacuum glass and ceramic materials, including LTCC ceramics, are considered.

Введение

Технология электронно-лучевой обработки известна и применяется уже более 60 лет, но интерес со стороны науки и промышленности продолжает возрастать [1]. Одним из наиболее интересных, но пока малоиспользуемых применений, является микро- и наноразмерная обработка [2-4].

В электронной промышленности и приборостроении электровакуумное и оптическое стекло и керамические материалы используются при изготовлении деталей и узлов электронных приборов. Но технология плавки, сварки и размерной обработки электровакуумного стекла не всегда соответствует современным требованиям. Например: при сверлении керамических материалов, в том числе низкотемпературной совместно обжигаемой керамики (LTCC), используемых для изготовления подложек микроволновых устройств, традиционными методами (механическим и лазерным методам), диаметр отверстия составляет до 50 микрон [5], однако для дальнейшей миниатюризации электронных устройств размеры должны уменьшаться до 30 мкм и меньше [6].

LTCC используется в различных отраслях промышленности на протяжении многих лет. Данная керамика применяется в качестве подложек сверхвысокочастотных устройств, используемых для создания микроволновых излучающих устройств, например, Bluetooth и Wi-Fi модулей. Усовершенствование LTCC материалов, технологических процессов и методов производства привело к снижению стоимости и улучшению технических характеристик электронных изделий. Это существенно увеличило интерес к LTCC технологии со стороны производителей высокочастотной техники, оптоэлектроники и микро электромеханических систем. Новые возможности открываются для производства электронных изделий в таких направлениях, как телекоммуникации, медицина, автомобильная техника [7].

Электронно-лучевая обработка по сравнению с механической лишена таких недостатков, как изменение размеров отверстий при износе инструмента и необходимость смены инструмента при изменении профиля отверстия, а по сравнению с лазерной – отсутствие конусности отверстий и изменение состава материала в зоне возле обработки [8-11].

Основные трудности, возникающие при электронно-лучевой обработке диэлектриков, связаны с низкой электропроводностью данных материалов [12,13]. Низкий коэффициент электропроводности диэлектрика приводят к накоплению заряда, снижающему энергию электронов пучка, вызывающему расфокусировку и искажение формы, а также увеличение диаметра пучка. Генерирование электронного пучка в диапазоне давлений от 5 до 20 Па приводит к образованию в зоне обработки плазмы, которая обеспечивает стекание заряда с обрабатываемого диэлектрического объекта [14, 15].

Кроме размерной микро- и нанообработки, высокоэнергетичные электронные пучки могут успешно использоваться и для других видов обработки стекла и керамических материалов. Использование электронно-лучевого нагрева при резке и сварке деталей из электровакуумного стекла и керамических материалов обеспечивает неизменный химический состав материала в зоне сварочного соединения. При плавке электронно-лучевой нагрев позволяет исключить влияние окружающей среды на состав и структуру материала, и делает возможным более точное управление его свойствами. Электронно-лучевая полировка создает дополнительные возможности модификации поверхности при существенном снижении шероховатости поверхности детали [16].

Для реализации технологий обработки изделий из электровакуумного стекла и керамических материалов, а также для дальнейших исследований по микро- и наноразмерной обработке LTCC керамики предъявлены основные требования к базовой технологии обработки и установке для их реализации (таблицы 1 и 2).

Таблица 1. Основные требования к технологии.

Параметр	Значение
Виды обработки стекла	Сварка, плавка, размерная обработка
Форма изделий	Трубчатая, плоская
Скорость сварки, см/мин.	1,0
Глубина провара, мм	до 5,0

Таблица 2. Требования к параметрам установки.

Параметр	Значение
Габаритные размеры установки, м	2,0×2,0×3,0
Рабочий объем вакуумной камеры, м ³	0,3
Потребляемая мощность, кВА	10,0
Управление	Автоматизированное
Давление в рабочей камере, Па	5,0 – 20,0

Вакуумная установка

В состав технологической установки «ЛУЧ» (рис. 1) входят вакуумная камера со средствами откачки и управления, смонтированная на единой раме, внутрикамерная оснастка

для закрепления, вращения и перемещения обрабатываемых изделий, электронный источник (пушка) и блок управления электронным источником.



Рис. 1. Электронно-лучевая установка «ЛУЧ».

Вакуумная система установки оснащена безмасляными средствами откачки и обеспечивает предельное давление в камере $5,0 \cdot 10^{-4}$ Па. Вакуумная система состоит из следующих элементов: насос Edwards XDS35i; насос Edwards EH250; насос Edwards STPXA4503C ISO320F; затвор VAT Series 14 DN320 (14050-PE44); четыре клапана VAT Series 26 DN63 (26436-QE41); три клапана VAT Series 26 DN25 (26428-KE41); датчик давления широкодиапазонный Edwards WRG-S; датчик давления термопарный Edwards APG-100; шкаф управления. Технические характеристики установки приведены в таблице 3.

Таблица 3. Технические характеристики установки

Параметр	Значение
Объем вакуумной камеры, м ³	0,3
Предельное остаточное давление, Па: - при использовании форвакуумных насосов; - при использовании высоковакуумного насоса	5,0·10 ⁻¹ 5,0·10 ⁻⁴
Суммарный поток натекания и газоотделения, Па×м ³ /сек	5,0·10 ⁻³
Число каналов подачи технологических газов	2
Диапазон расхода технологического газа по каждому из каналов, sccm	10,0 – 200,0
Диапазон рабочих давлений, Па	1,0 – 25,0
Время откачки до давления 5,0·10 ⁻¹ Па, мин	5
Время откачки до давления 5,0·10 ⁻⁴ Па, мин	15

Вакуумная камера имеет систему водяного охлаждения стенок, верхней и нижней плиты. На верхней плите рабочей камеры располагается фланец для установки электронно-лучевой пушки и устройства ее вертикального перемещения. Дверь камеры имеет систему водяного охлаждения. На двери камеры расположено окно диаметром 200 мм, выполненное из материалов, которые обеспечивают защиту от ионизирующих излучений.

В модуле управления расположены элементы контроля: система пуска вакуумных насосов, система управления и регулирования клапанов. Основной частью модуля управления является специализированный промышленный контроллер, обеспечивающий передачу данных по стандарту Ethernet между сервером и блоками управления исполняющих механизмов.

Электрооборудование установки состоит из систем управления откачкой, измерения давлений в характерных точках установки, питания и управления электронно-лучевым

источником, напуска технологических газов в объем вакуумной камеры, позиционирования заготовок/изделий внутри вакуумной камеры относительно электронно-лучевого источника, видеонаблюдения за технологическим процессом, а также централизованного контроля и визуализации параметров работы установки.

Одним из преимуществ плазменных источников электронных пучков является возможность их эксплуатации в условиях среднего вакуума, однако разрабатываемая технология не предполагает изменения химического состава материала в зоне обработки. Исходя из этого, возникает необходимость не просто откачки рабочего объема до необходимого давления, но и обеспечения замещения состава остаточной атмосферы в рабочей камере инертным газом. С этой целью в конструкции изделия предусмотрена система подачи газа с регуляторами расхода.

Система напуска газов в объем вакуумной камеры состоит из двух идентичных каналов. В состав канала газонапуска входят отсечной клапан и регулятор массового расхода газа фирмы Brooks. Обеспечиваются следующие режимы работы:

- два независимых канала подачи газа, каждый из которых поддерживает заданный для него расход газа;
- один канал работает в режиме фиксированного расхода газа, другой – в режиме стабилизации давления в камере;
- оба канала работают в режиме стабилизации давления в камере, поддерживая заданное соотношение между массовыми расходами по каналам.

Электронно-лучевая пушка

Электронно-лучевая пушка "ЭЛТА-60" производства компании "Текарте" представлена на рис. 2. Источник электронов 1 предназначен для создания и формирования электронного луча. В промежуточном корпусе 2, являющемся связующим звеном между источником электронов и фокусирующе-отклоняющей системой, установлен механизм шлюзования 4, который служит для отсечения объема источника электронов от остального объема пушки. Фокусирующе-отклоняющая система 3 предназначена для фокусировки и отклонения электронного пучка при обработке. Вакуумная система предназначена для дифференциальной откачки пушки, и состоит из углового вакуумпровода с фланцем для подключения турбомолекулярного насоса (ТМН) 5. Система охлаждения пушки соединяется последовательно с системой охлаждения ТМН. Вакуумная система обеспечивает в источнике электронов давление не выше 10^{-2} Па.

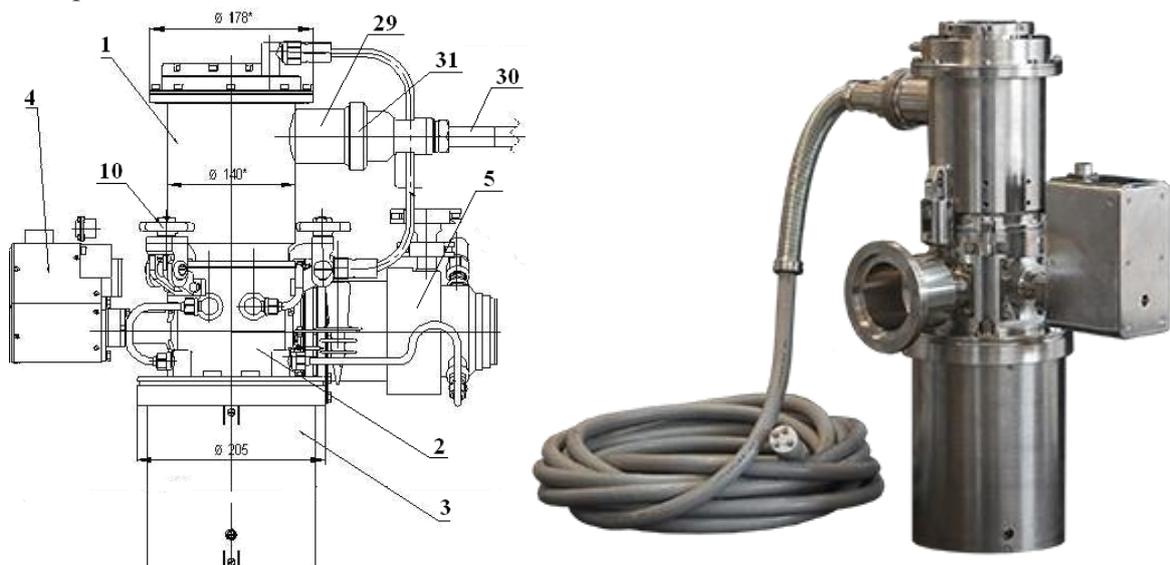


Рис. 2. Внешняя конструкция электронно-лучевой пушки "ЭЛТА-60": 1 – источник электронов; 2 – промежуточный корпус; 3 – фокусирующе-отклоняющая система с двойным преломлением луча; 4 и 5 – вакуумная система.

Эмитированные нагревателем электроны ускоряются напряжением порядка 1 кВ и бомбардируют катод, разогревая его. В качестве источника электронов используется таблетка из гексаборида лантана.

Регулировка и стабилизация тока электронного луча производится изменением напряжения смещения на управляющем электроде. Для фокусировки и отклонения электронного луча служат фокусирующая линза и отклоняющая система двойного преломления. Источник электронов располагается вертикально на верхней плите камеры, электронный луч направлен вниз. Характеристики электронной пушки приведены в таблице 4.

Таблица 4. Характеристики электронной пушки.

Параметр	Значение
Величина ускоряющего напряжения, кВ	60±1
Диапазон изменения тока сварки, мА, не менее в режиме «сварка»	1-250
Частота модуляции тока, Гц	0 – 50
Максимальный угол отклонения, град., не менее	±10
Максимальный параллельный перенос электронного луча, мм, не менее	±12
Напряжение питания, В	380
Частота напряжения питания, Гц	50
Максимальная мощность, потребляемая аппаратурой, кВА	50
Минимальный диапазон изменения тока бомбардировки, мА	10-50
Расход воды для охлаждения, м ³ /сек	3,58·10 ⁻⁴

Столик

Обрабатываемое изделие помещается на водоохлаждаемый столик (рис. 3), установленный внутри камеры на ее нижней плите. Столик оборудован шаговыми двигателями 1, 2, и обеспечивает перемещение обрабатываемого образца на 200 мм в горизонтальной плоскости в двух взаимно перпендикулярных направлениях, если же образец закреплен во вращающихся планшайбах 3, то обеспечивается его вращение вокруг оси, параллельной одной из осей горизонтального перемещения. Для фокусировки электронного луча на обрабатываемой поверхности предусмотрено вертикальное перемещение электронно-лучевой пушки на 100 мм. Выбранное решение позволяет проводить электронно-лучевую обработку как плоских, так и цилиндрических поверхностей изделий.

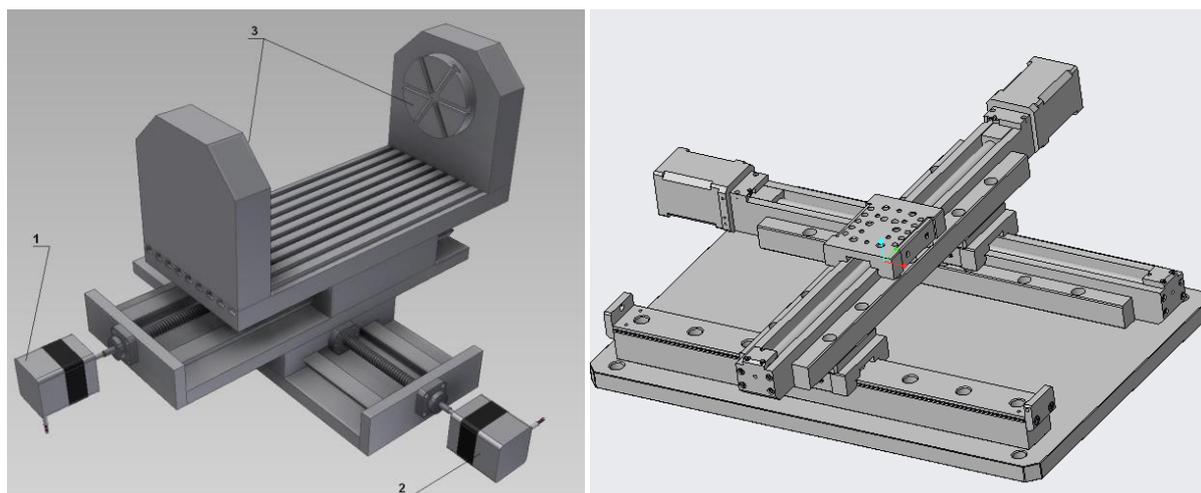


Рис. 3. Столик для размещения образцов (элементы защиты не показаны).

Система позиционирования служит для изменения положения заготовок/изделий внутри вакуумной камеры относительно электронно-лучевого источника, и включает двухкоординатный стол, шпиндель для вращения детали и привод перемещения электронно-

лучевого источника относительно детали в вертикальной оси с целью фокусировки электронного луча.

Система позиционирования состоит из четырех шаговых двигателей типа FL57STH, четырех драйверов шагового двигателя типа SMD-4.2, источников питания драйверов и четырех модулей расширения типа EM253 в управляющем контроллере. Контроллер задает необходимые скорости движения, времена разгона и торможения, проводит поиск референтных меток, отслеживает состояния датчиков крайних положений. Связь между контроллером и драйверами шаговых двигателей осуществляется по интерфейсу "Шаг/Направление".

Заключение

Разработанная электронно-лучевая установка «ЛУЧ» реализует различные технологии обработки стекла и керамических материалов: плавку, сварку, резку, полировку и размерную микрообработку. Наиболее перспективными направлениями для исследований является размерная микрообработка LTCC керамики. Кроме того, благодаря своим характеристикам, установка имеет большой потенциал для использования в аддитивных технологиях.

Литература

1. Węglowski MS, Błacha S, Phillips A. Electron beam welding – Techniques and trends – Review. Vacuum. 2016;130:72-92. doi:10.1016/j.vacuum.2016.05.004.
2. Hellberg S. et al. Micro Electron Beam Welding of the hybrid material combination Nitinol and stainless steel without filler material // Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2018. – VOL. 1089. – №. 1. – P. 012003.
3. Chen Y. Nanofabrication by electron beam lithography and its applications: A review // Microelectronic Engineering. – 2015. – VOL. 135. – PP. 57-72.
4. Spinney P. S. et al. Nanopore formation by low-energy focused electron beam machining // Nanotechnology. – 2010. – VOL. 21. – NO. 37. – P. 375301.
5. Перцель Я. М., Рудак Ю. А. Исследование возможности получения рисунка топологии толстопленочных LTCC-плат с помощью лазера // Техника радиосвязи. – 2015. – №. 3. – С. 90-96.
6. Hagen G., Rebenklau L. Fabrication of smallest vias in LTCC Tape // 2006 1st Electronic System Integration Technology Conference. – IEEE, 2006. – VOL. 1. – PP. 642-647.
7. Форостяный Д. А., Садков А. Б., Пономоренко С. Л. Разработка технологического процесса лазерной резки низкотемпературной совместно спекаемой керамики (LTCC) // Молодежный научно-технический вестник. – 2017. – №. 5. – С. 50.
8. Rebenklau L., Wolter K. J., Hagen G. Realization of μ -Vias in LTCC Tape // 2006 29th International Spring Seminar on Electronics Technology. – IEEE, 2006. – PP. 55-63.
9. Wang G. et al. Fabrication of microvias for multilayer LTCC substrates // IEEE transactions on electronics packaging manufacturing. – 2006. – VOL. 29. – NO. 1. – PP. 32-41.
10. Kita J. et al. Laser treatment of LTCC for 3D structures and elements fabrication // Microelectronics International. – 2002. – VOL. 19. – NO. 3. – PP. 14-18.
11. Nowak K. M., Baker H. J., Hall D. R. Cold processing of green state LTCC with a CO₂ laser // Applied Physics A. – 2006. – VOL. 84. – NO 3. – PP. 267-270.
12. Филачев А. М., Фукс Б. И. Проблемы электронно-лучевой обработки диэлектриков // Прикладная физика. – 1996. – №. 3. – С. 39-46.
13. Rau E. I. et al. Complex investigations of effects of charging a polymer resist (PMMA) during electron lithography // Russian Microelectronics. – 2013. – VOL. 42. – NO 2. – PP. 89-98.
14. Медовник А. В. и др. Электронно-лучевая обработка керамики // Физика и химия обработки материалов. – 2010. – №. 3. – С. 39-44.
15. Юшков Ю. Г. и др. Форвакуумный плазменный источник импульсных электронных пучков // Приборы и техника эксперимента. – 2011. – №. 2. – С. 85-88.
16. Серба П. В. и др. Электронно-лучевая обработка оптических компонентов на основе боролантановых стекол, применяемых в приборе ориентации по Полярной звезде // Инженерный вестник Дона. – 2011. – Т. 18. – №. 4.

Разработка узла с двумя источниками магнетронного распыления для формирования ультратонких покрытий WSi для SNSPD

*И.В. Михайлова, В.А. Мамонтова, С. Хыдырова, М.Ю. Акишин, Д.Д. Васильев,
К.М. Моисеев*

*Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5, стр. 1
e-mail: ir.v.mikh@gmail.com, d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru*

В статье приведена конструкция узла, состоящего из двух источников магнетронного распыления, с возможностью регулирования угла наклона источников, разработанная специально для повышения равномерности ультратонких покрытий WSi. Сконструирован новый источник магнетронного распыления с косвенным охлаждением и мишенью диаметром 2". Представлены 3D модели конструкций.

Development of a unit with two magnetron sputtering sources for the formation of ultrathin WSi films for SNSPD. I.V.Mikhaylova, V.A.Mamontova, S.Hydyrova, M.Y.Akishin, D.D.Vasilev, K.M.Moiseev. The article describes the design of the assembly consisting of two magnetron sputtering sources, with the ability to control the angle of inclination of the sources, designed specifically to increase the uniformity of WSi ultrathin films. A new magnetron sputtering source with indirect cooling and a 2" target was designed. 3D models of constructions are presented.

Введение

В последние годы возрос интерес к классу оптоэлектрических приборов – однофотонных детекторов оптического излучения, позволяющих с высоким быстродействием регистрировать одиночные кванты света [1]. Квантовые оптические технологии, на которых основаны применения в квантовой криптографии, разработаны для работы на телекоммуникационных длинах волн, т.е. в ближнем ИК диапазоне (0,7...2,3 мкм). В 2001 году был разработан новый тип детекторов – сверхпроводниковый однофотонный детектор SNSPD (Superconducting Nanowire Single Photon Detector) [2]. SNSPD в сравнении с аналогичными типами однофотонных детекторов (фотоумножителями, лавинными фотодиодами) комплексно имеет лучшие параметры: спектральный диапазон от 0,7 до 2,3 мкм, низкий джиттер (менее 40 пс), низкий уровень темновых отсчетов (менее 10 Гц) и квантовая эффективность более 85% [1, 3].

Актуальным направлением исследования являются SNSPD на основе аморфных плёнок силицида вольфрама (WSi) благодаря возможности достичь эффективности детектирования, приближающейся к 100 % [4]. В статье [3] получен результат с квантовой эффективностью 93 %. Аморфная структура WSi подразумевает однородно разупорядоченный материал, который более устойчив к структурным дефектам, что позволяет изготавливать устройства большей площади. Кроме того, аморфная структура слабо зависит от материала подложки, что позволяет легче оптимизировать оптическую связь и поглощение детекторов [5]. В материалах с низкой критической температурой, как у WSi (~5 K), меньше энергетическая щель. В связи с малой энергетической щелью и разупорядоченной структурой WSi при поглощении фотона образуется горячее пятно большего размера, что обуславливает более высокую квантовую эффективность детекторов на основе плёнок WSi по сравнению с NbN [6].

Сформировать плёнку WSi можно несколькими методами: электронно-лучевым испарением, импульсным лазерным осаждением, магнетронным распылением [7]. Метод формирования плёнки WSi должен обеспечивать высокую равномерность толщины покрытия, возможность варьирования скорости осаждения компонентов для достижения требуемой структуры и стехиометрического состава плёнки. Данным требованиям соответствует магнетронное распыление из двух источников. Равномерность обеспечивается зоной эрозии мишени магнетрона, а скорость регулируется с помощью изменения напряжения или тока разряда.

В связи с малой толщиной формируемой плёнки (4...5 нм) необходимо строго соблюдать параметры процесса нанесения: стабильность режимов и время нанесения. Любое отклонение от рассчитанных значений времени или мощностей на источниках приводят к изменениям в толщине и стехиометрическом составе плёнки. Все это влияет на выходной параметр – критическую температуру перехода в сверхпроводящее состояние T_c [8]. Максимальная T_c для WSi составляет порядка 5 К. Такая температура достигается при определенном соотношении толщин компонентов: 25 % Si, 75 % W [7].

В научной группе лаборатории «Элионные процессы и нанотехнологии» разработана установка ВУП-11М для магнетронного распыления тонких плёнок WSi для SNSPD [9]. Распыление происходит из двух магнетронов, расположенных под углом 90° друг к другу. При нанесении двухкомпонентной плёнки WSi при таком расположении магнетронов среднее значение неравномерности распределения материала по толщине составляет порядка 8,5%, что может негативно сказываться на параметрах детектора из-за неоднородности сверхпроводящих свойств пленки по толщине. Предположительно, это связано с тем, что при нанесении двухкомпонентных плёнок из двух источников мишень Si «запыляется» материалом мишени W, так как скорость распыления W выше. Данное явление приводит к изменению стехиометрического состава компонентов плёнки в связи с распылением из мишени первого магнетрона, осажденного на нее материала мишени второго магнетрона [10]. Снижения неравномерности до 5% и менее можно добиться уменьшением угла между магнетронами для предотвращения «запыления» мишени, и обеспечением вращения подложки [11]. В настоящее время на установке ВУП-11М невозможно обеспечить данные требования, поскольку ввод вращения находится на верхнем фланце установки, и вращение подложки происходит только вокруг вертикальной оси камеры. В связи с этим решено модернизировать установку ВУП-11М для обеспечения требований уменьшения неравномерности.

Данная работа посвящена разработке узла с двумя источниками магнетронного распыления, обеспечивающего формирование тонких пленок WSi с наименьшей неравномерностью для их использования в SNSPD. Определены требования к разрабатываемой магнетронной системе, сконструирован новый источник магнетронного распыления и разработана компоновка узла, состоящего из двух источников магнетронного распыления с возможностью наклона источников, учитывающая геометрические размеры камеры и конфигурацию внутрикамерной оснастки установки ВУП-11М.

Узел магнетронной распылительной системы

Для уменьшения неравномерности при модернизации установки нужно обеспечить следующие требования: угол между магнетронами меньше 90° , возможность вращения подложки. Поскольку теоретический расчет расположения магнетронов для минимальной неравномерности может не совпасть с практикой, то желательно предусмотреть варьирование угла между магнетронами. В установке ВУП-11М предусмотрено вращение подложки вокруг центральной вертикальной оси камеры. Тогда магнетронную систему следует расположить в плоскости перпендикулярной оси вращения, то есть на нижнем фланце.

Варианты расположения магнетронов под углом: с помощью разрезанного колена, сварки прямых срезанных труб, гибкого сиффона. Поскольку стоит задача регулировать угол между магнетронами, то подходят варианты с разрезанным коленом и гибким сиффоном. В варианте с коленом сложности с заслонками магнетронов, так как привод заслонки должен сгибаться, и один торец колена придётся сваривать, а сварка в вакууме нежелательна. Вариант с гибким сиффоном является более простым в изготовлении и использовании, поэтому мы остановились на нём. Таким образом, регулирования угла происходит с помощью гибкого сиффона 1 (рис. 1) и направляющих планок 2, взаимное расположение которых регулируется болтовым соединением. Магнетрон соединяется с сиффоном с помощью стандартного хомута KF50. Наибольший угол наклона между магнетронами равен 15° , он ограничивается особенностями конструкции камеры. Камера имеет форму куба с гранью 330 мм с шестью фланцами ДУ320 на сторонах. Магнетронная система располагается на фланце DN250, присоединяемого к камере при помощи конического переходника на ДУ320, для увеличения расстояния между подложкой и мишенями.

Для крепления магнетронной системы к фланцу предназначен патрубок 4, соединяемый стандартным хомутом KF50 с сильфоном 1. Направляющие планки для регулирования угла закрепляются на специальных хомутах 5, установленных на сильфоне 1, с помощью винтового соединения. Для передачи вращения под углом на вал 6, соединяемый с заслонкой 7, используется карданный шарнир.

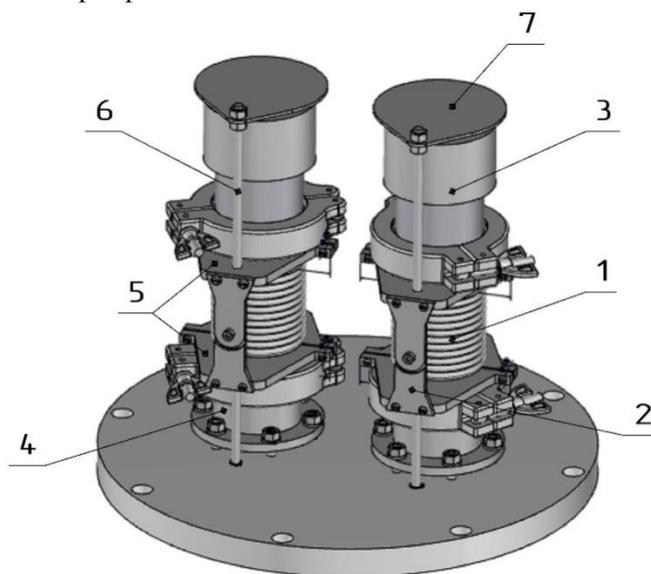


Рис. 1. 3D модель магнетронной системы.

1 – гибкий сильфон; 2 – направляющие планки; 3 – магнетрон; 4 – патрубок; 5 – специальные хомуты для крепления планок; 6 – вал; 7 – заслонка.

Моделирование неравномерности для разработанной магнетронной системы показало, что неравномерность толщины пленки по подложке при вращении подложки и угле между магнетронами более 10° составляет менее 5%.

Источник магнетронного распыления

Процесс распыления зависит от рабочего давления, электрического поля и магнитного поля, которое определяется параметрами магнитов 3 и 4 (рис. 2). Учитывая габариты камеры, на одном фланце можно разместить с наклоном два магнетрона, имеющих диаметр мишеней магнетронов до 2". При таком диаметре мишени для равномерности магнитного поля нужно использовать кольцевой и цилиндрический магниты. Выбран неодимовый кольцевой магнит 4 размерами $\text{Ø}51 \times \text{Ø}52 \times 12$ мм, и неодимовый цилиндрический магнит 3 размером $\text{Ø}12 \times 13$ мм. Для выравнивания магнитного поля под магнитами располагается магнитопровод 7 из магнитного материала.

Магниты располагаются в крышке 5. На крышку устанавливается мишень 1 и базируется прижимным кольцом 6 с помощью шести установочных винтов М4. В процессе магнетронного распыления только 3% энергии идет на полезный процесс, а остальное – на тепловой нагрев мишени [12], что может привести к нагреву магнитов выше точки Кюри. Для предотвращения размагничивания магнитов, в крышке предусмотрены каналы, в которые непрерывно подается вода для охлаждения магнитов. В нижней части крышки имеются резьбовые отверстия для крепления к ней основания 8. При этом в каждое резьбовое отверстие крышки, как для крепления прижимного кольца 6, так и для крепления основания 8, входят боковые отверстия для выхода запертого воздуха. Крышка имеет 3 канавки для уплотнений.

Базовой деталью магнетрона является основание 8, конструкция которого обеспечивает охлаждение магнетрона, сжатие всех уплотнений и подачу потенциала. В корпусе имеется канавка для установки стопорного кольца, на которое устанавливается прижимающее кольцо 10. При вкручивании болтов М5 в кольцо 10 все детали магнетрона прижимаются друг к другу, тем самым сжимая уплотнения 11 и обеспечивая вакуумную герметичность. Также в кольце 10

предусмотрено резьбовое отверстие М3 для крепления контакта от блока питания с потенциалом до 1000 В. Для того, чтобы не произошло короткого замыкания между катодом и заземленным анодом, на катод устанавливают два изолятора 13 и 14, которые имеют уступы для вхождения друг в друга при сборке конструкции.

Элементы, расположенные снаружи основания 8, находятся внутри корпуса 12. Корпус имеет фланец KF50, с помощью которого магнетрон крепится к остальной конструкции. На корпус крепится анод 2, который может выдвигаться на расстояние до 30 миллиметров. Это необходимо для фокусировки потока распыления и предотвращения «запыления» элементов вокруг мишени, в том числе подвижных механических элементов.

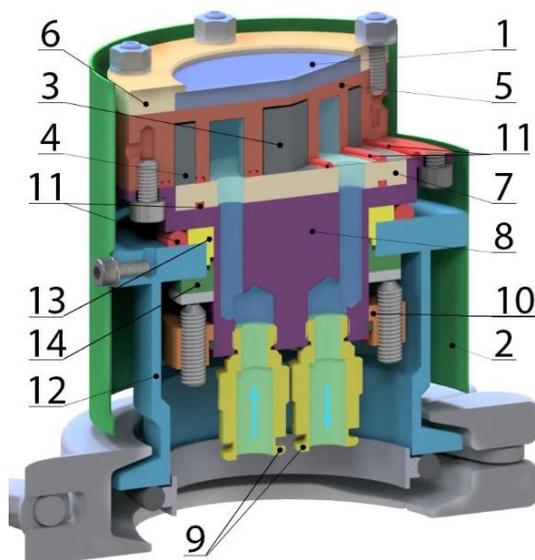


Рис. 2. Магнетрон в разрезе.

- 1 – мишень; 2 – анод; 3 – цилиндрический магнит; 4 – кольцевой магнит;
5 – крышка; 6 – прижимное кольцо; 7 – магнитопровод; 8 – основание;
9 – фитинг; 10 – кольцо; 11 – уплотнение; 12 – корпус внешний; 13 – изолятор;
14 – изолятор внешний.

Результаты

Разработан узел с двумя источниками магнетронного распыления, расположенными на одном фланце DN250, с возможностью регулирования угла между магнетронами от 0 до 15°. Для данной магнетронной системы разработана конструкция источника магнетронного распыления с косвенным охлаждением, с возможностью установки мишени диаметром 2", изменяемым положением анода и установочным фланцем KF50.

По результатам моделирования разработанная конструкция магнетронной системы обеспечивает неравномерность толщины по подложке менее 5% при угле между магнетронами более 10°.

Заключение

Уменьшить неравномерность соотношения материалов по толщине ультратонкой плёнки WSi можно с помощью предотвращения запыления мишеней друг другом, а неравномерность толщины по подложке обеспечением вращения подложки. В связи с этим при модернизации установки ВУП-11М новая магнетронная система располагается на нижнем фланце камеры для распыления WSi на вращающуюся подложку и имеет регулируемый угол между магнетронами от 0 до 15°, что обеспечивает неравномерность толщины по подложке менее 5%, а наличие цилиндрического анода позволяет исключить запыление мишеней магнетронов друг друга, что обеспечивает неравномерность соотношения материалов по толщине пленки, близкой к 0%.

Литература

1. О.В.Минаева, О.В. Окунев, Г.М. Чулкова, А.А. Корнеев, К.В. Смирнов, Б.М. Воронов, Ю.Б. Вахтомин, А.В. Дивочий, М.А. Тархов, Н.С. Каурова, В.А. Селезнев, И.И. Милостная, Г.Н. Гольцман. Быстродействующий однофотонный детектор на основе тонкой сверхпроводниковой пленки NbN: монография: научное издание // М.: Прометей, 2013– С. 144.
2. Gol'tsman G., Okunev O., Chulkova G., Lipatov A., Semenov A., Smirnov K., Voronov B., Dzardanov A., Williams C. and Sobolewski R. 2001*Appl. Phys. Lett.***79**, 705.
3. Marsili, F., Verma V., Stern J., Harrington S., Lita A., Gerrits T. and Nam S. 2013*Nat. Photon.***7**, 210.
4. Zhang X., Engel A., Wang Q., Schilling A., Semenov A., Sidorova M., Hubers H., Charaev I., Ilin K. and Siegel M. 2016*Phys. Rev.* **94**, 174509.
5. Панфилов Ю.В. Конспект лекций по курсу «Элионные процессы и нанотехнологии»: Библиотека Наноинженерии. – М.: МГТУ им.Н.Э.Баумана, 2008 – С. 40.
6. Murphy R., Grein M., Gudmundsen T., McCaughan A., Najafi F., Berggren K., Marsili F., Dauler E. 2015 *CLEO: QELS_Fundam. Sci.*
7. Kondo S. 1992 *J. of mater. res.***7**, 853.
8. Seleznev V., Divochiy A., Vakhtomin Yu., Morozov P., Zolotov P., Vasil'ev D., Moiseev K., Malevannaya E. and Smirnov K. 2016 *J. of Phys.: Conf. Ser.***737**, 012032.
9. Vasilev D., Malevannaya E. and Moiseev K. 2017 *J. of Phys.: Conf.Ser.***872**, 012027.
10. Д.Д. Васильев, Е.И. Малеванная, К.М. Моисеев. Исследование скорости осаждения ультратонких сверхпроводящих пленок WSi при варьировании энергии частиц осаждаемого материала // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXV научно-технической конференции. М.: НОВЕЛЛА. 2018 – С.221-227.
11. Васильев Д.Д., Малеванная Е.И., Моисеев К.М. Распределение соотношения компонентов по подложке при нанесении ультратонких пленок WSi из двух источников методом магнетронного распыления // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXII научно-технической конференции. Под редакцией академика А.С.Бугаева. М.:.2015 – С.18-22.
12. Krutenat R., Jesick W. 1970*J. Vac. Sci. Techn.*, **7**, S40.

Фотолитография с теневым экспонированием: состояние и перспективы

Ю.Б. Цветков

Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1

e-mail: tsvetkov@bmsu.ru

Проведен анализ возможностей и перспектив систем фотолитографии с теневым экспонированием. Приведена классификация систем на основе выделения в технологических комплексах наиболее существенных объектов рассмотрения: целей, методов, средств (оборудования). Выделены две наиболее крупные группы технологических методов, реализующих процессы в контакте и микрозазоре, проанализированы методы повышения разрешения теневой фотолитографии, направления и достижения в области разработки соответствующего оборудования. Выявлены направления развития систем теневой фотолитографии для достижения субволнового разрешения.

Photolithography systems with shadow exposure. Yu.B. Tsvetkov. The analysis of the capabilities and prospects of photolithography systems with shadow exposure is made. The classification of systems based on the allocation in technological complexes of the most essential objects of consideration: goals, methods, means (equipment) is given. The two largest groups of technological methods that implement processes in contact and microgap are identified, methods for increasing the resolution of shadow photolithography, directions and achievements in the development of appropriate equipment are analyzed. The directions of the development of shadow photolithography systems to achieve sub-wave resolution are revealed.

Введение

Ключевым процессом микро- нанотехнологий, обеспечивающим локализацию зон обработки и возможность одновременного формирования с структур микронными и нанометровыми размерами элементов, является микролитография.

Исторически первым видом микролитографии является фотолитография с теневым экспонированием (shadowprinting). В этом методе экспонирование фоторезиста на подложке ультрафиолетовым излучением через фотошаблон проводится при создании между ними плотного контакта (contact) или контролируемого микрозазора (proximity) (рис. 1).

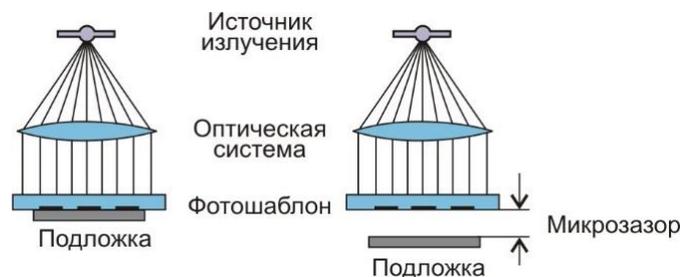


Рис. 1. Экспонирование в контакте и с микрозазором.

Важным достоинством фотолитографии с теневым экспонированием является одновременная передача топологии фотошаблона на всю рабочую поверхность подложки. Применяемые для этого установки совмещения и экспонирования (УСЭ, maskaligners) были доминирующим инструментом литографии в течение первых 20 лет полупроводниковой промышленности.

Начиная с 1980-х годов индустрия перешла на проекционную литографию. Однако УСЭ не только не были ликвидированы, напротив, ежегодно производится сотни установок этого

типа. Функциональные возможности современных УСЭ значительно расширились, они могут в автоматическом режиме обрабатывать пластины диаметром до 300 мм обеспечивая высокую производительность и рентабельность процесса [1].

Этот стабильный успех фотолитографии с теневым экспонированием объясняется, прежде всего, тем, что стоимость альтернативного проекционного оборудования для микролитографии удваивается примерно каждые 4,4 года. При этом, число функциональных слоев на пластине возросло до более чем 35 слоев [1].

Поэтому экономичные и очень надежные УСЭ по-прежнему широко используются для формирования некритических слоев интегральных микросхем, так же как при изготовлении широкого круга микро- и наносистем.

Не менее важным направлением развития фотолитографии с теневым экспонированием является разработка способов повышения разрешения метода до нанометрового уровня. Это особенно важно при отработке перспективных технологий в рамках научно-исследовательских работ в университетских лабораториях, исследовательских центрах, при запуске малых предприятий.

Все это послужило причиной возрождения на новом витке развития микротехнологий систем экспонирования для теневой фотолитографии.

Цель обзора - сравнительный анализ современных методов фотолитографии с теневым экспонированием для расширения представлений об этих методах и их возможностях в современной микро- нанотехнологии.

Теневое экспонирование: классификация и анализ

Методологически теневую фотолитографию целесообразно рассматривать как технологический комплекс, понимая под технологией совокупность методов и средств для достижения заданных целей. Объектами рассмотрения в данном случае становятся цели, методы, средства (оборудование) теневой фотолитографии (таблица 1).

Цели теневой фотолитографии определяют широкий спектр ее возможных применений – как в традиционных для микротехнологии процессах, так и в инновационных, требующих достижения экстремального, вплоть до субволнового разрешения.

Этим объясняется множество различных методов и средств, разработанных начиная с полувексовых разработок вплоть до исследований последних лет.

Таблица 1. Объекты рассмотрения технологических комплексов теневой фотолитографии.

Цели	<ul style="list-style-type: none">• Обеспечение высокой производительности и рентабельности при формировании широкого круга микроструктур с размерами от 2-3 мкм• Достижение субмикронного и субволнового разрешения в условиях прототипного, опытного производства
Методы	<ul style="list-style-type: none">• Способы экспонирования• Методы повышения разрешения
Средства - оборудование, инструменты	<ul style="list-style-type: none">• Фотошаблон для передачи заданной топологии\• Источник излучения (длина волны)• Оптическая система формирования потока излучения• Устройство создания контакта или заданного микрозазора

Методы теневой фотолитографии включают способы экспонирования и методы повышения разрешения процесса.

Совокупность *способов экспонирования* в теневой фотолитографии можно представить

в следующей классификации (таблица 2).

Современные УСЭ позволяют проводить процесс в двух вариантах размещения фотошаблона относительно подложки:

- в контакте,
- с микрозазором.

Таблица 2. Классификация способов экспонирования в теневой фотолитографии.

СПОСОБ ЭКСПОНИРОВАНИЯ	КОНТАКТ		ЗОНА ЭКСПОНИРОВАНИЯ	ПРИЖИМ	ФОТОРЕЗИСТ
		Жесткий	Фотошаблон	<ul style="list-style-type: none"> • Все поле 	<ul style="list-style-type: none"> • Мягкий • Плотный • Вакуумный
Ближнеполевой	Гибкий	Фотошаблон	<ul style="list-style-type: none"> • Все поле • Модуль 	Вакуумный	Субволновой Двухслойный
		Подложка	<ul style="list-style-type: none"> • Все поле 		
	Конформный	Рельефный эластичный фотошаблон	<ul style="list-style-type: none"> • Выступы рельефа • Краевой фазовый сдвиг • Зонды на выступах • Наклонные грани выступов 	Адгезионный	
	МИКРОАЗОР		Дифракционное фокусирование Эффект Талбота	<ul style="list-style-type: none"> • Все поле 	

Основная задача первого варианта – обеспечить максимально плотный контакт подложки и фотошаблона, во-первых, для максимального уменьшения дифракционных явлений, в том числе – в ближнем поле (*nearfield*). Второй вариант применяется для экономичного обеспечения приемлемого разрешения с уменьшением побочных явлений контактного метода – повреждений и износа фотошаблона при контактах, а также при для реализации ряда оптических явлений, способствующих достижению высокого разрешения.

Контактное экспонирование

Для полной реализации потенциальных возможностей метода необходимо обеспечить оптический контакт фотошаблона и подложки, т.е. максимально плотное и полное прилегание их рабочих поверхностей друг к другу. Однако в реальных условиях такой контакт невозможен. Исходная неплоскостность подложки, возрастающая после высокотемпературных технологических операций, неравномерность толщины слоя фоторезиста, микрочастицы, попадающие между фотошаблоном и подложкой – все это препятствует равномерному плотному контакту.

Стремление в полной мере использовать возможности контактного экспонирования привело к его разнообразным модификациям и совершенствованию. Можно выделить три (до недавнего времени – два [2]) основных варианта контакта фотошаблона и подложки:

- жесткий (*rigid*)
- гибкий (*flexible*)
- конформный (*conformal*)

Жесткий контакт двух твердых тел может достигаться различными способами (таблица 3):

- механическим пружинным прижимом,
- дополнительной подачей давления азота под поверхность подложки,
- дополнительным вакуумированием полости между фотошаблоном и подложкой.

Таблица 3. Виды контакта.

Контакт	Определение	Давление, Н/см ²	Разрешение, мкм
Мягкий	Пружинный прижим подложки к фотошаблону.	0,05	2
Плотный	Дополнительная подача давления азота под подложку	0,22	1
Вакуумный	Вакуумирование полости между фотошаблоном и подложкой.	3	0,8

Гибкий контакт обеспечивающий более плотное прилегание фотошаблона и подложки друг к другу, основан на применении тонких стеклянных фотошаблонов (0,15-0,25 мм), обеспечивающих более полное прилегание к подложке при обычном механическом прижиге.

Вариантом метода является использование гибкости достаточно тонких подложек. При вакуумном прижиге таких подложек к тонким кварцевым фотошаблонам совместно с использованием источника короткого ультрафиолета (0,2-0,26 мкм) получены линии шириной 0,5 мкм с зазорами 0,25 мкм между ними [3].

Уменьшение толщины фотошаблонов до 0,15 мм, использование в качестве основы плавного кварца, в нижний слой которого внедрен маскирующий рисунок из хрома толщиной 40 нм, позволило получить рисунок с шириной линия / зазор 100 нм [4,5].

Обеспечение плотного контакта по всему рабочему полю двух хоть и гибких, но твердых, хрупких объектов (кварцевого фотошаблона и кремниевой подложки) ограничено из-за микрочастиц между ними и локальной неплоскости подложки.

Конформный контакт основан на применении фотошаблонов из эластомеров – эластичных и упругих полимеров, восстанавливающих свою форму после снятия напряжения. Наиболее часто используемый материал для изготовления конформных фотошаблонов - полидиметилсилоксан (*PDMS*) обладает малым модулем упругости и высокой прочностью.

Рабочие поверхности таких эластичных шаблонов выполняются рельефными так, чтобы контактировать с подложкой только выступами, образуя конформный контакт с полным прилеганием. Конформный контакт с рельефными эластичными фотошаблонами позволяет осуществить:

- ввод излучения в локализованных плотным контактом участках,
- редукцию изображения за счет краевого фазового сдвига.

Метод локализации контактирующих участков фотошаблона для ввода излучения реализуется за счет формирования на эластичных фотошаблонах выступов, контактирующих с фоторезистом, на которых формируется топология микроструктур. Эти выступы выполняют роль световодов, проводящих излучение к поверхности фоторезиста (*LightCouplingMask - LCM*)[5].

Расчетанный предел разрешения LCM метода составляет $\lambda/2n$. Для апробированных параметров $\lambda = 256$ нм и $n=1,6$ получены рельефы в фоторезисте шириной 100 нм, что близко к расчетному значению [6].

Формирование субволновых изображений за счет краевого фазового сдвига основано на использовании эластомерного фотошаблона, аналогичного LCM с рельефными выступами на рабочей поверхности. При конформном контакте с фоторезистом на краях выступов возможен фазовый сдвиг, возникающий при взаимодействии соседних волн, проходящих через эластомер и воздушный зазор соответственно.

Максимальный контраст этого типа получается, если фазовая задержка между волнами составляет π . Этот эффект проявляется только при соблюдении определенного соотношения длины волны излучения и высоты рельефа [7,8,9].

Высота выступов выбирается из условия сдвига фаз соседних волн на $n \times \pi$, обеспечивая нулевую интенсивность излучения. Ширина зоны с минимальной интенсивностью излучения в среде фоторезиста составляет около четверти длины волны экспонирующего излучения (90-100 нм) [7,8]. Метод позволяет получать как выступающие рельефы, так и узкие углубления, соответственно, в позитивном и в обрабатываемом фоторезистах [10,11,12]. Уточненные расчеты процессов в ближнем поле предсказывают возможность получения параллельных линий шириной 50 нм [13,14], в работе [15] получены углубленные и выступающие рельефы шириной 30-50 нм.

Экспонирование с микрозазором

Контролируемый микрозазор может служить основой проявления оптических явлений, способствующих существенному повышению разрешения. К числу таких явлений относятся дифракционное фокусирование и эффект Тальбота.

Дифракционное фокусирование. При определенных соотношениях между микрозазором, длиной волны излучения и шириной окна на фотошаблоне возможно формирование распределения интенсивности в виде узкого пика.

Ширина кривой распределения интенсивности в зоне пика может быть меньше ширины основания кривой в 3-4 раза. При подборе соответствующего времени экспонирования можно достичь в зоне пиковой интенсивности такой локальной экспозиции, что при экспонировании проявится участок фоторезиста только в этой зоне. При этом в фоторезисте получится микрорельеф, ширина которого значительно меньше, чем размер окна на фотошаблоне

Это явление, проявляющееся как дифракционное фокусирование и аналогичное действию однозонной линзы Френеля, описанное в [16] и экспериментально исследованное [17] стало вновь популярным через 15-20 лет с появлением рентгенолитографии [18,19,20] и экстремального ультрафиолета [21]. В этих системах малая длина волны излучения позволяет рассматривать применение дифракционного фокусирования (*critical condition*) в нанометровом диапазоне (25-100 нм). При этом расчетные значения микрозазора при экспонировании составляют от единиц до десятков микрометров и даже более 100 мкм [30], что вполне реализуемо в современном литографическом оборудовании.

Эффект Тальбота. Проявляется при экспонировании регулярных структур, аналогичных дифракционным решеткам. При падении плоской волны на периодическую дифракционную решетку, изображение решетки повторяется на регулярном расстоянии от ее плоскости. Это расстояние называется длиной Тальбота, а повторяющиеся изображения - самоизображениями.

Кроме того, на половине длины Тальбота также возникает самоизображение, но смещенное по фазе на половину периода. При меньших долях длины Тальбота также можно наблюдать фрактальную структуру субизображений с постоянно уменьшающимся размером, часто называемым ковром Тальбота [21-30]. Метод реализован на серийных УСЭ МА6, МА8 фирмы SUSS MicroTec, позволив получить разрешение 600-800 нм при микрозазорах 60-100 мкм [26].

Глубина резкости плоскостей Тальбота (depthoffield - DOF) масштабируется пропорционально квадрату периода решетки. Например, для рисунка с периодом 400 нм и с длиной волны 365 нм, DOF составляет всего около 50 нм. Это предъявляет жесткие требования к плоскостности подложки и механизму юстировки. Для преодоления проблемы малой глубины резкости плоскостей Тальбота предложено использовать источник, имеющий более

широкий спектр длин волн, которые, перекрываясь, расширяют DOF[27]. Аналогичный результат получен за счет динамического изменения расстояния между фотошаблоном и подложкой во время экспонирования - Displacement Talbot lithography (DTL) [28]. Практическая реализация этого подхода на серийных УСЭ ведется с дискретными (200 нм) перемещениями во время экспонирования [29, 30].

В обобщающей работе [31] показана возможность достижения разрешения менее 100 нм на больших полях методом DTL в обычных фоторезистах.

Методы повышения разрешения

Фазосдвигающие шаблоны и коррекция оптической близости

Применение взамен традиционных бинарных шаблонов, регулирующих амплитудное пропускание излучения, шаблонов с комплексной функцией пропускания σ – фазосдвигающих шаблонов (PhaseShiftMask – PSM) известно с 1980-х годов [32]. и подробно исследовано применительно к проекционному экспонированию [33].

Аналогичные шаблоны, модулирующие фазу и выполняющие коррекцию оптической близости (OpticalProximityCorrection – OPC) [34], находят все большее распространение в качестве средства повышения разрешения теневой фотолитографии. Реализующие обе эти функции фотошаблоны (Wave-OpticalMask) [35] обеспечивают получение разрешения 3 мкм линия/зазор. Применение лазерного источника излучения с длиной волны 368,3 нм позволило довести разрешение до 1,5 мкм при зазоре 50 мкм [36]. Использование рельефных кварцевых фазосдвигающих фотошаблонов позволило при изготовлении дифракционной решетки получить период 800 нм (1250 линий/мм) [37].

Поверхностные плазмон-поляритоны

Поверхностные плазмон-поляритоны (surface plasmon polariton SPP) - это коллективные движения (волны) поверхностных электронов на границе раздела металла и диэлектрика.

SPP могут возбуждаться оптическим излучением, действующим на металлические пленки на поверхности диэлектрика. Проходя через оптическую среду с относительно большим показателем преломления, например, стекло фотошаблона, излучение проникает в металл и возбуждает колебания свободных электронов металла (электронной плазмы – отсюда и название "плазмоны"). В этой плазме возникают поверхностные плазмонные волны электронов металла (электронной плазмы, – отсюда и название "плазмоны").

Энергия колебаний плазмонной волны сосредоточена в очень тонком (100-200 нм) слое возле поверхности металлической пленки. Скорость распространения плазмонной волны в несколько раз меньше скорости света в вакууме. Поэтому при той же частоте колебаний длина плазмонной волны во столько же раз меньше, чем длина волны света в вакууме. Благодаря этому плазмонные волны удается сконцентрировать на участке намного меньших размеров, чем световой пучок. В практической реализации метода алюминиевая пленка (плазмонная маска) толщиной 80 нм на поверхности кварцевого шаблона контактировала с пленкой фоторезиста SU-8 (спейсером) толщиной 30 нм. В маске реактивным ионным травлением были получены отверстия диаметров 40 нм с шагом 170 нм. Экспонирование ультрафиолетовым излучением (365 нм) позволило получить набор микроструктур с размером 90 нм, т.е. равным четверти длины экспонирующего излучения [38]. Анализ возможностей, ограничений и перспектив развития метода на основе поверхностных плазмон-поляритонов приведен в работах последних лет [39-41].

Средства теневой фотолитографии: оборудование, инструменты

Оборудование для теневой фотолитографии – установки совмещения и экспонирования (УСЭ) – прошли пятидесятилетний путь развития от ручных установок для обработки подложек диаметром 25 мм, до автоматизированных комплексов, обеспечивающих субмикронное и нанометровое разрешение на подложках до 300 мм.

Современные УСЭ представляют собой комплексные системы, способные реализовать все способы теневого экспонирования, как контактные, так и с микрозазором, совместно с методами повышения разрешения процесса. Ключевыми подсистемами УСЭ применительно к формированию микроизображения являются:

- источник излучения,
- оптическая система формирования потока излучения,
- фотошаблон.

Источники излучения УСЭ

Традиционным источником экспонирующего излучения в теневой литографии являются дуговые ртутные лампы высокого давления (HgArclamps), обеспечивающие излучение с длинами волн 436(g-line), 405(h-line), 365(i-line) нм, имеющие мощность в диапазоне 2-5 кВт. Необходимость охлаждения ртутных ламп, их ограждения на случай взрыва, высокое напряжение и ток питания - все это требует затрат и квалифицированного обслуживания.

Альтернативными источниками ультрафиолетового излучения являются ультрафиолетовые светодиодные (UVLED) источники. Они обеспечивают излучение в том же диапазоне длин волн 365 нм, 405 нм, 436 нм или их комбинацию. Работы в этом направлении ведущих производителей УСЭ – EVG [42,43], Suss [44,45] показали, что светодиодные источники не уступают ртутным лампам в обеспечении разрешения процесса, имея при этом больший срок службы, уменьшенное электропотребление, не требуя систем охлаждения и ограждения, не создают проблем с утилизацией отработанных источников. Это делает их доступными при создании специализированных установок [46,47,48,49].

Лазеры до недавнего времени редко применялись в теневой фотолитографии, поскольку оптические системы не обеспечивали приемлемый угловой спектр излучения. Современные системы микро-оптики позволяют регулировать угловой спектр и обеспечивают требуемую равномерность освещения рабочей области при использовании эксимерных [50], диодных [51] лазеров

Оптические системы УСЭ

Гомогенизация экспонирующего излучения (его высокая однородность), формирование коллимированного потока излучения с равномерным угловым спектром по всему полю маски, телецентричность потока и возможность его регулирования являются основными требованиями к оптическим системам.

Для придания этих свойств излучению от источника используются оптические интеграторы. Наряду с традиционными интеграторами Келера [52] разработан ряд новых систем [53], среди которых наиболее эффективными являются двойные интеграторы Келера, применяемые в системах микрооптики (MO Exposure Optics) серийного оборудования фирмы Suss [54-58]

Фотошаблоны являются неотъемлемой и важной частью систем теневой фотолитографии.

Именно они реализуют технологии повышения разрешения метода (коррекцию оптической близости, фазовый сдвиг. Характерной особенностью фотошаблонов в ближнем поле (в субволновом диапазоне) является способ размещения маскирующих элементов. В работе [59] выделены следующие варианты:

- выступающие металлические маскирующие элементы,
- металлические маскирующие элементы, внедренные в прозрачный материал основы (metal-embedded masks, MEM),
- профилированная рабочая поверхность с выступами и маскирующими элементами в углублениях (light-coupling masks, LCM).

Моделирование и экспериментальная оценка показали большую эффективность шаблонов с внедренными маскирующими элементами и размещенными в углубления профиля по сравнению с традиционными бинарными шаблонами в выступающими элементами.

В качестве материала основы фотошаблонов может использоваться боросиликатное стекло (borosilicateglass) [60], плавленный кварц (fusedsilica) [61,62], фторидкальция CaF_2 , сапфир [63].

Традиционным маскирующим покрытием является хром со следующими параметрами:

- толщина 100нм ($\lambda > 248$ нм), 70 нм ($\lambda = 193$ нм),
- оптическая плотность - 3 для толщин 70-100 нм, допускается значение 2,5 для толщины 50 нм

Для гибкого ближнепольного контакта могут также использоваться фотошаблоны из кремния толщиной 2 мм, в которых методом осаждения из паровой фазы формируются мембраны толщиной 1 мкм. В качестве маскирующего покрытия используется NiCr толщиной 50 нм [64,65].

Заключение

Современная фотолитография с теневым экспонированием является универсальным и экономичным методом формирования микроструктур в широком диапазоне технологических областей.

Разработанные и хорошо освоенные в этой области способы экспонирования, методы повышения разрешающей способности процесса применимы в условиях как промышленного, так и опытного производства.

Исследования в области формирования оптического изображения в ближнем поле дали возможность получать структуры с субволновыми размерами на всем рабочем поле подложки в условиях исследовательских лабораторий, без применения экстремально дорогого оборудования проекционной литографии.

Методы с использованием оптических эффектов Гальбота, поверхностных плазмон-поляритонов доведены до практической реализации на серийных установках, обеспечивая разрешение в пределах 50-100нм.

Литература

1. Voelkel, R., Vogler, U., Bramati, A., Weichelt, T., Stuerzebecher, L., Zeitner, U. D., ... & Zoberbier, R. (2012, March). Advanced mask aligner lithography (AMALITH). In *Optical Microlithography XXV* (Vol. 8326, p. 83261Y). International Society for Optics and Photonics.
2. Everett, P. N., Delaney, W. F., & Griswold, M. P. (1991, July). Flexible And Rigid Masks And Alignment In Binary Optics. In *LEOS 1991 Summer Topical Meetings on Epitaxial Materials and In-Situ Processing for Optoelectronic Devices. Photonics and Optoelectronics* (pp. 19-20). IEEE.
3. Smith, H. I., Efremow, N., & Kelley, P. L. (1974). Photolithographic Contact Printing of 4000Å Linewidth Patterns. *Journal of The Electrochemical Society*, 121(11), 1503-1506.
4. Melngailis J, Smith, H. I., & Efremow N. (1975). Instrumentation for conformal photomask lithography. *IEEE Trans. Electron Devices*, 22 (7), 496-498.
5. Schmid, H., Biebuyck, H., Michel, B., & Martin, O. J. (1998). Light-coupling masks for lensless, sub-wavelength optical lithography. *Applied Physics Letters*, 72(19), 2379-2381.
6. Paulus, M., Michel, B., & Martin, O. J. (1999). Near-field distribution in light-coupling masks for contact lithography. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 17(6), 3314-331.
7. Rogers, J. A., Paul, K. E., Jackman, R. J., & Whitesides, G. M. (1997). Using an elastomeric phase mask for sub-100 nm photolithography in the optical near field. *Applied physics letters*, 70(20), 2658-2660.
8. Rogers, J. A., Paul, K. E., Jackman, R. J., & Whitesides, G. M. (1998). Generating ~ 90 nanometer features using near-field contact-mode photolithography with an elastomeric phase mask. *Journal*

- of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 16(1), 59-68.
9. Hesjedal, T., & Seidel, W. (2002). Near-field elastomeric mask photolithography fabrication of frequency surface acoustic wave transducers. *Nanotechnology*, 14(1), 91.
 10. Aizenberg, J., Rogers, J. A., Paul, K. E., & Whitesides, G. M. (1997). Imaging the irradiance distribution in the optical near field. *Applied physics letters*, 71(26), 3773-3775.
 11. Aizenberg, J., Rogers, J. A., Paul, K. E., & Whitesides, G. M. (1998). Imaging profiles of light intensity in the near field: applications to phase-shift photolithography. *Applied optics*, 37(11), 2145-2152.
 12. Paul, K. E., Zhu, C., Love, J. C., & Whitesides, G. M. (2001). Fabrication of mid-infrared frequency-selective surfaces by soft lithography. *Applied optics*, 40(25), 4557-4561.
 13. Maria, J., Jeon, S., & Rogers, J. A. (2004). Nanopatterning with conformable phase masks. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 166(1-3), 149-154.
 14. Li, Z. Y., Yin, Y., & Xia, Y. (2001). Optimization of elastomeric phase masks for near-field photolithography. *Applied Physics Letters*, 78(17), 2431-2433.
 15. Odom, T. W., Thalladi, V. R., Love, J. C., & Whitesides, G. M. (2002). Generation of 30– 50 nm structures using easily fabricated, composite PDMS masks. *Journal of the American Chemical Society*, 124(41), 12112-12113.
 16. Оптические основы контактной фотолитографии / Г. Н. Березин, А. В. Никитин, Р. А. Сурис. - М.: Радио и связь, 1982. - 103 с.: ил.; 20 см.
 17. Особенности дифракционного фокусирования в контактной фотолитографии с использованием коротковолнового ультрафиолетового излучения / Ю.Б. Цветков, И.Н. Рубцов, В.В. Ульянов, А.Н. Якименко // Электронная техника. Сер.2. – 1984. - Вып. 5(171). - С.6-12.
 18. Vladimirovsky, Y., Bourdillon, A., Vladimirovsky, O., Jiang, W., & Leonard, Q. (1999). Demagnification in proximity x-ray lithography and extensibility to 25 nm by optimizing Fresnel diffraction. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 32(22), L114–L118.
 19. Ren, K. J., Leonard, Q. J., Vladimirovsky, Y., Bourdillon, A. J. (2000). *Emerging Lithographic Technologies IV*.
 20. Bourdillon, A. J., & Boothroyd, C. B. (2001). Proximity correction simulations in ultra-high resolution x-ray lithography. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 34(22), 3209–3213.
 21. Danylyuk, S., Kim, H. S., Brose, S., Dittberner, C., Loosen, P., Taubner, T., ... & Juschkin, L. (2013). Diffraction-assisted extreme ultraviolet proximity lithography for fabrication of nanophotonic arrays. *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena*, 31(2), 021602.
 22. Seyd-Darwish, I., Taboury, J., & Chavel, P. (1993). Recording conditions of an array-illuminator hologram based on the Talbot effect. *Applied optics*, 32(35), 7135-7144.
 23. Yeh, W. H., Mansuripur, M., Fallahi, M., & Penner, R. S. (1999). Talbot imaging with increased spatial frequency: a technique for replicating truncated self-imaging objects. *Optics communications*, 170(4-6), 207-212.
 24. Suleski, T. J., Chuang, Y. C., Deguzman, P. C., & Barton, R. A. (2005, January). Fabrication of optical microstructures through fractional Talbot imaging. In *Micromachining Technology for Micro-Optics and Nano-Optics III* (Vol. 5720, pp. 86-93). International Society for Optics and Photonics.
 25. Isoyan, A., Jiang, F., Cheng, Y. C., Cerrina, F., Wachulak, P., Urbanski, L., ... & Marconi, M. (2009). Talbot lithography: self-imaging of complex structures. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 27(6), 2931-2937.
 26. Stuerzebecher, L., Harzendorf, T., Vogler, U., Zeitner, U. D., & Voelkel, R. (2010). Advanced mask aligner lithography: fabrication of periodic patterns using pinhole array mask and Talbot effect. *Optics express*, 18(19), 19485-19494.
 27. Solak, H. H., & Ekinici, Y. (2005). Achromatic spatial frequency multiplication: A method for production of nanometer-scale periodic structures. *Journal of Vacuum Science & Technology B:*

- Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, 23(6), 2705-2710.
28. Solak, H. H., Dais, C., & Clube, F. (2011). Displacement Talbot lithography: a new method for high-resolution patterning of large areas. *Optics express*, 19(11), 10686-10691.
 29. Stuerzebecher, L., Fuchs, F., Harzendorf, T., & Zeitner, U. D. (2014). Pulse compression grating fabrication by diffractive proximity photolithography. *Optics letters*, 39(4), 1042-1045.
 30. Dunbar, L. A., Nguyen, D., Timotijevic, B., Vogler, U., Veseli, S., Bergonzi, G., ... & Stanley, R. P. (2014, March). Talbot lithography as an alternative for contact lithography for submicron features. In *Advanced Fabrication Technologies for Micro/Nano Optics and Photonics VII* (Vol. 8974, p. 89740F). International Society for Optics and Photonics.
 31. Chausse, P. J. P., Le Boulbar, E. D., Lis, S. D., & Shields, P. A. (2019). Understanding resolution limit of displacement Talbot lithography. *Optics express*, 27(5), 5918-5930.
 32. Levenson, M. D., Viswanathan, N. S., & Simpson, R. A. (1982). Improving resolution in photolithography with a phase-shifting mask. *IEEE Transactions on electron devices*, 29(12), 1828-1836.
 33. Pati, Y. C., & Kailath, T. (1994). Phase-shifting masks for microlithography: Automated design and mask requirements. *JOSA A*, 11(9), 2438-2452.
 34. Word, J., & Sakajiri, K. (2006, March). OPC to improve lithographic process window. In *Design and Process Integration for Microelectronic Manufacturing IV* (Vol. 6156, p. 61561I). International Society for Optics and Photonics.
 35. Bühling, S., Wyrowski, F., Kley, E. B., Nellissen, A. J. M., Wang, L., & Dirkzwager, M. (2001). Resolution enhanced proximity printing by phase and amplitude modulating masks. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 11(5), 603.
 36. Cirino, G. A., Mansano, R. D., Verdonck, P., Cescato, L., & Neto, L. G. (2010). Diffractive phase-shift lithography photomask operating in proximity printing mode. *Optics express*, 18(16), 16387-16405.
 37. Stuerzebecher, L., Fuchs, F., Harzendorf, T., & Zeitner, U. D. (2014). Pulse compression grating fabrication by diffractive proximity photolithography. *Optics letters*, 39(4), 1042-1045.
 38. Srituravanich, W., Fang, N., Sun, C., Luo, Q., & Zhang, X. (2004). Plasmonic nanolithography. *Nano letters*, 4(6), 1085-1088.
 39. Liu, H., & Teng, J. (2013). Plasmonic nanolithography: towards next generation nanopatterning. *Journal of Molecular and Engineering Materials*, 1(01), 1250005.
 40. Baek, S., Kang, G., Kang, M., Lee, C. W., & Kim, K. (2016). Resolution enhancement using plasmonic metamask for wafer-scale photolithography in the far field. *Scientific reports*, 6, 30476.
 41. Kong, W., Luo, Y., Zhao, C., Liu, L., Gao, P., Pu, M., ... & Luo, X. (2019). Plasmonic Interference Lithography for Low-Cost Fabrication of Dense Lines with Sub-50 nm Half-Pitch. *ACS Applied Nano Materials*, 2(1), 489-496.
 42. EV Group develops first mask aligner with LED light source. (14 Aug 2006). URL: <https://www.ledsmagazine.com/company-newsfeed/article/16689689/ev-group-develops-first-mask-aligner-with-led-light-source>
 43. EVG: UV LED Exposure Technology. URL: <https://www.evgroup.com/technologies/optical-lithography/uv-led-technology/>
 44. Voelkel, R. (September 9th, 2010). Innovative Mask Aligner Lithography for MEMS and Packaging. *CEO SUSS MicroOptics SA, SEMICON Taiwan 2010*. URL: https://www.suss-microoptics.com/suss-microoptics/technical-publications/SUSS%20MicroOptics-Innovative_Mask_Aligner_Litho.pdf
 45. Schindler, K., Leischner, U., Lopper, C., Striebel, T., Kaiser, P., & Schoembs, U. (2017, October). High Intensity UV-LED Mask Aligner for Applications in Industrial Research. In *MikroSystemTechnik 2017; Congress* (pp. 1-4). VDE.
 46. Yapici, M. K., & Farhat, I. (2014, March). UV-LED exposure system for low-cost photolithography. In *Optical Microlithography XXVII* (Vol. 9052, p. 90521T). International Society for Optics and Photonics.
 47. LED masker : UV-KUB 2. URL: <https://www.kloe-france.com/en/laser-lithography/photolithography-systems/uv-exposure>.

48. Mask Aligner UV LED. URL:https://www.sps-europe.com/en/featured-items/uv-led-mask-aligner/56/?gclid=EAIaIQobChMI7Kz-396C5AIVh9CyCh3_ewp2EAAYAiAAEgLIIPD_BwE
49. Bernasconi, J., Scharf, T., Vogler, U., & Herzig, H. P. (2018). High-power modular LED-based illumination systems for mask-aligner lithography. *Optics express*, 26(9), 11503-11512
50. Partel, S., Zoppel, S., Hudek, P., Bich, A., Vogler, U., Hornung, M., & Voelkel, R. (2010). Contact and proximity lithography using 193 nm Excimer laser in Mask Aligner. *Microelectronic Engineering*, 87(5-8), 936-939.
51. Kirner, R., Vetter, A., Opalevs, D., Gilfert, C., Scholz, M., Leisching, P., ... & Voelkel, R. (2018). Mask-aligner lithography using a continuous-wave diode laser frequency-quadrupled to 193 nm. *Optics express*, 26(2), 730-743.
52. Weichelt, T., Bourgin, Y., & Zeitner, U. D. (2017). Mask aligner lithography using laser illumination for versatile pattern generation. *Optics express*, 25(18), 20983-20992.
53. Voelkel, R., Vogler, U., Bich, A., Pernet, P., Weible, K. J., Hornung, M., ... & Zeitner, U. D. (2010). Advanced mask aligner lithography: new illumination system. *Optics express*, 18(20), 20968-20978.
54. Vogler, U., Bich, A., Voelkel, R., Stuerzebecher, L., Zeitner, U., & Hornung, M. (2011, September). Mask aligner process enhancement by spatial filtering. In *Illumination Optics II* (Vol. 8170, p. 81700E). International Society for Optics and Photonics.
55. Voelkel, R., Vogler, U., Bramati, A., & Noell, W. (2015). Micro-optics and lithography simulation are key enabling technologies for shadow printing lithography in mask aligners. *Advanced Optical Technologies*, 4(1), 63-69.
56. Voelkel, R., Vogler, U., & Bramati, A. (2015, March). Advanced Mask Aligner Lithography (AMALITH). In *Optical Microlithography XXVIII* (Vol. 9426, p. 94261M). International Society for Optics and Photonics.
57. Dunbar, L. A., Bergonzi, G., Vogler, U., Angeloni, S., Kirner, R., Bramati, A., ... & Stanley, R. P. (2013, March). Advanced mask aligner lithography (AMALITH). In *Advanced Fabrication Technologies for Micro/Nano Optics and Photonics VI* (Vol. 8613, p. 86131D). International Society for Optics and Photonics.
58. Voelkel, R. (2014, March). Micro-optics: Enabling technology for illumination shaping in optical lithography. In *Optical Microlithography XXVII* (Vol. 9052, p. 90521U). International Society for Optics and Photonics.
59. Paulus, M., Schmid, H., Michel, B., & Martin, O. J. (2001). Contrast mechanisms in high-resolution contact lithography: A comparative study. *Microelectronic engineering*, 57, 109-116.
60. Güder, F., Yang, Y., Kruger, M., Stevens, G. B., & Zacharias, M. (2010). Atomic layer deposition on phase-shift lithography generated photoresist patterns for 1D nanochannel fabrication. *ACS applied materials & interfaces*, 2(12), 3473-3478
61. Wang, F., Weaver, K. E., Lakhtakia, A., & Horn, M. W. (2005). Electromagnetic modeling of near-field phase-shifting contact lithography with broadband ultraviolet illumination. *Optik*, 116(1), 1-9.
62. Fritze, M., Tyrrell, B. M., Astolfi, D. K., Lambert, R. D., Yost, D. R. W., Forte, A. R., ... & Wheeler, B. D. (2003). Subwavelength optical lithography with phase-shift photomasks. *Lincoln Laboratory Journal*, 14(2), 237-250.
63. White, J. C., Craighead, H. G., Howard, R. E., Jackel, L. D., Behringer, R. E., Epworth, R. W., ... & Sweeney, J. E. (1984). Submicron, vacuum ultraviolet contact lithography with an F2 excimer laser. *Applied Physics Letters*, 44(1), 22-24.
64. Blaikie, R. J., Alkaisi, M. M., McNab, S. J., Cumming, D. R. S., Cheung, R., & Hasko, D. G. (1999). Nanolithography using optical contact exposure in the evanescent near field. *Microelectronic Engineering*, 46(1-4), 85-88.
65. Alkaisi, M. M., Blaikie, R. J., McNab, S. J., Cheung, R., & Cumming, D. R. S. (1999). Sub-diffraction-limited patterning using evanescent near-field optical lithography. *Applied physics letters*, 75(22), 3560-3562.

СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ

Осаждение сверхтонких пленок в вакууме для изделий наноэлектроники

*Ю.В. Панфилов, И.А. Родионов, И.А. Рыжиков, А.С. Бабурин, Д.О. Москалев, Е.С. Лотков
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., 5, Email: panfilov@bmstu.ru*

Представлены результаты исследований процесса осаждения пленок толщиной менее 100 нм методом электронно-лучевого испарения на специальном вакуумном технологическом оборудовании. Приведены результаты расчета величины энергомассопереноса для получения пленок ITO, Ag и Al с заданной структурой, однородностью состава и шероховатостью.

Vacuum technology of ultra thin films for nanoelectronic products manufacturing. Y.V.Panfilov, I.A.Rodionov, A.S.Baburin, D.O. Moskalev, E.S. Lotkov. Study results of thin film deposition with thickness less than 100 nm by means of electron beam evaporation on special vacuum coaters are represented. Calculation results of energy and mass carry magnitude for ITO, Ag and Al thin films deposition with preset of structure and composition homogeneity and roughness are shown.

Введение

Возможность формирования пленок толщиной менее 50 нм с требуемыми показателями качества зависит от характеристик энергомассопереноса [1], определяемых методом генерации пленкообразующих частиц («энергия») и режимами работы и конфигурацией расположения источников этих частиц («масса»). Так, для получения сверхтонких ультрагладких сплошных пленок с кристаллической структурой и однородным составом требуется низкая скорость осаждения и энергия частиц, высокая температура подложки и высокий вакуум, обеспечивающие двумерный рост пленки.

Всем этим требованиям отвечает метод электронно-лучевого испарения [2], реализуемый в специальном вакуумном технологическом оборудовании, которое имеется в МГТУ им. Н.Э. Баумана. На этом оборудовании изготавливаются сверхтонкие монокристаллические пленки для изделий наноэлектроники, сверхпроводниковые пленки для квантовых вычислений и другие перспективные образцы современной наноэлектроники.

Специальное вакуумное технологическое оборудование

Вакуумная установка «Evo Vac Angstrom Engineering» состоит из откачной системы (спиральный форвакуумный насос и криогенный высоковакуумный насос), технологических источников (двухлучевой электронный источник испарения с 7-ю тиглями и ионный источник с полым катодом), рабочей камеры с регулируемым по высоте и вращающимся с частотой до 40 об/мин подложкодержателем (диаметр подложек до 200 мм), который можно нагревать до температуры 773 К и охлаждать до криогенных температур жидким азотом. Рабочая камера оснащена также датчиками скорости осаждения и устройством оптического контроля толщины пленки, неравномерность толщины пленки на диаметре 200 мм обеспечивается $\pm 2\%$.

Установка электронно-лучевого испарения Plassys MEB550 SL3 предназначена для осаждения в вакууме металлических тонких пленок с возможностью реактивного осаждения оксидов с заданной стехиометрией состава пленки, путем подачи кислорода в камеру. Подложки можно нагревать до температуры 873 К, а перед нанесением пленки поверхность подложки очищается в газоразрядной плазме аргона.

Установка оборудована тремя камерами, откачка ведется с помощью форвакуумного спирального насоса и высоковакуумного турбомолекулярного насоса производства Edwards до следующих давлений: камера загрузки – $3 \cdot 10^{-6}$ Па, камера осаждения – 10^{-7} Па и камера окисления – 10^{-6} Па.

Установка оснащена держателем образцов с 3 степенями свободы для крепления пластин диаметром 100 мм. Процесс осаждения пленок ведется автоматически с помощью ПК по заданному рецепту. Одновременно можно осажать 4 различных материала.

Примеры осаждения сверхтонких пленок электроннолучевым осаждением

В оптических модуляторах используется пленка ИТО (IndiumTinOxide) – прозрачный проводящий оксид – толщиной 10 – 20 нм, который наносился методом электронно-лучевого испарения. Гранулы In_2O_3 и SnO испарялись электронным лучом при давлении в вакуумной камере 10^{-5} Па и осаждались на подложки из кремния. Процесс осаждения проводился с ионным ассистированием, скорость осаждения контролировалась с помощью кварцевого датчика и поддерживалось на уровне $2 \text{ \AA}/\text{сек}$.

Главным элементом сверхпроводящих кубитов для квантовых вычислений является джозефсоновский переход (рис. 1). Он представляет собой трехслойную структуру, состоящую из двух слоев сверхпроводника с изолирующим между ними слоем диэлектрика.

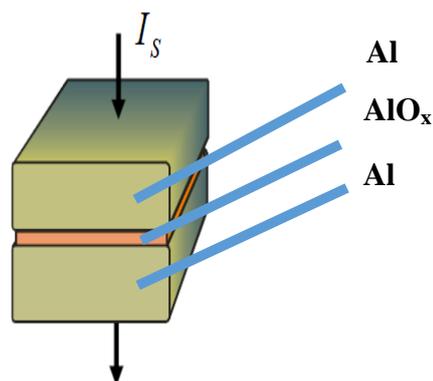


Рис. 1. Схема джозефсоновского перехода (I_s – электрический ток).

В качестве сверхпроводника использовался алюминий толщиной 100 нм, который наносился методом электронно-лучевого испарения на установке Plassys MEB 550 SL3.

Изготовление джозефсоновского перехода проводилось в одном вакуумном цикле так, чтобы обеспечить контролируемое формирование туннельного барьера – тонкого диэлектрического слоя толщиной 1,5 нм. Скорость осаждения варьировалась от $2 \text{ \AA}/\text{с}$ до $10 \text{ \AA}/\text{с}$.

Сформированные пленки обладали 100%-й площадью и имели шероховатость < 2 нм. Влияние скорости осаждения на шероховатость пленки показана на рис. 2. На основании проведенных экспериментов можно констатировать, что минимальной шероховатостью обладают пленки, полученные при скорости осаждения $5 \text{ \AA}/\text{с}$.

Для наноплазмоники наиболее подходящим материалом являются пленки серебра толщиной порядка 40 нм и имеющие монокристаллическую структуру, 100%-ю сплошность и шероховатость < 1 нм. Такие пленки были получены на установке Evo Vac Angstrom Engineering при давлении 10^{-5} Па, температура подложки варьировалась от 400 до 800 К. Скорость осаждения варьировалась от $1 \text{ \AA}/\text{с}$ до $4 \text{ \AA}/\text{с}$.

Как будет показано ниже, обеспечение столь малых скоростей осаждения методом электронно-лучевого испарения связано с необходимостью поддержания строго определенной температуры нагрева материала в тигле соответствующей требуемому давлению насыщенного пара испаряемого вещества.

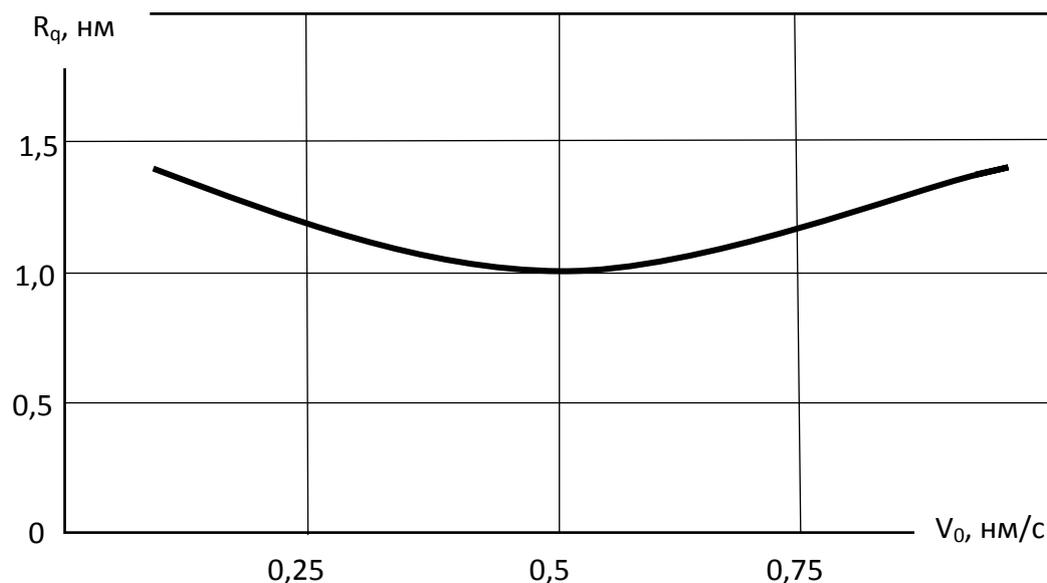


Рис. 2. Влияние скорости осаждения на шероховатость тонкой пленки.

Были проведены исследования зависимости размера кристаллитов серебра от температуры подложки в процессе нанесения пленки (рис. 3) и от скорости осаждения серебра (рис. 4). Расчетная зависимость скорости осаждения V_0 от температуры нагрева материала до температуры испарения T_i (с соответствующим давлением насыщенного пара) для пленок серебра и алюминия показана на рис. 5.

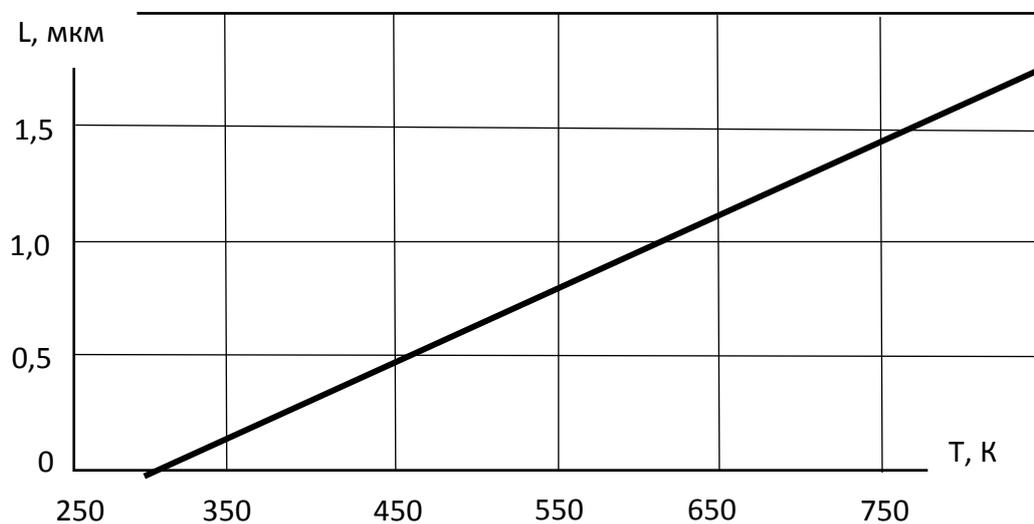


Рис. 3. Зависимость размера кристаллита L от температуры подложки T .

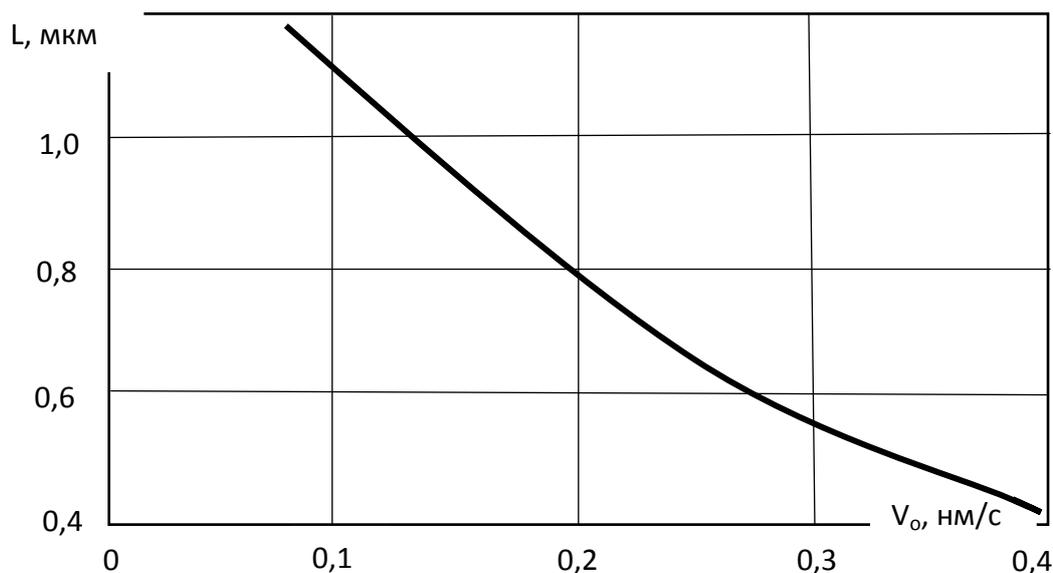


Рис. 4. Зависимость размера кристаллита L от скорости осаждения V_0 .

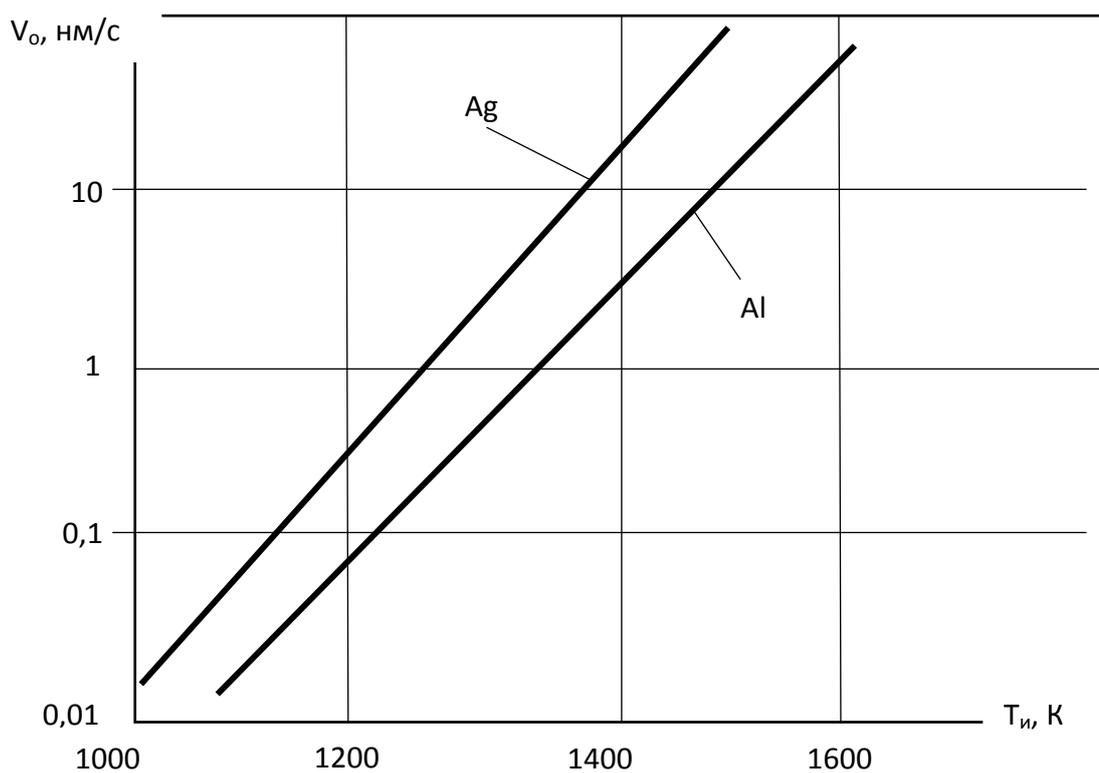


Рис. 5. Зависимость скорости осаждения V_0 пленок серебра и алюминия от температуры испарения T_u

Расчет скорости осаждения пленок Ag и Al показал, что для обеспечения V_0 , равной 0,1 – 0,4 нм/с, необходимо материал в тигле нагревать электронным лучом до температуры T_u , обеспечивающей давление насыщенного пара $p_{нас}$ на уровне $10^{-2} - 10^{-3}$ Па. Так, для пленки серебра при допущении, что скорость осаждения приблизительно равна скорости испарения, рост тонкой пленки происходит со следующей скоростью:

$$V_0 = 5,83 \cdot 10^{-3} p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{M}{T_{\text{и}}}} \frac{10^9}{\rho} = 5,83 \cdot 10^{-3} 10^{-3} \sqrt{\frac{108}{1195}} \frac{10^9}{10500} = 0,16 \text{ нм/с},$$

где M – молярная масса, кг/(кмоль); ρ – плотность, кг/м³.

Для пленки алюминия

$$V_0 = 5,83 \cdot 10^{-3} 10^{-3} \sqrt{\frac{27}{1355}} \frac{10^9}{2700} = 0,3 \text{ нм/с}.$$

При этом величина энергомассопереноса составляет:
для серебра

$$E_{\text{и}} V_0 = k T_{\text{и}} \cdot 5,83 \cdot 10^{-3} p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{M}{T_{\text{и}}}} = 1,38 \cdot 10^{-23} 1195 \cdot 5,83 \cdot 10^{-3} 10^{-3} \sqrt{\frac{108}{1195}} \\ = 2,88 \cdot 10^{-26} \frac{\text{Дж} \cdot \text{кг}}{\text{м}^2 \text{с}}$$

$$\text{или } 1,8 \cdot 10^{-7} \text{ эВ} \cdot \text{кг}/(\text{м}^2 \text{с}),$$

де k – постоянная Больцмана;

для алюминия

$$E_{\text{и}} V_0 = 1,38 \cdot 10^{-23} 1355 \cdot 5,83 \cdot 10^{-3} 10^{-3} \sqrt{\frac{27}{1355}} = 1,5 \cdot 10^{-26} \frac{\text{Дж} \cdot \text{кг}}{\text{м}^2 \text{с}}$$

$$\text{или } 9 \cdot 10^{-8} \text{ эВ} \cdot \text{кг}/(\text{м}^2 \text{с}).$$

Заключение

Методом электронно-лучевого испарения на специальном вакуумном технологическом оборудовании были получены пленка ИТО в качестве прозрачного проводящего оксида толщиной 10 – 20 нм, джозефсоновский переход в виде Al-AlO_x-Al с толщиной металлических слоев 100 нм и диэлектрического слоя толщиной 1,5 нм, а также пленки серебра толщиной 40 нм. Во всех случаях скорость осаждения варьировалась от 0,1 до 10 нм/с, а пленки соответствовали заданным требованиям по структуре, однородности состава, шероховатости и неравномерности толщины.

Полученные результаты позволяют утверждать, что с помощью электронно-лучевого испарения можно обеспечить величину энергомассопереноса порядка $1 \cdot 10^{-7}$ эВ кг/(м²с), что соответствует условию формирования монокристаллических пленок [3]. При этом необходимо точно контролировать скорость осаждения пленкообразующих частиц или иметь возможность измерять температуру материала в тигле, чтобы обеспечить необходимое давление насыщенного пара.

Литература

1. Панфилов Ю.В. Выбор метода нанесения наноструктурированных тонкопленочных покрытий по критерию «энергомассоперенос» / Наноинженерия, №12, 2015, С. 3 – 10.
2. Панфилов Ю.В. Новые разделы в классификации методов нанесения тонких пленок в вакууме / Справочник. Инженерный журнал, 2016, №5, С. 6 – 15
3. Монокристаллические пленки. Пер. с англ. С.Н. Горина, А.К. Милай, А.Ф. Орловой. Под ред. З.Г. Пинскера. Изд-во «Мир», М.: 1966. – 400 с.

Получение фотонно-кристаллических пленок с учетом коагуляции коллоидной системы

Р.М. Жуков, А.Р. Ибрагимов, Е.В. Панфилова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская д.5
zotaak@mail.ru

В работе представлены результаты экспериментальных исследований процесса формирования фотонно-кристаллических коллоидных пленок, служащих темплатом для вакуумного осаждения функциональных материалов. На практике существует ряд проблем, связанных с получением коллоидных кристаллов, основными из которых является отсутствие адгезии, сплошности, и регулярности структуры. Для решения этих проблем необходимо учитывать фактор коагуляции дисперсной фазы коллоидной системы. В работе представлены результаты исследования процесса получения коллоидных пленок кремнезема и полистирола с использованием добавок поверхностно активных веществ.

Deposition of the photonic crystal films taking into account the colloidal system coagulation. R.M. Zhukov, A.R. Ibragimov, E.V. Panfilova. The paper presents the results of experimental studies of the formation of photonic colloidal films. There exists a number of problems associated with the production of uniform photonic crystal films. The main ones are the lack of adhesion, continuity, layering and regularity of the structure. These problems are solved by varying the modes of the formation of colloidal films. The paper presents the results of optimization of the film formation process.

Введение

Быстрое развитие нанотехнологий открывает новые возможности для получения фотонных кристаллов. Первые образцы синтезированных фотонно-кристаллических структур, как правило, получали сочетанием процессов вакуумного осаждения материалов и их травления. Более технологичным способом их формирования является вакуумное осаждение материала на поверхность или в пустоты коллоидного кристалла, полученного самосборкой микросферических частиц из коллоидных растворов [1]. Для получения коллоидных кристаллов широко используются методы естественной седиментации и подвижного мениска или вертикального осаждения, реже - центрифугирования, электрофореза и горизонтального осаждения или Ленгмюра-Блоджет [2]. Авторы используют оригинальный метод вертикального вытягивания подложки из коллоидного раствора. Достоинством метода является наличие параметров, которыми можно варьировать для решения актуальной задачи управления процессом формирования пленки для получения высокоупорядоченной структуры. Самосборка частиц основана на процессах самоорганизации в открытой диссипативной системе [3]. Упорядоченность образующихся при этом ансамблей частиц зависит от большого количества факторов. Их исследование и разработка способов управления параметрами формируемых фотонно-кристаллических структур является актуальной задачей нанотехнологий.

При получении коллоидных пленок возникает ряд проблем, связанных с коагуляцией раствора. В настоящей работе исследуется влияние эффекта коагуляции частиц на свойства формируемых пленочных коллоидных кристаллов. Коагуляция – процесс разрушения коллоидных систем за счёт слипания частиц и образования более крупных агрегатов. Согласно теории устойчивости гидрофобных коллоидов Дерягина, Ландау, Фервея, Овербека (теория ДЛФО), агрегативная устойчивость дисперсных коллоидных систем зависит от величины потенциального барьера отталкивания коллоидных частиц, связанного с наличием у частиц двойного электрического слоя (ДЭС). Энергия отталкивания связана с толщиной и электрокинетическим потенциалом ДЭС, изменить которые можно посредством:

- добавлением электролита;
- увеличением концентрации золя;
- добавлением противоположно заряженного золя;
- изменением температуры;

- механическим воздействием;
- длительным диализом;
- ультрафильтрацией;
- использованием электро- или магнитофореза.

Последний из названных способов является, безусловно, наиболее интересным, поскольку допускает варьирование режимами в процессе получения коллоидного кристалла. Поэтому он активно используется авторами [4]. Кроме того, коллоидный раствор можно перевести из лиофобного в агрегативно устойчивое лиофильное состояние посредством добавления поверхностно активных веществ (ПАВ) и таким образом оптимизировать процесс коагуляции. Адсорбция ПАВ на поверхности микросфер приводит к снижению поверхностной энергии Гиббса и тем самым - к повышению термодинамической устойчивости системы. В данной работе представлены результаты экспериментов, в которых коагуляция микросфер регулировалась посредством добавления ПАВ.

Для получения качественной структуры необходимо подобрать такие значения факторов агрегативной устойчивости коллоидной системы, чтобы формируемая пленка обладала приемлемой адгезией к подложке, а упаковка микросферических частиц была регулярной по всей площади подложки, т.е. частицы были упорядочены в коллоидные фотонные кристаллы.

Получение образцов

При формировании фотонно-кристаллических структур из коллоидных растворов обычно используют микросферы полистирольного монодисперсного латекса (полистирола), полиметилметакрилата (ПММА) и диоксида кремния (кремнезема). Технологически наиболее «удобным» материалом в контексте дальнейшего получения структур, используемых в оптоэлектронных или сенсорных устройствах, является полистирол. Кремнезем является наиболее востребованным, поскольку обладает рядом интересных оптических свойств. Поэтому в данной работе использовались коллоидные пленки кремнезема со средним диаметром частиц 200 нм и полистирола с диаметром 220 нм, осажденные на поверхность ситалловых подложек. В ряде случаев для сравнения использовались также подложки из поликора и кварцевого стекла.

Метод вертикального вытягивания [5] подложки из коллоидного раствора является наиболее технологичным способом ее получения, так как позволяет варьировать скоростью вытягивания и получать бездефектную опаловую матрицу с заданными свойствами. При перемещении подложки в коллоидном растворе возникает поток частиц, направленный в сторону мениска. Именно в нем происходит осаждение частиц. При этом на них действует сила тяжести, компенсируемая капиллярной силой. Таким образом, частицы осаждаются на подложке, формируя гексагонально ориентированные слои. Для некоторых образцов с целью сопоставления результатов в дополнение к методу вертикального вытягивания использовался метод капли.

Полученные пленки были исследованы на сканирующем зондовом микроскопе в атомно-силовом (АСМ) полуконтактном режиме и на оптическом спектрофотометре.

Оптимизация процесса вертикального вытягивания [6] выявила, что наиболее подходящим режимом для формирования коллоидных фотонно-кристаллических пленок полистирола являются скорость вытягивания, равная 0,3 мм/мин, и концентрация раствора, равная 5%. Изображение поверхности полученных пленок представлены на рис. 1.

В результате сопоставления изображений, представленных на рисунках 1а и 1б становится понятно, что несмотря на наличие обширных областей с регулярной плотной упаковкой микросфер на поверхности присутствуют локальные участки с разупорядоченной структурой, которые желательно исключить.

Результаты и обсуждение

Для исключения названных дефектов в коллоидные растворы добавлялись ПАВы – изопропиловый $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ и поливиниловый $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x$ спирты, а также диметилсульфоксид $\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$, которые в той или иной степени выполняли функции

смачивателя, стабилизатора и диспергатора. Так названные спирты обладают поверхностным натяжением в два раза меньшим, чем у воды, являющейся средой коллоидной системы полистирола. Их наличие приводит к равномерному распределению раствора по поверхности подложки. На рис. 2 представлены результаты использования изопропилового спирта в качестве смачивателя.

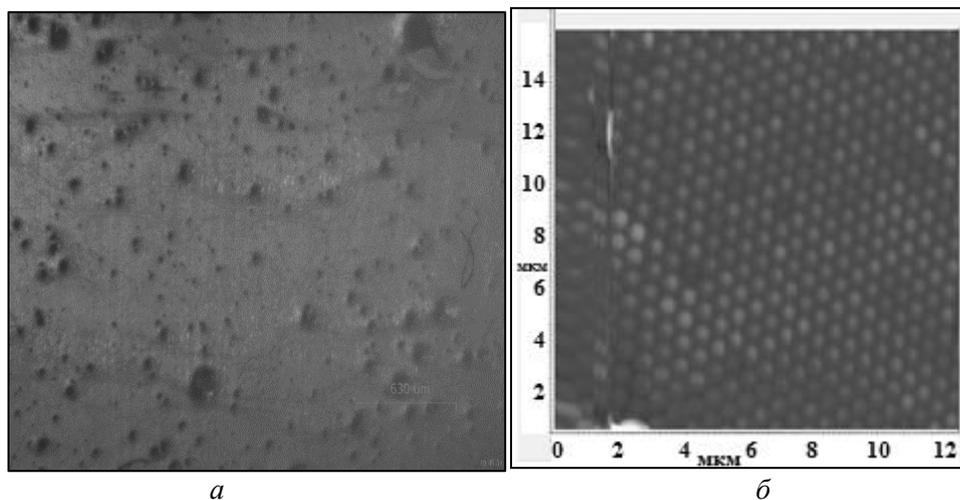


Рис. 1. Поверхность пленки, полученной методом вертикального вытягивания из раствора полистирольного монодисперсного латекса: макроизображение (а), АСМ-изображение (б).

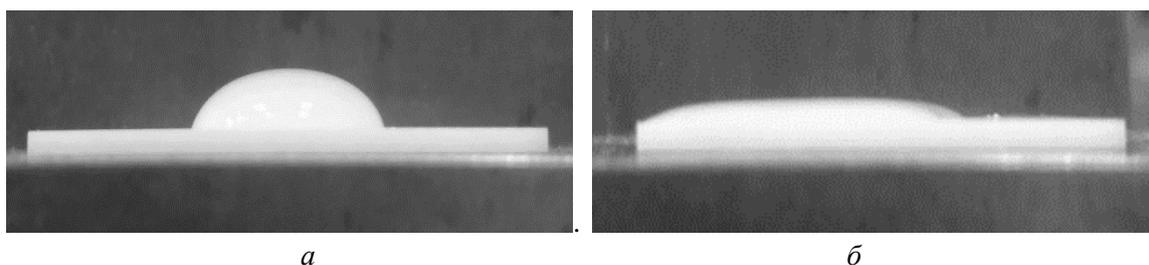


Рис.2. Распределение раствора по поверхности подложки без использования изопропилового спирта (а) и с добавлением в коллоидный раствор полистирольного монодисперсного латекса изопропилового спирта (б).

В литературе упоминается использование поливинилового спирта для улучшения адгезии коллоидных пленок к подложке. Однако имеющиеся рекомендации достаточно противоречивы. Поэтому в данной работе поливиниловый спирт для изготовления части образцов пленок кремнезема наносился на подложку в виде тонкого подслоя методом вертикального вытягивания, а для другой части добавлялся непосредственно в раствор для лиофилизации поверхности частиц на этапе их осаждения на подложку. Изображения поверхностей полученных пленок представлены на рис. 3. Результаты спектрофотометрического исследования представлены на рис. 4.

Было выявлено, что наличие на подложке поливинилового подслоя улучшает адгезию пленок и не влияет на параметры фотонной запрещенной зоны пленки (ФЗЗ). Добавление спирта в раствор привело к существенному уменьшению интенсивности отражения в области ФЗЗ и значительному (примерно на 100 нм, что соответствует половине межслойного расстояния) смещению ее положения в сторону ИК-области за счет проникновения добавки в межсферические пустоты формируемой пленки.

Использование диметилсульфоксида ухудшило отражение в области ФЗЗ. Однако позволило при неизменных относительно сред, в которых ПАВ отсутствовали, режимах получить пленки большей толщины как при использовании метода вертикального вытягивания, так и метода капли. Причем, эффект был обнаружен как на ситалловых, так и на поликорковых и стеклянных подложках. Результаты спектрофотометрических исследований полученных пленок полистирола представлены на рис. 5. На представленных спектрах отчетливо видно

несколько пиков, соответствующих различным порядкам дифракции.

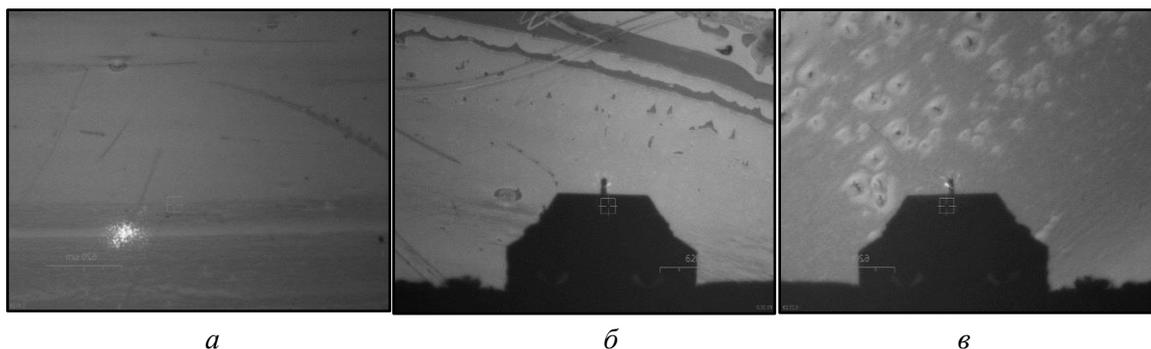


Рис. 3. Макроизображение пленок диоксида кремния на ситалловой подложке без использования поливинилового спирта (а), с нанесением пленки диоксида кремния на пленку поливинилового спирта (б) и с добавлением поливинилового спирта в коллоидный раствор диоксида кремния (в).

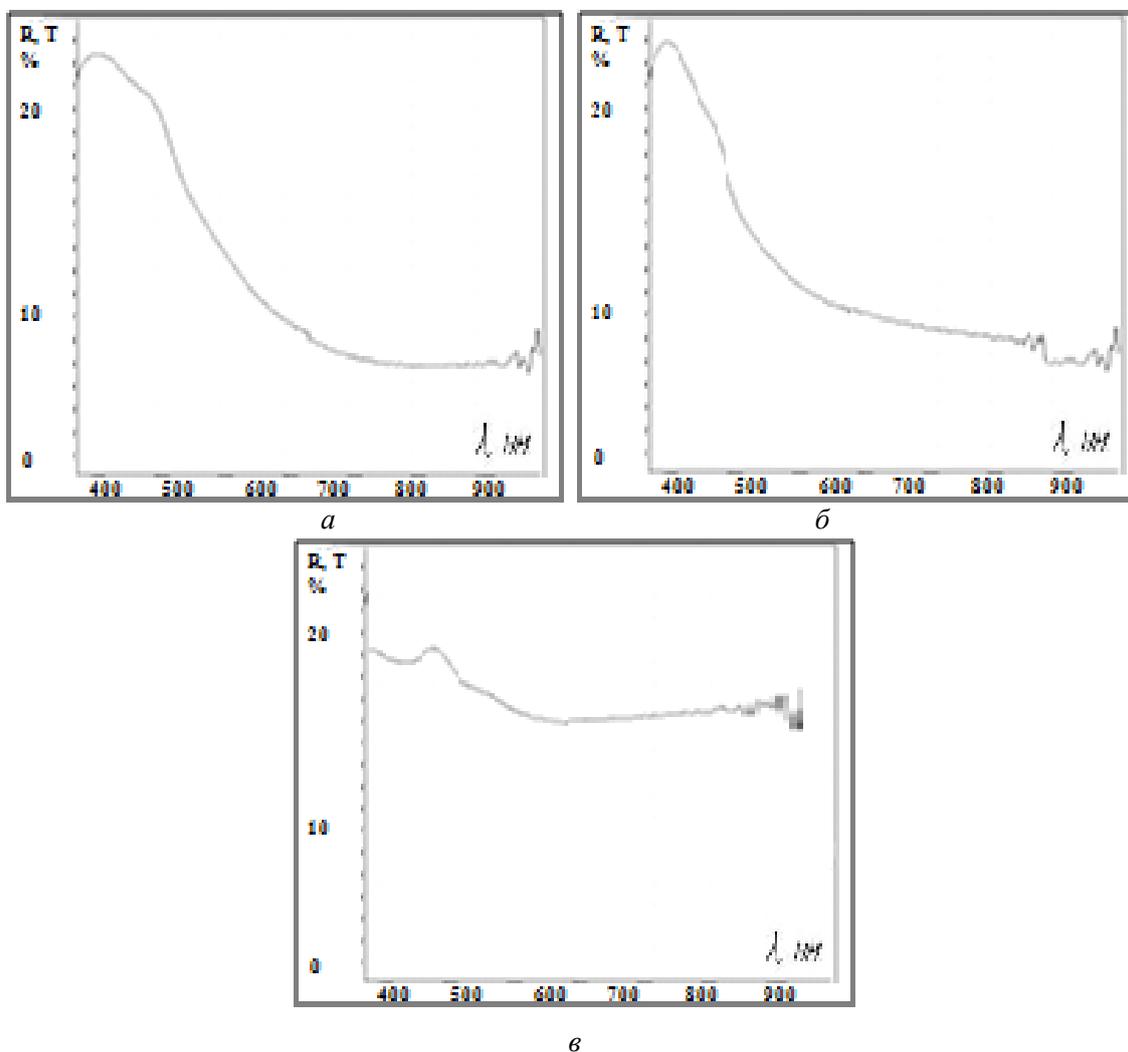


Рис. 4. Спектры отражения пленок диоксида кремния на ситалловой подложке без использования поливинилового спирта (а), с нанесением пленки диоксида кремния на пленку поливинилового спирта (б) и с добавлением поливинилового спирта в коллоидный раствор диоксида кремния (в).

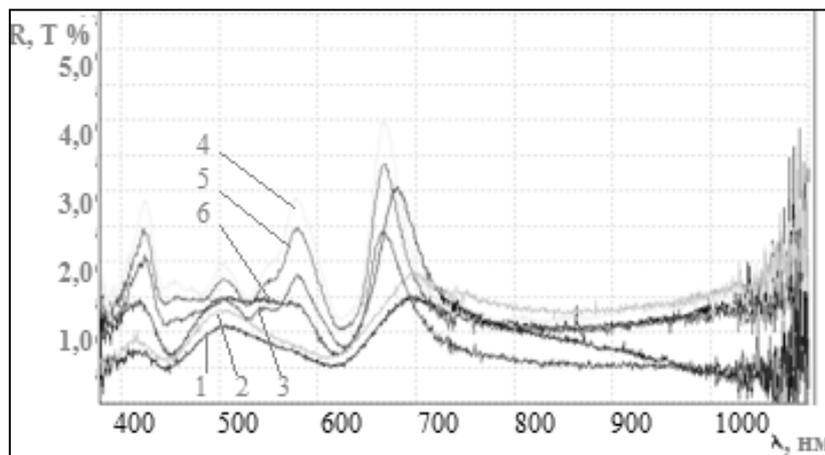


Рис. 5. Спектры отражения диспергированного раствора полистирольного монодисперсного латекса с концентрацией раствора 0,5%, осажденного методом капли на подложку из поликора (1, 2), с концентрацией раствора 1%, осажденного методом капли на подложку из кварцевого стекла (3) и методом вертикального вытягивания на подложки из кварцевого стекла (4), поликора (5) и скрайбированного ситалла (6)

Очевидно, что добавление ПАВ наиболее пригодно при использовании метода вертикального вытягивания, поскольку в условиях седиментации по методу капли ФЗЗ коллоидного кристалла выражена слабее, и области с кристаллической структурой являются локальными.

Заключение

Метод вертикального вытягивания при использовании специального оборудования является наиболее технологичным и позволяет получать качественные коллоидные кристаллы в локализованных областях подложки. Для формирования фотонно-кристаллических коллоидных пленок на всей поверхности подложек необходимо использовать ПАВ добавки. Разнообразие ПАВ добавок открывает возможность варьирования параметрами коллоидных систем и управления явлением коагуляции с целью получения качественных фотонно-кристаллических темплатов для функциональных материалов.

Литература

1. Панфилова Е.В. Перспективные методы формирования планарных наноструктур //, Наноинженерия, М., Машиностроение, 2014, №8, с. 29-33.
2. Булыгина Е.В. Методы формирования наноструктур на основе матриц синтетического опала. Справочник. Инженерный журнал с приложением, 2010, № 1, стр. 26-30.
3. П.В. Лебедев-Степанов и др. Самосборка наночастиц в микрообъеме коллоидного раствора: физика, моделирование, эксперимент. Российские нанотехнологии. 2013. № 3-4 - с. 5-23.
4. Панфилова Е.В., Езенкова Д.А. Расчет, моделирование и исследование процесса электрохимического осаждения микросферных пленок. Инженерный журнал: наука и инновации, 2019, вып. 4. <http://dx.doi.org/10.18698/2308-6033-2019-4-1873>.
5. Kuleshova V. L., Panfilova E. V., Prohorov E. P. Automated device for vertical deposition of colloidal opal films //2018 International Russian Automation Conference (RusAutoCon). – IEEE, 2018. – С. 1-5.
6. Жуков Р.М., Ибрагимов А.Р., Панфилова Е.В. Оптимизация процесса получения фотоннокристаллических масок для наносферной литографии [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2019. – № 1 (23.03.2019).

Получение нанокompозитных структур при магнетронном осаждении материала на коллоидные пленки кремнезема и исследование их свойств

Е.Н. Галаганова, Д. А. Сотников
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская д.5
lenagalaganowa@mail.ru, denis.sotnikov.2012@mail.ru

В работе представлено исследование нанокompозитных структур, полученных методом магнетронного распыления титана на темплат, сформированный в процессе осаждения коллоидных частиц кремнезема на стеклянные и ситалловые подложки. Изучено влияние мощности и времени распыления на формирование нанокompозитных структур. Выявлены особенности процессов роста металлической пленки на опаловой матрице и внедрения металла в ее структуру.

The influence of the process of the nanocomposite structure formation and the study of their properties. E.N. Galaganova, D.A. Sotnikov. The paper presents a study of nano-composite structures obtained by magnetron sputtering of titanium on a template formed during the deposition of colloidal silica particles on glass and Sitall substrates. The influence of power and time of spraying on the formation of nano-composite structures is studied. Features of processes of a metal film growth on an opal matrix and introduction of metal in its structure are revealed.

Введение

Использование нанокompозитных материалов в устройствах микро- и нанoeлектроники позволяет открывать новые эффекты, свойства и закономерности протекания физико-химических явлений. Область применения нанокompозитов довольно широка: нанокompозит состава InN (квантовые точки) – полупроводниковые нанoeлектронные устройства; C, Si, Ge (3D - нанооптические системы) – активные системы усиления, генерации, управления в лазерных устройствах; Ga, Ti, Fe (3D-нанокompозиты и нанорешетки, «металлические» фотонные кристаллы – элементы магнитной памяти, отражатели [1]. В технике применяются не только прямые фотоннокристаллические структуры, но и инверсные фотонные кристаллы, образованные с помощью основы из микросферных коллоидных частиц, выступающих в роли темплата.

Формирование инверсного фотонного кристалла невозможно без процесса внедрения функционального материала в темплат. В зависимости от используемого функционального материала меняются свойства и характеристики инверсной структуры. Например, если в качестве материала внедрения использовать магнитные материалы, то можно получить пористую 3-D структуру с коэффициентом заполнения до 76%.

Установка напыления тонких пленок «Лунтик» (рис. 1) предназначена для проведения исследовательских работ в области осаждения тонких пленок методами магнетронного распыления и термического испарения. Термовакuumный метод получения тонких пленок основан на нагреве в вакууме вещества до его активного испарения и конденсации испаренных атомов на поверхности подложки. Преимуществами метода является высокая чистота осаждаемого материала (процесс проводится при высоком и сверхвысоком вакууме), универсальность (наносит пленки металлов, сплавов, полупроводников, диэлектриков) и относительная простота реализации [2]. Одним из главных недостатков термического метода является капельная фаза, которая образуется вследствие появления паров в толще испаряемого материала, которые при прохождении через расплав металла захватывают макрочастицы мишени [3]. Также метод отличается нерегулируемой скоростью осаждения, непостоянной и нерегулируемой энергией осаждения [4].

Сущность магнетронного метода заключается в распылении мишени-катода высокоэнергетичными ионами рабочего газа. Магнетронный метод распыления характеризуется локализованной плазмой вблизи катода-мишени, что позволяет существенно

увеличить скорость распыления, благодаря большой плотности ионного тока при меньших рабочих давлениях [4].

В процессе формирования нанокompозитных материалов одним из важных факторов является энергия частиц функционального материала, определяющая результативность его внедрения в темплат [5]. При использовании магнетронной распылительной системы существенно повышается скорость роста пленок и адгезия, поскольку кинетическая энергия распыляемых атомов значительно превышает кинетическую энергию испаренных атомов [3]. Исходя из вышеперечисленных факторов, в качестве метода распыления функциональных покрытий выбран метод магнетронного распыления.

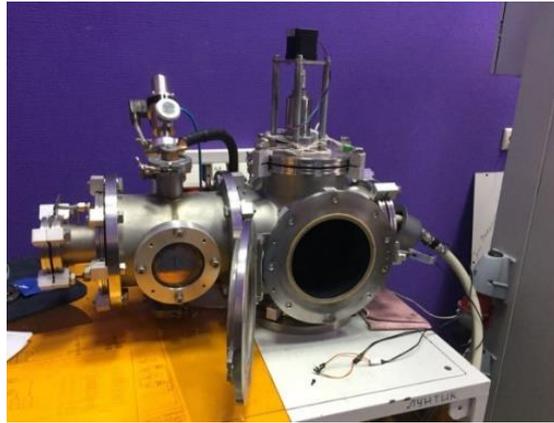


Рис. 1. Установка магнетронного распыления.

На установке магнетронного вакуумного нанесения был проведен эксперимент по внедрению титана в темплат, сформированный методом седиментации из коллоидного раствора кремнезема [6].

Исследование влияния технологических режимов осаждения функционального материала на степень заполнения темплата

Возможные варианты осаждения титана на темплат в верхний слой представлены на рис. 2.

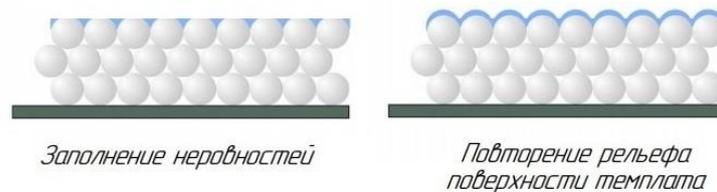


Рис. 2. Варианты формирования верхнего слоя.

Для выявления особенностей процесса роста металлической пленки на опаловой матрице был проведен следующий опыт: на темплат, сформированный на ситалловой подложке, методом магнетронного распыления нанесены пленки титана различных толщин при разных значениях энергии распыляемых частиц (рис. 3). В таблице 1 приведены значения основных параметров режима нанесения титана. Таким образом, при каждом значении мощности (700 Вт и 350 Вт) на темплат был осажден титан толщиной на гладком образце свидетеле 50 и 100 нм.

Контроль длины волны в области ФЗЗ

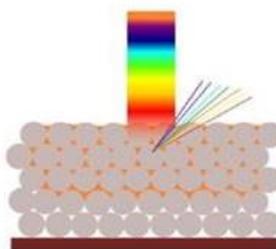
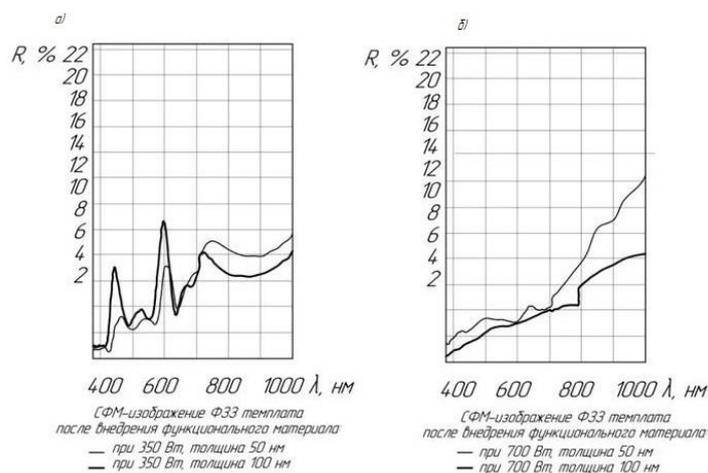


Рис. 3. Контроль глубины заполнения темплата.

Таблица 1. Технологические режимы.

Наименование параметра	Обозначение	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	P	Па	2
Расход аргона	Y	см ³ /мин	55
Мощность магнетрона	Pw	Вт	700
			350
Сила тока	I	А	1,43
			1,2
Напряжение	U	В	401
			292
Продолжительность	t	сек	60/30
Расстояние до подложки	L	мм	65

Для этих четырех образцов был проведен спектрофотометрический анализ до и после нанесения титана (рис. 4).



*Рис. 4. Спектры отражения образцов полученного темплата.
а) до нанесения титана; б) после нанесения титана.*

Количество слоев в структуре темплата рассчитано по формуле (1) и равно 5. Фотонная запрещенная зона у образца без пленки титана наблюдалась на длинах волн 430 нм, 500 нм, 570 нм и 650 нм. Положение фотонной запрещенной зоны для образцов после нанесения титана представлены в таблице 2.

$$h = \frac{\lambda_1}{2 \cdot n_{eff} \cdot \cos \theta (1 - \frac{\lambda_1}{\lambda_2})} \quad (1)$$

Таблица 2 – Положения ФЗЗ.

Толщина 50 нм, мощность 350 Вт			
Пик 1	Пик 2	Пик 3	Пик 4
471 нм	588 нм	632 нм	786 нм
Толщина 50 нм, мощность 700 Вт			
436 нм	521 нм	663 нм	1093 нм
Толщина 100 нм, мощность 350 Вт			
450 нм	540 нм	617 нм	750 нм
Толщина 100 нм, мощность 700 Вт			
Фотонная запрещенная зона отсутствует			

На спектрах отражения образцов с толщиной титана 50 нм, соответствующих мощностям 350 Вт присутствуют характерные пики, что свидетельствует о сохранении фотоннокристаллической структуры образцов. На четвертом образце пленка толщиной 100 нм, образованная при мощности в 700 Вт, сформировала сплошное покрытие титана на темплате, и ФЗЗ не обнаруживается.

Смещения положения всех пиков ФЗЗ на первых трех образцах в сторону ИК-излучения также свидетельствует о заполнении межсферического пространства темплата, так как при внедрении титана в пленку кремнезема получается композитная структура с собственным значением коэффициента преломления. Напротив, при распылении на мощности 700 Вт титан начинает активно осаждаться на верхний слой и образует сплошную пленку на темплате. Из-за этого материал не достигает слоев, расположенных ниже.

Исследование влияния технологических режимов осаждения функционального материала на его проникновение в темплат

Для определения проникновения материала в темплат на толщину структуры целесообразно использовать стеклянную подложку для обеспечения возможности контроля структуры со стороны нижних слоев (рис. 5).

Контроль коэффициента отражения в области ФЗЗ

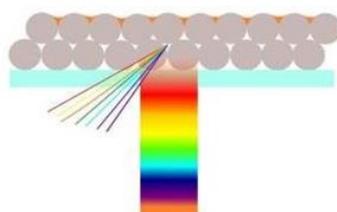


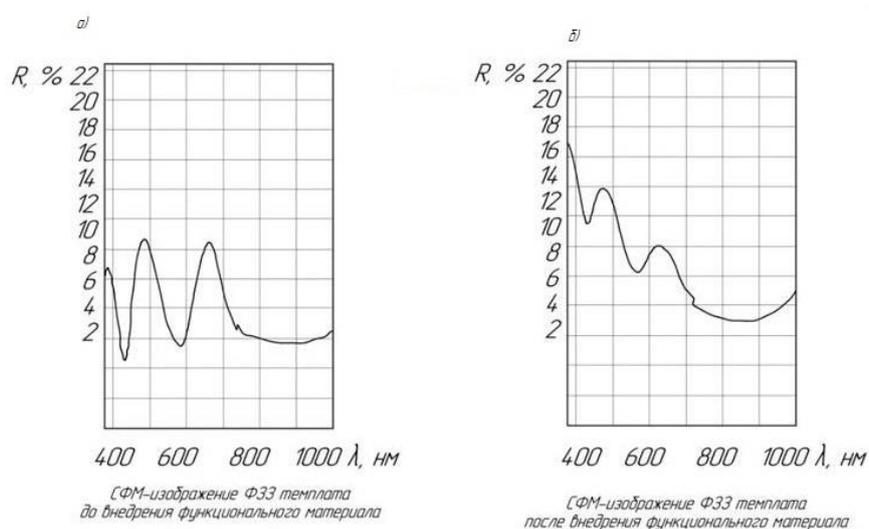
Рис. 5. Исследование образца на стеклянной подложке.

Подложка закреплялась на подложкодержателе и помещалась в вакуумную камеру установки. После откачки до 2 Па проводилась тренировка в течение 10-15 минут, затем подложкодержатель поворачивался и проводился процесс нанесения. В таблице 3 представлены режимы осаждения материала внедрения.

Таблица 3. Технологические режимы.

Наименование параметра	Обозначение	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	P	Па	2
Расход аргона	Y	см ³ /мин	55
Мощность магнетрона	Pw	Вт	700
Сила тока	I	А	1,43
Напряжение	U	В	401
Продолжительность	t	сек	60
Расстояние до подложки	L	мм	65

В результате осаждения титана на темплате образовалась пленка толщиной 50 нм. На рис. 6 представлены результаты спектрофотометрического исследования полученного образца. Спектрофотометрия проводилась с обратной стороны структуры опал – титан через стекло в четырех точках каждого образца.



*Рис. 6. Спектры отражения образцов.
а) – до осаждения титана б) - после осаждения титана.*

Толщина фотонно-кристаллического темплата рассчитана по спектру, представленному на рис. 6.а в соответствии с выражением (1) [7] и составляет два слоя.

Фотонная запрещенная зона темплата наблюдалась на длинах волн 370 нм, 470 нм, 660 нм, а значение четвертого пика в среднем выходило за границы исследуемой области. После осаждения титана пики фотонной запрещенной зоны сдвинулись незначимо (длины волн 381 нм, 471 нм и 639 нм, соответственно).

Полученные результаты, по-видимому, свидетельствуют о том, что титан заполнил межсферичное пространство верхнего слоя, но не проник до слоя, контактирующего со стеклом.

Заключение

Результаты теоретических и экспериментальных исследований показали, что для внедрения функционального материала, необходимо использовать метод магнетронного распыления на малых мощностях (300 – 350 Вт), так как это обеспечивает проникновения материала на глубину до 3-4 слоев фотоннокристаллической структуры.

Литература

1. Булыгина Е.В., Макарчук В.В., Панфилов Ю. В. Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование: Учебное пособие для Вузов. – М.: САЙНС-ПРЕСС, 2006.– 80с.
2. Гольдаде В.А., Федосенко Н. Н. Методы получения тонких пленок. ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. – 41с.
3. Дунюшкина Л.А. Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов: монография / Л.А. Дунюшкина. – Екатеринбург: УРО РАН, 2015. – 126 с.
4. Панфилов Ю. В. Нанесение тонких пленок в вакууме/ Технологии в электронной промышленности, №3, 2007
5. Ф.И.ГРИГОРЬЕВ Осаждение тонких пленок из низкотемпературной плазмы и ионных пучков в технологии микроэлектроники: Учебное пособие / Моск. гос. ин-т электроники и математики. М., 2006.
6. Kuleshova V. L., Panfilova E. V., Prohorov E. P. Automated device for vertical deposition of colloidal opal films //2018 International Russian Automation Conference (RusAutoCon). – IEEE, 2018. – С.1-5.
7. Саполетова, Н. А. , Мартынова Н. А., Напольский К. С., Елисеев А. А., Лукашин А.В., Колесник И. В., Третьяков Ю. Д. (2011). Самосборка коллоидных частиц в присутствии электрического поля. ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА, 53(6), 1064-1068.

Математическое моделирование геометрических и электрических характеристик островковых тонких пленок на начальных стадиях роста

А.А. Исаева, С.В. Сидорова
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 7, кафедра МТ-11
E-mail: sidorova_bmstu@mail.ru

Приведены области применения металлических островковых наноструктур в науке и технике. Проведены экспериментальные исследования для отработки режимов формирования металлических тонких пленок. Представлен принцип контроля начальных стадий роста по изменению туннельного тока между островковыми наноструктурами. Получены серии образцов ОТП меди и алюминия, толщины которых измерены на атомно-силовом микроскопе. Смоделированы зависимости геометрических и электрических характеристик тонких пленок и ОНС от параметров технологического процесса.

Geometric and electric mathematical modeling of island films growth initial stage. A.A.Isaeva, S.V.Sidorova. The metal island nanostructures application fields in science and technology are presented. Experimental studies are carried out using the UVN-IM vacuum unit to test the metal thin films formation modes. The control principle at the initial stages of growth on the tunneling current change between the island thin films is presented. Series of copper and aluminum ITF samples are obtained. The derived samples thicknesses are measured using an atomic-force microscope. As a result, the geometric and electrical characteristics dependence of thin films and island nanostructures on the process parameters are simulated.

Введение

Островковые тонкие пленки и наноструктуры востребованы во многих областях науки: микро- и нанoeлектроника, оптика, фотоника, лазерная техника, солнечная энергетика и т. д.

В настоящее время исследования показывают возможность применения островковых тонких пленок в солнечных панелях и устройствах на их основе.

Кроме того, островковые наноструктуры (ОНС) увеличивают прозрачность поверхностей стекол оптических приборов космических аппаратов; используются для создания экранов цифровых и буквенно-цифровых индикаторов; в газовых сенсорах для увеличения чувствительности.

Также островок алюминия является основой одноэлектронных транзисторов, а массив островков – основой новых вариантов исполнения МОП-транзистора.

Перспективное направление применения ОНС в микроэлектронике получили элементы памяти. К основным достоинствам такой памяти можно отнести энергонезависимость, высокое быстродействие, малые размеры ячейки записи информации, низкое энергопотребление [1–3].

Особый интерес для микроэлектроники представляют ОНС алюминия и меди, ввиду их технологических свойств и доступной стоимости. Для алюминия характерна легкая окисляемость, что облегчает создание защитных слоев окисла. Медь отличается быстрой проводимостью.

Актуальность применения островковых тонких пленок и наноструктур является очевидной в настоящее время, поэтому вопросу возможности получения таких уникальных покрытий посвящена данная и предшествующие работы авторов, посвященные этой тематике.

1. Постановка и проведение экспериментальных исследований формирования островковых тонких пленок и наноструктур

Нанесение покрытий производилось на малогабаритной модульной вакуумной установке УВН-1М, предназначенной для исследовательских работ в области формирования тонких пленок и наноструктурированных покрытий в вакууме [1].

Стенд контроля начальных стадий тонких пленок (рис. 1) организован на базе установки УВН-1М 1 с использованием пикоамперметра 2 блока питания 3.

Для проведения эксперимента необходимо подключить пикоамперметр к диэлектрической подложке с заранее сформированными на ее поверхности контактными площадками через токовводы, установленные в верхнем фланце. Блок питания позволяет ограничивать максимальное значение тока (ток короткого замыкания), что оберегает пикоамперметр от возможной поломки [2]. Во время эксперимента, после начала интенсивного испарения, оператор одновременно открывает заслонку и включает пикоамперметр.

Процесс напыления тонкой металлической пленки проводили на установке УВН-1М методом термического испарения. В вакуумной камере 1 (рис. 2) происходит напыление тонкой пленки методом термического испарения. На подложкодержателе 2 размещена подложка 3, на которую осаждается испаряемый материал 4 (в первом случае – медь, во втором – алюминий). Материал находится на испарителе 5, который нагревается посредством резистивного нагрева через токовводы 6, находящиеся на расстоянии h (мм) от подложкодержателя. Процесс напыления происходит в течение времени t (с) и под давлением P (Па).



Рис. 1. Экспериментальный стенд контроля туннельного тока во время роста тонкой пленки.

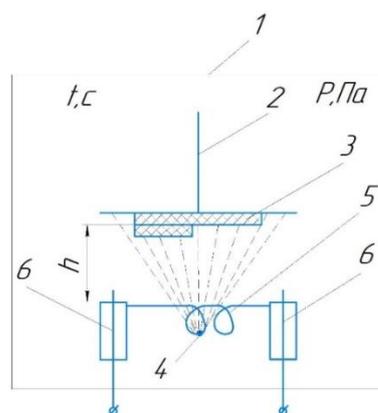


Рис. 2. Схема процесса термического испарения в вакууме.

Экспериментальные исследования будут разделены на два этапа. Первый этап заключается в формировании ОНС на диэлектрических подложках (ситалл) с целью контроля туннельного тока в процессе нанесения и определения начальных стадий роста покрытий.

Для второго этапа подложка будет заменена на кремниевую – основу создания МОП-транзистора. Режимы формирования будут скорректированы на основе математических моделей, построенных в первом этапе.

2. Формирование островковых тонких пленок меди и алюминия на подложках из ситалла

Варьируя расстоянием от источника до подложки (30 мм и 60 мм), а также временем процесса (30 с и 60 с), проведены эксперименты по нанесению меди и алюминия на подложки из ситалла.

Полученные образцы были измерены на АСМ в трех точках в области сканирования 90х90 мкм.

В результате проведенных измерений экспериментальных образцов были получены размеры толщин покрытий меди от 40 до 800 нм и алюминия от 13 до 37 нм.

Для обработки полученных данных и отработки режимов формирования наноразмерных тонкопленочных покрытий принято решение о построении математических моделей зависимости толщины покрытий от параметров процесса. Методом полного факторного эксперимента были построены заявленные математические модели.

2.1. Математическая модель для островковых тонких пленок меди

В результате проведенных экспериментов получена математическая модель зависимости толщины тонкопленочного покрытия, сформированного методом термического испарения в вакууме: $Y_{Cu} = 400 + 292X_2 - 89X_1X_2$, где X_1 - расстояние, [б/р]; X_2 - время, [б/р].

В результате анализа полученных данных эксперименты оказались воспроизводимы, адекватность модели подтвердилась.

Следует отметить, что фактор расстояния оказался незначимым, что может быть обусловлено малым интервалом варьирования. Возможно, необходимо понизить нижнюю границу. Существенное влияние оказал фактор времени: при увеличении времени толщина пленки увеличивается, что сходится с физической стороной рассмотрения полученной математической модели. Влияние взаимодействия факторов расстояния и времени также значимо, так как варьируя двумя параметрами, можно оказать влияние на выходной параметр – толщину пленки.

2.2. Математическая модель для островковых тонких пленок алюминия

В результате проведенных экспериментов получена математическая модель зависимости толщины тонкопленочного покрытия, сформированного методом термического испарения в вакууме: $Y_{Al} = 23 - 8X_1 + 4X_2$, где X_1 - расстояние, [б/р]; X_2 - время, [б/р].

В результате анализа полученных данных эксперименты оказались воспроизводимы, адекватность модели подтвердилась.

Следует отметить, что факторы расстояния и времени оказались значимы: при увеличении времени или уменьшении расстояния толщина пленки увеличивается, что сходится с физической стороной рассмотрения полученной математической модели. Влияние взаимодействия факторов расстояния и времени не значимо, т.е. варьируя двумя параметрами одновременно, не получится оказать влияние на выходной параметр - толщину пленки.

2.3. Обсуждение результатов формирования островковых тонких пленок меди и алюминия

Сравнивая модели зависимости толщины от параметров процесса для меди и алюминия, кажется интересным, что расстояние от источника до подложки не влияет на толщину покрытия. В данном случае существенное влияние оказывает фактор времени. Тогда как для зависимости алюминиевых покрытий фактор расстояния вдвое превышает значимость фактора времени. Фактор расстояния от источника до подложки отвечает за скорость роста пленки.

Такая закономерность может быть связана с механизмами роста покрытий из разных материалов на начальных этапах, которые в свою очередь тоже влияют на скорость роста покрытий, а значит, и на толщину. Так как алюминий – более легкоплавкий материал, – то на подложку частицы алюминия поступают с меньшей температурой, чем частицы меди. А значит, происходит рост пленки алюминия по механизму пар–кристалл, частицы кристаллизуются на подложке, минуя жидкую фазу.

В качестве рекомендаций для получения наноразмерных толщин покрытий меди и алюминия на ситалловых подложках необходимо уменьшить время процесса до 30 с, а расстояние от источника до подложки увеличить до 60 мм. В таком случае процесс роста покрытия немного замедлится, т.е. снизится скорость роста пленки. Тогда будет возможность больше контролировать процесс начальных стадий роста и получать массивы островковых наноструктур с заданными геометрическими характеристиками (ширина и высота островка и расстояние между островками).

3. Формирование островковых тонких пленок алюминия на подложках из кремния

Слой островковых наноструктур алюминия на кремниевой подложке является проводящим в МОП-транзисторе (элементе памяти). Через островки алюминия проходит туннельный ток, благодаря чему транзистор обладает более высоким быстродействием [3].

На основании полученной математической модели формирования проведен серия экспериментов по формированию ОНС алюминия на кремниевой подложке. Проведение экспериментов осуществлялось той же схеме. Проанализировав математические модели, полученные на первом этапе, скорректированы режимы формирования ОТП – расстояние от источника до подложки (30 и 40 мм) и время формирования (7 и 20 с).

Образцы были измерены на атомно-силовом микроскопе, аналогично рассмотренной выше методике. Размеры островков составили от 3,5 до 12,8 нм. Изображение 3 образца, полученное с помощью АСМ, представлено на рис. 3.

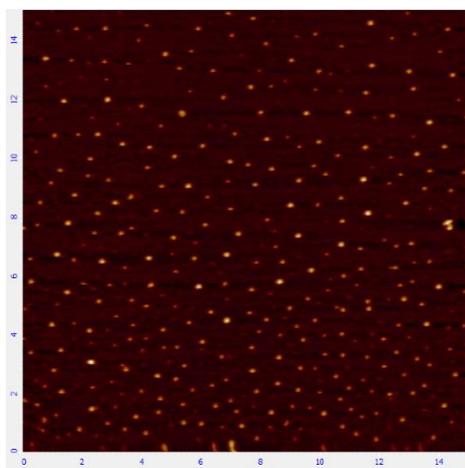


Рис. 3. Образец 3 ОТП алюминия на кремнии[4].

В результате проведенных экспериментов получена математическая модель зависимости толщины ОНС алюминия на кремнии, сформированных методом термического испарения в вакууме: $Y = 8,4 - 0,8X_1 + 3,8X_2$, где X_1 - расстояние, [б/р]; X_2 - время, [б/р].

В результате анализа полученных данных эксперименты воспроизводимы, адекватность модели подтвердилась.

При этом факторы расстояния и времени оказались значимым: при уменьшении расстояния от источника до подложки или увеличении времени формирования толщина пленки – высота островков, увеличивается, что сходится с физической стороной рассмотрения полученной математической модели. Влияние взаимодействия факторов расстояния и времени не значимо. Таким образом, варьируя двумя параметрами одновременно, не получится оказать влияние на выходной параметр - толщину ОНС.

При сравнении математических моделей ОНС алюминия на ситалле и кремнии видно, что значимыми являются одни и те же факторы – расстояние и время формирования ОТП. Однако, во втором случае коэффициенты, стоящие перед параметрами, принимают меньшие значения, что свидетельствует о более низкой скорости роста покрытия.

4. Проведение исследования электрических характеристик ОТП алюминия на кремниевой подложке

Одной из важных характеристик ОТП как проводящего слоя является сопротивление. Для измерения сопротивления использовалась LCR-станция. Значения сопротивления образцов оказались от 258 до 1297 кОм. Опираясь, на известный график зависимости удельного электросопротивления от толщины тонкой металлической пленки, математическую модель решено сделать линейной. Так как ОНС формируются на участке I графика, который является линейным [4].

При росте толщины покрытия его сопротивление уменьшается ввиду того, что расстояние между островками уменьшается, и нет барьеров, препятствующих движению тока на образце.

В результате проведенных исследований получена математическая модель зависимости сопротивления ОТП алюминия на кремниевой подложке от параметров формирования. Покрытие сформировано методом термического испарения в вакууме: $Y = 750 + 185X_1 - 334,5X_2$, где X_1 - расстояние, [б/р]; X_2 - время, [б/р].

В результате анализа полученных данных эксперименты воспроизводимы, адекватность модели подтвердилась.

При этом факторы расстояния и времени оказались значимым: при уменьшении времени формирования или увеличении расстояния от источника до подложки сопротивление покрытия увеличивается. Следует отметить, что влияние взаимодействия факторов расстояния и времени не значимо. Таким образом, варьируя двумя параметрами одновременно, не получится оказать влияние на выходной параметр – сопротивление ОТП.

На основании результатов измерений получен график зависимости сопротивления от толщины ОТП алюминия на кремнии (рис. 4).

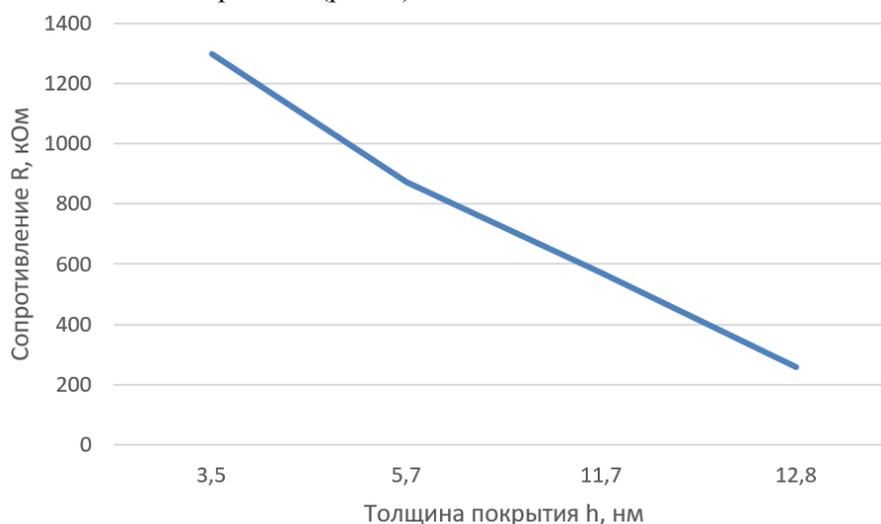


Рис. 4. Экспериментальная зависимость сопротивления от толщины ОТП.

Характер изменения сопротивления в зависимости от толщины покрытия не противоречит физическому смыслу. Очевидно, что с ростом толщины покрытия (размера островков) уменьшается расстояние между островками и происходит уменьшение сопротивления металлического покрытия. В результате повышается токопроводность покрытия.

Заключение

Для создания проводящего слоя МОП-транзистора на основе островковых наноструктур выбран материал – алюминий, благодаря его высокой окисляемости для создания изоляционного слоя. В качестве метода формирования ОНС алюминия выбран метод термического испарения, отвечающий параметрам чистоты наносимого слоя и удобства контроля туннельного тока. Проведенные экспериментальные исследования были преобразованы в математические модели зависимости размеров ОТП. На основании моделирования были подобраны технологические режимы процесса. Обработка результатов исследования позволила оценить геометрические и электрические характеристики тонких пленок.

Литература

1. Sidorova S., Pronin M., Isaeva A, 2018, *International Russian Automation Conference, Automated Unit for Control of Initial Stages of Metal Islands Thin Films and Nanostructures Growth*, IEEE.
2. Исаева А. А., Пронин М. А., Сидорова С. В. Стенд контроля начальных стадий роста металлических островковых тонких пленок и наноструктур и отработка режимов их формирования / Вакуумная наука и техника. Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. 2018. С. 181–186.
3. Исаева А. А. Туннельный ток в МОП-транзисторе / Сборник работ конференции "Ломоносов - 2019". Секция "Физика". Подсекция "Твердотельная наноэлектроника". 2019. С. 636–637.
4. Сидорова, С.В. Физико-химические основы нанотехнологий: учебное пособие [Текст]: / С.В. Сидорова; МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва. – Москва, 2019. 68 с.

Математическое моделирование электропроводности островковых тонкопленочных наноструктур

О.Г. Андреасян, С.В. Сидорова

Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, кафедра МТ-11

E-mail: ovs.andreasyan@gmail.com

В работе раскрыта актуальность развития знаний человечества о нано-размерных структурах. Приведены примеры использования полезных свойств изделий, изготовленных с использованием островковых тонких пленок. На основе рассмотренного экспериментального исследования построена математическая модель распространения тока по поверхности, покрытой тонкой островковой структурой.

Mathematical modeling of electrical conductivity of island thin-film structures. O.G.Andreasyan, S.V.Sidorova. The paper reveals the relevance of the development of human knowledge about nano-dimensional structures. Examples of valuable properties of products made using island thin films are given. A mathematical model of the current propagation over a surface covered with a thin island structure is constructed on the basis of the considered experimental study.

Изучение островковых нано-структур (ОНС) имеет огромное значение для развития, как технологий, так и человечества в целом. Подобные наноструктуры являются неотъемлемой частью будущего человечества. и новые способы создания ОНС, также как и модернизация характеристик уже существующих устройств, сыграют ключевую роль в развитии технологий.

Одни ученые отмечают, что новые способы получения ОНС могут сделать огромный прорыв в приборостроении практически во всех отраслях [1]. К примеру, ОНС можно использовать для улучшения транзистора – прибора, преобразующего электрические сигналы [2–9]. Если сформировать квантовые точки в канале подобного устройства, то такие квантовые

эффекты как туннелирование и размерное квантование энергетического спектра носителей заряда смогут значительно улучшить характеристики элемента.

Также островковые структуры можно использовать и в медицине. Некоторые учёные считают, что с помощью нанесения нано-частиц золота на поверхность, иммобилизованную красителем, можно значительно увеличить чувствительность спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) [6].

Неоспорим и тот факт, что развитие методов получения ОНС координатно повлияет и на саму нано-электронику. Одним из таких аспектов является тот факт, что островковые структуры используют как каталитические затравки для получения углеродных нано-трубок (УНТ) [6].

Работа посвящена разработке математической модели формирования островковой плёнки, с помощью которой можно будет определить размер структур, полученных из различных материалов.

При комнатной температуре доминирующим процессом переноса зарядов между островками является туннелирование электронов через барьер, возникающий в системе металл-вакуум-металл [1, 4].

На основе экспериментальных данных, полученных в лаборатории кафедры МТ-11 МГТУ им. Н. Э. Баумана, была построена эмпирическая зависимость силы тока, протекающего по подложке между контактами, от времени осаждения плёнки меди методом термического испарения в вакууме [1].

Базируясь на теоретических данных о квантовых состояниях и туннельном эффекте [4–6, 10–13], а также, используя ряд допущений и алгебраических преобразований, была получена математическая зависимость туннельного тока от времени осаждения ОНС:

$$j_t = \frac{C_1}{s - S_\Sigma} e^{C_2(S - S_\Sigma)}$$
, где C_1 и C_2 – размерные константы, характеризующие переход от расстояния между островками к разности между площадями; S и S_Σ – площади подложки и суммарная всех структур соответственно.

В соответствии с данной моделью построена зависимость туннельного тока от времени процесса (рис.1).

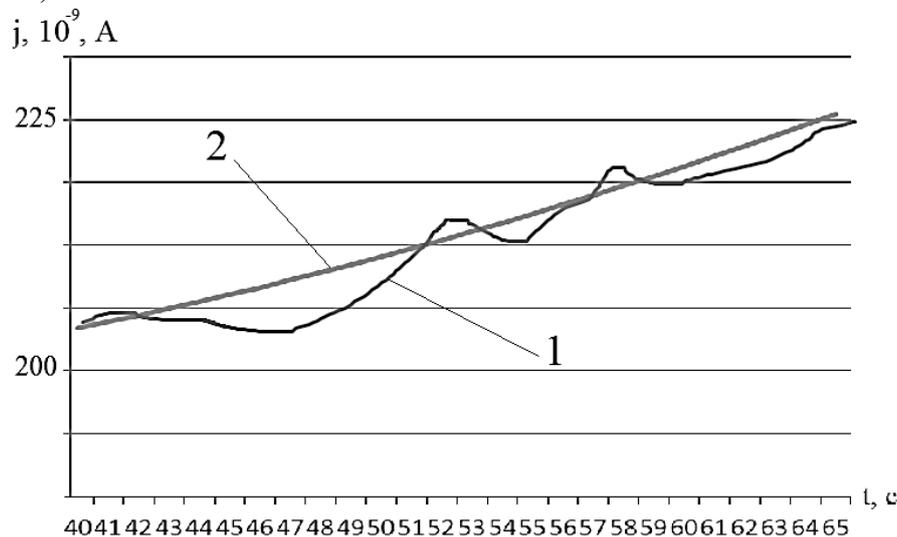


Рис. 1. Зависимость силы тока от времени, полученная экспериментально (1) и рассчитанная по модели (2).

Разработанная модель отличается от эмпирической функции, полученной в работе [1], отсутствием «скачков». Такое несоответствие, скорее всего, связано с: импульсной природой роста островков – суммарная площадь поверхности двух островков отличается от площади одного, полученного при их слиянии [1, 2]; принятыми в модели допущениями, учтенными в константах; особенностями роста ОНС из разных материалов. В дальнейшем планируется уточнить модель, добавив возможность учитывать параметры материала.

Литература

1. Сидорова С.В., Юрченко П.И. Исследования формирования островковых наноструктур в вакууме // Нано- и микросистемная техника». М., 2011, № 5.
2. Борзяк П.Г., Кулюпин Ю.А. Электронные процессы в островковых металлических пленках. К.: Наукова думка. 1980. 240 с.
3. Трусов Л. И., Холмянский В. А. Островковые металлические плёнки. М.: Metallurgia, 1973. 320 с.
4. Смирнова К. И. Тонкие плёнки в микроэлектронике: Учеб. пос. Томск: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2007. 94 с.
5. Физика тонких пленок / Под ред. Г. Хасса, М. Франкомба, Р. Гофмана. М.: Мир, 1978. Т. 8. 359 с.
6. Чопра К. Л. Электрические явления в тонких пленках. М.: Мир, 1972. 435 с.
7. Э. Бурштейн, С. Лундквист. Туннельные явления в твёрдых телах // М.: Мир, 1973.
8. John G. Simmons. J. Appl. Phys. - 1963. - V. 34 1793.
9. John G. Simmons. J. Appl. Phys. - 1963. - V. 34 238.
10. Технология тонких пленок под ред. Л. Майселла, Р. Глэнга, пер. с англ. М.: Сов. радио, 1977. Т. 2. Ч.2. 768 с.
11. Палатник Л.С., Ильинский А.И. Механические свойства металлических пленок // УФН. 1968. Т. 95. Вып. 4. С. 613–645.
12. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Косевич В.М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок. М.: Наука, 1972. 320 с.
13. Палатник Л.С., Папиоров И.И. Эпитаксиальные пленки. М.: Наука, 1971. 480 с.

Исследование ультратонких пленок MoS_2 , формируемых методом физического осаждения в вакууме

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

В работе представлены результаты оптической спектроскопии ультратонких пленок дисульфида молибдена, полученных на подложках кремния методами постоянного (DCMS) и импульсного (PMS) магнетронного распыления мишени MoS_2 в вакууме, а также при осаждении потока на подложку в условиях внешнего магнитного поля. Приведены результаты расчета оптической ширины запрещенной зоны (ШЗЗ) образцов тонких пленок MoS_2 .

Investigation of MoS_2 ultrathin films formed by physical vapor deposition in vacuum. Belikov A.I., Kyaw Zin Phy, Semochkin A.I. The article presents the optical spectroscopy results of molybdenum disulfide ultrathin thin films obtained by the methods of direct current (DCMS) and pulsed (PMS) magnetron sputtering of MoS_2 target on Si substrates in vacuum, and also at flux deposition under the influence of external magnetic field on the substrate. Furthermore, the article presents the results of optical band gap calculation for all samples of MoS_2 thin films.

1 Введение. Исследование двумерных (2D) материалов является одним из перспективных направлений нанoeлектроники для создания опытных устройств, обладающих высокими функциональными свойствами и минимальным энергопотреблением. В последние годы было опубликовано множество работ по успешным исследованиям графена [1]. Благодаря своим уникальным электронным свойствам графен привлекает интерес исследователей в

качестве 2D-материала для наноэлектроники [2]. Недостатком графена является отсутствие запрещенной зоны в электронной структуре, что является недостатком для ряда применений в области оптоэлектроники и дискретной электроники. Это ограничение привело к поиску и исследованию альтернативных 2D-материалов, которые обладают полупроводниковыми свойствами. Такие материалы, как правило, имеют сходную с графитом кристаллическую структуру, в которой наличие слабых сил Ван-дер-Ваальса между атомами, расположенными в разных слоях и при сильных связях в пределах слоев, позволило исследователям отделить слабо связанные слои и получить первые образцы графена. Дисульфид молибдена (MoS_2) относится к группе дихалькогенидов переходных металлов (ДПМ), имеет подобную графиту слоистую структуру, обладает полупроводниковыми свойствами и в последние годы является объектом интенсивных исследований.

Дисульфид молибдена является одним из наиболее изучаемых перспективных материалов для наноэлектронных и оптоэлектронных устройств благодаря своим уникальным электронным, механическим, и оптическим свойствам [3]. Объемный кристалл дисульфида молибдена является полупроводником с непрямой запрещенной зоной равной 1.24 эВ. Однако при уменьшении количества монослоев MoS_2 ширина запрещенной зоны увеличивается. Величина ШЗЗ для одного монослоя дисульфида молибдена составляет ≈ 1.8 эВ. Важной характеристикой полупроводников является подвижность носителей заряда, которая определяет частотные характеристики электронных устройств [4]. Высокие значения подвижности носителей в слоях дисульфида молибдена обусловлены нулевой массой носителей заряда амбиполярных пар электрон-дырка. Максимальная подвижность носителей тока монослойного MoS_2 достигает $500 \text{ см}^2 \cdot \text{В}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ [5]. Прозрачность монослоя дисульфида молибдена характеризуется коэффициентом оптического пропускания равным $\approx 98,3\%$, что превышает известное значение для графена (97,7%) [6]. Такая совокупность свойств определяет перспективные возможности применения дисульфида молибдена наряду с графеном в качестве материалов элементной базы для тонких прозрачных полупроводниковых систем.

Одним из методов нанесения тонких пленок MoS_2 является метод магнетронного нанесения. Известно, что объемный дисульфид молибдена является немагнитным материалом. Однако молекула дисульфида молибдена несимметрична, и каждый спин электрона имеет собственный магнитный момент, поэтому предполагается, что собственный магнитный момент молекул MoS_2 может быть использован для реализации ориентационных эффектов при осаждении пленки. Молекулы под действием внешнего магнитного поля будут ориентироваться, и встраиваться в структуру, образуя текстуру пленки. Целью данной работы была оценка влияния внешнего магнитного поля, приложенного в области поверхности кремниевой подложки в процессе осаждения на оптические и электронные свойства ультратонких пленок MoS_2 .

Для определения оптических характеристик тонких пленок применяют различные методы, такие как спектроскопия комбинационного рассеяния света, спектральная эллипсометрия, оптическая спектроскопия и другие. В работе использовался метод оптической спектроскопии тонких пленок на поверхности подложки из полупроводникового материала, который основан на измерении спектральных значений коэффициента отражения для диапазона длин волн. Этот метод также является наиболее распространенным способом определения оптической ширины запрещенной зоны.

Методика исследований. Для расчета ширины запрещенной зоны тонких пленок MoS_2 была использована методика, включающая четыре основных этапа.

На первом этапе исследуется отражательная способность тонких пленок MoS_2 на подложках. Результаты измерений представляются спектрами отражения. В работе спектры отражения были получены с помощью оптического спектрофотометра «Epsilon» компании IZOVAC в диапазоне длин волн от 380 до 1100 нм.

Вторым этапом является расчет коэффициентов поглощения на основании полученных значений коэффициента отражения. Коэффициент поглощения может быть получен с помощью уравнения Кубельки-Мунка (1) [7].

$$F(R_{\infty}) = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = \frac{K}{S} = \frac{2.303\epsilon C}{S} \quad (1)$$

где K – коэффициент поглощения, S – коэффициент рассеивания, $R_{\infty} = \frac{R_{образца}}{R_{подложки}}$

На третьем этапе рассчитанные значения коэффициента поглощения используются для построения зависимости модифицированной функции Кубельки-Мунка для полупроводников с непрямой запрещенной зоной $(F(R_{\infty}) \times h\nu)^{1/2}$ от энергии фотона $h\nu$, в диапазоне значений энергии от 1.3 эВ до 2.7 эВ.

На заключительном, четвертом этапе определяется значение оптической ширины запрещенной зоны методом Тауца. Этот метод основан на линейной экстраполяции линейного участка зависимости модифицированного коэффициента поглощения полупроводника $(F(R_{\infty}) \times h\nu)^{1/2}$ от энергии кванта зондирующего излучения $h\nu$ связанного с интенсивным ростом коэффициента поглощения, на ось энергии фотона, что соответствует границе с минимальной энергией поглощения.

Результаты и обсуждение. Для подготовки образцов с пленками MoS₂ использовалась экспериментальная установка, обеспечивающая реализацию методов постоянного (DCMS) и импульсного (PMS) магнетронного нанесения. Установка оснащена сбалансированными магнетронными распылительными системами (MPC) с источниками питания, которые обеспечивают стабилизацию режимов работы магнетронов. Распыляемым катодом являлась дисковая мишень MoS₂ чистотой 99.9%, диаметром 75 мм и толщиной 5 мм. В качестве подложек под пленки использовались фрагменты полупроводниковых кремниевых пластин кристаллографической ориентации (100), размером 10×10 мм². В процессе нанесения в качестве варьируемых факторов были использованы: наличие внешнего магнитного поля, режим магнетронного распыления мишени (постоянный или импульсный), температура подложки и мощность разряда, остальные параметры оставались постоянными. Магнетронное распыление производилось в среде аргона при давлении в камере 5·10⁻¹ Па. Импульсное магнетронное распыление проводилось при мощности разряда 28 Вт на частоте 50 кГц с коэффициентом заполнения импульсов 40%. Основные параметры процесса магнетронного нанесения приведены в таблице 1. В результате проведенной работы были получены 4 опытных образца с пленками дисульфида молибдена.

Магнитное поле прикладывалось параллельно поверхности подложек. В качестве возбудителей внешних магнитных полей выступала пара прямоугольных аксиально намагниченных ферритовых магнитов. Магниты крепились на подложкодержателе по обе стороны от кремниевой подложки. Величина магнитной индукция продольного магнитного поля в центре подложки составляла 0.30 Тл.

Таблица 1. Параметры магнетронного нанесения пленок MoS₂.

№	Режим MPC	Мощность разряда, Вт	Ток разряда, А	Время нанесения, с	Температура подложки, °С	Расстояние катод-подложка, мм	Внешнее магнитное поле
1	PMS	28	0.05	10	Без нагрева	110	+
2	PMS	28	0.05	10	200	110	-
3	DCMS	22	0.05	10	Без нагрева	110	+
4	DCMS	22	0.05	10	200	110	-

На рис.1 представлены спектры отражения образцов, полученных магнетронным нанесением на импульсных режимах и в режиме постоянного тока. Образцы, полученные в

условиях прикладываемого внешнего магнитного поля, показали более высокую отражательную способность во всем диапазоне длин волн, чем образцы с нагреваемой подложкой и без воздействия магнитных полей. Кроме того, характер спектров отражения этих образцов существенно отличается. Отражательная способность образцов, полученных при импульсном магнетронном распылении ниже в сравнении с образцами, полученными на режиме постоянного тока.

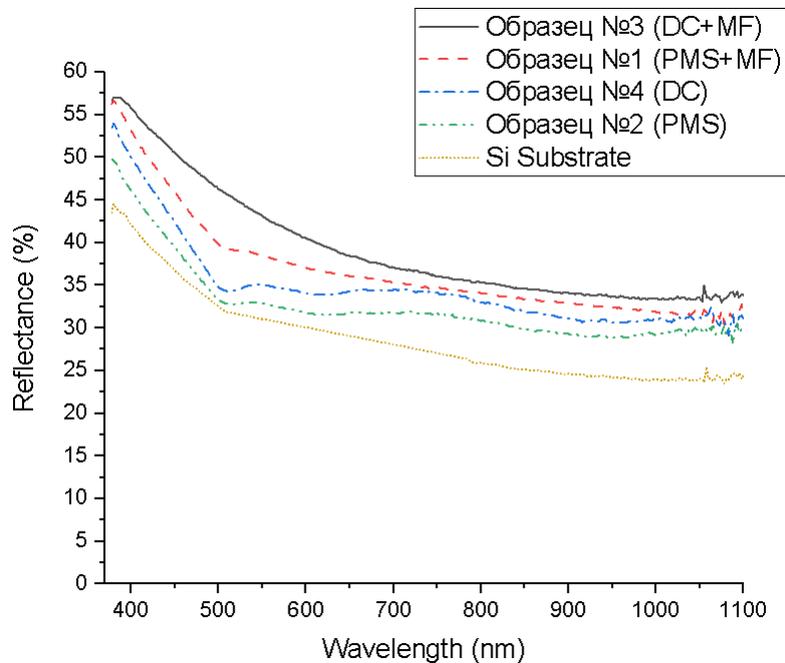


Рис.1. Спектры отражения образцов тонких пленок MoS_2 .

В результате преобразования коэффициентов отражения в коэффициенты поглощения, с использованием функции Кубельки-Мунка (1), были получены спектры поглощения экспериментальных образцов (рис.2). Образцы пленок, которые формировались без воздействия внешних магнитных полей, обладают более выраженными пиками поглощения.

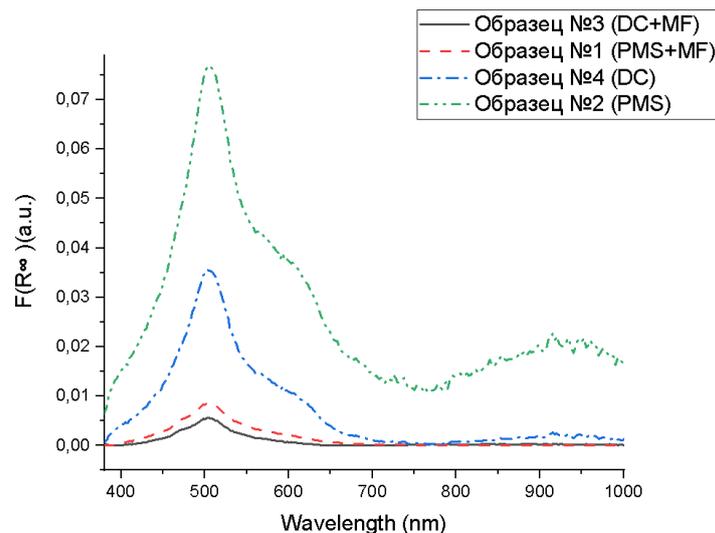


Рис.2. Спектры поглощения образцов тонких пленок MoS_2 .

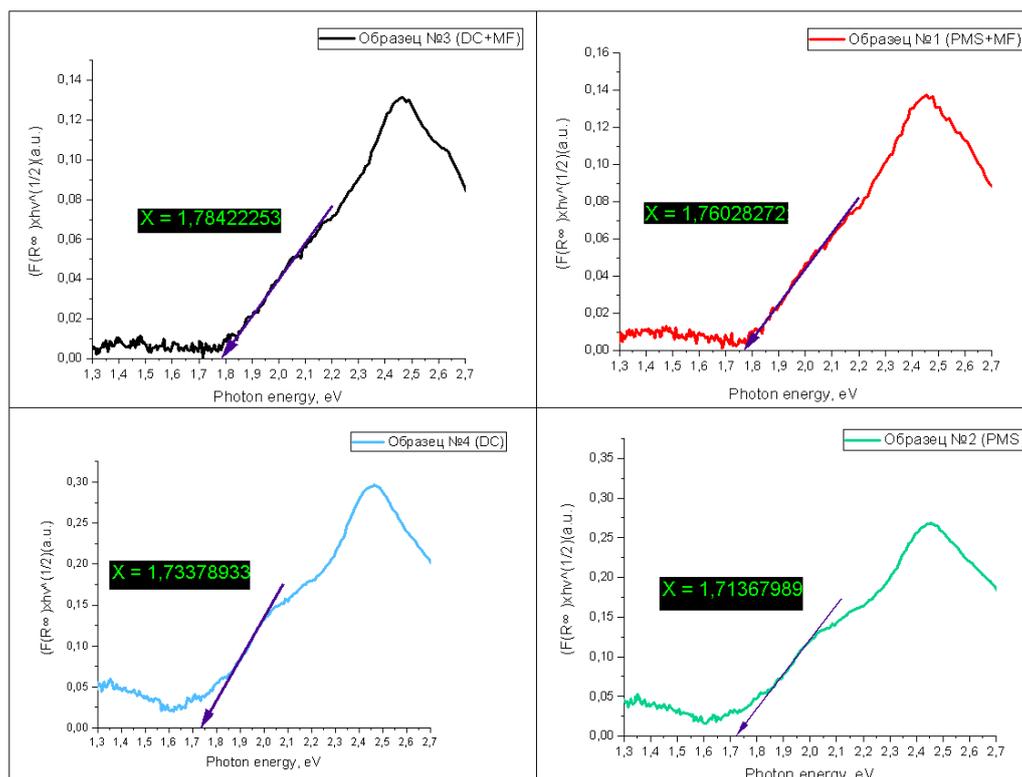


Рис.3. Графики зависимости модифицированного коэффициента поглощения от энергии фотона излучения для плёнок MoS₂.

Графики модифицированной функции поглощения для всех образцов приведены на рис.3. В случае приложения внешнего магнитного поля в режиме постоянного тока ширина запрещенной зоны пленки MoS₂ увеличивается с 1.73 эВ до 1.78 эВ. Для импульсного режима распыления мишени, наблюдается аналогичная тенденция, ширина запрещенной зоны увеличивается с 1.71 эВ (образец, полученный без воздействия внешнего магнитного поля) до 1.76 эВ (образец, полученный с внешним магнитным полем). Кроме того, модифицированные функции поглощения образцов, нанесенных под воздействием внешнего магнитного поля, имеют четко выраженный резкий край поглощения, что, предположительно, свидетельствует о высокой степени текстурированности пленок этих образцов.

Измерения толщины подготовленных образцов пленок осуществляли методом атомно-силовой микроскопии с использованием микроскопа АСМ "Solver-NEXT". Сводные параметры значений ширины запрещенной зоны и толщины образцов представлены в таблице 2.

Таблица 2. Параметры образцов тонких пленок MoS₂.

№ Образца	Режим MPC	Внешнее магнитное поле	Ширина запрещенной зоны, эВ	Толщина пленки, нм
1	PMS	+	1,76	5,6
2	PMS	-	1,71	4,2
3	DCMS	+	1,78	4,1
4	DCMS	-	1,73	3,5

Заключение. Выявлено влияние прикладываемого в процессе магнетронного нанесения внешнего магнитного поля на электронные и оптические свойства ультратонких пленок MoS₂. Полученные модифицированные функции поглощения Кубельки-Мунка свидетельствуют о

наличии четкой границы поглощения для образцов пленок MoS_2 , нанесение которых осуществлялось при наличии внешнего магнитного поля, что свидетельствует об их более высоком структурном совершенстве. Также обнаружено влияние внешнего магнитного поля на скорость роста пленок, при одинаковом времени осаждения приводящее к существенному увеличению толщины пленок (на 20-30%) для случаев наличия продольного магнитного поля с индукцией примерно 0.3 Тл у поверхности подложек в процессе нанесения.

Литература

1. K.S. Novoselov, A.K. Geim, S.V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S.V. Dubonos, I.V. Grigorieva, A.A. Firsov, Electric field effect in atomically thin carbon films, *Science* 306 (2004) 666.
2. D.G. Papageorgiou, I.A. Kinloch, R.J. Young, Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites, *Prog. Mater. Sci.* 90 (2017) 75.
3. Duan X et al., "Two-dimensional transition metal dichalcogenides as atomically thin semiconductors: opportunities and challenges", *Chem. Soc. Rev* 44, 8859 (2015).
4. Lopez Sanchez O et al., "Ultrasensitive photodetectors based on monolayer MoS_2 ", *Nat. Nanotechnol* 8, 497–501(2013).
5. Baugher B W et al., "Intrinsic electronic transport properties of high-quality monolayer and bilayer MoS_2 ", *Nano letters* 13, 4212-4216 (2013).
6. Lee, P.A.: *Physics and chemistry of materials with layered structures: optical and electrical properties.* Reidel, Dordrecht (1976).
7. Arney, J. S.; Chauvin, J.; Nauman, J.; Anderson, P.G. Kubelka-Munk Theory and MTF of Paper.// *J. Imagin Sci. Technol.*, 47 (2003), 339-345.

Теоретические аспекты роста многокомпонентных кристаллических тонкопленочных покрытий из газовой фазы

А.В. Редьков, С.А. Кукушкин

*Санкт-Петербург, Институт Проблем Машиностроения РАН, Большой пр. В.О. 61, 199178,
e-mail:avredkov@gmail.com*

В работе предложены теоретические модели для описания роста кристаллических тонких плёнок многокомпонентных соединений из газовой фазы по механизмам Бартона-Кабреры-Франка и Чернова. Получены аналитические выражения для нахождения зависимости скорости роста таких плёнок от условий роста, парциальных давлений различных компонентов и температуры. Полученные результаты могут быть использованы для оценки скорости роста различных многокомпонентных кристаллов и тонких плёнок без проведения натурных экспериментов.

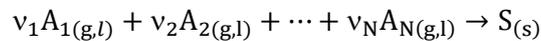
Theoretical aspects of the growth of multi-component crystalline thin-film coatings from the gas phase. A.V. Redkov, S.A. Kukushkin. Theoretical models for describing the growth of crystalline thin films of multi-component compounds from the gas phase by the mechanisms of Barton-Cabrera-Frank and Chernov are proposed. Analytical expressions are obtained for the dependence of the growth rate of such films on the growth conditions, partial pressures of various components, and temperature. The obtained results can be used to estimate the growth rate of various multi-component crystals and thin films without conducting real experiments.

Значительное число промышленных методов выращивания кристаллов заключаются в осаждении вещества на кристаллическую подложку из газовой фазы: хлорид-гидридная эпитаксия, металлоорганическая эпитаксия, молекулярно-пучковая эпитаксия и другие. В

настоящее с использованием этих методов выращиваются тонкие пленки сложных кристаллических соединений, содержащих в своем составе несколько различных типов атомов, например, GaN, ZnO, AlN, SiC. В большинстве случаев для таких материалов оптимальный режим роста (соотношение компонентов, температура, давления и т.д.) подбирается опытным путем, либо путем численного моделирования. Это вызвано тем, что основная доля теоретических исследований по росту кристаллов посвящена, в основном, однокомпонентным системам и, насколько мы знаем, нет обобщения этой теории, которое бы позволило полностью описать рост произвольного многокомпонентного кристалла из многокомпонентных сред по различным ростовым механизмам.

Отметим, что одним из механизмов, играющих ключевую роль при росте кристалла при малом пересыщении, является механизм терраса-ступень-излом, при котором атомы, адсорбированные на поверхности, диффундируют по террасам к ступеням и изломам, а затем встраиваются в кристаллическую решетку. Этот механизм был описан в классической работе Бартон, Кабреры и Франка (BCF) и в многочисленных обзорах и книгах [1-3]. Теория позволила предсказать зависимость скорости роста кристалла от условий роста и объяснить, почему кристаллы растут даже при очень низких пересыщениях (<1%), когда зарождение nanoостровков на поверхности невозможно. Чуть позже А. Чернов предложил подобный, но несколько иной механизм роста, который может иметь место в определенных условиях, например, когда поверхностная диффузия неэффективна. Основная идея А.Чернова заключалась в том, что компоненты диффундируют в газовой фазе в направлении ступеней и изломов и встраиваются непосредственно в них. В работе [4] Чернов разработал теорию, которая описала именно этот механизм, и позволила найти скорость роста однокомпонентного кристалла. Данная работа направлена на обобщение теорий Чернова и БКФ на многокомпонентные системы и в ней рассматривается рост многокомпонентного кристалла за счет диффузии компонентов из газа к поверхности кристалла.

Рассмотрим многокомпонентный кристалл, растущий из паров собственных компонентов. В общем случае реакцию можно записать так:



где $A_{i(g,l)}$ – отдельные компоненты в газовой фазе, $S_{(s)}$ - кристаллическая фаза; ν_i стехиометрические коэффициенты. В результате этой реакции $S_{(s)}$ атомы отдельных компонентов доставляются к ступеням на поверхности кристалла и вызывают их «движение» по поверхности. Предполагаем, что реакция образования твердой фазы происходит непосредственно на поверхности у ступени, и не происходит в газовой фазе, что справедливо для многих ростовых процессов. Рассмотрим ряд параллельных ступеней на поверхности кристалла, и выберем систему координат так, что одна из ступеней совпадает с осью x , а ось z перпендикулярна поверхности кристалла. Для нахождения распределения каждого из N компонентов C_i около ступени в случае, если диффузия к ступени происходит в газовой фазе (механизм Чернова), необходимо решить уравнение [4]

$$\Delta C_i = 0$$

с учетом граничных условий и периодичности вдоль осей:

$$C_i|_{z=d} = C_{i\infty}$$
$$-D_i \frac{dC_i}{dr} = \beta_i V_i (C_i - C_{i0}) \Big|_{z=a/\pi}$$

где D_i – коэффициент диффузии, β_i – удельная скорость встраивания, V_i – объем i -го компонента, x_0 - расстояние между ступенями [4], а d - толщина пограничного слоя, в котором имеет место диффузия компонентов, C_{i0} - это равновесная концентрация i -го компонента, $C_{i\infty}$ - его истинная концентрация на внешней границе пограничного слоя. Найдя решение для концентраций C_i мы можем определить потоки вещества к ступеням. Учитывая, что они

стехиометрические (это можно сделать методом, предложенным в [5]) и опуская промежуточные выкладки, получим формулу для скорости перемещения группы эквидистантных ступеней ϑ_{∞} :

$$\vartheta_{\infty} = \frac{D^{os} \beta^{os}}{\beta^{os} a \ln \left(\frac{x_0}{a} \operatorname{sh} \frac{\pi d}{x_0} \right) + D^{os}} \xi V$$

где $D^{os} = \left(\sum_{i=1}^N \frac{v_i^2}{\pi D_i C_{i0}} \right)^{-1}$, $\beta^{os} = \left(\sum_{i=1}^N \frac{v_i^2}{\beta_i V_i C_{i0}} \right)^{-1}$, $\xi = \sum_{i=1}^N v_i \sigma_i$,

β^{os} - усредненный коэффициент встраивания, D^{os} – усредненный коэффициент диффузии, ξ - многокомпонентное пересыщение [5]. $\sigma_i = C_{i\infty}/C_{i0} - 1$. При применении этой формулы к однокомпонентной системе формула почти совпадает с формулой, полученной в [4]. Различие определяется тем, что в работе [4] встраивание в ступень происходило мгновенно ($\beta^{os} \rightarrow \infty$). Отметим, что именно скорость продвижения ступеней определяет нормальную скорость роста кристалла. Таким образом, уравнение для скорости продвижения группы ступеней и скорости роста кристалла в многокомпонентном случае такое же, как и для однокомпонентного кристалла, но в качестве коэффициентов диффузии и встраивания необходимо использовать усредненные величины, которые можно вычислить, зная индивидуальные свойства всех компонентов.

Работа выполнена с финансовой поддержкой Российского Научного Фонда (проект РНФ №19-72-00082).

Литература

1. Bennema, P. (1984). *Journal of Crystal Growth*, 69(1), 182-197.
2. Uwaha, M. (2016). *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 62(2), 58-68.
3. Chernov, A. A. (2012). *Modern crystallography III: crystal growth (Vol. 36)*. Springer Science & Business Media.
4. Chernov, A. A. (1961). *Sov. Phys. Usp*, 4, 129.
5. Kukushkin S. A., Slyozov V. V. (1996). *Disperse Systems on the Surface of Solids (Evolution Approach): Mechanisms of Thin Films Formation*. Nauka, St.-Petersburg.

Параметры газового разряда с горячей титановой мишенью в среде аргона

А. Е. Шабалин, А. А. Козин

Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), ул. Профессора Попова, д. 5, E-mail: kozin.alexander.andreevich@gmail.com

В данной работе выполнено моделирование газового разряда магнетрона с горячей мишенью в среде аргона с помощью программного пакета COMSOL Multi physics. Результаты моделирования указывают на различия параметров разряда при использовании холодной и горячей мишеней. Концентрация электронов и атомов возбужденного аргона была выше для разряда с горячей мишенью. Но электронная температуру в этом случае оказалась ниже.

Gas discharge with a hot titanium target in argon environment. A.E. Shabalin, A.A. Kozin.
A magnetron gas discharge model with hot target in argon is created using COMSOL Multi physics software package. Result of this modeling show the differences of discharge parameters with cold and hot targets. Concentration of electrons and exited argon atoms was higher for discharge with the hot target. But in this case the electron temperature was lower.

Введение. В последние десятилетия магнетронное распыление является одним из самых эффективных методов нанесения высококачественных покрытий на твердую поверхность [1]. И магнетронные распылительные системы (МРС) с холодной мишенью являются достаточно хорошо изученными [2]. Вместе с тем энергетическая эффективность МРС с холодной мишенью является низкой и не позволяет осаждать пленки с высокой производительностью [3]. Для повышения энергетической эффективности магнетронного распыления применяют МРС с горячими мишенями [4–6]. Эти устройства в настоящее время изучены в недостаточной мере.

Одной из важных задач для понимания особенностей разряда с горячей мишенью является изучение его параметров, к которым относятся электронная температура и концентрация частиц разного рода. Эту задачу решают как экспериментально, так и с помощью моделирования. Моделирование позволяет предсказывать характеристики разряда и более точно понимать физические процессы исследуемого объекта.

В данной работе наша цель состояла в создании модели разряда магнетрона с горячей титановой мишенью в программном пакете COMSOL Multiphysics, выбор которого обусловлен его универсальностью и доступностью. Моделирование выполнялось в несколько шагов: была создана двухмерная геометрическая модель, описаны физические законы, заданы граничные условия, построена конечно-элементная сетка и произведены расчеты.

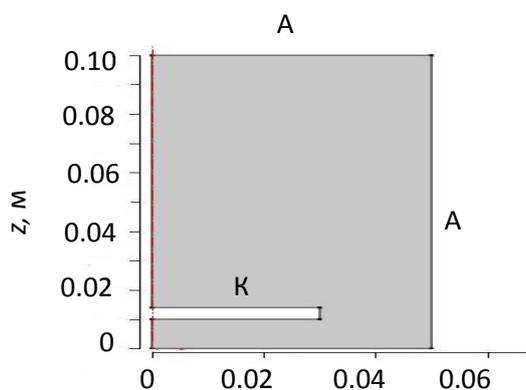


Рис. 1. Двумерная модель МРС.

Детали эксперимента. Расчет выполнялся в программном пакете COMSOL Multiphysics на персональном компьютере, имеющем следующие основные характеристики: процессор Intel(R) Core™ i5-4200M CPU @ 2.50 GHz (4 CPUs), оперативная память – 6 ГБ.

Геометрическая модель разрядного блока представляет собой двумерную модель, созданную в пакете COMSOL Multiphysics, на основании которой была построена конечно-элементная треугольная сетка. Задача решалась в цилиндрической системе координат. Геометрия модели показана на рис. 1. Стенки в ней являются анодом. МРС является симметричной, поэтому на рис. 1 отображена только ее половина. Шаг сетки был выбран таким, чтобы погрешность расчетов не превышала 5%. Начальные условия эксперимента приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры разряда.

Параметр	Значение
Напряжение разряда (V_0)	250В
Давление газа (p_0)	0.5 Торр
Коэффициент ионно-электронной эмиссии (γ)	0.25
Температура (T)	293.15 К
Коэффициентотражения (R)	0.33
Сопротивлениебалластногогорезистора (R_b)	$5 \cdot 10^5$ Ом

Результаты и обсуждение. На рис. 2, а показаны распределения электронной температуры вдоль координатыz, направленной от катода к аноду для разряда с мишенями разного типа. Приведенные на рис. 2, а кривые имеют как сходство, так и различия.

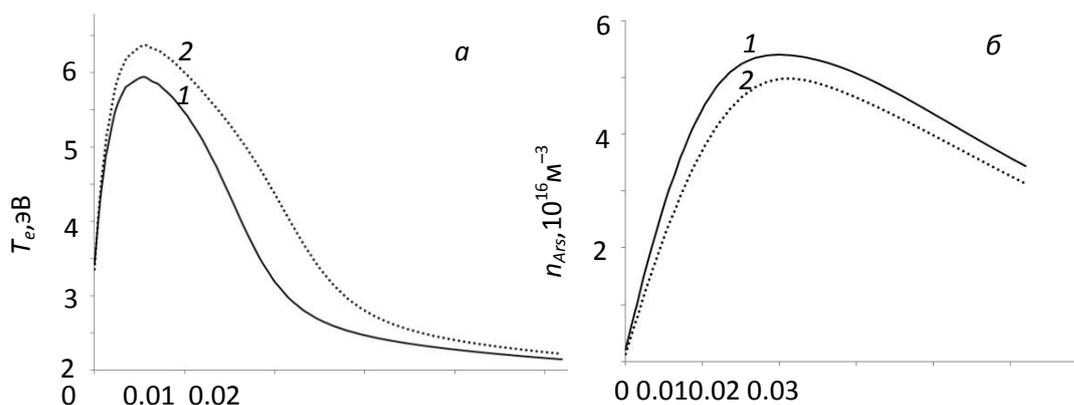


Рис. 2. Распределение при напряжении 250 В: а – электронной температуры; б – атомов возбужденного аргона для мишени: 1 – горячей; 2 – холодной.

Так оба распределения увеличиваются от катода до левого края начала области катодного свечения, где и наблюдается максимум электронной температуры [7]. Далее происходит падение, которое объясняется неупругими столкновениями (процессы возбуждения и ионизации), которые испытывают энергичные электроны, теряя при этом энергию от переднего края области катодного свечения до правого края темного катодного пространства. Далее электронная температура слабо изменяется до анода. Отметим также, что уменьшение этого параметра происходит там, где увеличивается концентрация электронов, что говорит об общей тенденции поведения кривых.

Уменьшение электронной температуры для разряда с горячей мишенью может быть связано с тем, что термоэлектроны имеют меньшую энергию и, следовательно, они снижают величину общей электронной температуры. Однако, стоит отметить, что кривые на рис. 2, а построены в электронвольтах. Перевод этой величины в кельвины приведет к тому, что различие в электронной температуре для разрядов с горячей и холодной мишенью будет малым. Из этого можно сделать вывод, что тип мишени слабо влияет на электронную температуру в МРС.

Распределение атомов возбужденного аргона (рис. 2, б) показывает область высокой интенсивности – область катодного свечения разряда [8]. Электроны, вылетая с катода, имеют энергию порядка единиц электрон-вольт, но, ускоряясь в поле, приобретают энергию, достаточную для возбуждения атомов аргона и возникает свечение.

Добавление дополнительного механизма эмиссии электронов (термоэлектронная эмиссия) сказывается на кривых на рис. 2,б. Видно, что в случае с горячей мишенью, концентрация атомов возбужденного аргона выше, так как происходит больше актов возбуждения, нежели в разряде с холодной мишенью.

На рис. 3. показано распределение электронов в разряде. Из рис. 3 видно, что плотность электронов возле катода значительно ниже, нежели в области темного катодного пространства. Это объясняется большим количеством актов ионизации в области темного катодного пространства, в результате которых рождается большое число электронов.

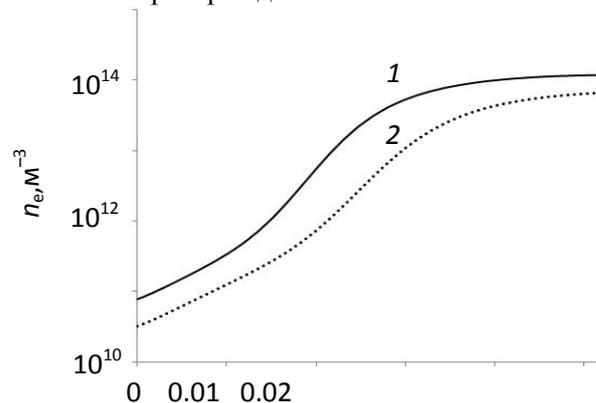


Рис.3. Распределение электронов при напряжении 250 В для мишени: 1 – горячей; 2 – холодной.

Кривая для МРС с горячей мишенью на рис. 3 имеет большие значения в результате появления дополнительных термоэлектронов.

Выводы. Подводя итоги, обратим внимание на то, что форма кривых для электронной температуры, распределения атомов возбужденного аргона и распределения электронов не меняется с изменением типа мишени. Но, в то же время, значительно различаются концентрации и незначительно (в рамках погрешности) различается величина электронной температуры, что согласуется с исследованиями в данной области.

Авторы благодарны профессору Шаповалову В.И. за помощь, оказанную при подготовке этой работы.

Литература

1. Барыбина А. А., Шаповалов В. И. Пленки оксидов переходных металлов: физика и технология реактивного распыления СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 176 с.
2. Komlev A. E., Shapovalov V. I., Shutova N. S. // Techn. Phys. 2012. V. 57. P. 1030–1033.
3. Anders A. // J. Vac. Sci. Technol. A. 2010. V. 28. P. 783–790.
4. Shapovalov V. I., Minzhulina E.A. // Vacuum. 2019. V. 161. P. 324–327.
5. Kozin A.A., Shapovalov V. I. // Sur. Coat. Technol. 2019. V. 359. P. 451-458.
6. Shapovalov V. I. // 2019. V. 64, No. 7. P. 926–932.
7. Tao W. H., Prelas M. A., Yasuda H. K. // J. Vac. Sci. Tech. 1996. V. 14. P. 2113.
8. Raizer Y. P. Gas Discharge Physics. Springer, Berlin, New York 1991 736 p.

Нанесение пленок нитрида титана для многослойных теплозащитных покрытий и исследование их свойств

Д. А. Сотников, Л.Л. Колесник
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская д.5
denis.sotnikov.2012@mail.ru, l.kolesnik@m-i.ru

В работе представлено исследование пленок нитрида титана, полученных методом реактивного магнетронного распыления в среде аргона и азота на стеклянных подложках. Изучено влияние потока реактивного газа на формирование пленок нитрида титана и характеристики многослойных теплозащитных покрытий.

Formation of titanium nitride films for multilayer heat-shielding coatings and the study of their properties. D.A. Sotnikov, L.L. Kolesnik. The paper presents a study of titanium nitride films obtained by reactive magnetron sputtering in argon and nitrogen on glass substrates. The effect of the reaction gas flow on the formation of titanium nitride films and the characteristics of multilayer heat-shielding coatings are studied.

В современном мире перспективным направлением является создание теплозащитных покрытий. Снижение тепловых потерь приводит к повышению энергетической эффективности, а также к уменьшению материальных затрат. Нитрид титана является материалом, обладающим уникальным сочетанием свойств таких как: высокие механические характеристики ($\sigma_B^{TiN} = 950$ МПа) [1], эстетической превосходностью (применяется в декоративной сфере) [2], жаропрочностью.

Исследование проводилось на лабораторной установке напыления тонких пленок «Лунтик» (рис. 1). Вакуумная система установки состоит из спирального насоса EdwardsXDS 10 и турбомолекулярного насоса EdwardsEXTD75, что позволяет получать безмасляный вакуум. Вакуумная камера представлена в форме шестерика из нержавеющей стали 12X18Н10Т с объемом 0,04 м³. Лабораторная установка содержит три технологических источника: источник термического испарения и две магнетронные распылительные системы.



Рис. 1. Лабораторная установка напыления тонких пленок «Лунтик».

Для осаждения пленок (TiN) был использован магнетрон с охлаждаемым титановым катодом марки ВТ1-0 площадью поверхности 4400 мм². Магнетронный метод распыления позволяет получать нитридные покрытия, обладает высокими скоростями распыления, благодаря локализации плазмы около катода-мишени и высокой интенсивности бомбардировки мишени ионами рабочего газа [3]. Достоинством метода является высокая адгезия пленок за счет большой кинетической энергии распыляемых атомов [4].

Исследование пленок нитрида титана

Подложки из стекла перед установкой в вакуумную камеру проходили очистку в ультразвуковой ванне в течение 10 минут при температуре 25 °С. Для увеличения адгезии пленки нитрида титана к стеклянной подложке с помощью второй магнетронной системы с катод-мишенью из вольфрама напылялся в течение 2 минут подслоем из W толщиной 100 нм. Напыление пленки нитрида титана происходило в смеси газов: рабочего – аргона и реактивного – азота. Величина потока азота варьировалась от 3 до 35 см³/мин. Распыление производилось в режиме стабилизации по мощности (500 Вт) при поддержании постоянного потока рабочего газа – аргона 35 см³/мин. В таблице 1 представлены режимы распыления титана.

Таблица 1. Технологические режимы.

Наименование параметра	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	Па	5
Поток аргона	см ³ /мин	35
Поток азота	см ³ /мин	3-35
Мощность магнетрона	Вт	500
Сила тока	А	1,42
Напряжение	В	401
Продолжительность	сек	600
Расстояние до подложки	мм	65

Перед распылением происходила тренировка обеих магнетронных распылительных систем в течение 10 минут в среде аргона при мощности 1000 Вт, так как из-за вскрытия вакуумной камеры при замене образцов происходит окисление и загрязнение поверхности мишени.

В результате нанесения пленки нитрида титана на вольфрамовое покрытие были померены толщины пленок полученных покрытий (рис. 2).

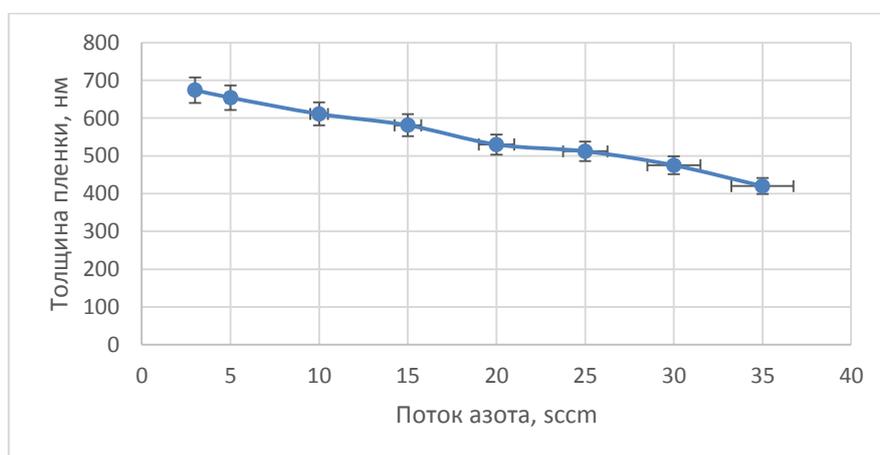


Рис. 2. График зависимости толщины пленки нитрида титана от потока азота.

Наблюдается уменьшение толщины пленок нитрида титана с увеличением потока азота в вакуумную камеру. Данный процесс обуславливается взаимодействием мишени с химически активными атомами и ионами в составе плазмы магнетронного разряда. Таким образом, мишень титана окисляется, образуется диэлектрическая пленка. Из-за образования диэлектрического покрытия происходит уменьшение коэффициента распыления (уменьшается выход атомов мишени при распылении).

Измерение толщины пленок производилось на микроинтерферометре МИИ-4. Измерение в этом приборе основано на получении интерференционной картины (рис.3). Толщина пленки определялась из следующего соотношения [5]:

$$D = 0,295 \cdot A/V$$

где А - величина искривления системы полос, В- расстояние между отдельными полосам

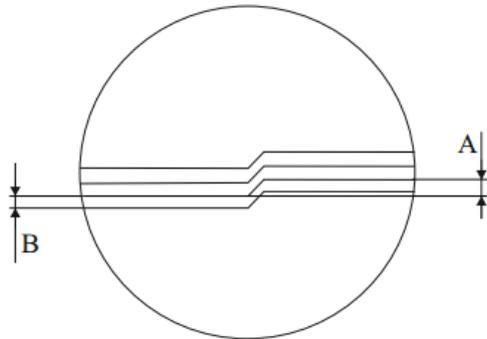


Рис. 3. Интерференционная картина.

Заключение

Выяснено, что для вакуумной камеры объемом 0,04 м³ с увеличением потока реактивного газа азота от 3 до 35 см³/мин толщина пленки уменьшается из-за образования диэлектрического покрытия на титановой мишени. Данная особенность является недостатком магнетронных распылительных систем.

Литература

1. Shackelford, James F. et al “Frontmatter” Materials Science and Engineering Handbook Ed. James F. Shackelford & W. Alexander Boca Raton: CRC Press LLC, 2001.
2. S. M. Borah*1, H. Bailung2, J. Chutia Decorative Titanium Nitride Colored Coatings on Bell-Metal by Reactive Cylindrical Magnetron Sputtering. Article 3, Volume 3, Issue 2, Summer 2010, Page 74-80.
3. Гольдаде В.А., Федосенко Н. Н. Методы получения тонких пленок. ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. – 41с.
4. Дунюшкина Л.А. Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов: монография / Л.А. Дунюшкина. – Екатеринбург: УРО РАН, 2015. – 126 с.
5. Дубинин-Барковский И.В., Карташова А. Н. Измерения и анализ шероховатости, волнистости и некруглости поверхности. - М.: Машиностроение, 1978. - 232 с.

Влияние энергии осаждаемого материала на сверхпроводящие свойства пленки WSi

Д.Д.Васильев, Е.И.Малеванная, К.М.Моисеев, * ** ***Ф.И.Золотов,
* **А.В. Антипов, * **Ю.Б. Вахтомин, * ** ***К.В. Смирнов
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1;
*Москва, МПГУ, ул. Пироговская, д. 1;
**Москва, ООО «Сконтел», ул. Льва Толстого, д. 5/14;
***Москва, НИУ ВШЭ, ул. Мясницкая, д. 20
e-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

Благодаря аморфной структуре пленки WSi имеют преимущества по созданию SNSPD большой активной площади или массива детекторов на одной подложке. Как и у пленок NbN, сверхпроводящие свойства ультратонких пленок WSi существенно зависят от структуры и толщины. Научные группы, исследующие пленки WSi, в основном, уделяли внимание только изменению толщины и соотношению материалов на подложке при комнатной температуре. В данной работе представлены эксперименты по определению влияния потенциала смещения на подложке, температуры подложки и пиковой мощности импульсного магнетронного распыления, которая является эквивалентом ионизации, мишени вольфрама, на поверхностное сопротивление и сверхпроводящие свойства ультратонких пленок WSi. Негативное влияние температуры подложки и положительное влияние потенциала смещения и коэффициента ионизации (пикового тока) позволяет подобрать наилучший режим формирования пленок WSi для SNSPD: температура подложки 297 К, потенциал смещения –60 В и пиковый ток 3,5 А.

Influence of deposited material energy on superconducting properties of a WSi film. D.D. Vasilev, E.I. Malevannaya, K.M. Moiseev, P.I. Zolotov, A.V. Antipov, Y.B. Vakhtomin, K.V. Smirnov. WSi thin films have the advantages for creating SNSPDs with a large active area or array of detectors on a single substrate due to the amorphous structure. The superconducting properties of ultrathin WSi films substantially depend on their structure and thickness, the same as it is with the NbN films. Scientific groups investigating WSi films mainly focused only on changes of their thickness and the ratio of the components on the substrate at room temperature. This paper presents experiments to determine the effect of the bias potential on the substrate, the temperature of the substrate, and the peak power of pulsed magnetron sputtering, which is the equivalent of ionization, a tungsten target, on the surface resistance and superconducting properties of WSi ultrathin films. The negative effect of the substrate temperature and the positive effect of the bias potential and the ionization coefficient (peak current) allow one to choose the best WSi film formation mode for SNSPD: substrate temperature 297 K, bias potential –60 V, and peak current 3.5 A.

Введение

Однофотонный сверхпроводниковый детектор (SNSPD–Superconducting Single Photon Detector) был разработан в 2001 году [1]. Такие детекторы используются в качестве счетчиков одиночных фотонов для безопасного распределения квантовых ключей в квантовой криптографии [2], в оптической космической связи [3], для тестирования CMOS микросхем [4], для визуализации глубины предмета высокого разрешения на дальних расстояниях [5], для создания коротковолновой инфракрасной однофотонной камеры [6] и др. Для ввода излучения в меандр используется одномодовое оптоволокно, толщина ядра которого варьируется в пределах от 9 до 11 мкм, поэтому активная область меандра изначально составляла от 10 до 11 мкм, тогда как сейчас она увеличилась до 14-16 мкм для уменьшения потерь излучения [7-11]. При наличии между источником фотонов и детектором воздушного пространства эффективнее использовать многомодовое оптоволокно, например, для применения в дозиметрии синглетно-кислородной люминесценции (SOLD –Singlet Oxygen Luminescence Dosimetry) [12]. Диаметр ядра многомодового оптоволокна начинается от 50 мкм, что требуется

применения детекторов с активной областью диаметром порядка 35 мкм и фокусирующих линз [13], или детекторов с активной областью порядка 50 мкм [14]. Использование матрицы детекторов позволит повысить параметры изображения камер на основе однофотонных детекторов [15]. Продемонстрированные возможности интегрирования детектора в фотонные [16] и плазмонные [17] схемы требуют создания массива детекторов на одной подложке с высокими выходными параметрами [18].

Изначально чувствительный элемент детектора – меандр – формировали на основе ультратонких поликристаллических пленок NbN [19]. Структура и свойства таких пленок крайне чувствительны к материалу подложки и режимам формирования, вследствие чего до настоящего времени не удается воспроизводимо формировать пленки NbN на относительно больших площадях подложки. Более перспективными представляются детекторы на основе аморфных пленок, таких как WSi [20], MoSi [21] и MoGe [22], которые существенно меньше зависят от материала подложки и структуры ее поверхности, а также менее критичны к дефектам самой пленки [23]. Детекторы на основе аморфных пленок WSi показывают высокую квантовую эффективность до 93% на телекоммуникационной длине волны 1550 нм [24]. Кроме того, благодаря меньшей ширине запрещенной зоны и структурной однородности детекторы на основе пленок WSi с аморфной структурой позволяют эффективно регистрировать фотоны среднего инфракрасного диапазона со стандартной шириной нанопроволоки порядка 100 нм [20], в то время как для регистрации фотонов среднего инфракрасного диапазона детекторами на основе пленок NbN требуется уменьшение ширины нанопроволоки до 30 нм, что усложняет технологический процесс их изготовления [25].

Параметры готового детектора зависят от свойств ультратонкой пленки чувствительного элемента, которые в свою очередь зависят от ее структуры. Пленки WSi переходят в сверхпроводящее состояние при температуре порядка 5 К, аморфной структуре и 25% содержании кремния [26]. При этом научные группы при отработке технологии формирования пленок WSi варьируют соотношением компонентов и толщиной пленки, осаждавая на подложку при комнатной температуре [20, 27-30]. Замечено, что пленки WSi имеют меньший критический ток на подложках MgO по сравнению с SiO_x и Si, в то время как температура перехода в сверхпроводящее состояние на этих подложках совпадает [30]. Анализ рентгеновской дифракции (XRD – X-ray diffraction) показал не интенсивный и широкий пик решеток WSi₂ (110) и W₅Si₃ (202). Измерения сопротивления пленки при приложении магнитного поля свидетельствуют об анизотропных свойствах у тонких пленок WSi, не характерных для аморфной структуры, что может говорить о наличии предпочтительной ориентации в пленках WSi [30]. Для пленок NbN проводились исследования по влиянию потенциала смещения на подложке [31], температуры подложки в районе 825°C [32] и комнатной [33], ионной стимуляции [34] на структуру и сверхпроводящие свойства, тогда как данные по влиянию энергии осаждаемого материала на структуру и свойства пленок WSi отсутствуют. В данной работе приводятся результаты исследования влияния технологических режимов процесса магнетронного распыления на сверхпроводящие свойства пленок WSi.

Описание эксперимента

Согласно зонной модели структуры пленки для несбалансированной магнетронной системы, структура пленки из зоны 1, для которой характерны конусообразные кристаллиты, разделенные пустотами, переходит в зону 2 (плотноупакованные столбчатые зерна) и 3 (рекристаллизованные зерна) при увеличении температуры подложки, потенциала смещения на подложке и потока ионов, падающих на подложку, по отношению к потоку конденсирующихся атомов на подложке (рис. 1) [35]. Исследование влияния всех трех факторов реализовано на установке ВУП-11М в МГТУ им. Баумана, модернизированной для формирования пленок WSi из двух источников магнетронного распыления [36]. В проводимом эксперименте значения температуры T_s подложки составляют 297, 447 и 597 К, потенциала смещения U_{bias} – 0, –30, –60 В. При формировании пленок WSi кремний распыляется в высокочастотном режиме, поэтому имеется возможность управлять только ионизацией W, распыляемого импульсным режимом. Степень ионизации W коррелирует с пиковым током в импульсе I_{peak} , значения которого приняты 0,5, 2,0 и 3,5 А на основании ранее проведенных исследований [37].

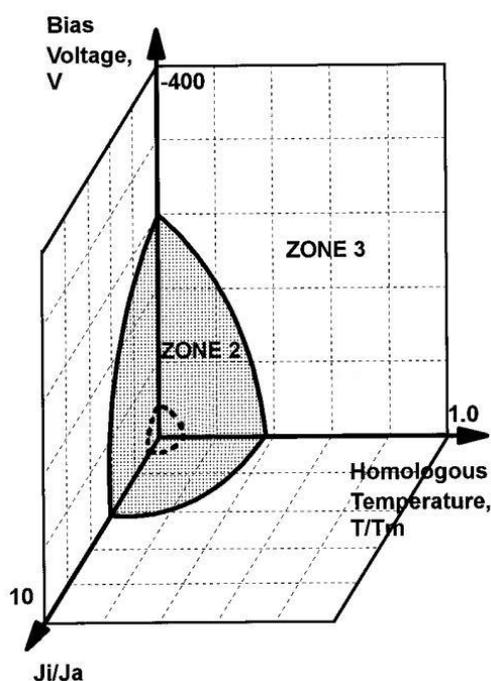


Рис. 1. Зонная модель структуры пленки для несбалансированной магнетронной системы [35].

Оценка влияния каждого фактора по отдельности и их взаимодействия проведена по методу полного факторного эксперимента (рис. 2). Для оценки влияния каждого фактора по отдельности проводятся три дополнительных эксперимента в точках со средним значением варьируемых факторов. Эксперименты проводятся при рабочем давлении $2,1 \cdot 10^{-3}$ мбар, потоке Ar 2,6 л/ч, времени осаждения 15 с, концентрации W 76%, удельной массе пленки $8,966 \cdot 10^{-5}$ кг/м², которая, по оценке, соответствует толщине 6 нм.

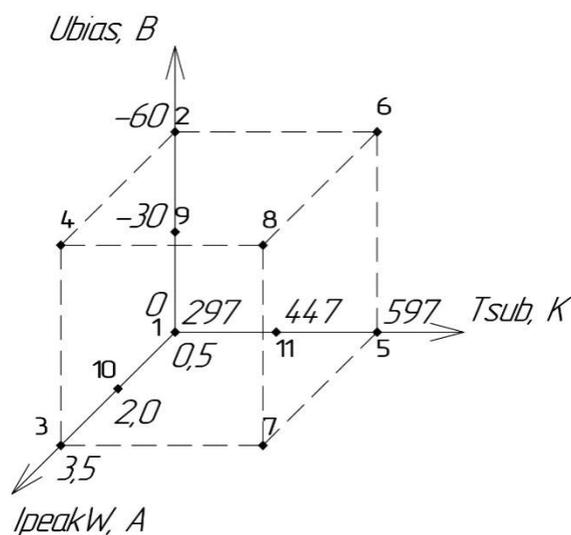


Рис. 2. Схема проведения полного факторного эксперимента.

Следует отметить, что при толщинах пленок менее 10 нм значение толщины существенно влияет на их поверхностное сопротивление и сверхпроводящие свойства [30]. Вследствие влияния исследуемых факторов на структуру, а, следовательно, на плотность получаемых пленок, которая будет изменять толщину пленок при одинаковой скорости осаждения, для исследования предложено формировать пленки с одинаковой удельной массой,

которая контролируется методом пьезоэлектрического микровзвешивания по разработанной ранее методике [38].

У полученных пленок WSi измерено поверхностное сопротивление R_s четырехзондовым методом, и сверхпроводниковые свойства при опускании образца внутрь откачиваемой вставки в криостате: критическая температура T_c , ширина перехода ΔT_c и коэффициент остаточного сопротивления RRR .

Результаты обсуждения

Поверхностное сопротивление R_s пленок WSi увеличивается с увеличением температуры подложки T_s и потенциала смещения U_{bias} . Пиковый ток I_{peak} не влияет на поверхностное сопротивление (рис. 3).

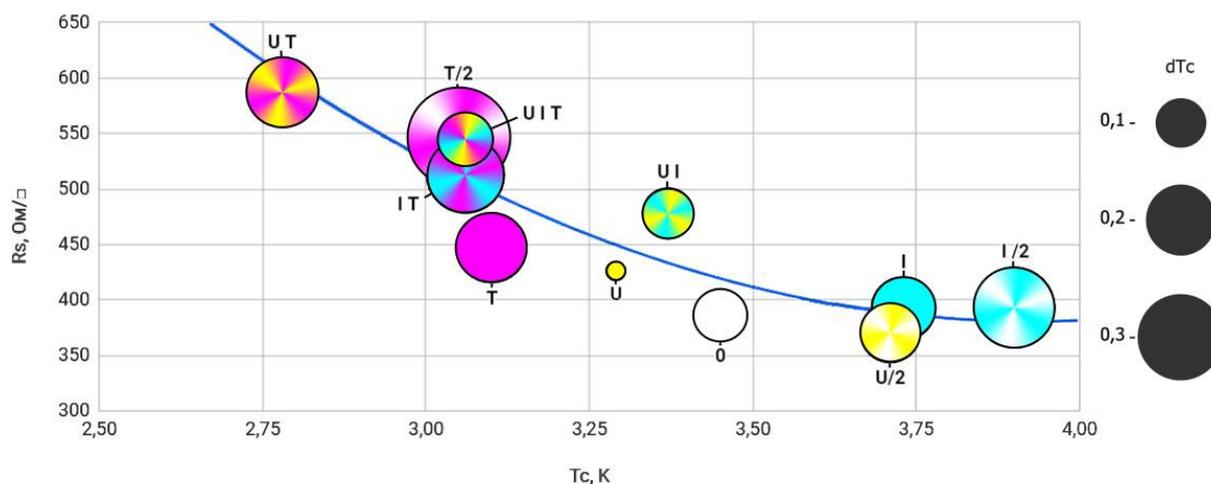


Рис. 3. Зависимость поверхностного сопротивления от температуры перехода пленки, размером является ширина перехода.

Температура перехода T_c уменьшается при увеличении температуры подложки T_s и потенциала смещения U_{bias} , и увеличивается при увеличении пикового тока I_{peak} .

Варьируемые факторы не влияют на коэффициент остаточного сопротивления RRR (таблица 1). Зависимости ширины перехода в сверхпроводящее состояние dT_c от варьируемых факторов также не обнаружено (рис. 3).

Таблица 1. Поверхностное сопротивление и сверхпроводящие свойства образцов.

№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Факторы	–	U	I	UI	T	UT	IT	UIT	U/2	I/2	T/2
R_s, Ом/□	387	426	392	478	447	587	513	545	370	393	546
T_c, К	3,45	3,29	3,73	3,37	3,10	2,78	3,06	3,06	3,71	3,90	3,05
RRR	0,95	0,96	0,94	0,96	0,96	0,96	0,95	0,96	0,96	0,95	0,95
dT, К	0,12	0,07	0,17	0,12	0,20	0,20	0,24	0,13	0,15	0,26	0,38

В результате увеличение температуры подложки увеличивает поверхностное сопротивление пленки и уменьшает критическую температуру, что может быть связано с образованием нежелательных связей между частицами осаждаемого материала и элементами остаточной атмосферы или материалом подложки.

Увеличение потенциала смещения повышает поверхностное сопротивление без изменения сверхпроводящих свойств пленки, что может позволить улучшить отношение сигнал/шум детектора.

Увеличение пикового тока при распылении W повышает критическую температуру без изменения поверхностного сопротивления, и может привести к увеличению плотности критического тока, что может оказать положительное влияние на параметры детектора: отношение сигнал/шум и эффективность генерации импульса.

Коэффициент остаточного сопротивления RRR пленок WSi , в отличие от NbN , изменяется от 0,94 до 0,96, что не позволяет рассматривать данный параметр в качестве инструмента для улучшения выходных характеристик детектора.

Заключение

Формирование пленки WSi при температуре подложки 297 К, потенциале смещения -60 В и пиковом токе W 3,5 А комплексно увеличивает поверхностное сопротивление пленки R_s и критическую температуру перехода в сверхпроводящее состояние T_c , что может положительно сказаться на улучшении отношения сигнал-шум детектора, и способствовать повышению эффективности генерации импульса пленкой. Однако для полной оценки влияния факторов на параметры детектора необходимо провести исследования влияния факторов на плотность критического тока и выходных параметров детектора.

Благодарности

Данная работа была поддержана в рамках гранта Российского научного фонда (РНФ) № 18-12-00364.

Литература

1. Gol'tsman G, Okunev O, Chulkova G, Lipatov A, Semenov A, Smirnov K, Voronov B, Dzardanov A, Williams C and Sobolewski R 2001 *Appl. Phys. Lett.* **79**, 705.
2. Hoi-Kwong L, Curty Mand Tamaki K 2014 *Nat. Photonics* **8**, 595–604.
3. M. Grein, E. Dauler, A. Kerman, M. Willis, B. Romkey, B. Robinson, D. Murphy, and D. Boroson, "A superconducting photoncounting receiver for optical communication from the Moon," SPIE, 2015.
4. Zhang J, Boiadjieva N, Chulkova G, Deslandes H, Gol'tsman G, Korneev A, Kouminov P 2003 *Electronics Letters* **39**(14) 1086.
5. Aongus McCarthy, Nils J. Krichel, Nathan R. Gemmell, Ximing Ren, Michael G. Tanner, Sander N. Dorenbos, Val Zwiller, Robert H. Hadfield and Gerald S. Buller 2013 *Opt. Express* **21**, 8904.
6. Thomas Gerrits, Daniel J. Lum, Varun Verma, John Howell, Richard P. Mirin, and Sae Woo Nam 2018 *Opt. Express* **26**, 15519 .
7. Iman Esmaeil Zadeh, Johannes W. N. Los, Ronan B. M. Gourgues, Violette Steinmetz, Gabriele Bulgarini, Sergiy M. Dobrovolskiy, Val Zwiller, and Sander N. Dorenbos 2017 *APL Photonics* **2**, 111301.
8. Lixing You, Jia Quan, Yong Wang, Yuexue Ma, Xiaoyan Yang, Yanjie Liu, Hao Li, Jianguo Li, Juan Wang, Jingtao Liang, Zhen Wang, and Xiaoming Xie 2018 *Opt. Express* **26**, 3 2965.
9. Li Chen, Dirk Schwarzer, Jascha A. Lau, Varun B. Verma, Martin J. Stevens, Francesco Marsili, Richard P. Mirin, Sae Woo Nam, and Alec M. Wodtke 2018 *Opt. Express* **26**, 1214859.
10. Francesco Bellei, Alyssa P. Cartwright, Adam N. McCaughan, Andrew E. Dane, Faraz Najafi, Qingyuan Zhao, and Karl K. Berggren 2016 *Opt. Express* **24**, 43248.
11. P. Zolotov, A. Divochiy, Yu. Vakhtomin, M. Moshkova, P. Morozov, V. Seleznev, and K. Smirnov 2018 *AIP Conference Proceedings* **1936**, 020019.
12. Nathan R. Gemmell, Aongus McCarthy, Michele M. Kim, Israel Veilleux, Timothy C. Zhu, Gerald S. Buller, Brian C. Wilson, and Robert H. Hadfield 2017 *J. Biophotonics* **10**, 2, 320.
13. Dengkuan Liu, Shigehito Miki, Taro Yamashita, Lixing You, Zhen Wang, and Hiroataka Terai 2014 *Opt. Express* **22**, 18, 21167.

14. Hao Li, Lu Zhang, LixingYou, Xiaoyan Yang, Weijun Zhang, Xiaoyu Liu, Sijing Chen, Zhen Wang, and XiaomingXie 2015 *Opt. Express*23, 13, 17301.
15. T. Gerrits, S. Allman, D. J. Lum, V. Verma, J. Howell, R. Mirin, and S. W. Nam, "Progress toward a high-resolution single-photon camera based on superconducting single photon detector arrays and compressive sensing," in CLEO: 2015, OSA Technical Digest (online) (Optical Society of America, 2015), paper STh3O.6.
16. F. Lenzini, N. Gruhler, N. Walter, W. H. P. Pernice 2018 *Adv. Quantum Technol.*1, 1800061.
17. Reinier W. Heeres, Leo P. Kouwenhoven & Valery Zwiller 2013 *Nat. Nanotechnology*8, 719.
18. M. S. Allman, V. B. Verma, M. Stevens, T. Gerrits, R. D. Horansky, A. E Lita, F. Marsili, A. D. Beyer, M. D. Shaw, D. Kumor, R. Mirin, and S. W. Nam 2015 *Proc. SPIE* 9504, Photon Counting Applications 2015, 950402.
19. J. R. Gao and M. Hajenius 2007 *Appl. Phys. Lett.*91, 062504.
20. BurmBaek, Adriana E. Lita, Varun Verma, and Sae Woo Nam 2011 *Appl. Phys. Lett.*98, 251105.
21. Korneeva Y P, Mikhailov M Y, Pershin Y P, Manova N N, Divochiy A V, Vakhtomin Y B, and Goltsman G N 2014 *Superconductor Science and Technology*27, 095012.
22. V. B. Verma, A. E. Lita, M. R. Vissers, F. Marsili, D. P. Pappas, R. P. Mirin, and S. W. Nam 2014 *Appl. Phys. Lett.*105, 022602.
23. Lita, A., Verma, V., Horansky, R., Shainline, J., Mirin, R., & Nam, S. (2015). Materials Development for High Efficiency Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors. *MRS Proceedings*, 1807, 1-6.
24. Marsili F, Verma V B, Stern J A, Harrington S, Lita A E, Gerrits T and Nam S W 2013 *Nature Photonics*7(3) 210.
25. Francesco Marsili, Francesco Bellei, Faraz Najafi, Andrew E. Dane, Eric A. Dauler, Richard J. Molnar, Karl K. Berggren 2012 *Nano Lett.*20121294799-4804.
26. Kondo S 1992 *Journal of materials research*7(04), 853.
27. X. Zhang, A. Engel, Q. Wang, A. Schilling, A. Semenov, M. Sidorova, H.-W. Hübers, I. Charaev, K. Ilin, and M. Siegel 2016 *Phys. Rev. B* 94, 174509.
28. V A Seleznev, A V Divochiy, Yu B Vakhtomin, P V Morozov, P I Zolotov, D DVasil'ev, K M Moiseev, E I Malevannaya and K V Smirnov 2016 *J. Phys.: Conf. Ser.*737 012032.
29. I. N. Florya, Yu. P. Korneeva, M. Yu. Mikhailov, A. Yu. Devizenko, A. A. Korneev, and G. N. Goltsman 2018 *Low Temperature Physics*44, 221.
30. JinJin, Fengfeng Fu, Xiaoqing Jia, Lin Kang, Zhihe Wang, Xuecou Tu, Labao Zhang 2019 *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*29, 5, 18483128.
31. Andrew E. Dane, Adam N. McCaughan, Di Zhu, Qingyuan Zhao, Chung-Soo Kim, NiccoloCalandri, Akshay, Agarwal, Francesco Bellei, and Karl K. Berggren 2017 *Appl. Phys. Lett.*111, 122601.
32. K Ilin et al 2008 *J. Phys.: Conf. Ser.* 97 012045.
33. Zhen Wang, Akira Kawakami, Yoshinori Uzawa, and Bokuji Komiyama 1996 *J Appl. Phys.*79, 7837.
34. Tomas Polakovic, Sergi Lendinez, John E. Pearson, Axel Hoffmann, Volodymyr Yefremenko, Clarence L. Chang, Whitney Armstrong, Kawtar Hafidi, Goran Karapetrov, and Valentine Novosad 2018 *APL Materials*6, 076107.
35. P. J. Kelly and R. D. Arnell 1998 *Journal of Vacuum Science & Technology A* 16, 2858.
36. D DVasilev et al 2017 *J. Phys.: Conf. Ser.*872 012027.
37. 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 // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА, 2017. – С.193-196.
38. Д.Д.Васильев, Е.И.Малеванная, К.М.Моисеев. Исследование скорости осаждение ультратонких сверхпроводящих пленок WSi при варьировании энергии частиц осаждаемого материала // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2018. – С.221-227.

Обеспечение равномерности толщины ультратонких плёнок WSi при магнетронном распылении из двух источников

С. Хыдырова, М.Ю. Акишин, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1
e-mail: hydyrovas@yandex.ru, d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

Для достижения высоких выходных характеристик однофотонных детекторов на основе плёнок WSi необходима высокая равномерность толщины плёнки более 95%. В работе представлено проведенное на основании экспериментально определенного потока от одного магнетрона математическое моделирование неравномерности толщины ультратонких плёнок WSi, формируемых магнетронным распылением из двух источников, в зависимости от расположения магнетронов относительно подложкодержателя. По результатам моделирования неравномерности выдвинуты требования к конструкции и расположению в камере магнетронного узла, при которых обеспечивается требуемая неравномерность толщины плёнки менее 5%.

Providing of ultra-thin film thickness uniformity by magnetron sputtering from two sources. S. Hydyrova, M.Yu. Akishin, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. To achieve high characteristics of single-photon detectors based on WSi thin films it is necessary to provide high film thickness uniformity more than 95%. This paper presents a mathematical modeling of the thickness uniformity of an ultra-thin film formed by magnetron sputtering from two sources, based on an experimentally determined mass flow from a single magnetron, depending on the location of the magnetrons relative to the substrate holder. According to the results of non-uniformity modeling, the requirements for the design and location of the magnetron unit in the chamber were made, which ensured the required non-uniformity of the film thickness of less than 5%.

Введение

Сверхпроводниковые однофотонные детекторы на основе нанопроволоки (SNSPD) предназначены для детектирования излучения (одиночных фотонов) видимого (400...780 нм) и ближнего ИК-диапазона (0,74...2,5 мкм). SNSPD применяются в качестве счетчиков фотонов в различных областях: в квантовой криптографии, в оптической когерентной томографии и квантовой оптической когерентной томографии, в ЛИДАР-системах, при астрономических исследованиях, а также при тестировании микросхем [1]. Перспективным является применение SNSPD в оптических квантовых вычислениях, так как для реализации квантовой оптической интегральной схемы необходимы источник фотонов, логические элементы и приемник (детектор) фотонов [2]. Кроме того, SNSPD востребованы в оптических системах дальней космической связи [3].

Однофотонные детекторы на основе сверхпроводников обладают преимуществами перед альтернативными в связи с более широким спектральным диапазоном детектирования, высокой квантовой эффективностью, большим быстродействием и меньшим числом темновых отсчетов, а также более высокими рабочими температурами [1, 4].

Одним из наиболее перспективных материалов чувствительного элемента SNSPD является WSi [5], детекторы на основе которого демонстрируют высокую квантовую эффективность до 93% [6].

Толщины сверхпроводящих плёнок для SNSPD составляет менее 10 нм [7]. При таких значениях наблюдается сильное изменение сверхпроводящих параметров материала в зависимости от толщины [8], что обуславливает значительное влияние толщины плёнки на выходные характеристики детектора: квантовую эффективность, быстродействие, рабочую температуру, число темновых отсчетов [9, 10, 11]. В связи с этим для обеспечения воспроизводимости выходных характеристик детектора необходимо получение плёнок с высокой равномерностью толщины более 95%.

Одним из наиболее распространенных методов формирования сверхпроводящих ультратонких плёнок для SNSPD, применяемых в том числе в лаборатории кафедры «Электронные технологии в машиностроении», является магнетронное распыление. Формирование плёнки WSi в нашей лаборатории осуществляется на установке ВУП-11М [12] распылением мишеней W и Si двух магнетронов. Угол между осью каждого из магнетронов и подложкодержателем составляет 45° . Центр подложкодержателя совпадает с пересечением осей магнетронов [12]. В [13] показано, что реализация вращения подложкодержателя при данном расположении магнетронов обеспечит требуемую неравномерность толщины плёнки менее 5%. Однако нынешнее расположение подложкодержателя в камере (в плоскости, расположенной под углом к оси вакуумного ввода подложкодержателя) не позволяет осуществлять вращение подложкодержателя, в связи с чем формируемые двухкомпонентные плёнки обладают высокой неравномерностью толщины и состава по подложке.

Для обеспечения неравномерности толщины плёнки менее 5% целесообразно изменить компоновку и расположить два магнетрона на одном фланце камеры симметрично относительно подложки, а подложкодержатель – на противоположном фланце, что позволит реализовать вращение подложкодержателя и снизить неравномерность толщины и состава плёнки.

В данной работе рассматривается способ обеспечения требуемой неравномерности толщины двухкомпонентной плёнки менее 5% посредством вновь разрабатываемой конструкции магнетронного узла. Для выдвигания требований к конструкции магнетронного узла (определения расстояния между осями магнетронов и угла наклона оси магнетрона относительно оси подложкодержателя) проводится моделирование неравномерности толщины плёнки при совместном распылении из двух источников.

Экспериментальное определение пространственного распределения потока W от одного магнетрона

Моделирование неравномерности толщины в зависимости от взаимного расположения магнетронов и подложкодержателя проводится на основании регрессионной модели пространственного распределения потока от одного магнетрона, полученной на основании экспериментального измерения скорости осаждения.

Чтобы определить поток материала от одного магнетрона, с помощью метода пьезоэлектрического микровзвешивания [14] определяется масса, осажденная на закрепляемые в 9 экспериментальных точках (рис. 1а) на подложкодержателе кварцевые резонаторы. Осаждение вольфрама W проводилось при пяти различных расстояниях между подложкодержателем и магнетроном: 50, 70, 90, 110 и 130 мм (рис. 2б). Формирование плёнки вольфрама магнетронным распылением проводится на установке ВУП-11М. Параметры режима осаждения плёнки вольфрама [15] приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры режима осаждения плёнки W магнетронным распылением.

Параметр	Значение
Сигнал	Импульсный
Мощность, Вт	120
Частота, кГц	15
Коэффициент заполнения, %	80
Поток аргона, л/ч	1,56
Предельное давление, 10^{-5} мбар	1,1
Время тренировки мишени, мин	5
Время нанесения, мин	2

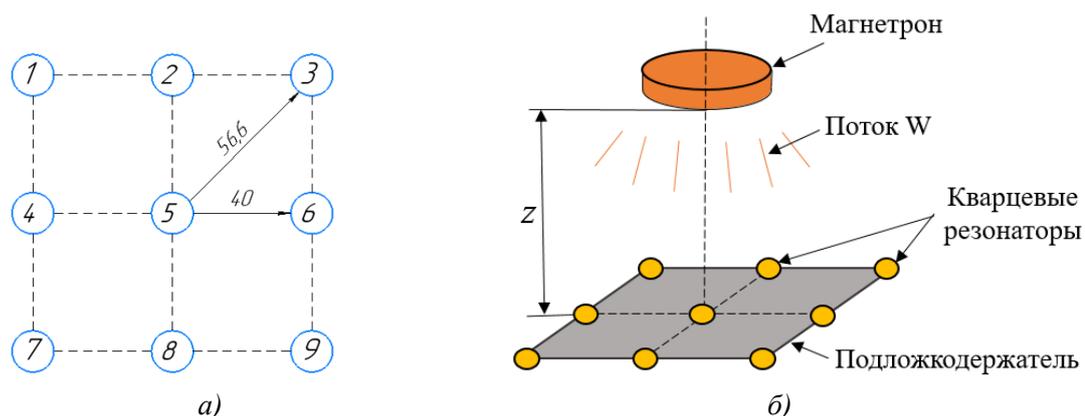


Рис. 1. Схема расположения экспериментальных точек: а) расположение подложкодержателя относительно магнетрона; б) расположение кварцевых резонаторов на подложкодержателе.

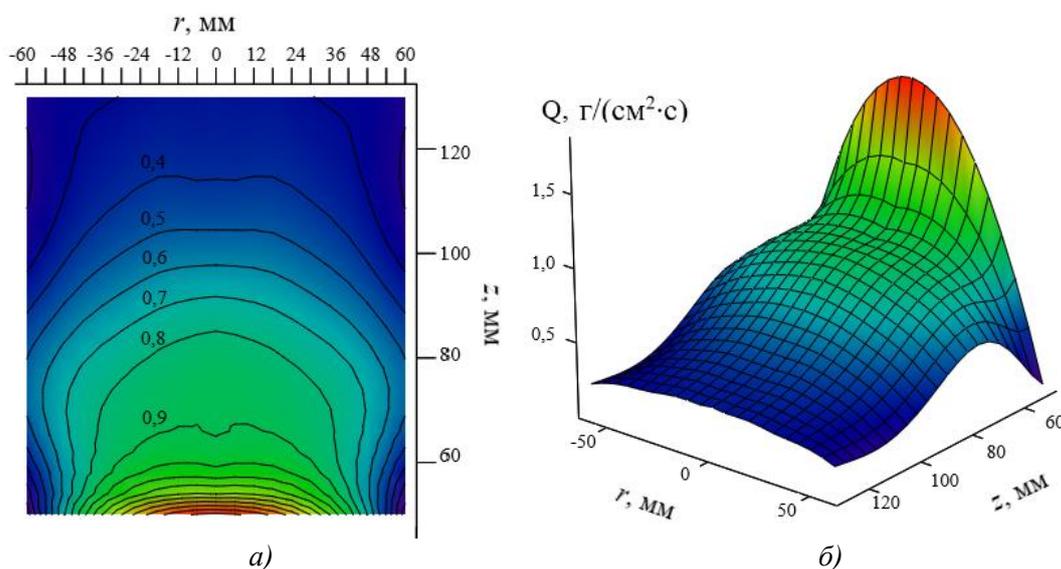


Рис. 2. Регрессионная модель зависимости потока Q [$\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$] от радиуса r и высоты z (расположение магнетрона соответствует началу координат): а) линии уровня; б) график поверхности.

В результате проведенных экспериментов рассчитана удельная масса осаждаемой в каждой из экспериментальных точек плёнки. Поток Q [$\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$] определяется из отношения удельной массы к времени t осаждения плёнки, рассчитанные значения потока в экспериментальных точках для расстояний z от магнетрона представлены в таблице 2.

Таблица 2. Значения потока Q [$\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$] W в экспериментальных точках.

№ резонатора	$z_1 = 50$ мм	$z_2 = 70$ мм	$z_3 = 90$ мм	$z_4 = 110$ мм	$z_5 = 130$ мм
1	0,491	0,339	0,337	0,274	0,187
2	0,984	0,447	0,478	0,309	0,245
3	0,536	0,354	0,444	0,252	0,240
4	0,884	0,618	0,492	0,415	0,279
5	2,086	0,958	0,763	0,450	0,339
6	0,808	0,607	0,534	0,286	0,289
7	0,537	0,501	0,417	0,321	0,248
8	0,799	0,603	0,570	0,322	0,285
9	0,510	0,395	0,386	0,219	0,236

Математическая модель зависимости потока материала от пространственных координат относительно магнетрона получена на основании экспериментальных значений потока Q с помощью регрессионного анализа в среде Mathcad.

С помощью функции регрессии полиномом третьего порядка построены регрессионные модели потока Q в зависимости от расположения точки на подложкодержателе в декартовых координатах x, y . Найдены координаты экстремумов функций, чтобы исключить влияние погрешности закрепления центрального резонатора на подложкодержателе (несоответствие центра резонатора 5 и оси магнетрона (рис. 1 а, б)). Затем координаты экспериментальных точек 1...9 для каждой высоты закрепления подложкодержателя z переводятся в полярные координаты r и φ и значения потока Q усредняются по углу φ согласно теореме о среднем. Таким образом, получены функции зависимости потока $Q(r)$ от радиуса относительно оси магнетрона для каждой высоты.

Полученные кривые $Q(r)$ при значениях высот $z_1 - z_5$ объединяются функцией регрессии в модель пространственного распределения потока материала Q в заданной точке от одного магнетрона в зависимости от радиуса r и высоты z (рис. 2), где r и z – радиус и высота в цилиндрических координатах относительно магнетрона. Расположение магнетрона соответствует началу координат на графиках.

Полученное пространственное распределение потока материала от одного магнетрона Q позволяет смоделировать зависимость неравномерности толщины плёнки от взаимного расположения подложки и магнетронов при распылении из двух источников.

Моделирование неравномерности толщины в зависимости от расположения магнетрона относительно подложки

Для моделирования неравномерности толщины плёнки в зависимости от расположения подложки относительно магнетрона координаты r и z выражаются через угол β и расстояния B и L (рис. 3).

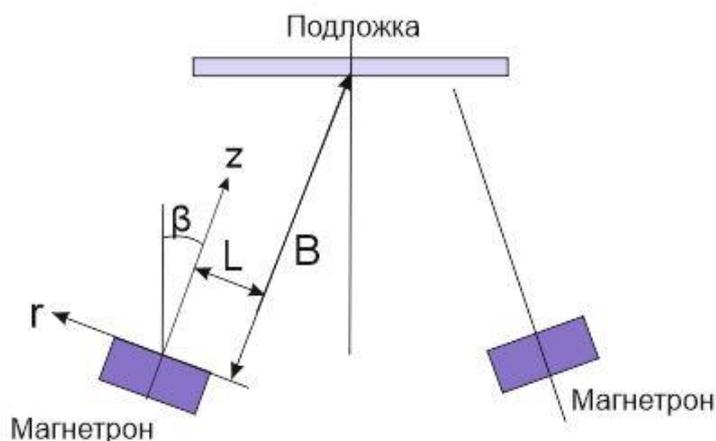


Рис. 3. Расчетная схема расположения подложки относительно магнетронов.

На основании распределения потока в Mathcad построена модель неравномерности толщины плёнки Δ и модель удельной массовой скорости осаждения плёнки (что эквивалентно потоку Q) при распылении из двух источников в зависимости от L и B при значениях угла β от 0 до 45° с шагом 5°, диапазоны варьирования L от 0 до 40 мм, B от 90 до 130 мм.

Из 10 полученных графиков поверхности неравномерности Δ в зависимости от расстояний L и B выявлено, что наименьший угол β , при котором обеспечивается Δ менее 5%, равен 5°. С увеличением β увеличиваются диапазоны B и L , в которых выполняется условие $\Delta < 5\%$, и эти области смещаются в сторону меньших значений B .

Исходя из графиков зависимости скорости осаждения от B и L при различных β получено, что влияние угла β на скорость осаждения незначительно. Скорость осаждения снижается с увеличением расстояния B и эксцентриситета L .

Помимо неравномерности толщины плёнки $\Delta < 5\%$ расположение магнетронов в камере должно обеспечивать высокую скорость осаждения плёнки. Угол наклона магнетрона β должен быть наименьшим для размещения магнетронного узла в камере установки ВУП-11М. Исходя из этих требований, на основании моделирования неравномерности и скорости осаждения выбран угол $\beta = 10^\circ$. При $\beta = 10^\circ$ неравномерность менее 5% обеспечивается при расстоянии $B = 105 \dots 120$ мм и эксцентриситете $L = 0 \dots 5$ мм. В выбранном диапазоне наибольшая скорость осаждения $0,496 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ достигается при $L = 0$ мм и $B = 105$ мм. Модели неравномерности толщины плёнки Δ [%] и скорости осаждения Q [$\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$] при $\beta = 10^\circ$ в зависимости от L и B представлены на рис. 4 и 5 соответственно.

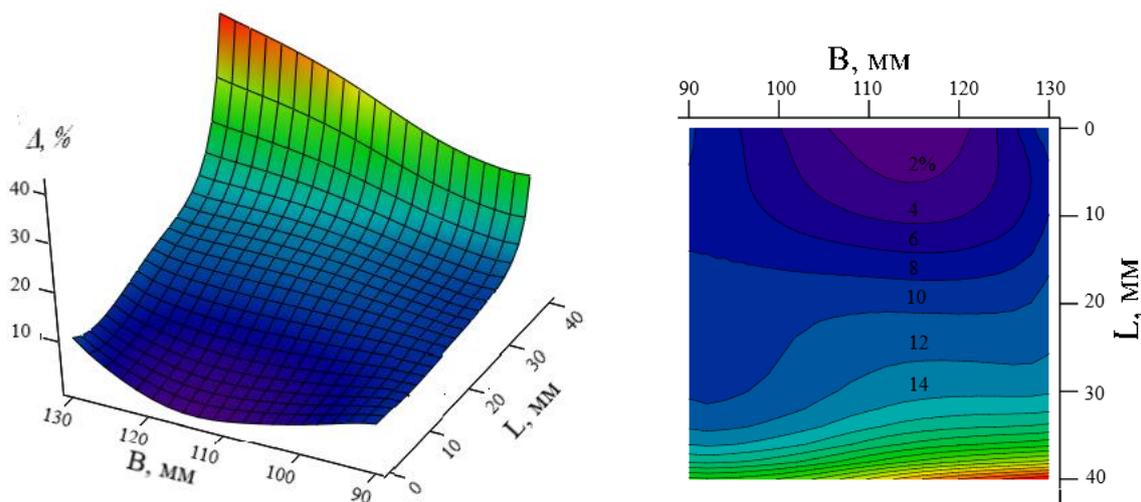


Рис. 4. Модель неравномерности толщины плёнки Δ [%] при угле наклона магнетрона $\beta = 10^\circ$ в зависимости от расстояния B от подложкодержателя и эксцентриситета L : а) график поверхности; б) линии уровня.

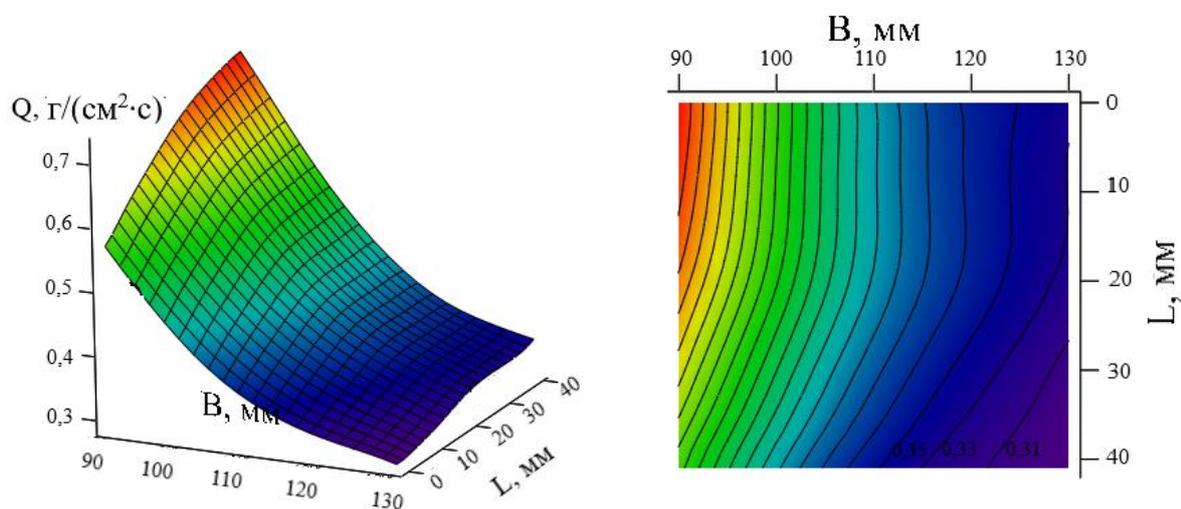


Рис. 5. Модель скорости осаждения Q [$\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$] при угле наклона магнетрона $\beta = 10^\circ$ в зависимости от расстояния B от подложкодержателя и эксцентриситета L : а) график поверхности; б) линии уровня.

Результаты моделирования неравномерности толщины двухкомпонентной плёнки

На основании проведенного в *Mathcad* моделирования неравномерности толщины и скорости осаждения плёнки выдвинуты следующие требования к расположению магнетронов относительно подложкодержателя, при которых обеспечивается неравномерность толщины плёнки менее 5%:

- угол наклона магнетрона $\beta > 10^\circ$;
- эксцентриситет $L < 5$ мм;
- расстояние $B = 105 \dots 130$ мм.

По результатам моделирования скорости осаждения плёнки при β в указанных диапазонах L и B наибольшая осаждения $0,496 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ обеспечивается при $L = 0$ мм и $B = 105$ мм.

На основании приведенных условий выбираются k и h (рис. 4):

$$h = B \cos \beta - L \sin \beta = 105 \cdot \cos(10^\circ) = 103,4 \approx 104 \text{ мм} \quad (1);$$

$$k = B \sin \beta + L \cos \beta = 105 \cdot \sin(10^\circ) = 18,2 \text{ мм} \approx 20 \text{ мм} \quad (2).$$

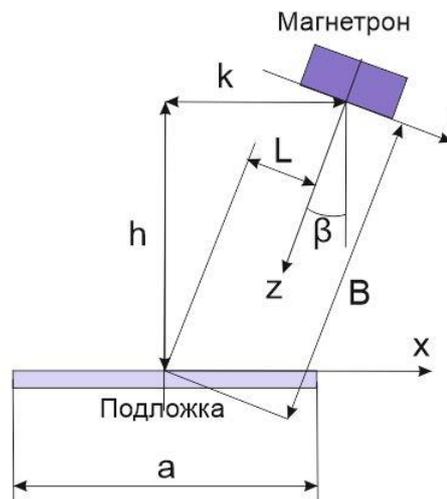


Рис. 6. Расчетная схема расположения магнетрона относительно подложки.

Таким образом, исходя из требований к неравномерности толщины менее 5%, высокой скорости осаждения плёнки и малом угле наклона выбраны расстояния от подложкодержателя до магнетрона $k = 20$ мм и $h = 104$ мм при угле $\beta = 10^\circ$, что удовлетворяет требуемым условиям обеспечения неравномерности толщины пленки менее 5%. Данная компоновка магнетронного узла может быть реализована на установке ВУП-11М для формирования двухкомпонентных тонких плёнок WSi для однофотонных детекторов.

Заключение

На основании проведенного моделирования неравномерности толщины плёнки WSi в зависимости от расположения магнетронов относительно подложкодержателя определено, что требуемая неравномерность толщины менее 5% плёнки $0,5 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ обеспечивается при $\beta = 10^\circ$, расстоянии $B = 105 \dots 120$ мм и эксцентриситете $L = 0 \dots 5$ мм. В выбранном диапазоне наибольшая скорость осаждения $0,496 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ достигается при $L = 0$ мм и $B = 105$ мм, что соответствует расстоянию между магнетронами $2k = 40$ мм, расстоянию между магнетронами и подложкодержателем $h = 104$ мм при угле между осями магнетрона и подложкодержателя $\beta = 10^\circ$. Данная компоновка магнетронного узла впоследствии может быть реализована на установке ВУП-11М для формирования двухкомпонентных тонких плёнок WSi для однофотонных детекторов.

Литература

1. Минаева, О. В., Окунев, О. В., & Чулкова, Г. М. (2013). Быстродействующий однофотонный детектор на основе тонкой сверхпроводниковой пленки NbN.
2. Смирнов, К.В. (2013). Особенности разогрева и релаксации горячих электронов в тонкопленочных сверхпроводниковых наноструктурах и 2D полупроводниковых гетероструктурах при поглощении излучения инфракрасного и терагерцового диапазонов (дис. на соиск. уч. ст. док. физ.-мат. наук, Москва).
3. Санджинетти, Б., Амри, Э., & Ричоу, Ф. (2017). Однофотонные детекторы для атмосферных оптических линий связи. *Фотоника*, (3), 56-69.
4. Kitaygorsky, J. (2008). Photon and dark counts in NbN superconducting single-photon detectors and nanostripes (Doctoral dissertation, New York).
5. Zhang, X. (2018). Characteristics of tungsten silicide and its application for single X-ray photon detection (Doctoral dissertation, University of Zurich).
6. Marsili, F., Verma, V. B., Stern, J. A., Harrington, S., Lita, A. E., Gerrits, T., ... & Nam, S. W. (2013). Detecting single infrared photons with 93% system efficiency. *Nature Photonics*, 7(3), 210.
7. Jin Jin, Fengfeng Fu, Xiaoqing Jia, Lin Kang, Zhihe Wang, Xuecou Tu, Labao Zhang 2019 *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 29, 5, 18483128.
8. Zhang, X., Engel, A., Wang, Q., Schilling, A., Semenov, A., Sidorova, M., ... & Siegel, M. (2016). Characteristics of superconducting tungsten silicide W_xSi_{1-x} for single photon detection. *Physical Review B*, 94(17), 174509.
9. Murphy, R., Grein, M., Gudmundsen, T., McCaughan, A., Najafi, F., Berggren, K. K., ... & Dauler, E. (2015, May). Saturated photon detection efficiency in NbN superconducting photon detectors. In *CLEO: QELS_Fundamental Science* (pp. FF2A-3). Optical Society of America.
10. Ren, X. (2015). Advanced photon counting techniques for long-range depth imaging (Doctoral dissertation, Heriot-Watt University).
11. Banerjee, A., Baker, L. J., Doye, A., Nord, M., Heath, R. M., Erotokritou, K., ... & Hadfield, R. H. (2017). Characterisation of amorphous molybdenum silicide (MoSi) superconducting thin films and nanowires. *Superconductor Science and Technology*, 30(8), 084010.
12. Vasilev D., Malevannaya E. and Moiseev K. 2017 *J. of Phys.: Conf.Ser.* 872, 012027.
13. Васильев Д.Д., Малеванная Е.И., Моисеев К.М. Распределение соотношения компонентов по подложке при нанесении ультратонких пленок WSi из двух источников методом магнетронного распыления // «Вакуумная наука и техника» Материалы XXII научно-технической конференции. Под редакцией академика А.С.Бугаева. М.:.2015 – С.18-22.
14. Sauerbrey, G. (1959). Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. *Zeitschrift für physik*, 155(2), 206-222.
15. Seleznev V., Divochiy A., Vakhtomin Yu., Morozov P., Zolotov P., Vasil'ev D., Moiseev K., Malevannaya E. and Smirnov K. 2016 *J. of Phys.: Conf. Ser.* 737, 012032.

Исследование WSi и NbN сверхпроводниковых однофотонных детекторов в ближнем инфракрасном диапазоне

***А.В.Антипов, **В.А.Селезнёв, * **Ю.Б.Вахтомин, **П.В. Морозов, ***Е.И. Малеванная,
***Д.Д. Васильев, ***К.М. Моисеев, * ***К.В. Смирнов

*Москва, МПГУ, ул. Пироговская, д. 1, стр. 1;

**Москва, ООО «Сверхпроводниковые нанотехнологии», ул. Россолимо 5/22-1;

***Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1;

****Москва, НИУ ВШЭ, ул. Мясницкая, д. 20

e-mail: andrei.antipov@gmail.com, seleznev@scontel.ru, vachtomin@scontel.ru,

Ipavelmorozov@gmail.com, d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru, smirnov@scontel.ru

Проведены исследования спектральных характеристик сверхпроводниковых однофотонных детекторов на основе ультратонких плёнок WSi и NbN с поверхностным сопротивлением от 300 до 500 Ом/квadrat и шириной нанопроводов от 80 до 100 нм в диапазоне дли волн от 1300 до 2500 нм. WSi структуры с наиболее узкой шириной нанопроводов продемонстрировали наилучшие характеристики для регистрации одиночных фотонов в более длинноволновой части спектра. Разница в нормированном числе отсчётов для таких структур достигла одного порядка на длине волны 2500 нм в сравнении со структурами на основе NbN ультратонких плёнок.

Investigation of WSi and NbN superconducting single-photon detectors in mid-IR range. A.V. Antipov, V.A. Seleznev, Y.B. Vakhomin, P.V. Morozov, E.I. Malevannaya, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev, K.V. Smirnov. Spectral characteristics of WSi and NbN superconducting single-photon detectors with different surface resistance and width of nanowire strips have been investigated in the wavelength range of 1.3-2.5 μm . WSi structures with narrower strips demonstrated better performance for detection of single photons in a longer wavelength range. The difference in normalized photon count rate for such structures reaches one order of magnitude higher in comparison with structures based on NbN thin films at 2.5 μm .

Ведение

В настоящее время сверхпроводниковые однофотонные детекторы (SNSPD) нашли широкое применение в тех областях, где необходимо детектирование одиночных фотонов в видимом и ближнем ИК-диапазоне 0,4-1,5 мкм [1-9]. Однако, при переходе в диапазон более длинных волн 1,5-4,0 мкм квантовая эффективность таких детекторов существенно падает [10], что делает их фактически не востребованными не только в сфере практических применений, но и в различного рода научных исследованиях. В соответствии с моделью «горячего пятна» [11] принцип работы однофотонного детектора основан на поглощении фотона узкой ~ 100 нм и тонкой ~ 4 нм сверхпроводниковой полоской с образованием резистивной области. Для работы детектора в длинноволновой области спектра с более низкими энергиями фотонов необходимо уменьшать ширину сверхпроводниковой полоски до 20-50 нм [10], что ведёт к уменьшению её поперечного сечения, и, как следствие, к снижению энергии фотонов необходимых для разрушения сверхпроводимости по всему сечению сверхпроводника. Однако данный подход имеет свои ограничения в связи с технологическими особенностями изготовления таких структур. Так, на более узких полосках существенную роль начинает играть её неровность края, которая уже при достижении 5% даёт значительное снижение квантовой эффективности на порядок величины. Кроме того, заужение ширины полоски ведёт к уменьшению эффективной площади детектора, выполненного в форме меандра размером 10×10 мкм². Для увеличения квантовой эффективности необходимо увеличивать плотность заполнения меандром активной площади детектора [12], что неизбежно ведёт к увеличению общей длины сверхпроводниковой полоски и тем самым к увеличению её кинетической индуктивности, которая ограничивает быстродействие детектора [13]. Изготовление такой структуры вызывает дополнительные технологические трудности, поскольку необходимо предъявлять ещё более

высокие требования к качеству длинной и узкой сверхпроводниковой полоски, что может существенно снизить процент выхода годных образцов. Другим недостатком при изготовлении узких сверхпроводниковых полосок является снижение критического тока таких сверхпроводниковых структур, которое влечёт уменьшение амплитуды регистрируемого сигнала и, как следствие, уменьшает отношение сигнал/шум, что ведёт к существенному ухудшению джиттера детектора.

Продвижению в более длинноволновую область работы однофотонных детекторов может способствовать исследование материалов с более низкой температурой сверхпроводящего перехода T_c , которая, в свою очередь, влечёт уменьшение энергетической щели. Среди таких материалов можно выделить WSi, VN [14, 15]. Возможность достижения высокой квантовой эффективности для детекторов на основе WSi обусловлена особенностями конкретного материала. WSi имеет неструктурированную, аморфную природу, и не предъявляет высоких требований к качеству подложки в сравнении с детекторами на основе NbN, эффективность которых зависит от кристаллической фазы NbN [16] или дефектов на поверхности подложки. Другим направлением увеличения квантовой эффективности детекторов является уменьшение толщины сверхпроводниковой пленки или изготовление пленки с более разупорядоченной структурой [17]. Это направление не требует повышения разрешения электронной литографии при создании сверхпроводниковых структур, и поэтому является более технологичным. Таким образом, для продвижения в более длинноволновую область детектирования одиночных фотонов, представляется целесообразным провести исследование поглощения излучения сверхпроводниковыми плёнками на основе различных материалов WSi и NbN, варьируя как степень разупорядоченности таких плёнок, так и геометрические параметры структур на их основе, обеспечивающих высокую квантовую эффективность детекторов при сохранении низкого уровня темновых счётов и джиттера.

Технология изготовления SNSPD и методика измерения

Тонкие сверхпроводниковые плёнки NbN и WSi были осаждены на сапфировую и кремниевую подложки методом реактивного магнетронного распыления на установках AJA International Orion-8 [18] и VUP-11M [19, 20] соответственно. Толщина плёнок составила 7 нм, поверхностное сопротивление варьировалось от 300 до 500 Ом/кв. Ширина нанопроводов составила от 80 до 100 нм. Рабочая область детектора была выполнена в форме меандра размером $15 \times 15 \text{ мкм}^2$ с коэффициентом заполнения 0,5–0,6 (отношение площади, занимаемой меандром, к полной площади детектора). Критическая температура T_c составила от 8 до 10 К для NbN плёнок и от 2,7 до 3,3 К для WSi плёнок. Сверхпроводниковые проводящие дорожки были сформированы с помощью электронной литографии и последующего плазмохимического травления в смеси газов SF_6 и аргона. Золотые контактные площадки были сформированы методом взрывной литографии и резистивного испарения. Удаление сверхпроводниковой плёнки с поверхности подложки за исключением рабочей области и контактных площадок проводилось методом фотолитографии с последующим плазмохимическим травлением. Подложка разрезалась на отдельные чипы с помощью скрайбера.

Для определения относительного числа отсчётов использовалась стандартная [21] методика для измерения мощности входного излучения на определённой длине волны и числа импульсов напряжения, возникающих на детекторе при поглощении одиночных фотонов. Излучение с инфракрасного спектрометра заводилось на детектор через многомодовое оптическое волокно. Выходная мощность из волокна на разных длинах волн калибровалась с помощью инфракрасного InAs детектора (Hamamatsu P10090-21). Спектральный диапазон измерений был ограничен шириной пропускания многомодового волокна и составил 2500 нм в длинноволновой части спектра. Образцы охлаждались до температуры 1,7 К методом откачки паров гелия из теплоизолированной вставки. Электрический сигнал с детектора выводился через CuNi коаксиальный кабель и герметичные SMA разъёмы. Они же использовались и для смещения детектора током. Следует отметить, что для сравнения спектральных характеристик образцов на основе разных материалов были выбраны плёнки с как можно более близкими значениями поверхностного сопротивления.

Результаты и обсуждение

Мы исследовали относительную спектральную квантовую эффективность детекторов на основе сверхпроводниковых WSi и NbN ультратонких плёнок с разным поверхностным сопротивлением. На рис. 1 показано относительное число отсчётов от длины волны падающего излучения для WSi и NbN структур с разной шириной нанопроводов. Ток смещения для всех образцов составлял $0,9I_c$, где I_c критический ток сверхпроводниковой плёнки. Мы также нормализовали все зависимости на длину волны 1300 нм с целью более наглядного их представления. Так, можно видеть, что NbN структура с наиболее узкой шириной нанопровода 80 нм и наиболее низким значением поверхностного сопротивления $R_s=340$ Ом обнаружила значительное экспоненциальное уменьшение числа отсчётов на два порядка величины с увеличением длины волны с 1300 нм до 2500 нм. Однако NbN структура с почти такой же шириной нанопровода 84 нм и большим поверхностным сопротивлением $R_s=487$ Ом показала снижение числа отсчётов на один порядок величины.

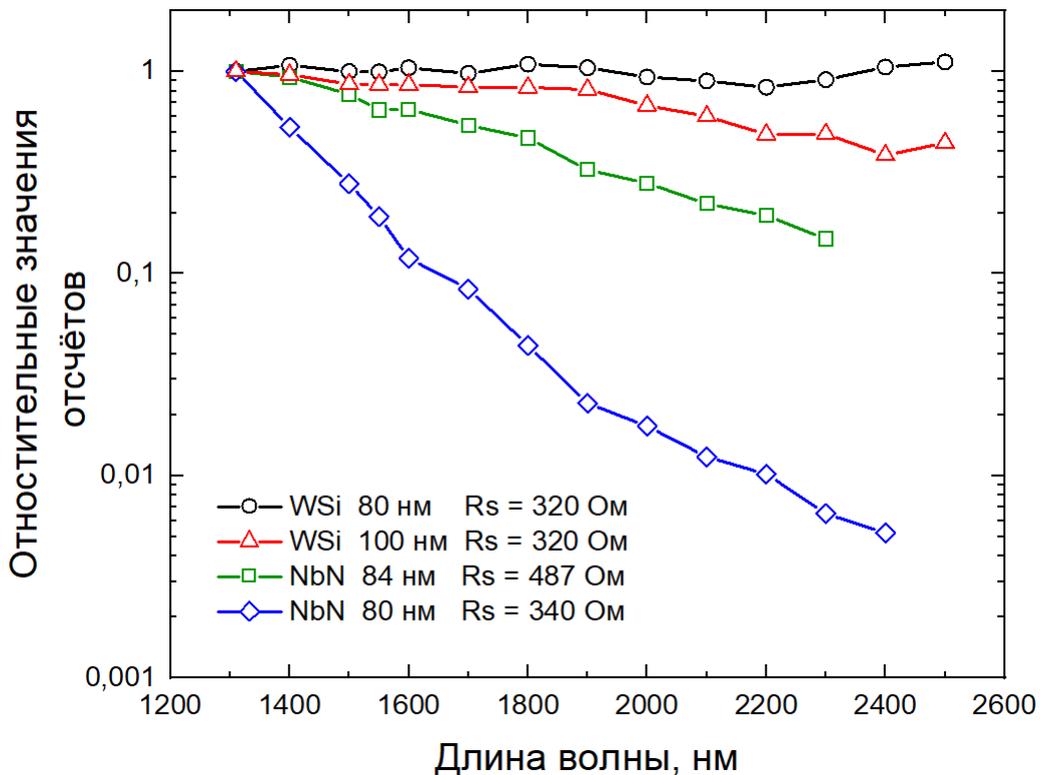


Рис. 1. Зависимость относительного числа отсчётов от длины волны падающего излучения для NbN и WSi структур с различным поверхностным сопротивлением и шириной нанопроводов. Ток смещения составил $0,9I_c$. Число отсчётов нормализовано на длину волны 1300 нм.

Такое поведение числа отсчётов для образцов с разным поверхностным сопротивлением представляется ожидаемым, поскольку коэффициент поглощения должен быть выше у более высокоомной сверхпроводниковой плёнки. WSi структуры показывают более слабые зависимости числа отсчётов в сравнении со структурами на основе NbN пленок. Так, число отсчётов для WSi структуры с шириной нанопровода 100 нм уменьшается в два раза (рис. 1-2). Однако структура с шириной нанопровода 80 нм обнаруживает флуктуации отсчётов в пределах 20%. WSi структура с наиболее узким нанопроводом даёт наибольшее поглощение, которое сохраняется почти неизменным в пределах длин во 1300-2500 нм.

Таким образом, полученные результаты показывают, что возможно значительное улучшение характеристик однофотонных детекторов в более длинноволновой области спектра для практических применений путём выбора WSi структуры с наиболее узкой шириной нанопровода и наиболее высоким значением поверхностного сопротивления плёнки. Однако

детекторы на основе WSi плёнок имеют несколько существенных недостатков в сравнении с NbN плёнками. Критическая температура сверхпроводниковых WSi плёнок составляет около 3 К, что ниже температуры жидкого гелия 4.2 К. Также они имеют низкое значение критического тока $I_c = 9$ мкА при 1.7 К. Всё это требует привлечения дополнительного криогенного оборудования для достижения более низких температур, а также низкошумящих усилителей для получения приемлемого соотношения сигнал-шум.

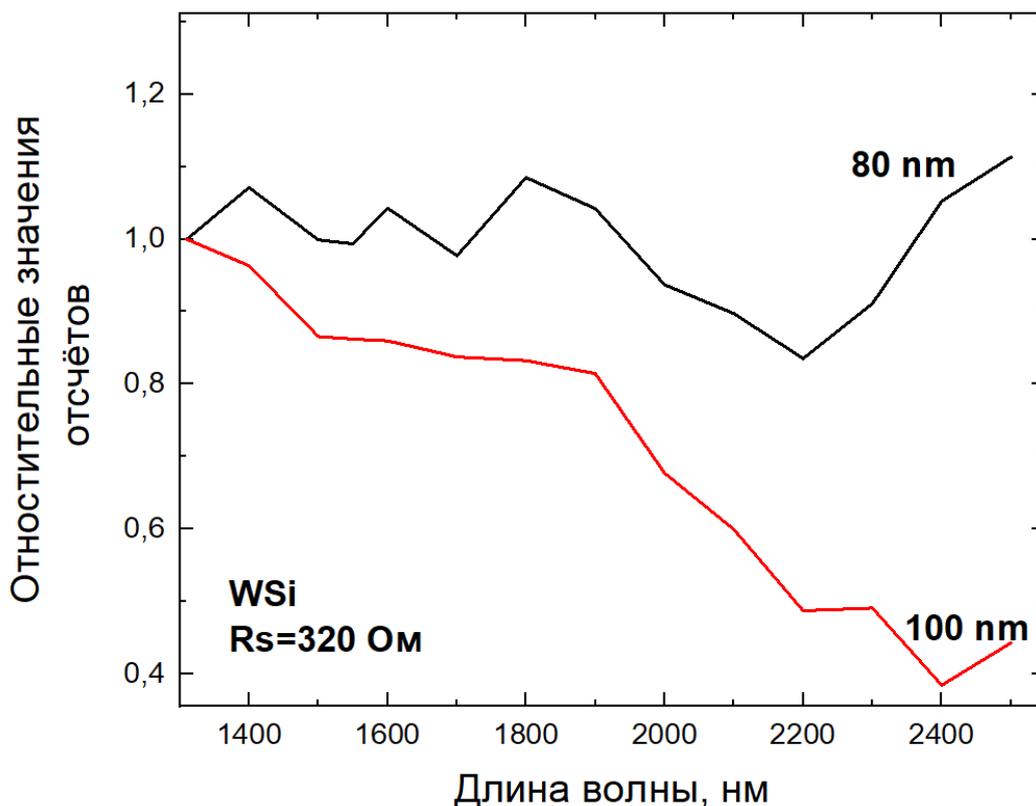


Рис. 2. Зависимость относительного числа отсчётов от длины волны падающего излучения для WSi структуры с поверхностным сопротивлением $R_s = 320$ Ом и шириной нанопроводов 80 нм and 100 нм. Ток смещения составил $0,9I_c$. Число отсчётов нормализовано на длину волны 1300 нм.

Заключение

Мы исследовали спектральные характеристики WSi и NbN сверхпроводниковых однофотонных детекторов с поверхностным сопротивлением от 300 до 500 Ом/квadrat и шириной нанопроводов от 80 до 100 нм в диапазоне длин волн 1300-2500 нм. WSi структуры с поверхностным сопротивлением $R_s = 320$ Ом и шириной нанопровода 80 нм демонстрируют лучшие характеристики для детектирования одиночных фотонов в более длинноволновой области спектра. Сверхпроводниковые однофотонные детекторы на основе NbN и WSi ультратонких плёнок обнаруживают значительную разницу в квантовой эффективности в длинноволновом диапазоне, которая достигает одного порядка величины на длине волны 2500 нм. Однако достижение наилучшего режима работы сверхпроводниковых WSi структур требует более глубокого охлаждения в сравнении с NbN структурами вследствие их более низких критических температур.

Благодарности

Данная работа была поддержана в рамках гранта Российского научного фонда (РНФ) № 18-12-00364.

Литература

1. Divochiy, F. Marsili, D. Bitauld, A. Gaggero, R. Leoni, F. Mattioli, A. Korneev, V. Seleznev, N. Kaurova, O. Minaeva, G. Goltsman, K. G. Lagoudakis, M. Benkhaoul, F. Levy, and A. Fiore, *Nat. Photonics* **2**, 302 (2008).
2. Korneev, Yu. Korneeva, I. Florya, B. Voronov, and G. Goltsman, *Physics Procedia* **36**, 72 (2012).
3. M. Sciafani, M. Marksteiner, F. Keir, A. Divochiy, A. Korneev, A. Semenov, G. Goltsman, and M. Arndt, *Nanotechnology* **23**, 065501 (2012).
4. V. Kovalyuk, W. Hartmann, O. Kahl, N. Kaurova, A. Korneev, G. Goltsman, and W. H. P. Pernice, *Opt. Express* **21**, 22683 (2013).
5. J. J. Renema, G. Frucci, Z. Zhou, F. Mattioli, A. Gaggero, R. Leoni, M. J. A. de Dood, A. Fiore, and M. P. van Exter, *Opt. Express* **20**, 2806 (2012).
6. J. J. Renema, G. Frucci, M. J. A. de Dood, R. Gill, A. Fiore, and M. P. van Exter, *Phys. Rev. A* **86**, 062113 (2012).
7. R. Hosten, R. Braive, M. Larqué, K.-H. Lee, A. Talneau, L. Le Gratiet, I. Robert-Philip, I. Sagnes, and A. Beveratos, *Appl. Phys. Lett.* **94**, 123101 (2009).
8. T R. Hosten, A. Michon, G. Beaudoin, N. Gogneau, G. Patriache, J.-Y. Marzin, I. Robert-Philip, I. Sagnes, and A. Beveratos, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 073106 (2008).
9. M. Halder, A. Beveratos, N. Gisin, V. Scarani, C. Simon, and H. Zbinden, *Nat. Phys.* **3**, 692 - 695 (2007).
10. Marsili, F., Bellei, F., Najafi, F., Dane, A. E., Dauler, E. A., Molnar, R. J., & Berggren, K. K. (2012). Efficient Single Photon Detection from 500 nm to 5 μ m Wavelength. *Nano Letters*, **12**(9), 4799–4804. [11] GN Gol'tsman, K Smirnov, P Kouminov, B Voronov, N Kaurova, V Drakinsky, J Zhang, A Verevkin, Roman Sobolewski 2003 *IEEE Transactions on*. **13** (2) pp192-195.
11. Li, H., Zhang, L., You, L., Yang, X., Zhang, W., Liu, X., ... Xie, X. (2015). Large-sensitive-area superconducting nanowire single-photon detector at 850 nm with high detection efficiency. *Optics Express*, **23**(13), 17301.
12. Kerman, A. J., Dauler, E. A., Keicher, W. E., Yang, J. K. W., Berggren, K. K., Gol'tsman, G., & Voronov, B. (2006). Kinetic-inductance-limited reset time of superconducting nanowire photon counters. *Applied Physics Letters*, **88**(11), 111116.
13. Baek, B., Lita, A. E., Verma, V., & Nam, S. W. (2011). Superconducting a-WxSi1-x nanowire single-photon detector with saturated internal quantum efficiency from visible to 1850 nm. *Applied Physics Letters*, **98**(25), 251105.
14. P. Zolotov, A. Divochiy, Y. Vakhtomin, V. Seleznev, P. Morozov, K. Smirnov, Superconducting Single-photon Detectors Made of Ultra-thin VN Films, *PhIO-2018, VII International Conference on Photonics and Information Optics, Volume 2018*.
15. Gao, J. R., Hajenius, M., Tichelaar, F. D., Klapwijk, T. M., Voronov, B., Grishin, E., ... Mehregany, M. (2007). Monocrystalline NbN nanofilms on a 3C-SiC/Si substrate. *Applied Physics Letters*, **91**(6), 062504.
16. K. Smirnov, A. Divochiy, Y. Vakhtomin, P. Morozov, P. Zolotov, A. Antipov, V. Seleznev, *Supercond. Sci. Technol.* **2018**, **31**, 035011.
17. Smirnov K, Divochiy A, Vakhtomin Y, Morozov P, Zolotov P, Antipov A, Seleznev V. 2018 *Superconductor Science and Technology* **31**(3) 035011.
18. Seleznev V, Divochiy A, Vakhtomin Y B, Morozov P, Zolotov P, Vasil'ev D, Moiseev K, Malevannaya E and Smirnov K Superconducting detector of IR singlephotons based on thin WSi films *J. Phys.: Conf. Ser.* **737** 012032 (2016).
19. Vasilev, D. D., Malevannaya, E. I., & Moiseev, K. M. Vacuum coating system for deposition of superconducting W x Si(1-x) ultrathin films used in single photon detectors. *Journal of Physics: Conference Series*, **872**, 012027(2017).
20. Smirnov, K., Vachtomin, Y., Divochiy, A., Antipov, A., & Goltsman, G. Dependence of dark count rates in superconducting single photon detectors on the filtering effect of standard single mode optical fibers. *Applied Physics Express*, **8**(2), 022501(2015).

Исследование режимов формирования металлических покрытий на керамических подложках

Л.Л. Колесник, Мьо Чжо Хлаинг, Зау Пхо Аунг
Москва, МГТУ имени Н.Э. Баумана, 105005, 2-я Бауманская улица, д. 5, стр. 1
e-mail: kolesnik@bmstu.ru

В этой работе рассмотрены температурные режимы нанесения подслоя титана относительно мишени. Были определены шероховатости покрытий и адгезионную прочность при выбранных режимах. Была проведена серия экспериментов с различными положениями подложки и максимальным и минимальным расстоянием между подложкой и мишенью для предотвращения разрушения подложки при осаждении с горячей мишенью, что необходимо ограничивать тепловой эффект на нее.

The study of formation modes of metallic films coating on ceramic substrates. L.L.Kolesnik, Myo Kyaw Hlaing, Zaw Phyو Aung. The temperature modes of titanium sublayer deposition relative to the target are considered. The roughness of the coatings and the adhesion strength for the selected modes was determined. A series of experiments was carried out with different substrate positions and the maximum and minimum distance between the substrate and the target to prevent substrate destruction during hot target deposition, which should limit the thermal effect on it.

Введение

Силовые электронные модули, выпускаемые отечественной промышленностью, содержат в конструкции элементы соединений металл-керамика. Эти соединения требуются для адгезионной прочности, устойчивости к изменениям температуры. Типовые области применения: системы навигации летательных аппаратов, элементы коммутации силовых схем и другие. Типовая коммутационная плата из нитрида алюминия с проводящими дорожками показана на рис. 1.

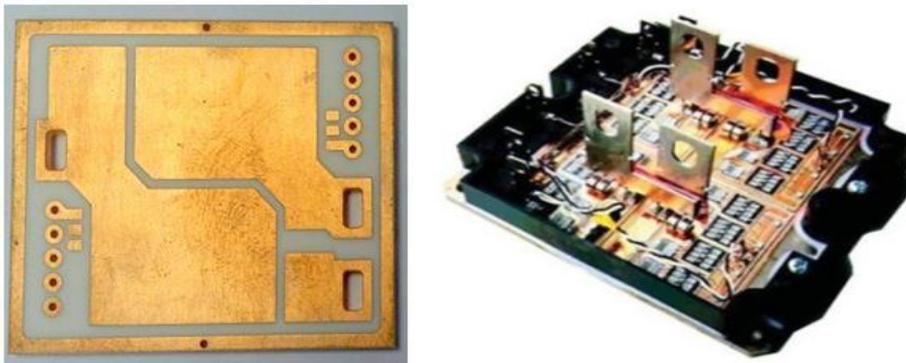


Рис. 1. Типовая коммутационная плата с проводящими дорожками и внешний вид силового модуля.

По литературному анализу требуются необходимые параметры для силовых модулей, основными важными являются рабочая температура и адгезия пленок к подложке. В процессе эксплуатации силовых модулей, они подвергаются тепловым и механическим нагрузкам, в том числе вибрации. Это приводит к разрушению компонентов от перегрева и механическим повреждениям. Часто повреждения происходят в структуре подложка-проводящее покрытие. Поэтому нам нужно выбрать материал подложки для удаления тепла и предотвращения повреждения, описанного выше. На данный момент эти соединения выполняются на основе толстопленочных технологий, особенно используют технологию прямого соединения меди ДВС и другие различные атмосферные методы. Технология тонких пленок обеспечивает, как правило, отсутствие нескольких типов толстопленочных технологий, а по другому показателю

превосходит их. Переход к тонкопленочным технологиям для создания основы паяльных элементов вакуумных устройств и силовых модулей позволит снизить процент брака и повысить качество этих соединений.

С 2016 года в Московском Государственном Технологическом Университете им. Баумана была проведена модернизация лабораторной установки для обработки технологии тонкопленочного покрытия в вакууме. В результате установка получила два независимых источника: термический испаритель и магнетронную распылительную систему. Процесс модернизации заключался в монтаже газовой и магнетронной распылительной системы, что обеспечила технологическую базу для отработки процессов нанесения тонкопленочных покрытий. Это позволяет формировать двухслойные покрытия в едином вакуумном цикле.

В настоящее время различные типы керамики используются в качестве материалов подложки для изготовления коммутационной платы силовых модулей. Важными характеристиками для выбора подложки являются механическая прочность, теплопроводность и коэффициент термического расширения. Коэффициент термического расширения должен быть близок к показателю покрытия, чтобы избежать разрушения структуры металл-керамика при изменении температуры. Подложки из нитрида алюминия являются наиболее перспективным кандидатом для улучшения рассеивания тепла в электронной технике. Подложки из AlN обладают несколькими отличными характеристиками, такими как высокая теплопроводность в 10 раз выше, чем оксид алюминия (Al₂O₃), коэффициент теплового расширения близкий к коэффициенту теплового расширения кремния, высокое электроизоляционное свойство, низкая диэлектрическая постоянная и потеря, хорошие механические свойства и не токсичность, экологически чистая и относительно недорогая (ее удельная стоимость в 5-7 раз ниже удельной стоимости керамики из оксида бериллия).

Целью данной работы является выявление зависимости температурного режима нанесения и свойств покрытий от положения подложки относительно магнетронной распылительной системы.

Экспериментальные условия

Магнетрон с горячей мишенью дает возможности значительно повысить скорость роста осаждения и качества пленки. Для выявления горячей мишени конструктивно минимизирован отвод тепла от мишени и создает промежуток между катодом и охлаждающей поверхностей. У такого магнетрона мишень разогревается до температуры близкой к плавлению металла мишени за счет интенсивной ионной бомбардировки. Главным образом скорость испарения нагретой поверхности при нанесении магнетрона с горячей мишенью является высокая скорость осаждения покрытия. Высокая скорость осаждения покрытия зависит от увеличения удаления атомов из мишени. Для этого необходимо усилить эрозионный поток на поверхность мишени. В одной стороны повышением эффективности ионизации является плотная плазма в области мишени. Это приводит к увеличению ионной бомбардировки на поверхность мишени. С другой стороны температура мишени достигается до близкой плавления металла мишени и у распыленных атомов имеет тепловая кинетическая скорость молекула, которые переносят в подложку. Поэтому при больших тепловых воздействиях могут повреждаться подложка и покрытие.

Первоначально была проведена серия экспериментов по исследованию нанесения покрытий в температурном режиме. При этом расстояние от мишени до подложки составляет 75 мм. Температура подложки была измерена с помощью термopара по каждому 20 секундам и достигается до 220 °C и выше, причем на начальной стадии скорость нагрева достигает до 40°C/мин. В процессе отработки режимов наблюдались случаи разрушения образцов. Поскольку нанесение идет с горячей мишени, нагретой – 1000°C было высказано предположение, что разрушение происходит из-за теплового воздействия. Было выявлено, что благодаря диффузному рассеянию материала из-за высокой давлений в зоне нанесения происходит запыления обратной стороны подложки. Высокая скорость нагрева на начальной стадии приводит к разрушению пленок. Это показано на рис. 2.



Рис. 2. Внешний вид образцов, подвергающихся перегреву и разрушенным в процессе нанесения покрытия.

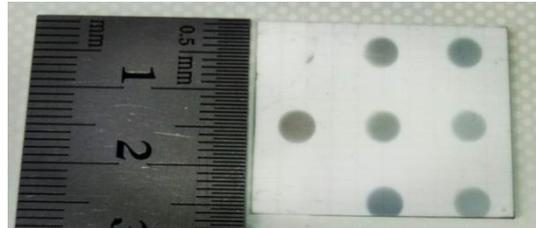


Рис. 3. Распыление задней стороны подложки во время покрытия.

Известно, что в лучистом теплообмене величина потока, падающего на поверхность зависит от углового коэффициента (A) он зависит от кос угла к нормали поверхности.

$$L = \frac{0,63}{p} = \frac{0,63}{1} \approx 0,63 \text{ см}, 1/10$$

Расчеты подтвердили, что при используемых режимах длина свободного пробега наносимого материала в 10 раз меньше расстояния источник-подложка. Этим объясняется запыление обратной стороны подложки.

Поэтому была спроектирована и изготовлена специальная оснастка, позволяющая размещать подложки на различном расстоянии и под разными углами относительно магнетронной распылительной системы. Это позволило регулировать температурное воздействие на подложку со стороны магнетронной распылительной системы. Схема оснастки и расположения образцов приведена на рис. 4.

Нанесение покрытия проводилось с магнетронной распылительной системой в следующем режиме,

- мощность распыления - 380 Вт;
- рабочий газ – аргон, подача 30 сссм;
- время распыления 15 мин, максимальное расстояние от мишени до подложки составляло 110мм,
- а минимальное расстояние между ними составляло 75 мм.
-

Результаты и обсуждение

Известно, в вакуумной камере при пониженном давлении теплообмен происходит преимущественно за счет излучения. В теории лучистого теплообмена величина потока, падающего на одну поверхность с другой поверхности, зависит от углового коэффициента, который может быть рассчитан по формуле,

$$v_c = \frac{v_e * S_s * \cos \varphi * \cos \theta * \alpha}{\pi * r^2}$$

где φ и θ углы между линией, соединяющей поверхности и их нормальюми.

Следовательно, изменяя угол наклона подложки относительно мишени, можно снизить величину теплового воздействия на нее. При этом должно быть такое положение подложки, при котором температурное воздействие минимально, а скорость формирования покрытия достаточна.

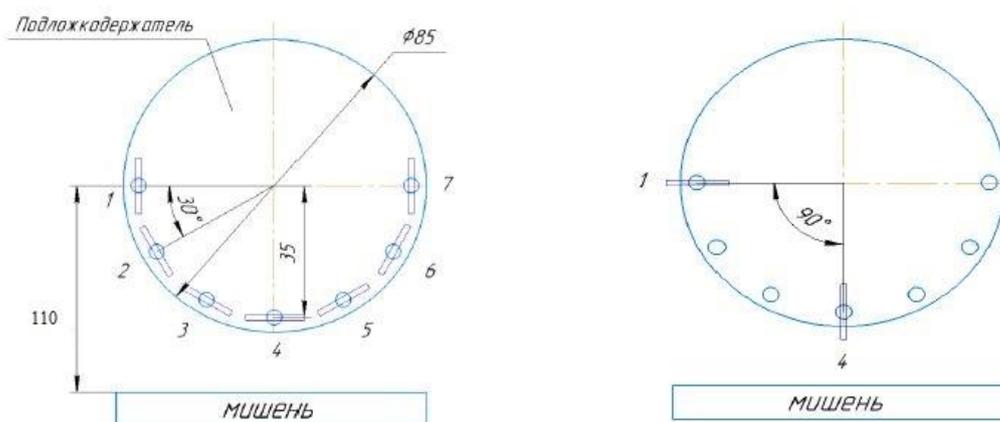


Рис. 4. Расположение подложки с разными углами и расстояние от мишени до подложки.

Температура подложки была измерена для разных положений подложки. Результаты измерения температуры для различных положений подложки относительно мишени представлены на рис 5,

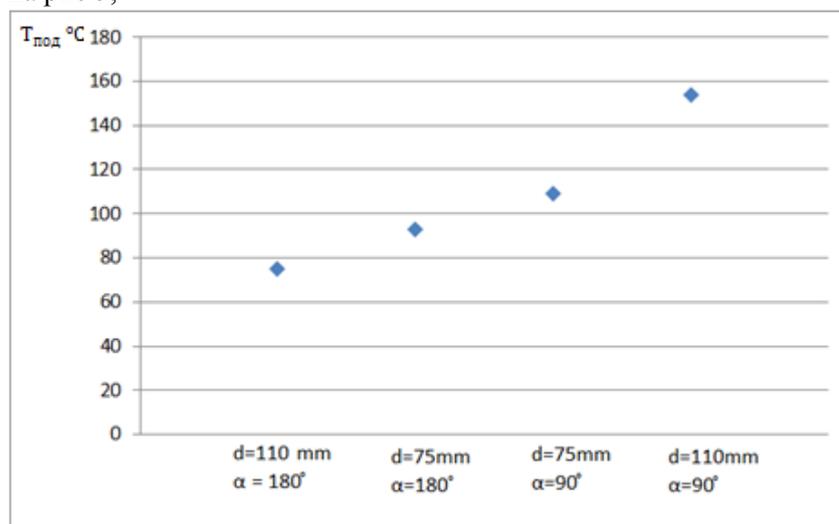


Рис. 5. Зависимость температуры подложки от угла и ее расположения относительно мишени.

Температура подложки ($d = 110$ мм, $\alpha = 180^\circ$ составляет 75 градусов Цельсия), ($d = 75$ мм, $\alpha = 180^\circ$ составляет 93 градуса Цельсия), ($d = 75$ мм, $\alpha = 90^\circ$ составляет 109 градусов Цельсия) и ($d = 110$ мм, $\alpha = 90^\circ$ составляет 153 градуса Цельсия).

Образцы были исследованы на атомно-силовом микроскопе. В процессе исследований измерялась толщина и шероховатость покрытия. Результаты измерения представлены в Таблице 1. Как видно из таблицы, в экспериментах угол наклона образца по отношению к мишени мало влияет на толщину полученного тонкопленочного покрытия. Это подтверждает предположение о том, что формирование покрытия происходит в облаке молекул распыленного материала, в режиме диффузного рассеяния.

Однако, результаты измерения шероховатости покрытий показали высокое влияние положения подложки относительно мишени на шероховатость покрытия. Наибольшую шероховатость имеют образцы, полученные при угле наклона относительно мишени равном 30° , наименьшее значение шероховатости показали образцы, полученные при угле наклона равном 180° , то есть параллельные мишени. Зависимость шероховатости пленки от угла наклона показана на рис. 6.

Таблица 1. Результаты определения толщин и шероховатости адгезионного подслоя.

№ ре- жима	№ об- разца	Угол накло- на образца, °	Толщина по- крытия, мкм	Шероховатость Ra, нм
А	1	180	1,32	1,257
	2	60	1,46	3,348
	3	30	1,57	3,650
	4	90	1,19	1,112
	5	30	1,39	9,471
	6	60	1,34	4,768
	7	180	1,33	1,717
Б	1	180	1,42	2,896
	2	60	1,36	5,432
	3	30	1,22	6,762
	4	90	1,29	1,026
	5	30	1,51	10,130
	6	60	1,46	4,325
	7	180	1,34	1,122

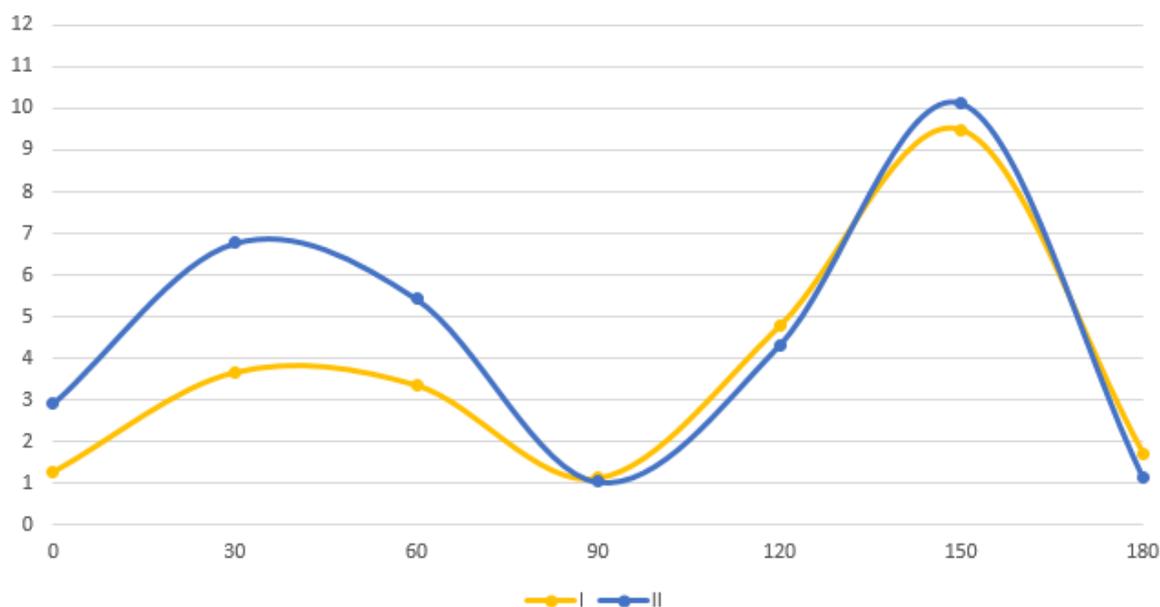
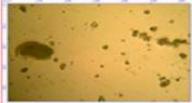
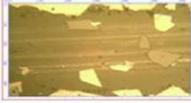


Рис. 6. Зависимость шероховатости образцов от угла наклона относительно мишени магнетронной распылительной системы.

Полученные в процессе нанесения образцы были исследованы при помощи метода сетчатых надрезов. Внешний вид покрытий, полученный с помощью микроскопа, показан в Таблице 2.

Таблица 2. Внешний вид адгезионного подслоя после нанесения и после проведения испытаний по методу сетчатых надрезов.

Положение подложки (расстояние до мишени/мм, угол)	Вид покрытия после нанесения	Вид покрытия после испытаний
60/90°		
75/30°		
90/60°		
110/180°		

Покрyтия, полученные в непосредственной близости от мишени, показали низкую стойкость. Повреждения на них видны еще до проведения испытаний. Скорее всего, это связано с температурным воздействием, которому подвергается пленка в процессе роста.

Наилучший результат показали покрyтия, полученные под углами 60° и 180° по отношению к мишени. Измерения шероховатости показало, что наименьшую шероховатость покрyтия имели образцы, полученные под уг-лом 30° и 60°. Однако, с увеличением расстояния от подложки до мишени резко падает скорость роста покрyтия.

После нанесения на адгезионный подслоу основного слоя меди были проведены повторные испытания по методу сетчатых надрезов. Внешний вид образцов приведен в Таблице 3.

Таблица 3. Внешний вид основного слоя после нанесения и после проведения испытаний по методу сетчатых надрезов.

Положение подложки (расстояние до мишени/мм, угол)	Вид покрyтия после нанесения	Вид покрyтия после испытаний
60/90°		
75/30°		
90/60°		
110/180°		

Как и в предыдущем случае покрытия, в которых адгезионный подслои был получен в непосредственной близости от мишени, показали низкую стойкость. Повреждения на них видны еще до проведения испытаний. Скорее всего, это связано с температурным воздействием, которому подвергается пленка в процессе роста.

Наилучший результат показали покрытия, полученные под углами 60° и 180° по отношению к мишени. Измерения шероховатости показало, что наименьшую шероховатость покрытия имели образцы, полученные под уг-лом 30° и 60°. Однако, с увеличением расстояния от подложки до мишени резко падает скорость роста покрытия.

Выводы и заключения

1. Температурное воздействие от горячей мишени на подложку может приводить к разрушению подложки во время формирования покрытия. Для снижения температурного воздействия можно изменять угол расположения подложки относительно мишени. При подобранных режимах это не приводит снижению скорости роста пленки.

2. Угол расположения подложки относительно магнетронной распылительной системы оказывает существенное влияние на шероховатость получаемого покрытия и его адгезионную прочность.

Литература

1. Колесник Л.Л., Жулева Т.С., Предтеченский П.О., МьoЧжoХлаинг, ЗаoПхоАунг 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.
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.
4. Kolesnik L.L, Dejev B.A., Seleznev A.B. Analysis of the possibility of using the steam-jet deposition method for the metallization of substrates // Vacuum science and technology: Materials of the 20th scientific and technical conference with the participation of foreign specialists, 2013 . 165-167 p.
5. US. Patent 5571332 – Electron Jet Vapor Deposition System, 1996.
6. Danilin B.S., Syrchin V.K. Magnetrannyeraspylitel'nyyesistemy; Radioisvyaz'. 1982. 72 p.
7. Marakhtanov M.K. Magnetrannyyesistemyionnogoraspyleniya (Osnovyteoriiirascheta). M. : BMSTU. 1990. 76 p.

Исследование влияния режимов вакуумного осаждения на скорость роста пленок MoS₂

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

Представлены результаты исследования влияния рабочего давления и мощности разряда на скорость роста тонких пленок дисульфида молибдена на подложках кремния при магнетронном распылении мишени в вакууме. На основании экспериментальных данных разработана эмпирическая модель, связывающая скорость роста пленки с давлением аргона и мощностью разряда на магнетронной распылительной системе.

Research of the influence of vacuum deposition mode on the growth rate of MoS₂ films. A.I.Belikov, V.N.Kalinin, A.V.Sikov. The research results of the working pressure and discharge power influence on the growth rate of molybdenum disulfide thin films on silicon substrates during magnetron sputtering of the target in vacuum are presented. Based on experimental data, an empirical model has been developed that relates the film growth rate to argon pressure and discharge power on a magnetron sputtering system.

Метод магнетронного распыления является одним из широко применяемых методов в производстве. Объясняется это его возможностями: универсальность по отношению к используемым в технологическом процессе материалам (проводящим, полупроводящим и диэлектрическим), нанесение покрытий на изделия сложной формы, получение качественных многокомпонентных покрытий при относительно высоких скоростях осаждения [1].

Тонкопленочные покрытия на основе дисульфида молибдена (MoS₂) широко применяются в качестве антифрикционных в машиностроении, а в последние годы активно изучаются применительно к области нанoeлектроники, где возможно их использование в качестве двумерного полупроводника. На формирование структуры, а в конечном итоге и свойства тонких пленок существенное влияние оказывает скорость осаждения пленкообразующих частиц на подложку. Свойства дисульфида молибдена существенно зависят от толщины пленки [2]. Ультратонкие пленки MoS₂ (монослойные и толщиной до нескольких нанометров) могут использоваться в электронике (транзисторы, различные сенсоры и т.д.) [3]. В этой связи необходимо обеспечивать рост покрытия с определенной скоростью для получения требуемой толщины и структуры покрытия.

Для отработки технологического процесса при формировании новых тонкопленочных покрытий и эффективного подбора технологических режимов магнетронного нанесения необходимо учитывать влияние основных параметров процесса на скорость роста пленок MoS₂. Такими параметрами являются рабочее давление инертного газа в вакуумной камере и мощность разряда. Поэтому в данной работе решалась задача исследования и оценки степени влияния давления аргона и мощности разряда на магнетронной распылительной системе на скорость роста тонких пленок дисульфида молибдена на кремниевых подложках.

Методика измерения толщины покрытий. Толщину нанесенных на кремниевые полированные подложки с шероховатостью поверхности менее 3 нм пленок MoS₂ измеряли с помощью профилометра. В работе использовался профилометр TR220, предназначенный для измерения шероховатости поверхности. Его диапазон измерений шероховатости по параметру Ra составляет от 0.025 мкм до 12.5 мкм. Точность измерения составляет ±10% [4]. Для измерения толщины пленок на подложки устанавливали маски, после нанесения пленок маски удаляли, что обеспечивало формирование профиля-ступеньки, на которой по перепаду высот с помощью полученного на профилометре профиля определяли значение толщины. Кроме того, образцы с пленками были предварительно исследованы на трибометре, в результате чего на их поверхности формировались дорожки трения до полного износа слоя покрытия. Схема образца

с дорожками износа, линией «ступеньки» и планом точек, в которых проводились измерения, показаны на рис.1.

На начальном этапе проход измерительного щупа профилометра обеспечивался от центра подложки. Первые три измерения (от центра до точек 1, 2 и 3) позволял построить и оценить полный профиль поверхности с учетом профилей дорожек износа. Последующее сканирование двухобластей измерения (точки 4 и 5) позволяло получить информацию о толщине покрытия вдоль «ступеньки». Для повышения достоверности измерения повторялись многократно.

Результирующая оценка толщины осуществлялась с использованием как результатов измерений в области «ступеньки», так и на основании полученных профилей дорожек износа.

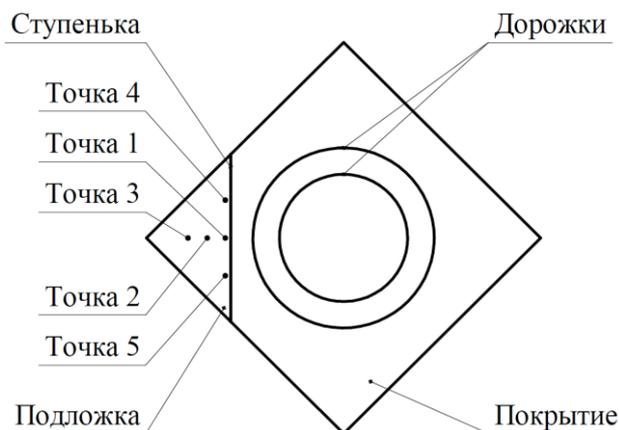


Рис. 1. Схема измерения толщины покрытия на образце.

Результаты и обсуждение. Подготовка образцов осуществлялась на вакуумной установке, оснащенной магнетронной распылительной системой с планарными мишенями. Для распыления использовали мишени, полученные прессованием порошка марки ДМИ-7. Диаметр мишени – 75 мм, толщина – 5 мм. Остаточное давление в камере установки составляло 10^{-3} Па. Рабочий газ – аргон. В качестве варьируемых параметров были выбраны мощность разряда P , [Вт] (фактор 1) и давление аргона p , [Па] (фактор 2). Выходной параметр – средняя скорость роста пленки V , [нм/мин]. В качестве контролируемых и стабилизируемых факторов выступали: температура нагрева подложки – 250°C, потенциал смещения на подложке – потенциал земли, время нанесения покрытия – 60 минут, расстояние между магнетроном и подложкой – 100 мм. Результаты измерений толщины пленок для трех, выполненных в различное время, серий измерений, представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Экспериментальные данные (толщина пленок MoS_2).

P, Вт	$p = 10^{-2}$ Па			$p = 4 \cdot 10^{-1}$ Па		
	20	0.17 мкм	0.14 мкм	0.11 мкм	0.62 мкм	0.67 мкм
40	0.27 мкм	0.24 мкм	0.25 мкм	0.92 мкм	0.95 мкм	1.00 мкм
60	0.23 мкм	0.27 мкм	0.28 мкм	1.71 мкм	1.78 мкм	1.83 мкм
80	0.47 мкм	0.45 мкм	0.50 мкм	2.56 мкм	2.62 мкм	2.67 мкм

Давление в вакуумной камере контролировалось с помощью датчиков AP6100 ХМ (тепловой сопротивления Пирани, погрешность – 15%) и АИМ-ХЕdwards (инверсно-магнетронный, погрешность – 30%).

Режимы работы магнетронной распылительной системы (мощность, ток и напряжение разряда) устанавливались с использованием блока питания АРЕL-М-3, контролировались встроенной системой измерения с микроконтроллером управления (погрешность 3 %).

Расстояние между магнетроном и подложкой контролировалось штангенциркулем (погрешность 0.05 мм).

Время нанесения контролировалось секундомером (погрешность 0.01 с)

Поток рабочего газа устанавливался и контролировался с помощью регуляторов расхода газа с компьютерным управлением (погрешность 0.5 %).

Температура подложки измерялась термопарой (погрешность 0.5 °С), регулировалась контроллером температуры.

Толщина покрытия контролировалась профилометром TR220 компании "TimeGroup" (погрешность ≤10%).

С учетом времени нанесения покрытий (60 минут) были рассчитаны средние скорости роста пленок, результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Экспериментальные данные (скорости роста пленок).

P, Вт	p = 10 ⁻² Па			p = 4 · 10 ⁻¹ Па		
	20	2.8 нм/мин	2.3 нм/мин	1.8 нм/мин	10.3 нм/мин	11.5 нм/мин
40	4.5 нм/мин	4.0 нм/мин	4.2 нм/мин	15.3 нм/мин	15.8 нм/мин	16.7 нм/мин
60	3.8 нм/мин	4.5 нм/мин	4.7 нм/мин	28.5 нм/мин	29.7 нм/мин	30.5 нм/мин
80	7.8 нм/мин	7.5 нм/мин	8.3 нм/мин	42.7 нм/мин	43.7 нм/мин	44.5 нм/мин

В результате регрессионного анализа экспериментальных данных была составлена математическая модель (1):

$$y = 16,3 + 9,5X_1 + 11,2X_2 + 6,7X_1X_2 \quad (1)$$

Как следует из модели (1), коэффициент b_2 у фактора X_2 больше коэффициента b_1 фактора X_1 в 1.18 раз, следовательно, фактор X_2 (давление) в большей мере влияет на скорость роста пленки, чем фактор X_1 (мощность разряда). Совместное влияние этих двух факторов меньше влияния только одного фактора X_1 в 1.42 раза, и меньше фактора X_2 в 1.67 раз.

Заключение. В результате проведенных исследований установлено влияние мощности магнетронного разряда и давления аргона в камере на толщину и скорость роста пленок дисульфида молибдена. Согласно полученной математической модели, при уменьшении давления скорость роста покрытия увеличивается так же, как и при увеличении мощности разряда.

Полученная модель может быть использована для подбора режимов осаждения тонких пленок дисульфида молибдена с заданной скоростью роста и получения пленок требуемой толщины путем расчета необходимой мощности разряда для определенного рабочего давления аргона.

Литература

1. Кирюханцев-Корнеев Ф.В., D.Horwat, J.F.Pierson, Е.А.Левашов. Сравнительный анализ покрытий Cr-B, полученных с помощью магнетронного напыления при постоянном токе и в режиме высокоомощного импульсного распыления // Письма в ЖТФ . 2014. №14. С. 1-2.
2. Xiaorong Gan, Huimin Zhao, Xie Quan Two-dimensional MoS₂: A Promising Building Block for Biosensors // Biosensors & Bioelectronics. - 2016. - №89. - С. 56-70.
3. Rui Cheng, Shan Jiang, Yu Chen, Yuan Liu Few-layer molybdenum disulfide transistors and circuits for high-speed flexible electronics // Nature Communications. - 2014. - №5.
4. Измеритель шероховатости TR220 // Компания ООО "ГЕО-НДТ" Режим доступа: <https://www.geo-ndt.ru/pribor-268-izmeritel-sherohovatosti-tr220.htm> (дата обращения: 29.07.2019).

Вакуумное нанесение и исследование методом АСМ ультратонких пленок MoS₂

А.И.Беликов, Чжо Зин Пью, До Тхи Ньян, Аунг Линн
Москва, МГТУ имени Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
E-mail: belikov@bmstu.ru

Представлены результаты АСМ-исследований ультратонких пленок дисульфида молибдена (толщиной от 3 до 13 нм), полученных методом магнетронного распыления мишени в вакууме в течение 10, 20 и 30 секунд на подложках кремния. Выполнена оценка структурных особенностей полученных образцов пленок, определено влияние времени осаждения на шероховатость, размер кристаллов, асимметрию и фрактальную размерность.

Vacuum deposition and investigation of MoS₂ ultrathin films by AFM method. A.L.Belikov, Kyaw Zin Phyo, Do Thi Nhan, Aung Linn. The results of AFM studies on molybdenum disulfide ultrathin films (with a thickness of 3 to 13 nm) obtained by the method of magnetron sputtering of MoS₂ target for 10, 20 and 30 seconds on silicon substrates in vacuum are presented. The structural features of the obtained film samples are estimated and the influence of deposition time on surface roughness, crystal size, asymmetry and fractal dimension is determined.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы научно-техническое направление, связанное с получением тонких и ультратонких пленок на основе дисульфида молибдена, привлекает значительное внимание ввиду потенциальных возможностей для будущих применений в нанoeлектронике. Благодаря результатам современных исследований электронно-оптических свойств монослойных и ультратонких пленок MoS₂ этот материал позиционируется, как перспективный полупроводниковый 2D-материал с большой эффективной подвижностью носителей заряда (до 500-1000 см²·В⁻¹·с⁻¹) [1], высоким соотношением токов в открытом и закрытом состоянии при использовании его в качестве канала полевого транзистора (достигающим значения 10⁸) [2] и шириной запрещенной зоны, которая настраивается в зависимости от толщины пленки (от 1.2 до 1.8 эВ) [3]. Известно, что структурные особенности, электрические и оптические свойства тонких пленок зависят от ряда факторов в процессах физического осаждения в вакууме. Перспективы коммерческого использования подобных материалов связаны с возможностью воспроизводимого получения однородных пленок на крупногабаритных подложках при относительно низких температурах. Одним из методов, соответствующим таким критериям является магнетронное нанесение, которое обеспечивает высокое качество и контролируемость процесса. В этой связи актуальной является задача оценки возможностей метода магнетронного нанесения по формированию ультратонких пленок MoS₂ и выявление их структурных особенностей на начальных стадиях роста. Рост пленки сопровождается структурными изменениями, отражающимися на морфологии и шероховатости поверхности, в зависимости от температуры подложки, рабочего давления, мощности распыления и типа подложки. В работе [4] приведены результаты исследований влияния режимов магнетронного нанесения на структурные особенности тонких пленок MoS₂.

Целью представляемой работы являлось экспериментальное исследование методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) структурных особенностей ультратонких пленок MoS₂, полученных магнетронным нанесением малой мощности при малом времени осаждения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для проведения работ использовалась вакуумная технологическая установка, обеспечивающая откачку рабочей камеры до остаточного давления 10⁻³ Па. Ранее [5] были выполнены эксперименты по отработке режимов нанесения и исследованию тонких пленок MoS₂, полученных при различных параметрах процесса. В качестве подложек использовали образцы кремниевых пластин с шероховатостью поверхности менее 3 нм. Перед нанесением пленок MoS₂ предварительно выполнялась подготовка поверхности подложек методами жидкостной очистки в щелочных растворах в ультразвуковой ванне, промывкой и осушкой.

Нанесение пленок выполнялось методом магнетронного распыления мишени MoS₂ диаметром 75 мм и чистотой 99.9 %, в режиме постоянного тока. В качестве рабочего газа использовался аргон 99.9995% чистоты. Варьируемым параметром процесса было время осаждения, остальные параметры были постоянными во всех экспериментах. Давление рабочего газа составляло $5 \cdot 10^{-1}$ Па. Электрическая мощность, подводимая в газовый разряд и ток в цепи магнетрона составляли 22 Вт и 0.05 А, соответственно. Температура подложки поддерживалась на уровне 200°C. Расстояние между мишенью и подложкой составляло 100 мм. Режимы осаждения подготовленных образцов приведены в таблице 1. Для оценки толщины пленок на поверхность накладывалась маска, после нанесения пленки маска удалялась.

Таблица 1 Режимы магнетронного нанесения пленок MoS₂.

№ образца	Время осаждения, секунд	Температура подложки, °С	Мощность разряда, Вт	Ток разряда, А	Давление аргона, Па
1	10	200	22	0.05	$5 \cdot 10^{-1}$
2	20	200	22	0.05	$5 \cdot 10^{-1}$
3	30	200	22	0.05	$5 \cdot 10^{-1}$

Оценка структурных особенностей тонких пленок MoS₂ осуществлялась по параметрам профиля поверхности, для подготовки сканов использовался АСМ «Solver NEXT» производства компании NT-MDT. Предварительно осуществлялась отработка режимов сканирования образцов для получения сканов поверхности с максимально высоким качеством, в результате использовался контактный режим сканирования. Сканирование проводилось на характерных для всей поверхности пленки участках, не содержащих видимых дефектов, в областях размером $0.5 \times 0.5 \mu\text{м}^2$ с частотой 0.5 Гц. С помощью программного обеспечения IA-P9 и Gwyddion получали статистические параметры шероховатости и структурные параметры поверхности. Подготовленная граница ступеньки «пленка-подложка» сканировалась на АСМ, измерялась толщина пленки, как величина перепада высот на профиле ступеньки. Определялись: размер кристаллов (зерна), асимметрия и фрактальная размерность. Эффективным и удобным способом более детально описать архитектуру поверхности пленки является фрактальный анализ изображений. Так, используя возможности фрактального анализа АСМ изображений поверхности, удается получать результаты, позволяющие более детально анализировать и классифицировать морфологию поверхности пленок, провести расчет значений ее фрактальной размерности. В данной работе для определения морфологической фрактальной размерности использовались метод подсчета кубов и метод триангуляции, основанные на описании формы трехмерного профиля поверхности с помощью геометрических «констант». С целью определения фрактальной размерности пленок была проведена компьютерная обработка микроизображений осажденных пленок MoS₂ с использованием программы Gwyddion

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены изображения поверхности подложки кремния (а) и пленки MoS₂, сформированной в течение 10 сек (б). Очевидно, что пленка MoS₂ повторяет рельеф подложки, однако, имеет более гладкую поверхность с низкой шероховатостью. Так, шероховатость подложки и пленки, равны, соответственно, 1.181 нм и 0.464 нм. Эти результаты и изображения топографии поверхностей образцов свидетельствуют о заметном сглаживании поверхности после нанесения пленки. Измерения толщины пленок проводились в различных поперечных сечениях границ раздела «пленка-подложка». Толщина пленки для образца №1 имела характерные значения порядка 3 нм, для образца № 2 – 7 нм и для образца № 3 – 13 нм.

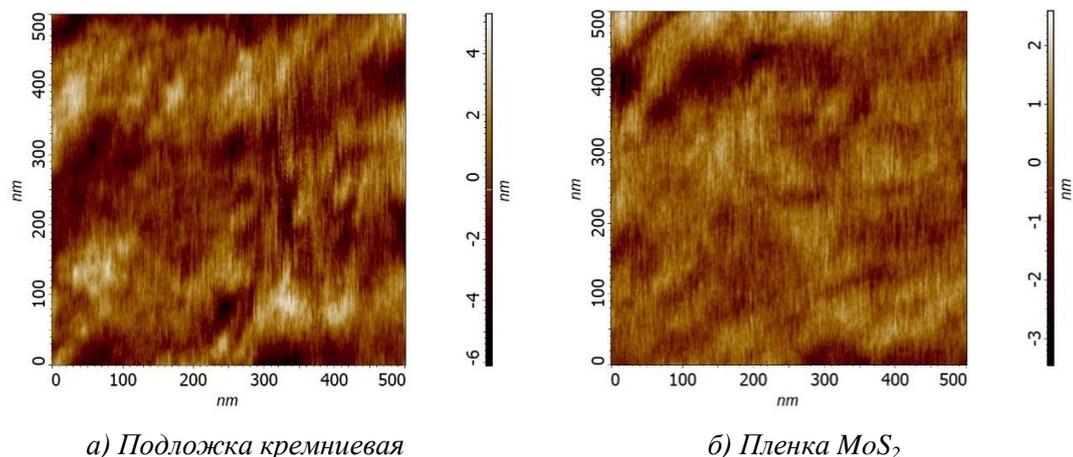


Рис.1. Изображения топографии кремниевой подложки и образца пленки MoS₂, осажденной за 10 секунд.

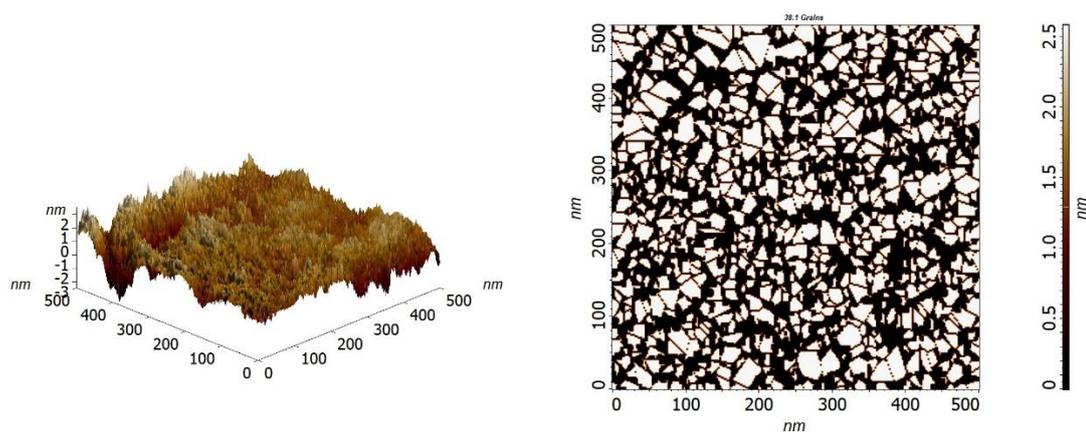
Характерные результаты АСМ исследований различных участков поверхности образцов с пленками MoS₂ приведены на рис. 2. Результаты измерений параметров поверхности пленок MoS₂ представлены в таблице 2.

Таблица 2 - Результаты измерений параметров поверхности пленок MoS₂.

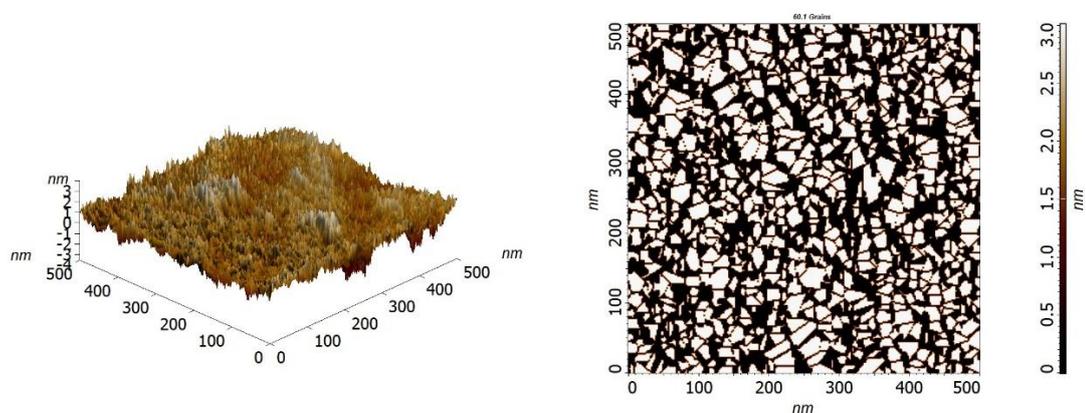
Время осаждения,сек	10	20	30
Параметр			
Средняя арифметическая шероховатость, Ra , нм	0.464	0.521	0.371
Коэффициент асимметрии, Rsk	-0.393	-0.229	-0.170
Площадь поверхности, мкм	0.257	0.263	0.256
Средний размер зерна, нм	11.805	11.551	12.695

На поверхности образца №1 (рис.2а) в результате осаждения на протяжении 10 сек формируется сплошная пленка шероховатостью 0.464 нм и средним размером зерна 11.805 нм. Увеличение времени нанесения до 20 сек (рис.2б) приводит к росту количества зерен, средний размер зерна несколько снижается (до 11.551 нм), и шероховатость и площадь поверхности увеличиваются. При дальнейшем увеличении времени осаждения происходит частичная агломерация зерен пленки (рис. 2в). Средний размер зерна пленки увеличивается, при осаждении за 30 сек имеет значение 12.695 нм, уменьшаются шероховатость и фактическая площадь поверхности.

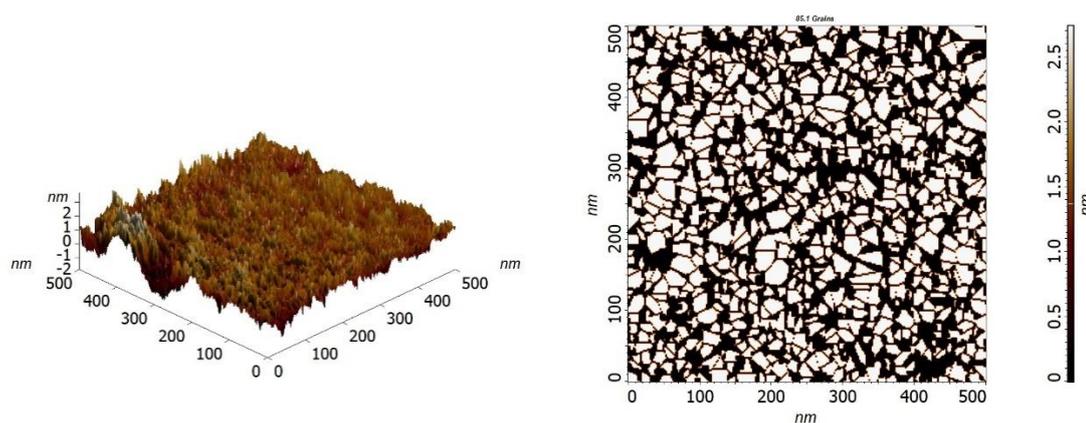
Поскольку коэффициент асимметрии структуры Rsk отличается от нуля, то можно говорить о неравномерном распределении кристаллитов относительно центра исследуемого участка. Для образца №1 характерно самое большое значение коэффициента асимметрии, что свидетельствует о значительной неравномерности распределения кристаллитов.



а) №1, MoS₂ on Si, при 10 сек



б) №2, MoS₂ on Si, при 20 сек



в) №3, MoS₂ on Si, при 30 сек

Рис. 2. АСМ 3D-изображения и структура зёрен на участках поверхности размером 0.5×0.5 мкм² для пленок MoS₂, осажденных в течение различного времени на подложки кремния: (а) образец №1 (10 сек); (б) образец №2 (20 сек) и (в) образец №3 (30 сек).

Значения фрактальной размерности, полученные с помощью метода подсчета кубов и метода триангуляции, приведены в табл. 3. В отличие от среднеквадратичной шероховатости фрактальная размерность поверхности пленок демонстрирует масштабную инвариантность в исследуемом диапазоне размеров АСМ изображений. Как видно из табл.3 значения

фрактальной размерности, рассчитанные разными методами, несколько различаются. Кроме того, используемые методы характеризуются различной точностью расчета фрактальной размерности. Известно, что метод подсчета кубов обладает меньшей погрешностью определения значения, в отличие от метода триангуляции. Это объясняется тем, что при фрактальном анализе с помощью метода триангуляции происходит некоторое сглаживание неровностей поверхности, а также усреднение полученных результатов, что и влечет за собой меньшую точность в оценке фрактальной размерности. Поэтому в качестве более достоверных следует считать значения, полученные с помощью метода подсчетов кубов.

Таблица 3 - Фрактальная размерность осажденных пленок MoS₂, полученных при различном времени нанесения (по результатам обработки различными методами АСМ-изображений размером 0.5×0.5 мкм²).

Время осаждения, сек	Метод подсчета кубов	Метод триангуляции
10	2.406	2.453
20	2.438	2.482
30	2.443	2.493

Значения фрактальной размерности, полученные с помощью метода подсчета кубов, и приведенные в таблице 3 изменяются в достаточно узком интервале от 2,406 до 2,443. Это соответствует фрактальным поверхностям. Увеличение времени осаждения сопровождается некоторым ростом фрактальной размерности. Как следствие, морфология поверхности становится более однородной, обуславливая градацию ее фрактальных свойств.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты проведенных исследований свидетельствуют о существенном (более чем в 2 раза) снижении шероховатости поверхности кремниевых подложек после нанесения пленок MoS₂. Наиболее вероятно, что это может быть следствием преобладания процессов преимущественного встраивания молекул MoS₂ в узлы, образованные ступенями и изломами поверхности и наличия механизма двумерного разрастания островков и ступеней на начальной стадии роста пленок.

Минимальная толщина полученных пленок MoS₂ составляла 3 нм и была достигнута при осаждении потока частиц, распыленных из мишени в течение 10 с, толщина пленок, полученных при осаждении в течение 30 с – 13 нм. В ходе работы существенного влияния времени осаждения на шероховатость и размер зерна пленок выявлено не было. Однако с увеличением времени осаждения наблюдалось устойчивое снижение коэффициента асимметрии и небольшое увеличение фрактальной размерности.

Литература

1. Baugher B W et al., "Intrinsic electronic transport properties of high-quality monolayer and bilayer MoS₂," Nano letters 13, 4212-4216 (2013).
2. Duan X et al., "Two-dimensional transition metal dichalcogenides as atomically thin semiconductors: opportunities and challenges," Chem. Soc. Rev 44, 8859 (2015).
3. K. F. Mak, C. Lee, J. Hone, J. Shan, and T. F. Heinz, "Atomically Thin MoS₂: A New Direct-Gap Semiconductor," Phys. Rev. Lett. 105,136805(2010).
4. A.I.Belikov, Do Thi Nhan, V.N.Kalinin, "AFM investigation of MoS₂ thin films," IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 387, 012007(2018).
5. A.I.Belikov, Kyaw Zin Phy, V.N.Kalinin, A.I.Semochkin, "Electronic and optical properties of MoS₂ thin films deposited by magnetron sputtering studying," Proc. of SPIE, 11022, 110221F(2019).

СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС

Имитация «холодного» Солнца: моделирование теплопритоков к космическому аппарату при проведении термовакуумных испытаний

С.Б. Нестеров, П.Г. Смирнов, А.А. Филатов
Москва, РНТВО им. академика С.А. Векинского

Элементы оптической схемы имитатора солнечного излучения в ходе работы подвергаются существенным лучевым нагрузкам и могут нагреваться без принятия должных мер по их охлаждению. Нагреваясь, они становятся источниками теплового излучения, которое может приводить к нежелательным теплопритокам к объекту испытаний. Статья посвящена расчету величин таких паразитных теплопритоков, моделированию характеристик теплопритоков к объекту испытаний. Также в статье рассматриваются способы минимизации паразитных теплопритоков. Особенное внимание уделено вопросам охлаждения коллимирующего зеркала. Обсуждаются вопросы мультифизического моделирования, включающего в себя моделирование расчета хода лучей и теплофизическое моделирование.

Simulation of the “cold” Sun: modeling of heat inflows to the spacecraft during thermal vacuum tests. S.B. Nesterov, P.G. Smirnov, A.A. Filatov. During operation, the elements of the optical circuit of a solar radiation simulator are exposed to significant radiation loads and can be heated without taking proper measures to cool them. When heated, they become sources of thermal radiation, which can lead to undesirable heat inflows to the test object. The article is devoted to calculating the values of such spurious heat inflows, modeling the characteristics of heat inflows to the test object. The article also discusses ways to minimize spurious heat inflows. Particular attention is paid to the cooling of the collimating mirror. The issues of multi-physical modeling are discussed, including the simulation of the calculation of the rays path and thermo-physical modeling.

Введение

Традиционно, оптическая схема имитатора солнечного излучения включает в себя осветительную часть, интегратор, иллюминатор и коллимирующее зеркало. Типичная компоновка ИСИ с внеосевым зеркалом показана на рис. 1. Рассмотрим функциональное назначение частей ИСИ, сосредоточив внимание на оптических и тепловых аспектах, не углубляясь в вопросы электрики, электроники и системы управления.

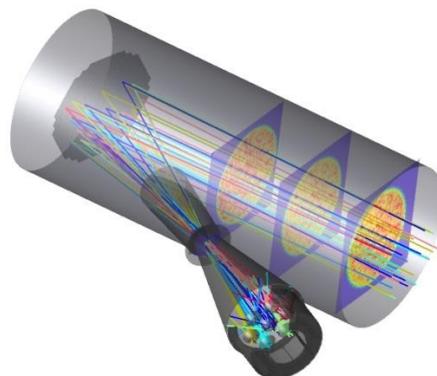


Рис. 1. Пример компоновки ИСИ с внеосевым коллимирующим зеркалом.

Моделирование тепловых нагрузок на оптические элементы ИСИ при помощи лучевой модели

Осветительная часть представляет собой набор короткодуговых ксеноновых ламп с отражателями, формирующими квазипараллельный пучок излучения от каждой из лампы. Эти пучки вводятся в интегратор, который включает в себя два линзовых массива. Интегратор выравнивает распределение энергетической яркости в пучке, который затем преобразуется коллимирующим зеркалом в квазипараллельный пучок, направляемый на объект испытаний. Благодаря интегратору и некоторым приемам рационального проектирования оптической схемы, выходной пучок обеспечивает высокую степень равномерности энергетической освещенности как в плоскости, так и в некотором объеме. Под объемной равномерностью понимается равномерность, одновременно достигаемая сразу в нескольких плоскостях, перпендикулярных направлению распространения излучения. Так, на рисунке 1 показаны три такие плоскости в зоне установке объекта испытаний.

Путем моделирования хода лучей через оптическую схему ИСИ можно смоделировать величины лучистых потоков на оптических элементах схемы. В приведенном моделировании принимается радиометрическая мощность ламп, обеспечивающая уровень энергетической освещенности в 2 кВт/м² в круглом пятне диаметром 2 м. На рис. 2 показано распределение энергетической освещенности в плоскости перед интегратором.

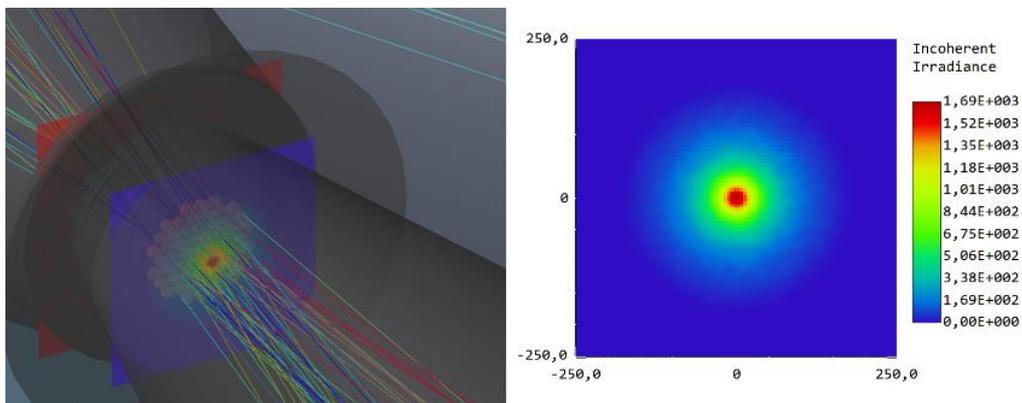


Рис. 2. Ход лучей через интегратор и распределение энергетической освещенности в плоскости перед интегратором.

Для указанных выше условий суммарная величина светового потока составляет 17,2кВт. На рис. 3 приведено распределение энергетической освещенности в плоскости позади интегратора.

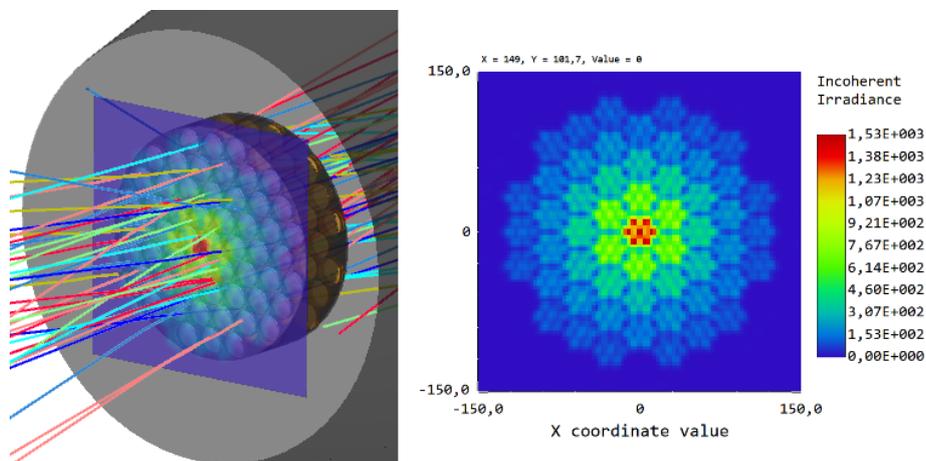


Рис.3. Ход лучей за интегратором и распределение энергетической освещенности в плоскости сразу за интегратором.

Суммарная мощность, выходящая из интегратора, составляет 10,6 кВт. Так, моделирование расчета хода лучей позволяет вычислить величину мощности, рассеиваемую внутри интегратора. Эта величина, в свою очередь, позволяет обоснованно определить параметры системы охлаждения интегратора. Система охлаждения интегратора позволяет стабильно поддерживать температуру на уровне, например, 50°C. При этом появление заметного паразитного теплопритока от интегратора представляется маловероятным.

Моделирование тепловых режимов оптических элементов ИСИ при помощи теплофизической модели

Более критичным с точки зрения минимизации паразитных теплопритоков является учет влияния коллимирующего зеркала. При величине внешнего теплопритока к зеркалу в 10,6 кВт за счет несовершенства отражающего покрытия на зеркале рассеивается в тепло примерно 1,6 кВт.

Можно показать, что в отсутствие принудительного охлаждения зеркала его температура может достигать 180-200°C, так как охлаждение в данном случае происходит только из-за теплового излучения с поверхности конструкции зеркала. Очевидно, что в этом случае величина паразитного теплопритока будет достаточно велика и, при допущении, что весь этот тепловой поток попадает на мишень, сравнима с основной мощностью. При наличии термостатирования зеркала паразитный тепловой поток уменьшается пропорционально разности четвертых степеней температур зеркала и мишени: $\sim(T_r^4 - T_o^4)$. Видно, что нулю он будет только при тепловом равновесии зеркала, мишени и камеры, что недостижимо. Для практических задач допустимой является величина паразитного теплового потока от зеркала порядка 10Вт/м² (при средней энергетической освещенности объекта испытаний, обеспечиваемой ИСИ в «солнечном» диапазоне длин волн 0,2...2,5 мкм, в 1378 Вт/м²).

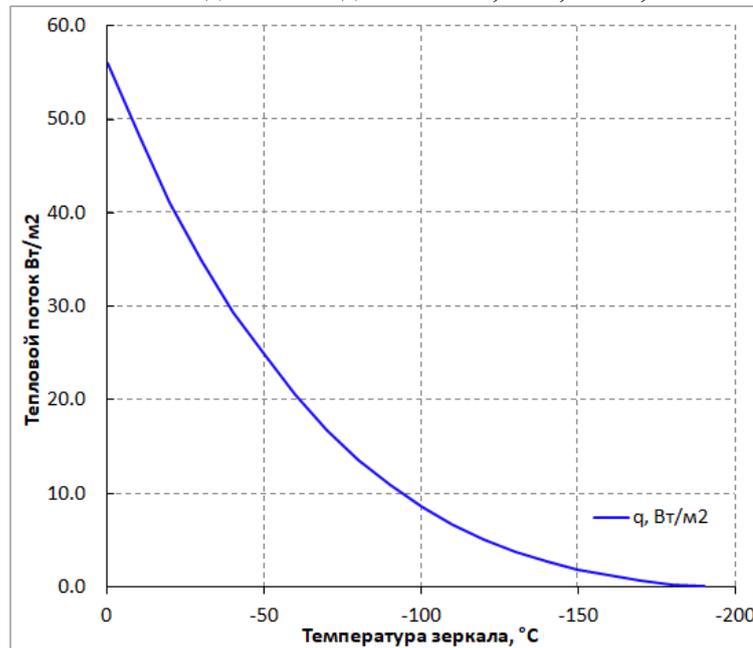


Рис. 4. Зависимость плотности паразитного теплового потока на объекте испытаний от температуры термостатирования зеркала.

Для обеспечения заданного теплового потока оценочное значение температуры термостатирования зеркала должна быть на уровне -90°C, что определяет тип теплоносителя для охлаждения.

В реальной камере расчет теплового потока осложнен геометрией взаимного расположения объекта, зеркала и корпуса камеры. Для расчета потока применяется численное моделирование излучения методом DO-ordinates. Данный метод использует разбиение поверхности на излучающие участки (пиксели) и расчет трассировки лучей из полученных пикселей.

На рис. 5 показан расчет теплового потока от зеркала к объекту испытаний. Зеркало представляет собой двухслойный элемент стекло-алюминий. В рамках данной модели задается фиксированная температура алюминиевой подложки -90°C и температура термостатирования объекта -190°C . Стенки камеры адиабатические. При таком подходе тепловой поток от задней части зеркала будет нагревать стенки до какой-то температуры, что система «зеркало-стенка камеры-объект» будут находиться в равновесии.

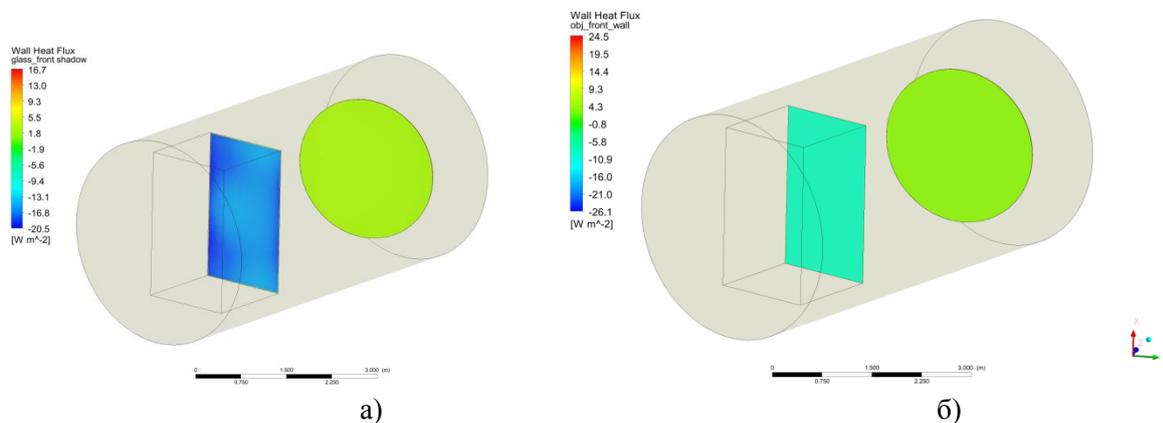


Рис. 5. Плотность теплового потока от зеркала к объекту испытаний при различной степени черноты задней части зеркала при адиабатических стенках камеры. а) $\epsilon_{ps} = 0.5$, б) $\epsilon_{ps} = 0.07$.

Для степени черноты задней поверхности 0.5 тепловой поток на объект составляет $\sim 18 \text{ Вт/м}^2$, что выше ожидаемого. Очевидно, что необходимо снижать излучательную способность поверхности задней части зеркала. При термостатировании стенок камеры эффект передачи теплового потока не будет таким выраженным.

Выводы

Совместное моделирование тепловых режимов оптических элементов ИСИ при помощи комбинации лучевой и теплофизической моделей решает две задачи. С одной стороны, удается смоделировать тепловые режимы оптических элементов и обоснованно подойти к вопросу проектирования надлежащей системы охлаждения. С другой стороны, такое моделирование позволяет предсказать величину теплопритоков от ИС к объекту испытаний, обусловленных нагревом элементов ИСИ. Учет таких теплопритоков повышает достоверность термовакuumных испытаний. Представляется перспективным распространение данного метода на моделирование термовакuumного эксперимента целиком- с учетом оптических и теплофизических свойств вакуумной камеры и самого объекта испытаний для рационального планирования испытаний и повышения точности воспроизведения действующих факторов космического пространства.

Опытная эксплуатация высоковакуумного турбомолекулярного насоса ВГТН-400 в составе вакуумной камеры ВК-16

А.Ю. Кочетков, А.Н. Зайцев, *В.С. Неверов

г. Химки АО "НПО им. С.А. Лавочкина". kochetkov@laspace.ru

*г. Владимир, Владимирский центр механической обработки. vsneverov@vsto33.ru

В статье представлены результаты сравнительных испытаний турбомолекулярных насосов в составе экспериментальной вакуумной камеры ВК-16.

Trial operation the high-vacuum turbo-molecular pump HGTP-400 as a part of vacuum chamber VC-16. A.Yu. Kochetkov, A.N. Zaitsev, V.S. Neverov. The article contains the result tests of turbo-molecular pumps as a part of vacuum chamber VC-16.

В статье рассматривается вопрос об опытной эксплуатации турбомолекулярного насоса ВГТН-400 в составе вакуумной камеры ВК-16, а также представлены результаты сравнительных испытаний ВГТН-400 и турбомолекулярного насоса иностранного производства (ТМН1).

Вакуумная камера ВК-16 представляет собой горизонтальную вакуумную камеру, объёмом 110 литров. Схема вакуумной камеры представлена на рис. 1. В качестве рабочего, на ней установлен турбомолекулярный насос иностранного производства, на схеме обозначенный ТМН1. ВК-16 оснащена насосом предварительной откачки (ВН1), производительностью 180 л/мин. Предварительная откачка производится через ТМН. В качестве датчиков давления Вв1 и Дв2 использованы ионизационный преобразователь ПМИ-2 и термопарный преобразователь ПМТ-2 соответственно. В качестве вторичного прибора используется вакуумметр Меркат ВИТ19-ИТ2.

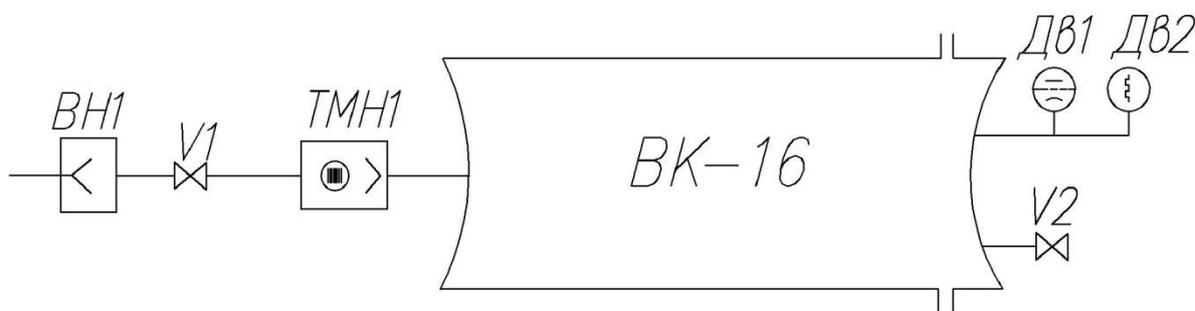


Рис. 1 Схема вакуумной камеры ВК-16.

Сравнительные испытания производились путём последовательной установки турбомолекулярного насоса на посадочное место вакуумной камеры. Сначала устанавливался ТМН1, затем на его место устанавливался ВГТН-400.

Сначала производилась предварительная откачка вакуумной камеры механическим насосом. Далее включался ТМН. Давление в вакуумной камере фиксировалось вакуумметром с частотой 1 раз в 10 минут. Откачка турбомолекулярным насосом производилась в течение 10 часов. По истечении времени вакуумная камера выключалась.

Сравнительные характеристики двух насосов представлены в таблице 1.

Таблица 1. Сравнительные характеристики насосов.

№ п/п	Наименование параметра	ТМН 1 иностранного производства	ВГТН-400
1	Входной фланец насоса	ISO 160	DN 160-K
2	Быстрота действия, л/с	700	400
3	Предельное остаточное давление, мм рт.ст.	$4 \cdot 10^{-9}$	$1 \cdot 10^{-7}$
4	Степень сжатия	$>1 \cdot 10^9$ (N ₂) $>1 \cdot 10^6$ (H ₂)	$>1 \cdot 10^7$ (воздух)
5	Номинальная скорость вращения ротора, об/мин	36 000	27 000
6	Время выхода на рабочий режим, мин	<4	<10
7	Рабочая ориентация	любая	любая
8	Подвеска ротора	керамические необслуживаемые подшипники с консистентной смазкой	подшипники качения гибридные
9	Выходной фланец	KF40	KF25
10	Максимальное допустимое давление в форвакуумной линии, мм рт.ст	$7 \cdot 10^{-1}$	$5 \cdot 10^{-1}$
11	Устойчивость к прорыву атмосферы	н/д	до 10 бросков атмосферы
12	Охлаждение	водяное, возможно воздушное	воздушное, для напряжённых приложений возможно водяное
13	Потребляемая мощность, Вт	< 750	< 400
14	Габаритные размеры: диаметр, высота	216x263	202x302
15	Масса, кг	19	18

Из характеристик видно, что представленные насосы идентичны по большинству параметров, за исключением частоты вращения ротора 36 000 об/мин у ТМН1 против 27 000 об/мин у ВГТН-400, отсюда следует разница в производительности 700 л/с против 400 л/с. Соответственно и предельное остаточное давление у ТМН1 составляет $1 \cdot 10^{-9}$ мм рт.ст против $1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст. у ВГТН-400. На первый взгляд, при установке, насосов на реальную вакуумную камеру ТМН1 должен существенно превосходить ВГТН-400 по скорости выхода на заданное остаточное давление, а также по достижимому вакууму.

На рис.2 представлена экспериментальная зависимость разрежения в вакуумной камере от времени. На графике хорошо видно, что при превосходстве в производительности насоса ТМН1 на 75 %, скорости падения давления в рабочем объеме вакуумной камеры у обоих насосов близки. При включении обоих насосов остаточное давление в вакуумной камере составляло $1 \cdot 10^{-1}$ мм рт.ст. Достижение остаточного давления $1 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. для ТМН1 составило 2 часа 50 минут, у ВГТН-400 - 3 часа 20 минут. Через 10 часов после включения остаточное давление в вакуумной камере составило $3,3 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. для ТМН1 и $5,1 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. для ВГТН-400. Натекание вакуумной камеры, зафиксированное в данном эксперименте составило $9,6 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст. · л/с. для обоих насосов.

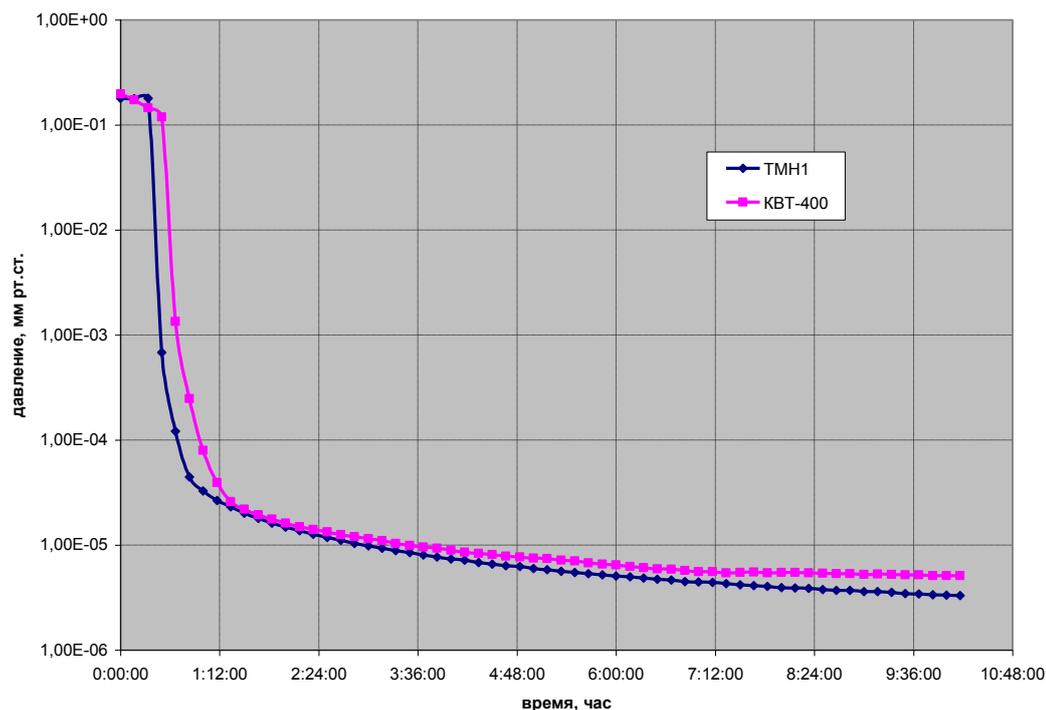


Рис. 2. Экспериментальная зависимость разрежения в вакуумной камере от времени.

Субъективное впечатление от работы обоих насосов: оба имеют близкие габаритные размеры и вес; корпус ТМН изготовлен из нержавеющей стали, корпус ВГТН-400 из алюминиевого сплава; оба насоса при работе издадут небольшой шум и имеется небольшая вибрация. Выходной фланец ТМН KF-40, у ВГТН-400 KF25, больший фланец позволяет сделать форвакуумную линию с меньшим гидравлическим сопротивлением.

При тестировании было замечено, что при проведении предварительной откачки вакуумной камеры (производится через выключенный турбомолекулярный насос), время достижения исходного давления $1 \cdot 10^{-1}$ мм рт.ст у ВГТН-400 примерно на 30% больше. Это свидетельствует о более высоком гидравлическом сопротивлении при остановленном роторе. Общее впечатление, что оба насоса могут использоваться в одних и тех же приложениях.

Данные результаты позволяют сделать вывод о том, что при существенно лучших заявленных характеристиках у ТМН1 по производительности, на практике большого выигрыша нет. При выборе насосов необходимо руководствоваться другими, менее очевидными, но не менее важными характеристиками, такими как: материал корпуса и ротора, возможность воздушного охлаждения, стойкость к прорыву атмосферы, ресурс работы, гарантийное и послегарантийное обслуживание, доступность в запасных частях.

Литература

1. Вакуумная техника: справочник/ К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.

Испытания посадочного аппарата в климатических условиях поверхности Марса в термовакуумной камере

А.Ю. Кочетков,
г. Химки, АО "НПО им. С.А. Лавочкина" kochetkov@laspace.ru

В статье рассматривается вопрос об имитации климатических условий Марса при наземной термовакуумной отработке посадочного аппарата в универсальной термовакуумной камере.

Testing of the Lander in the climatic conditions of Mars in the thermal vacuum chamber.
A.Yu. Kochetkov. *The article discusses the issue of imitating the climatic conditions of Mars during ground-based thermal vacuum testing of a Lander in a universal thermal vacuum chamber.*

Одним из важных этапов наземной термовакуумной отработки марсианского посадочного аппарата являются испытания по моделированию условий поверхности Марса. Специальные экспериментальные установки, способные воспроизводить параметры атмосферы Марса отсутствуют, так как постройка специального стенда влечёт за собой большие материальные затраты. Поэтому актуальной задачей становится проведение "марсианских" испытаний в имеющейся универсальной термовакуумной камере.

Атмосфера Марса имеет сложную структуру и быстроменяющиеся параметры, поэтому при моделировании принимают следующие допущения:

- поток солнечного излучения на орбите изменяется в среднем от 495 до 750 Вт/м²;
- продолжительность суток 24,6 часа;
- состав атмосферы 100% CO₂;
- давление на поверхности от 400 до 1900 Па (от 4 до 19 мбар);
- температура поверхности днём от 0 до 30 °С;
- температура поверхности ночью от минус 120 до минус 100 °С .

Атмосфера Марса также характеризуется сильными ветрами до 40 м/с, порывами до 100 м/с и высоким содержанием пыли.

При давлении 400 до 1900 Па, которое необходимо создавать в рабочем объёме вакуумной камеры, конвективная составляющая теплообмена вносит существенный вклад в теплообмен между космическим аппаратом и окружающей средой, поэтому пренебречь им нельзя.

Методика термовакуумных испытаний должна быть следующая. Термовакуумная камера должна откачиваться до давления $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па ($1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.) для удаления из рабочего объёма атмосферных газов. Далее в азотные экраны подаётся жидкий азот и одновременно включаются бортовые тепловые нагрузки и инфракрасные нагреватели, имитирующие внешние тепловые нагрузки. После получения стационарного режима при высоком вакууме вакуумные насосы отсекаются от рабочего объёма, и в него подаётся чистый азот до необходимого давления. Далее ведутся испытательные режимы при заданном давлении. Давление в рабочем объёме термовакуумной камеры регулируется подачей газа и включением вакуумных насосов.

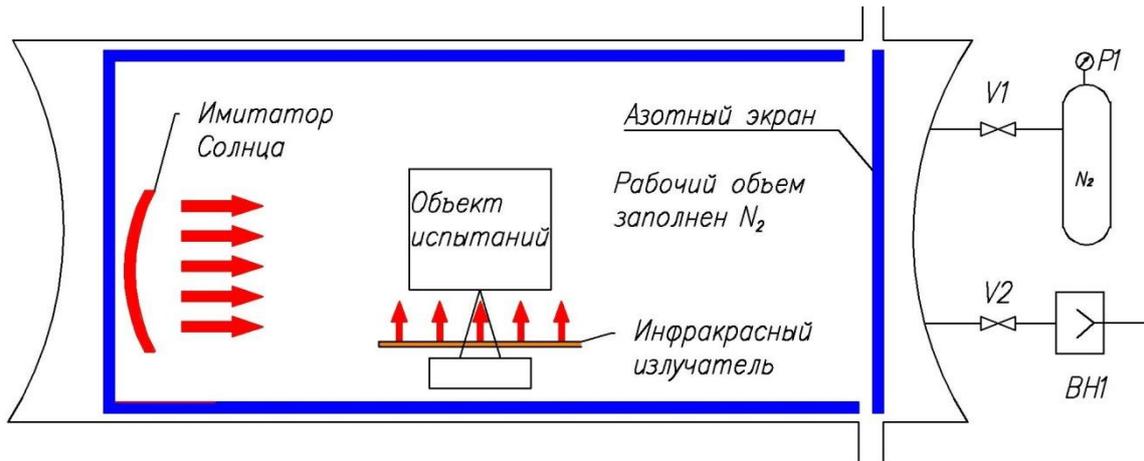


Рис. 1. Схема термовакuumной камеры.

Для имитации климатических условий поверхности Марса использовалась термовакuumная камера, оснащённая системами, обладающими следующими характеристиками:

- азотными экранами, имеющими температуру минус 170 до 30 °С;
- инфракрасный имитатор Солнца с плотностью теплового потока от 495 до 750 Вт/м²;
- инфракрасный излучатель, имитирующий излучение от поверхности планеты;
- рабочий объём термовакuumной камеры заполнен азотом, с контролируемым давлением от 400 до 4000 Па.

Схема термовакuumной камеры представлена на рис. 1. На рис. 1 использованы следующие обозначения: P1 - манометр на сосуде с азотом, N₂ - сосуд с азотом, ВН1 - вакуумный насос, V1 и V2 - вентили.

На внешней поверхности термовакuumной камеры устанавливались датчики температуры. Схема установки термодатчиков представлена на рис. 2.

Результаты измерения температуры представлены в таблице 1, зависимость температуры стенки термовакuumной камеры от давления в рабочем объёме представлена на рис. 3.

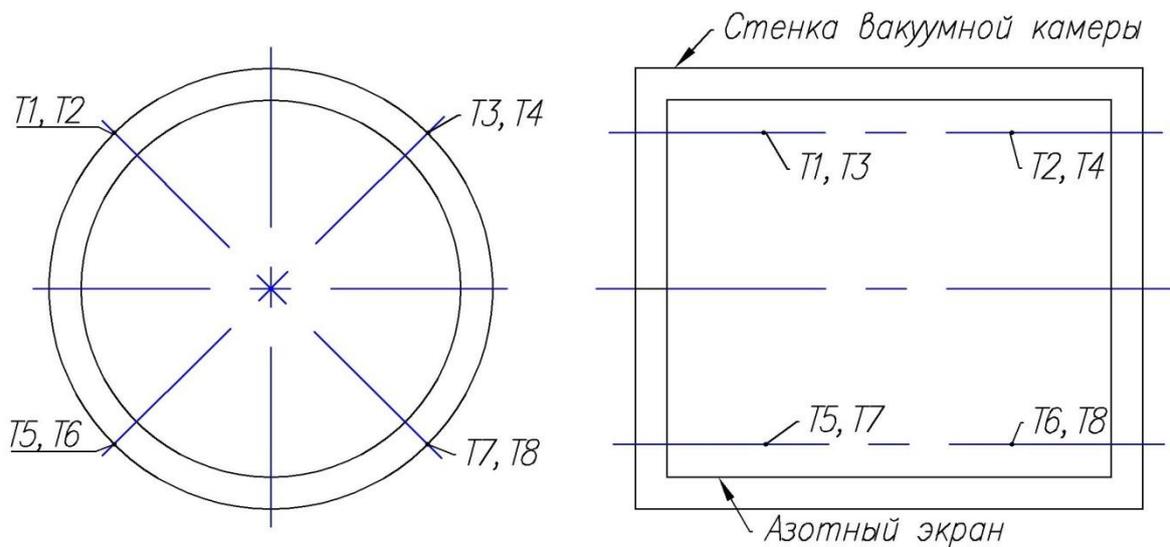


Рис. 2. Схема установки датчиков температуры.

Первая строчка в таблице - температура стенки вакуумной камеры перед началом эксперимента при атмосферном давлении, до заливки азотных экранов.

Таблица 1. Результаты измерения температуры.

Время сутки	Давление Па	T1 С	T2 С	T3 С	T4 С	T5 С	T6 С	T7 С	T8 С
1	101 000	22,1	21,9	21,3	21,3	20,2	21,3	20,0	21,0
2	0,001	20,4	20,3	19,9	19,6	18,9	20,1	18,8	19,8
3	0,001	20,8	20,6	20,6	20,1	19,2	20,3	19,1	20,1
4	665	16,3	16,3	17,2	16,1	13,5	13,8	13,1	13,5
5	665	15,6	16,0	17,0	15,9	12,8	13,4	12,1	13,1
6	665	15,4	15,7	16,6	15,4	12,4	12,9	11,8	12,6
7	665	15,4	15,8	16,6	15,6	12,6	13,1	12,0	12,4
8	665	15,1	15,4	16,3	15,3	12,0	12,6	11,3	12,3
9	4000	15,3	15,7	16,3	15,3	12,1	12,4	11,3	12,2
10	4000	14,8	16,2	15,8	16,0	5,0	5,9	5,1	5,3
11	665	16,0	16,8	17,2	16,4	13,8	14,3	13,6	13,7
12	665	16,2	16,8	17,1	16,1	13,8	14,1	13,6	13,6
13	665	16,7	17,0	17,7	17,2	14,1	14,2	13,7	13,6

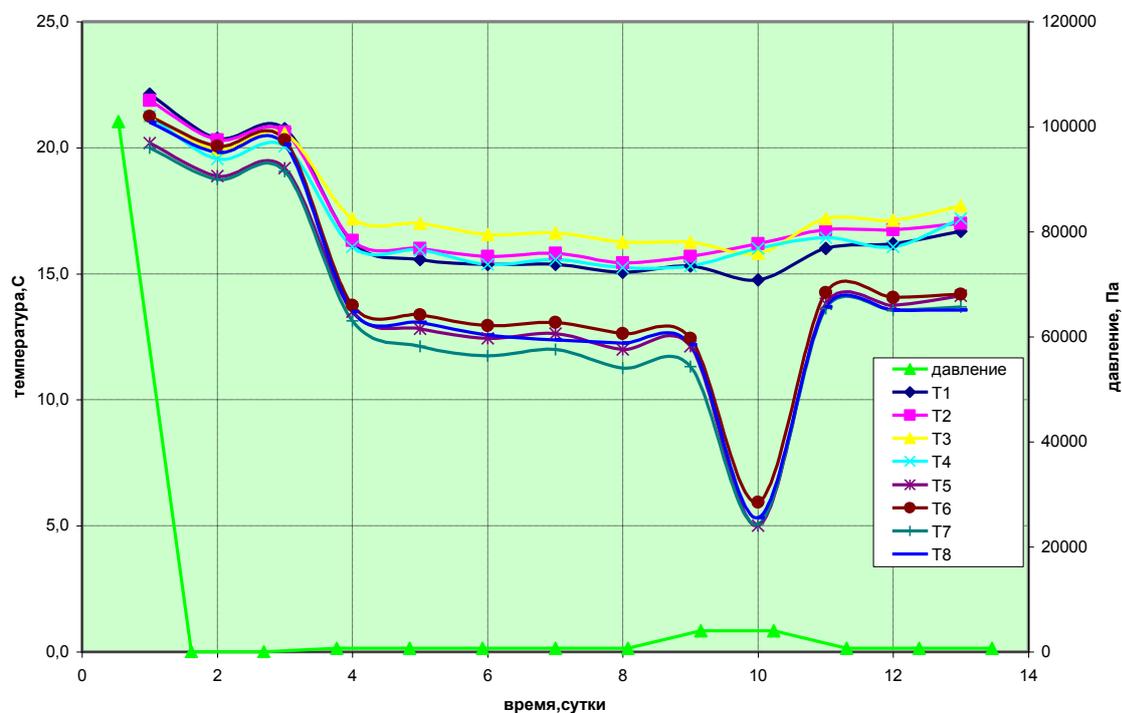


Рис. 3. зависимость температуры стенки термовакuumной камеры от давления в рабочем объеме.

Представленные в данной статье результаты показали, что проведение тепловакuumных испытаний при более высоком давлении в "обычной" термовакuumной камере возможно.

Перед проведением испытаний были опасения, что температура стенки вакуумной камеры опустится ниже значений, при которых конструкция станет неработоспособной. То есть могут выйти из строя некоторые элементы конструкции.

Показано, что за счёт увеличения конвективного теплообмена между азотными экранами и стенкой вакуумной камеры происходит понижение её температуры. С возрастанием давления температура стенки понижается. При давлении 665 Па температура стенки находится в пределах от 10 до 15 °С, при повышении давления до 4000 Па температура стенки достигает 5 °С. При повышении давления наблюдается увеличение разницы температуры верхней и нижней части вакуумной камеры, причём понижение температуры нижней части вакуумной камеры больше.

Проведённые работы показали, что понижение температуры стенки вакуумной камеры не достигает значений -50°C , при которых возможен выход из строя элементов конструкции, то есть выбранная методика испытаний оправдана.

Литература

1. Вакуумная техника: справочник/ К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
2. Н.Б.Варгафтик. Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей, М., 1972г. 720 стр. с илл.

Технологические аспекты проведения ремонтно-восстановительных работ криогенных резервуаров типа РЦГ-250/0,6, установленных на объектах космической инфраструктуры России

Е.В.Жировов, В.А.Кобзев, О.Е.Чубаров, А.М.Зверев, Ф.А.Феимов
Москва, АО «Криогенмонтаж», Староваганьковский пер., дом 23 стр.1
E-mail: www.cryomont.ru

Степень герметичности криогенных резервуаров и внутренних магистралей криогенного оборудования является одним из основных показателей, определяющих эксплуатационную надежность конструкций. В статье изложен технологический процесс и технологические операции и последовательность их проведения при производстве ремонтно-восстановительных и испытательных работ на резервуаре РЦГ-250/0,6, приведен перечень средств контроля качества выполненных работы создания и поддержания вакуума на уровне $6,65 \cdot 10^{-2} - 10^{-3} \text{Па}$ в теплоизоляционной полости (ТИП) резервуара.

Technological aspects of repair and restoration works of cryogenic tanks of the RTG-250/0.6 type installed on objects of the Russian space infrastructure. E.V.Zhirovov, V.A.Kobzev, O.E. Chubarov, A.M.Zverev, F.A.Feimov . The degree of tightness of cryogenic tanks and internal pipelines of cryogenic equipment are the main indicators that determine the operational reliability of structures. The article describes the technological process and technological operations and the sequence of their implementation in repair and restoration and testing works on the tank rtsg-250/0, 6. A list of tools for quality control of work performed and the creation and maintenance of vacuum at the level of $6,65 \cdot 10^{-2} - 10^{-3} \text{ Pa}$ in the thermal insulation cavity (type) of the tank is given.

Криогенный резервуар РЦГ-250/0,6 предназначен для приема, длительного хранения и выдачи криогенных продуктов. Резервуар (рис.1) представляет собой горизонтальный двустенный, цилиндрический аппарат и состоит из сосуда внутреннего, внешнего защитного кожуха, опорной системы и трубопроводов обвязки. Сосуд внутренний, в котором хранится криогенный продукт изготовлен из нержавеющей стали аустенитного класса. Кожух изготовлен из стали 09Г2С.

Теплоизоляция внутреннего сосуда и трубопроводов обвязки слоисто-вакуумная. Для обеспечения ресурса работы системы и эффективности применяемой слоистой вакуумной тепловой изоляции (СВТИ) в режиме хранения в теплоизоляционной полости (ТИП) резервуара поддерживается остаточное давление на уровне $6,65 \cdot 10^{-2} - 1,33 \cdot 10^{-3} \text{Па}$ с помощью криоадсорбционного устройства с угольным адсорбентом, размещенного на наружной поверхности внутреннего сосуда. Для удаления водорода из ТИП резервуара, работающего при температуре криогенного продукта 78 К и выше на кожухе резервуара установлен патрон с химическим поглотителем водорода.

Резервуар оснащен устройством, необходимым для присоединения теплоизоляционной полости к вакуумному оборудованию [3] при необходимости ее откачки и подключения средств измерения давления.

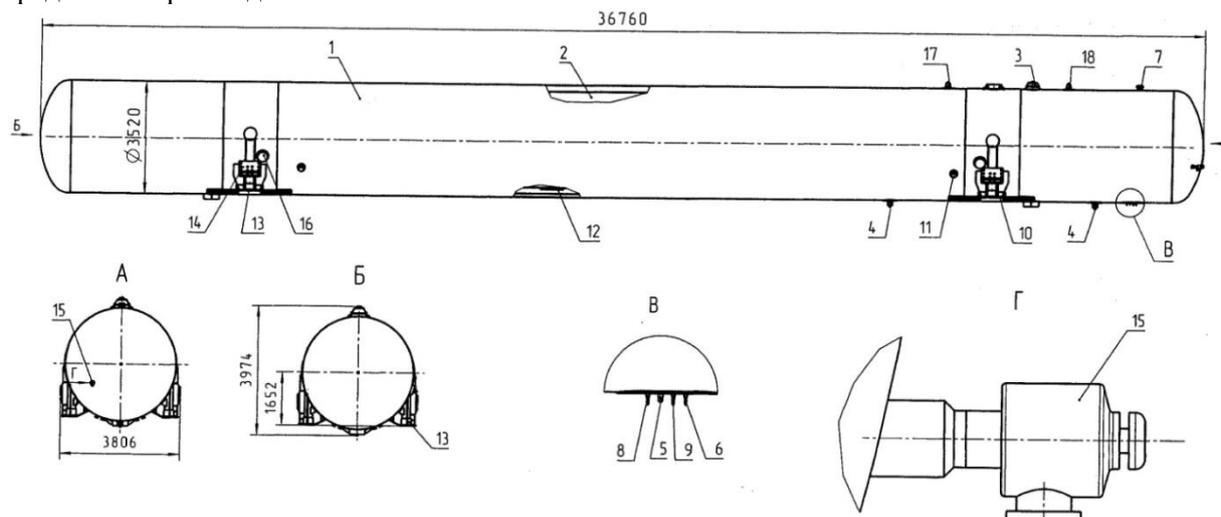


Рис.1. Резервуар РЦГ-250/0,6.

1 – кожух; 2 – внутренний сосуд; 3 – патрубок газосброс; 4 – заправка выдача «низ»; 5 – вывод на испаритель; 6 – анализ; 7 – устройство предохранительное вакуумное; 8 – уровень «верх»; 9 – уровень «низ»; 10 – бабышки для контрольного заземления; 11 – патрон с поглотителем водорода; 12 – криоадсорбционный насос; 13 – опора резервуара; 14 – плита для монтажной опоры; 15 – клапан УРС-50; 16 – цапфа; 17 – заправка на уровень; 18 – слив из ВРУ на уровень.

Технические параметры резервуара РЦГ-250/0,6 представлены в таблице 1.

Ремонтно-восстановительным работам подвергаются патрубки: «газосброса», «заправки на уровень», «слив из ВРУ на уровень», которые могут быть деформированы при производстве погрузочно-разгрузочных работ и транспортировании, а также при производстве монтажных работ.

Таблица 1. Технические параметры резервуара РЦГ-250/0,6.

Наименование параметра	Единица измерения	Значение
Габаритные размеры, длина, ширина, высота	мм	36 500 3810 4100
Вместимость внутреннего сосуда	м ³	250
Вакуумная герметичность после испытаний на холодный удар: Сосуда внутреннего способом «вакуумной камеры»	м ³ Па/с (л·мк рт.ст/с)	$4 \cdot 10^{-7} (3 \cdot 10^{-3})$
Суммарный газовый поток в ТИП резервуара измеренный манометрическим методом	м ³ Па/с (л·мк рт.ст/с)	$4,4 \cdot 10^{-5} (0,33)$
Адсорбент	– –	Уголь СКТ-4 ТУ-6-16-2352
Предварительное остаточное давление в ТИП резервуара теплого	Па (мм рт. ст.)	$1,33 \cdot 10^{-2} (1 \cdot 10^{-4})$
Потери продукта от испарения, Азот Кислород	кг/ч, (% в сутки)	9,5 (0,12) 8,7 (0,08)

Ремонтно-восстановительные работы выполняются в три этапа:

Первый этап – предварительная подготовка теплоизоляционной полости (ТИП) резервуара к производству ремонтно-восстановительных работ.

1.1. Последовательность проведения технологических операций:

- выполнение напуска газообразного азота ГОСТ 9293-74 в теплоизоляционную полость резервуара (ТИП) до давления 0,1 МПа;
- проведение демонтажа кожуха и внутренних трубопроводов, подвергнутых деформированию;
- организация защиты ТИП от попадания в нее атмосферных осадков;
- организация продувки ТИП азотом с точкой росы минус 45°С. Давление паров воды в ТИП поддерживается меньше равновесного давления (окружающей среды).

Защита ТИП газообразным азотом от условий окружающей среды обеспечивает оптимальное состояние:

- а) теплоизоляции при ее обезгаживании вакуумированием;
- б) адсорбента при его регенерации;
- в) химического поглотителя водорода – диоксида марганца палладиированного (ДМП) в сохранности его работоспособности.

Примечание: Установлено, что при напуске атмосферного воздуха в ТИП откачные параметры активированного ДМП ухудшаются и при выдержке более двух часов приводит к прекращению его работы. [1]

Второй этап – производство ремонтно-восстановительных работ резервуара РЦГ-250/0,6.

2.1. Последовательность выполнения технологических операций:

- монтаж и приварка внутренних труб;
- испытание сварных швов (швов стыков) внутренних труб на герметичность. Сварные швы испытываются на герметичность масс-спектрометрическим методом способом «накопления в атмосферном чехле» при давлении во внутреннем сосуде 0,6 МПа 5% гелиево-воздушной смеси при пороге чувствительности испытаний не более $1,33 \cdot 10^{-10} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ ($7,5 \cdot 10^{-7} \text{ л} \cdot \text{мкрт. ст/с}$).

Испытания на герметичность проводятся на установке, укомплектованной масс-спектрометрическим течеискателем, криоадсорбционным насосом с сферическим модулем, капиллярным шлангом, щупом с газовой завесой, манометрическим преобразователем [2]. Внутренние трубы после проведения испытаний изолируются слоистой вакуумной тепловой изоляцией (СВТИ). Затем на выводы внутренних труб устанавливаются и привариваются накладки и кожуха, проводится вакуумирование ТИП резервуара и проводятся испытания на герметичность:

- а) кожуха резервуара – масс-спектрометрическим методом, способом «обдува» по СТП 2082-595-2006 при пороге чувствительности течеискания не более $1 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ ($7,5 \cdot 10^{-6} \text{ л} \cdot \text{мк рт. ст/с}$);
- б) сосуда внутреннего – масс-спектрометрическим методом, способом «вакуумной камеры» при рабочем давлении 0,6 МПа (6 кгс/см^2) 5% гелиево-воздушной смеси в полости сосуда при пороге чувствительности течеискания не более $1 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ ($7,5 \cdot 10^{-6} \text{ л} \cdot \text{мк рт. ст/с}$);
- в) ТИП резервуара – манометрическим методом при давлении в теплоизоляционной полости не более $1,33 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ ($1 \cdot 10^{-4} \text{ мм рт. ст.}$) без применения вымораживающей ловушки перед манометрическим преобразователем, величина суммарного газового потока должна быть не более $4,4 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ ($0,33 \text{ л} \cdot \text{мк рт. ст/с}$).

Третий этап – окончательная подготовка резервуара к работе.

3.1. Последовательность выполнения технологических операций:

- обезгаживание теплоизоляционной полости;
- регенерация адсорбента;
- повторная активация химического поглотителя водорода.

Обезгаживание ТИП производится при температуре окружающей среды в течение 7 суток при остаточном давлении $1,33 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ ($1 \cdot 10^{-3} \text{ мм рт. ст.}$).

Регенерация угольного адсорбента осуществляется путем откачки ТИП в течение не менее 72 часов с момента достижения в вакуумной полости давления менее $1,33 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ ($1 \cdot 10^{-3} \text{ мм рт. ст.}$), измеренного без применения азотной ловушки на датчике давления.

Повторная активация химического поглотителя водорода ДМП, производится после завершения подготовки ТИП и регенерации адсорбента прогревом при температуре (383 ± 10) К с одновременной откачкой теплоизоляционной полости до давления менее 1 Па в течение не менее 3 часов.

Выводы

Выполняются следующие ремонтно-восстановительные работы и вакуумные испытания резервуара РЦГ-250/0,6:

- сосуда внутреннего масс-спектрометрическим методом, способом «вакуумной камеры»;
- кожуха масс-спектрометрическим методом, способом «обдува»;
- теплоизоляционной полости манометрическим методом.

Литература

1. Динамические характеристики каталитического поглотителя водорода – диоксида марганца палладированного, в реальных условиях эксплуатации резервуаров / В.В. Веденеев [и др.]// Вакуумная техника, материалы и технология: Материалы XI Международной научно-технической конференции М., 2016 г. с. 284-288.
2. Чувствительность масс-спектрометрического метода течеискания способом «щупа» / Е.В. Жировов [и др.]// Вакуумная наука и техника: Материалы XXV Международной научно-технической конференции, с участием зарубежных специалистов М., 2018 г. с. 248-251.
3. Опыт и возможности изготовления, монтажа, наладки, устранения негерметичностей и эксплуатации криогенного и высоковакуумного оборудования / Е.В. Жировов [и др.]// в печати.

Направления развития микроохладителей Гиффорда - МакМагона и вакуумных криогенных насосов

*В.В. Яловнаров, В.М. Ильин
Омск, АО «НТК «Криогенная техника»
cryovac@mail.ru*

В работе приведены новые результаты по созданию двух новых образцов крионасосов и трех микроохладителей.

Directions of development of Gifford - MacMahon micro-coolers and vacuum cryogenic pumps. V.V.Yalovnarov, V.M. Ilyin. The two new cryopump samples and three microcoolers are presented.

Развитие современных высокотехнологичных областей науки и техники невозможно без применения вакуумных криогенных насосов (НВК). Потребность в них постоянно растет, благодаря появлению новых отраслей их применения и в связи с тем, что для многих процессов, осуществляемых в вакууме, предъявляются повышенные требования к чистоте остаточных газов, свободных от углеводородов, низкому остаточному давлению и высокой удельной скорости действия.

Толчком к созданию НВК послужила стремительно развивающаяся электронная промышленность нуждающаяся в эффективных надежных средствах создания и поддержания высокого безмасляного вакуума, всем этим требованиям отвечали криогенные насосы созданные на базе автономных, замкнутых по рабочему газу охлаждающих устройств на

водородный уровень температур (20 К) с ресурсом работы не менее 20000 часов и низким уровнем вибрации.

Создан ряд НВК нового поколения Ду от 160 до 630 мм. с быстротой действия по воздуху от 0,8 до 20 м³/с, комплектуемыми одно- и двухступенчатыми микроохладителями (МО) Гиффорда - МакМагона и компрессорными установками (КУ) трех типоразмеров собственной разработки.

Все НВК оснащаются микропроцессорными системами управления:

- обеспечивающими возможность работы от одной компрессорной установки до 2-х блоков криооткачки;
- осуществляющими контроль рабочих параметров и управление работой насоса во всех режимах (пуск, откачка, регенерация);
- выполняющими мониторинг, диагностику и накопление данных о работе составных частей крионасоса;
- позволяющими интегрироваться в комплексные высоковакуумные системы через стандартные интерфейсы RS232, RS485.

Эффективность и эксплуатационные характеристики вакуумных криогенных насосов в значительной степени определяется техническими характеристиками микрокриогенных систем Гиффорда - МакМагона (МКС). В настоящее время ведутся работы по созданию МКС с улучшенными техническими и эксплуатационными характеристиками на водородный уровень температур (20К) и разработка МО с полезной холодопроизводительностью на уровне (10К).

Разработаны два типоразмера двухступенчатых МО холодопроизводительностью:

- МО10/20 - $Q_{2ст.} \sim 14$ Вт при 20 К, $Q_{1ст.} \sim 30$ Вт при 80 К;
- МО7/100 - $Q_{2ст.} \sim 7$ Вт при 20 К, $Q_{1ст.} \sim 80$ Вт при 80 К.

и одноступенчатый микроохладитель:

- МО180 - $Q \sim 170$ Вт при 80 К.

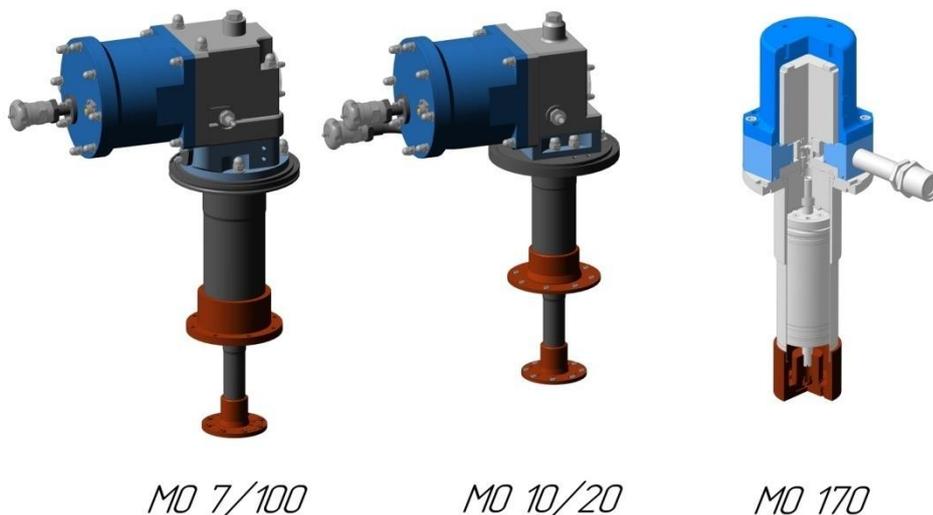


Рис. 1. Внешний вид разработанных МО.

Созданные микроохладители обладают высокой степенью унификации узлов.

Технические характеристики МО позволили разработать на их базе

- универсальный НВК Ду 900мм с быстротой действия по воздуху 30 м³/с, (откачивающий все компоненты воздуха) и по основным техническим характеристикам не уступающий современным зарубежным аналогам;

- конденсационный НВК Ду 630мм для откачки больших потоков газов, конденсирующихся при температуре выше 40К (НВК используется в комплексных вакуумных установках, предназначенных для создания безмасляного вакуума необходимого давления ~

$1 \cdot 10^{-2}$ Па при исследованиях и испытаниях различных приборов и систем в частности ионных двигателей и для обеспечения вакуума при проведении проверок герметичности агрегатов и систем космических аппаратов).

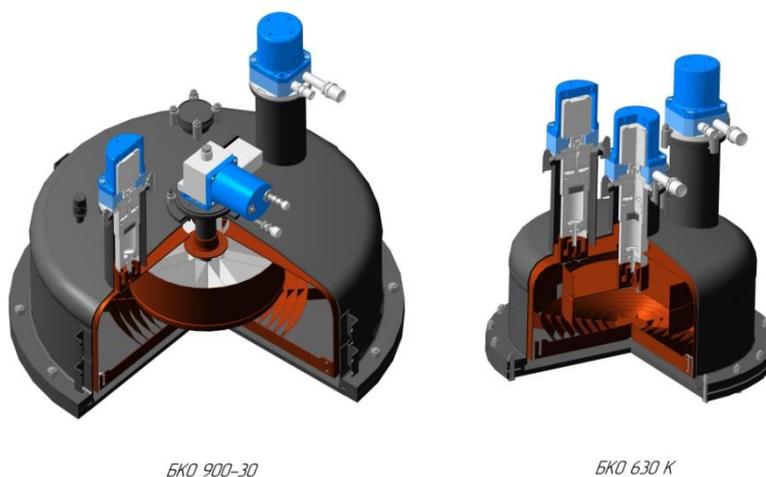


Рис. 2. Блоки криооткачки НВК 900-30 и НВК 630К.

Созданные микроохладители в дальнейшем планируется использовать для модернизации существующих НВК с Ду 630 и 400мм, что также существенно улучшит их технические характеристики.

Кроме этого на базе МО 7/100 проектируется установка криогенной очистки газифицированного гелия от примесей высококипящих газов (N_2 , O_2 , CO_2) для его повторного ожижения производительностью $1,2 \text{ м}^3/\text{ч}$. Она может быть использована в качестве технологического оборудования при эксплуатации крионасосов заливного типа с применением гелия в качестве криоагента. В настоящее время ведется разработка макетного образца.



Рис. 3. Блок криогенной очистки гелия.

Следующее направление это разработка двухступенчатого криорефрижератора МО 2/10 с полезной холодопроизводительностью 1-3Вт на уровне 10К, достижение которой планируется обеспечить применением в качестве насадки регенератора 2ст. сплавов редкоземельных металлов на основе эрбия и гольмия.



Рис.4. Внешний вид и разрез вытеснителя второй ступени МО 2/10.

Такие микроохладители позволяют создать НВК для откачки гелия адсорбционной ступенью с температурой криостатирования $\sim 10\text{K}$. Температурный уровень выбран, исходя из данных [1] о влиянии температуры на процесс откачки гелия, приведённых на рисунке 5. Из рисунка видно, что при температуре выше 12 К отсутствует стабильность быстроты действия (что подтверждается и нашими измерениями), в то же время при температурах ниже 10 К не наблюдается значительного роста быстроты действия. В качестве адсорбента предполагается использовать «высокоэнергетичные, узкопористые» активированный угли.

Подобные крионасосы могут найти применение как дополнительное средство откачки Не термоядерного реактора токамак, основная откачка в которых производится адсорбционно конденсационными криопанелями охлаждаемыми сверхкритическим гелием при $T \sim 5\text{K}$.

МО с температурным уровнем 10 К могут также найти применение для охлаждения кристаллов в оптических криостатах и калибровка датчиков, магнитооптические эксперименты, охлаждение инфракрасных и гамма детекторов, сверхпроводящих магнитов, высокотемпературных сверхпроводников и во многих других областях.

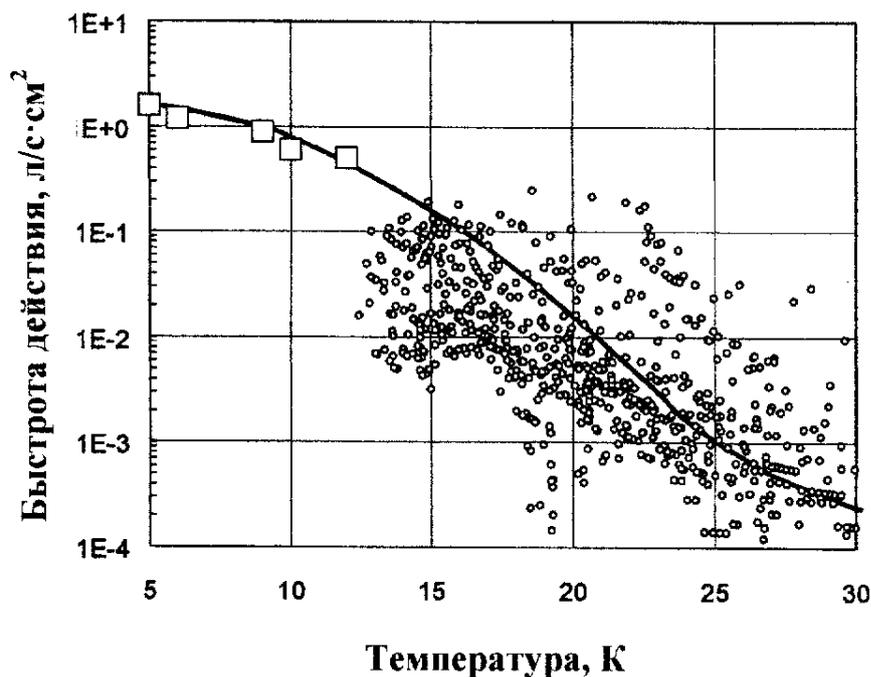


Рис. 5. Зависимость быстро́ты действия по гелию от температуры [1].

Таким образом, в результате проведённых (в отчётный период) работ

- линейка выпускаемых предприятием крионасосов, пополнилась двумя образцами;
- разработаны три микроохладителя, что создало базу для модернизации имеющейся номенклатуры НВК и создания системы криогенной очистки гелия;
- создан научно-технический задел для разработки НВК для откачки гелия.

Литература

1. C. Day / Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 187–188 (2001) 187–206. The use of active carbons as cryosorbent.

СЕКЦИЯ 6. БИМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Применение низкотемпературной плазмы пониженного давления в клинической медицине и фармацевтике

Т.М. Васильева, Е.О. Кудасова,* Е.В. Кочурова, **Р.А. Акасов, М.Н. Васильев, Хтет Ко КоЗау, Хтет Вэй Ян Чжо**

Долгопрудный, Московская обл., Московский физико-технический институт, Институтский пер., д. 9. E-mail: tmvasilieva@gmail.com

** Москва, ФГБОУ ВО Первый МГМУ им. И.М. Сеченова Минздрава России, ул. Трубецкая, д. 8, стр. 2. E-mail: kudasovakat@yahoo.com*

***Москва, Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова, ул. Миклухо-Маклая, д. 16/10. E-mail: roman.akasov@gmail.com*

Описаны генераторы электронно-пучковой плазмы и гибридной плазмы, предназначенные для применения в клинической медицине и фармацевтике. В реакторах осуществлена управляемая деструкция хитозана и модификация поверхности стоматологической пластмассы на основе полиметилметакрилата в среде кислорода при давлениях 0,5-5,0 Торр. Низкомолекулярные продукты деструкции хитозана обладали антибактериальной и фунгицидной активностью. Модификация ортопедических конструкций повышала их гидрофильность и улучшала биосовместимость с клетками и тканями организма человека.

Applications of low-pressure plasmas in practical medicine and pharmaceuticals. T.M.Vasilieva, E.O.Kudasova, E.V.Kochurova, R.A.Akasov, M.N.Vasiliev, Htet Ko KoZaw, Htet Vey Yan Chzo. Electron-beam plasma and hybrid plasma generators for use in clinical medicine and pharmaceuticals are described. In the reactors, controlled destruction of chitosan and modification of the surface of dental plastic based on poly(methylmethacrylate) in an oxygen media at pressures of 0.5–5.0 Torr was carried out. Low molecular weight products of chitosan had antibacterial and fungicidal activity. Modification of orthopedic structures increased their hydrophilicity and improved biocompatibility with cells and tissues of the human body.

К концу 20-го века различные типы низкотемпературной плазмы (НТП) стали находить свое практическое применение не только для многочисленных производственных технологий [1], но и в совершенно новых инновационных областях, таких как плазменная медицина. По прогнозам, VDI Technologiezentrum GmbH, Evaluierung Plasmatechnik (г. Дюссельдорф, Германия) именно эта сфера будет наиболее перспективными для разработки и внедрения плазменно-стимулированных процессов. Медицинские приложения НТП среди прочего включают стерилизацию оборудования, ран и тканей организма, лечение инфекционных заболеваний кожи, слизистых оболочек и глаз, дезинфекцию корневых каналов и отбеливание зубов, стимулирование регенерации клеток, плазменную уничтожение раковых клеток, а также модификацию поверхностей полимерных материалов с целью повышения их биосовместимости с тканями организма человека [2].

Разработаны разнообразные плазменные установки, в которых реализуются процессы плазмохимического воздействия на полимерные материалы и биологические системы. В последнее время большую популярность приобрели газоразрядные реакторы, генерирующие НТП атмосферного давлений. Так, установки kINPen® MED и kINPen® DENT (Neoplastools GmbH, Германия) и MicroPlaSter (Adtecplasma, Великобритания), которые проходят испытания в медицинских клиниках и исследовательских центрах Европы и США [3]. Наряду с достоинствами таких генераторов НТП, главными из которых является удобство использования, у них имеются и существенные недостатки, ограничивающие возможности применения на практике. В первую очередь это контракция газового разряда при атмосферном

давлении, что сильно затрудняет формирование больших реакционных объемов и обработку больших поверхностей. Реакционные объемы, как правило, неоднородны: в них могут возникать зоны с высоким энерговыделением, в которых происходит значительный разогрев плазмообразующей среды и помещенных в нее объектов.

Понижение давления в реакционном объеме открывающаяся при этом возможность использования гибридной плазмы позволяет преодолеть перечисленные недостатки, что делает актуальной разработку новых плазмохимических реакторов, реализующих способы комбинированного пучково-плазменного воздействия на вещество. В настоящей работе рассматриваются некоторые биомедицинские приложения электронно-пучковой гибридной плазмы.

Генерация электронно-пучковой и гибридной плазмы

Электронно-пучковая плазма (ЭПП) генерируется при инжекции электронного пучка (ЭП) в плотную газообразную среду. Геометрия, состав, температуры частиц и др. характеристики ЭПП определяются энергией электронов E_b , мощностью пучка N_b ($N_b < 1$ кВт), а также давлением P_m ($0,1 < P_m < 10$ кПа), температурой T_m плазмообразующей среды, а также ее химическим и фазовым составом. Изменяя мощность ЭП при постоянном давлении P_m (или, наоборот, изменяя давление газа при постоянной N_b), возможно управлять режимами работы генератора ЭПП и за счет этого контролируемым образом осуществлять различные неравновесные плазмохимические реакции. При этом температуру образца во время обработки удастся поддерживать на заданном уровне, а снижение температуры процесса вплоть до комнатной практически не сказывается на высокой химической активности плазмы.

Гибридная плазма (ГП) генерируется, когда на плазмообразующую среду совместно или попеременно воздействуют два (или более) ионизатора. В настоящем исследовании для формирования достаточно больших плазменных объемов в качестве основного ионизатора был использован электронный пучок, а дополнительным источником ионизации служил ВЧ-разряд с частотой 13,56 МГц. ГП обладает чрезвычайно важными дополнительными преимуществами – возможностью практически безинерционного управления свойствами и геометрией реакционного объема с помощью ЭП и более высокой устойчивостью реакционного объема к контракции при повышении давления. К преобладающим в газоразрядной плазме химически активным возбужденным частицам добавляются не менее активные ионы, в значительных концентрациях нарабатываемые в газе электронным пучком. В ГП возможно также образование новых частиц, которые возникают только при комбинированном воздействии ВЧ-разряда и ЭП.

Экспериментальная установка

Рис. 1 иллюстрирует общую схему плазмохимического реактора, предназначенного для генерации ЭПП и ГП. Облако плазмы 12 образуется в реакционной камере 11, размещенной внутри рабочей камеры 10. Рабочая камера имеет разъем 3 для вакуумирования и разъем 4 для подачи основного плазмообразующего газа с расходом G_{g2} . ВЧ-мощность от генератора GenesisGHW-12 (MKS Instruments, Великобритания, частота 13,6 МГц) подается на активный электрод 5 через герметичный ввод 8. Электрод 5 изготовлен из пористой металлической трубки, через которую может подаваться дополнительный газ с расходом G_{g1} , если это необходимо. Один конец реакционной камеры открыт, и через него вводится ЭП 2. Для генерации ЭПП ВЧ-генератор, не используется.

Электронный пучок генерируется электронной пушкой 1 внутри высоковакуумной камеры 14 ($\sim 10^{-5}$ Торр), а затем транспортируется в рабочую камеру через специальное выводное устройство 13. Выводное устройство объединяется с электромагнитной системой отклонения, которая может отклонять ось ЭП в двух перпендикулярных направлениях и формировать растр.

В разработанном реакторе могут быть сформированы как неподвижные облака ЭПП и ГП, так и плазменные потоки, для создания которых применяются сопловые устройства различных типов. С помощью разнообразных форсунок в облаке или потоке плазмы можно

диспергировать жидкости или порошки, создавая таким способом реакционный объем в виде аэрозоля. Различные конструкции пучково-плазменных реакторов подробно описаны в [4].

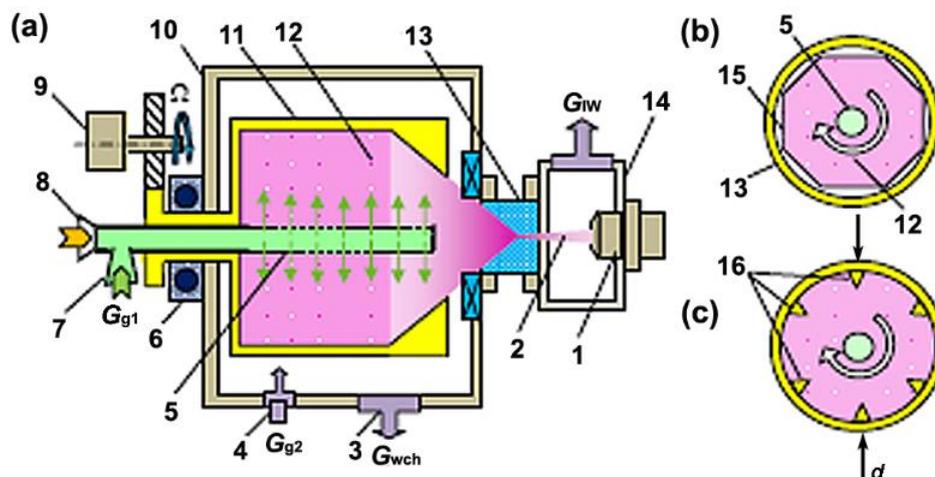


Рис. 1. Схема гибридного плазмохимического реактора (коаксиальная конфигурация)
 1 – электронная пушка, 2 – электронный пучок, 3 – подключение к вакуумному насосу, 4 – питатель основного газа (расход G_{g2}), 5 – активный ВЧ-электрод, 6 – ввод электропривод для вращающегося держателя образцов, 7 – питатель дополнительного газа (расход G_{g1}), 8 – ввод ВЧ-мощности, 9 – электропривод для вращающегося держателя образцов, 10 – рабочая камера, 11 – реакционный контейнер, 12 – облако плазмы, 13 – выводное окно с системой сканирования ЭП, 14 – высоковакуумная камера, 15 – держатель образцов, 16 – диэлектрические стержни; $d = 50-150$ мм

Для обработки компактных образцов реакционная камера снабжена специальными держателями 12. В рассматриваемых в настоящей работе экспериментах использовались синтетические органические (полиметилметакрилат (ПММА), полиэтилентерефталат, силиконовые резины) и природные (хитин, хитозан, целлюлоза, альгинаты) полимеры. Перечисленные материалы достаточно широко применяются в медицинской практике, и улучшение их медико-биологических характеристик является актуальной задачей.

Для обработки порошковых материалов реакционная камера приводится во вращение с помощью 9. При этом внутренняя оснастка реакционной камеры заменяется на специальные ребра для перемешивания порошка в процессе обработки, что обеспечивает равномерность обработки материала по всему объему камеры. Как будет показано ниже, таким способом удастся получать биоактивные соединения с ценными с точки зрения их применения в фармацевтике свойствами.

Реактор тестировали на тонких пленках (толщина $8 \pm 0,5$ мкм) и порошках (диаметр 50 мкм) хитозана, а также пластинках, изготовленных из стоматологической пластмассы на основе ПММА («Villacryl H Plus», «Жермак», Италия). В таблице 1 приведены типичные условия проводившихся экспериментов.

Таблица 1. Параметры генерации ЭПП и ГП в экспериментах по модификации полимеров.

Параметр	Величина
U , кВ	20-30
I_b , мА	1-10
Состав плазмообразующей среды	O_2
Статическое давление в газодинамическом канале P_m , Торр	0,5-5,0
Мощность ВЧ-разряда N_{RF} , Вт	15

Примеры использования ЭПП и ГП для модификации полимеров и получения биоактивных соединений и поверхностей

1) ЭПП-стимулированная деструкция порошков хитозана

Порошки хитозана подвергали обработке в ЭПП в течение 5 мин. Плазменно-стимулированный гидролиз полисахаридов приводил к их быстрой деполимеризации с образованием смеси водорастворимых олигохитозанов с выходом 85%. Средневесовые молекулярные массы продуктов плазмохимической модификации хитозанов, полученные в оптимальных условиях, варьировались в пределах 570-2000 кДа, что соответствует набору олигомеров от димеров до гептамеров, с преобладанием тримеров.

При этом следует особо отметить два фундаментальных результата, имеющих чрезвычайно важное практическое значение:

- пороговый характер зависимости, связывающей степень деструкции полимера с длительностью пучково-плазменного воздействия, что позволяет оптимизировать процесс обработки и исключить непроизводительные энергозатраты;
- вероятность появления побочных, не растворимых в воде соединений в составе продуктов пучково-плазменной модификации хитозанов – эффекта, обусловленного обратной полимеризацией образующихся низкомолекулярных продуктов при неоптимальном выборе условий обработки.

Исследование свойств хитоолигосахаридов, полученных путем ЭПП-стимулированного гидролиза хитозанов, показали, что эти продукты обладают антибактериальным (как в случае покоящихся, так и в случае размножающихся грамположительных и грамотрицательных микроорганизмов) и фунгицидным (что было показано на ряде дрожжеподобных и мицелиальных грибов) эффектом.

2) Модификация (био)полимеров в ГП

Возможности использования ГП и гибридных плазмохимических реакторов в области биологии и медицины были продемонстрированы в экспериментах с тонкими плёнками, полученными из природного полимера хитозана, и пластинках, изготовленных из ПММА.

Краевой угол смачивания по воде модифицированных хитозановых пленок, существенно понижался по сравнению с исходными образцами (с $96,95 \pm 1,89^\circ$ у исходных пленок до практически нулевого значения при обработке в кислородсодержащих плазмообразующих средах), что свидетельствует о радикальном улучшении гидрофильных свойств. Данный эффект был стабилен в течение 2 месяцев после обработки. С использованием ИК-спектроскопии было показано формирование на поверхности полисахаридных пленок полярных химически активных кислородсодержащих групп ($-\text{OH}$, $-\text{COH}$ и $-\text{C=O}$, $-\text{COOH}$).

Значения контактного угла смачивания по воде (θ_w) и диодометану (θ_{DM}), а также значения полной поверхностной энергии γ_{tot} и ее полярной γ_{pol} (вода) и дисперсионной γ_{disp} (диодметан) компонент для ПММА, обработанного в ГП различных газов плазме приведены в таблице 2. Значительное уменьшение θ_w отмечалось уже после 2 мин обработки. Свободная поверхностная энергия γ_{tot} увеличивалась с длительностью плазмохимического воздействия.

Биосовместимость модифицированного в кислородной ГП ПММА оценивали в экспериментах на культурах фибробластов в МТТ-тесте, который отражает способность клеток к росту и размножению. Результаты сравнивали с биоактивностью образцов ПММА, обработанного в ЭПП и ВЧ-разряде. Было установлено, что наиболее интенсивный рост фибробластов происходит на поверхности ПММА, модифицированного в ГП кислорода. Таким образом, модификация полимера в ГП придает полимерной поверхности наибольшую биосовместимость, что вероятно связано, с большим количеством на ее поверхности полярных группировок и как следствие большей гидрофильностью.

Таблица 2. Изменения гидрофильно-гидрофобных свойств поверхности образцов ПММА до и после плазменной модификации в ГП кислорода и гексафторида серы в зависимости от времени обработки (τ). Условия модификации: $N_{RF} = 10$ Вт, $I_b = 2$ мА, $P_m = 0,5$ Торр.

Время обработки	θ_w (градус)	θ_{DM} (градус)	γ_{pol} (мДж/м ²)	γ_{disp} (мДж/м ²)	γ_{tot} (мДж/м ²)
Контроль ПММА необработанный	74,7 ± 0,1	34,7 ± 0,2	3,05	41,36	44,41
ПММА ГП-O ₂ $\tau = 2$ мин	45,6 ± 0,6	39,6 ± 0,2	17,4	41,88	59,28
ПММА ГП-O ₂ $\tau = 5$ мин	38,6 ± 0,1	39 ± 0,8	21,53	42,61	64,14
ПММА ГП-O ₂ $\tau = 10$ мин	30,7 ± 0,5	36,8 ± 0,1	27,14	41,52	68,66

Данные представлены в виде среднее значение ± стандартное отклонение
Все результаты достоверные по сравнению с контролем ПММА ($p < 0,05$)

Перспективность разработанного способа модификации полимерных материалов для практической клинической стоматологии была продемонстрирована при курировании пациентки, прошедшей хирургическое лечение и гамма-терапию рака слизистой оболочки щеки. В течение года наблюдения за пациенткой, имеющей склонность к образованию красного плоского лишая на фоне сниженного местного и общего иммунитета, была достигнута устойчивая ремиссия, а слизистой ротовой полости не возникало никаких патологических элементов и новых образований. Сама пациентка не предъявляла жалоб на дискомфорт при ношении протеза и отмечала повышение качества жизни.

Таким образом, ЭПП и ГП являются эффективным и перспективным инструментом модификации природных и синтетических полимеров с целью получения биоактивных низкомолекулярных соединений и материалов, обладающих улучшенной биосовместимостью с тканями организма. Полученные в результате обработки в ЭПП и ГП продукты модификации являются потенциально интересными для использования в практической стоматологии, челюстно-лицевой хирургии, а также фармацевтике и косметической промышленности.

Литература

1. K-D. Weltmann, J.F. Kolb, M. Holub, et al. The future for plasma science and technology // Plasma Process. Polym., 2018, 16, 1800118.
2. Th. von Woedtke, S. Reuter, K. Masura, et al. // Plasmas for medicine, Phys. Rep., 2013, 530, 291-320.
3. K-D. Weltmann, Th. von Woedtke, Plasma medicine - current state of research and medical application // Plasma Phys. Controlled Fus., 2016, 59, 0140331.
4. M. Vasiliev, T. Vasilieva, Aung Myat Hein. Hybrid plasma-chemical reactors for bio-polymers processing // J. Phys. D: Appl. Phys., 2019, 52, 335202.

Параметры рельефа антиадгезионных антимикробных покрытий, сформированных методами ионно-плазменной технологии на поверхности ПЭТФ

В.М. Елинсон, П.А. Щур, Е.Д. Кравчук
Москва, МАИ (НИУ), Волоколамское шоссе, 4
E-mail:krav4uk.99@yandex.ru

В работе проводится анализ параметров рельефа антиадгезионных фторуглеродных покрытий, сформированных ионно-плазменными методами. Измерение параметров рельефа проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NT MDT SolverNext с АСМ головкой. Обработка ионами CF_4 исходной поверхности полимера значительно изменяет рельеф этой поверхности, что приводит к улучшению антиадгезионных свойств. В области переходных процессов зависимости параметров рельефа от содержания CF_4 меняют характер на противоположный.

Relief parameters of anti-adhesive antimicrobial coatings formed by ion-plasma technology on the surface of PET. V.M. Elinson, P.A. Shchur, E.D. Kravchuk. The paper presents an analysis of the relief parameters of anti-adhesive antimicrobial fluorocarbon coatings formed by ion-plasma methods. The relief parameters were measured using a NT MDT Solver Next scanning probe microscope with an AFM head. The treatment with CF_4 ions of the initial surface of the polymer significantly changes the relief of this surface, which leads to the improvement in the anti-adhesive properties. In the field of transient processes, the dependence of the relief parameters on the CF_4 content changes the character to the opposite.

Проблема повреждения материалов под влиянием микроорганизмов становится все более актуальной с ростом объемов производства и разнообразием материалов. Преждевременный выход оборудования из строя, отказ различных систем, повреждение и разрушение элементов конструкций и сооружений, и это только малая часть того, к чему может привести нежелательная деятельность микроорганизмов. Данная проблема также несет в себе серьезные экономические убытки, которые оцениваются в пределах 2-5% от внутреннего валового продукта стран развитой промышленностью [1].

Биоповреждению подвержены и натуральные, и синтетические материалы, включая металлы, неорганические минералы, и полимерные материалы. Несмотря на то, что синтетические полимеры превосходят природные полимеры по биостойкости, они также в процессе эксплуатации и хранения подвергаются отрицательному воздействию со стороны различных микроорганизмов, среди которых наиболее агрессивными являются мицелиальные грибы. Повреждение полимеров плесневыми грибами происходит не только в результате механического разрушения разрастающимся мицелием, но также и от воздействия на полимеры продуктов метаболизма грибов [2]. Такая значительная повреждающая активность плесневых грибов обусловлена их способностью адаптироваться к материалам различной химической природы.

Двухстадийное наноструктурирование поверхности методами ионно-плазменной технологии с использованием двухкомпонентной газовой смеси, содержащей компонент для травления (CF_4) и компонент для нанесения пленки (C_6H_{12}), позволяет создавать на поверхности полимеров наноструктурированные барьерные слои на основе фторуглеродных пленок, обладающие специфическим рельефом, препятствующим совместно с химическим воздействием фтора образованию биопленок и последующей биодеструкции.

В результате исследований было установлено, что при определенном содержании CF_4 и C_6H_{12} в плазмообразующей смеси (30-60% CF_4) наблюдается область переходных процессов, в рамках которой происходят конкурирующие процессы нанесения фторуглеродной пленки и процессы травления с формированием специфического рельефа поверхности, представляющего собой чередующиеся наноразмерные выступы с расстоянием между ними не более 1 мкм.

Подобный рельеф обеспечивает устойчивость поверхности материала к адгезии со стороны микроорганизмов и, как следствие, стойкость материала к биодеструкции [3,4].

Для точной оценки рельефа поверхности необходимо использовать атомно-силовую микроскопию. Для оценки произошедшей модификации поверхности целесообразно применять не только среднеквадратичное отклонение шероховатости R_q , но также среднее расстояние между пиками неоднородности и их среднюю высоту [4].

Для изучения параметров получаемого рельефа в качестве модельного полимера был выбран полиэтилентерефталат (ПЭТФ). ПЭТФ представляет большой интерес в производстве гибких печатных плат, также он нашел широкое применение в качестве химически стойкого изолирующего материала, материала для изготовления корпусов и деталей изделий, пленки ПЭТФ используют в качестве подложки для фоточувствительных материалов и в производстве конденсаторов [6, 7].

Формирование наноструктурированных барьерных слоев проводилось на вакуумной установке УВН71-ПЗ, оснащенной двумя источниками ионов ИИ-4-0,15. На первом этапе с помощью одного источника ионов проводилась обработка поверхности ПЭТФ ионами тетрафторметана (CF_4) в течение 30 минут с целью улучшения адгезии фторуглеродного слоя и очистки поверхности полимера. На втором этапе, используя второй источник ионов, проводилось нанесение фторуглеродного слоя на поверхность полимера с различным соотношением тетрафторметана (CF_4) и циклогексана (C_6H_{12}) в плазмообразующей смеси [4].

Измерение параметров рельефа поверхности проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NTMDT Solver Nextc ACM головкой (г. Зеленоград) в полуконтактном режиме для получения наиболее четкой картины поверхности. Для каждого образца было проведено не менее 5 измерений в различных областях поверхности.

Микробиологическое испытание на стойкость полимерного материала к воздействию плесневых грибов проводилось согласно ГОСТ 9.049-91 на базе ГНЦ РФ-ИМБП РАН. В качестве микроорганизмов - биодеструкторов были использованы *Aspergillusnigervan Tieghem* ВКМ F- 1119, *Penicilliumfuniculosum Thom* ВКМ F- 1115 и др. По окончании испытаний образцы материала извлекали из эксикатора и осматривали невооруженным глазом в рассеянном свете при увеличении с помощью стереомикроскопа Stemi 2000.

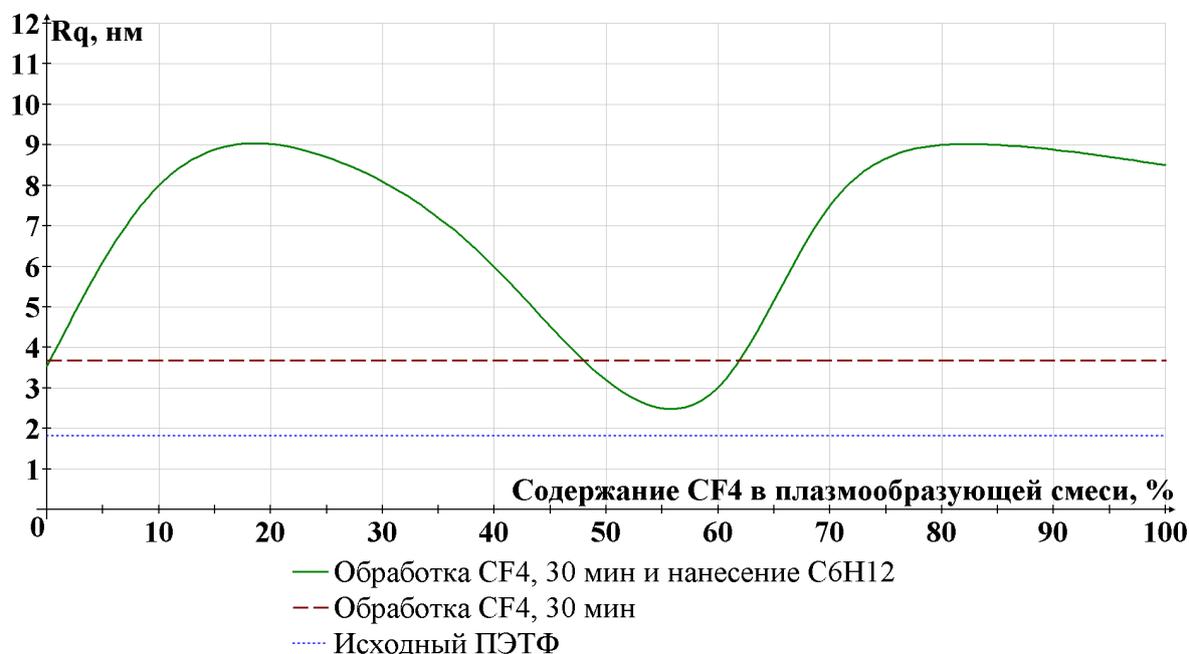


Рис. 1. Зависимость среднеквадратичного отклонения шероховатости (R_q) от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного слоя после обработки поверхности ПЭТФ ионами CF_4 .

Из рис. 1 видно, что обработка поверхности ионами CF_4 увеличивает показатель Rq почти в 2 раза, по сравнению с исходным материалом. При последующем нанесении фторуглеродной пленки происходит увеличение среднеквадратичного отклонения шероховатости Rq вплоть до границы области переходных процессов, в этой области наблюдается монотонное снижение среднеквадратичного отклонения профиля Rq . Дальнейшее увеличение содержания CF_4 в плазмообразующей смеси и выход за границу области переходных процессов приводит к тому, что среднеквадратичное отклонение шероховатости Rq возвращается к значениям при содержании CF_4 от 10 до 30%.

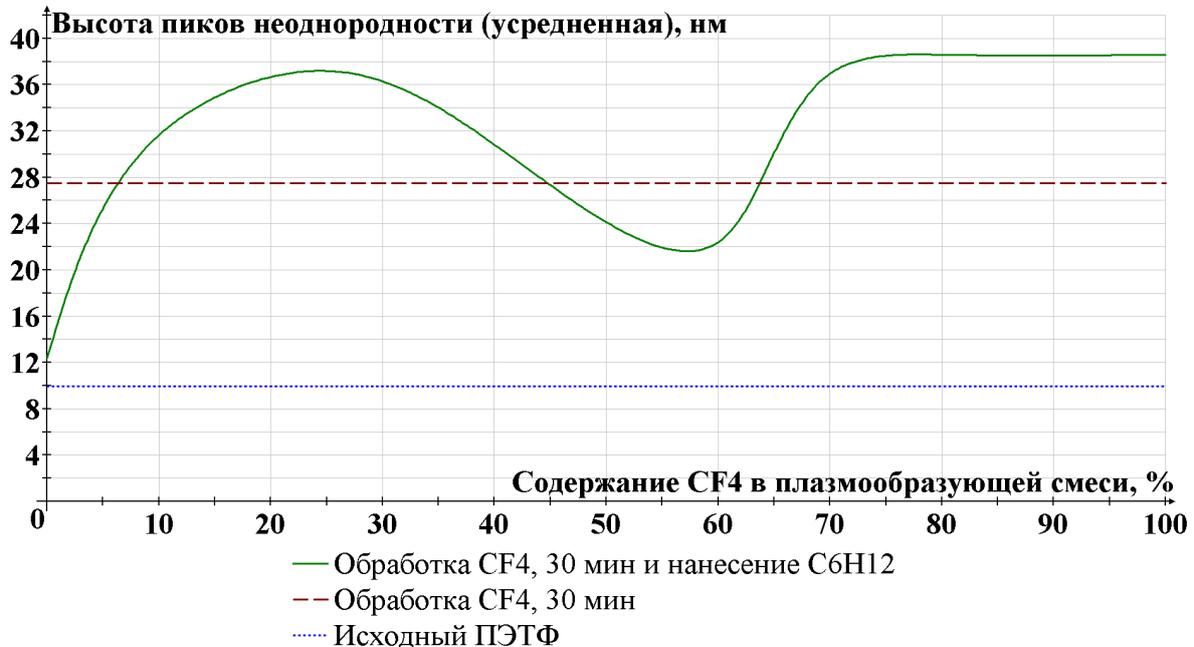


Рис. 2. Зависимость средней высоты пиков неоднородности от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного слоя после обработки поверхности ПЭТФ ионами CF_4 .

Похожая ситуация наблюдается и для средней высоты пиков (рис. 2). Обработка поверхности ионами CF_4 приводит к существенному увеличению этого показателя (с 9,9 нм до 27,5 нм). При нанесении фторуглеродной пленки с содержанием CF_4 20-30% высота пиков неоднородности еще несколько увеличивается, на величину около 10 нм. Однако в области переходных процессов, по аналогии со среднеквадратичным отклонением шероховатости Rq , идет монотонное снижение средней высоты пиков неоднородности с приближением содержания CF_4 в газовой смеси к 60%, т.е. к «верхней» границе области переходных процессов. За пределами «верхней» границы области высота пиков возвращается к значениям при содержании CF_4 от 20 до 30%.

Для среднего расстояния между пиками неоднородности (рис. 3) зависимость обратная, нежели для среднеквадратичного отклонения профиля Rq или средней высоты пиков неоднородности. При обработке поверхности ионами CF_4 расстояние между пиками снижается со 150 нм до 67,5 нм. Нанесение фторуглеродного слоя сначала приводит к увеличению расстояния (до 350 нм), а с ростом содержания CF_4 к резкому снижению. В области переходных процессов (30-60% CF_4) происходит увеличение среднего расстояния между пиками неоднородности с одновременным уменьшением высоты пиков, что свидетельствует о сглаживании рельефа поверхности. При последующем увеличении содержания CF_4 выше 60% расстояние между пиками неоднородности убывает и стремится к значению при обработке поверхности ионами CF_4 , что говорит о преобладающих процессах травления.

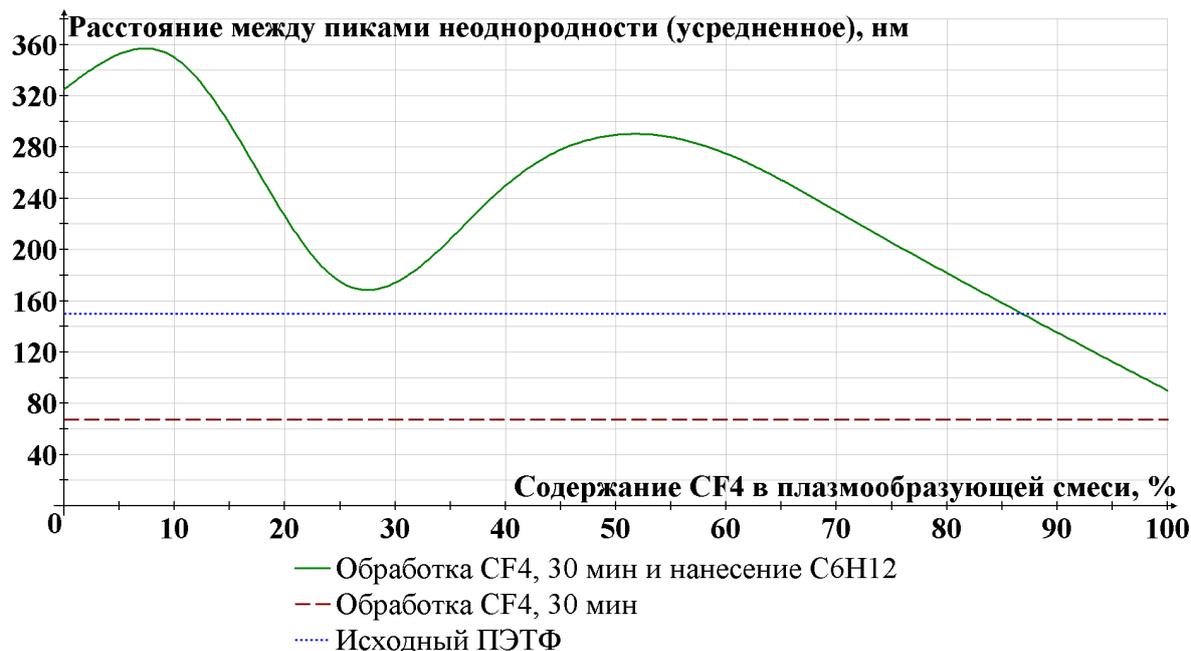


Рис. 3. Зависимость среднего расстояния между пиками неоднородности от содержания CF₄ в плазмообразующей смеси при формировании фторуглеродного слоя после обработки поверхности ПЭТФ ионами CF₄.

Таблица 1. Параметры рельефа поверхности ПЭТФ

Образец	Среднеквадратичное отклонение шероховатости R _q , нм	Средняя высота пиков неоднородности, нм	Среднее расстояние между пиками неоднородности, нм	Степень развития плесневых грибов, балл
Исходный ПЭТФ	1.812	9.9	150	2-3
Обработка CF ₄ , 30 мин	3.685	27.5	67.5	0-1
0% CF ₄ + 100% C ₆ H ₁₂	3.54	12.3	325	1
10% CF ₄ + 90% C ₆ H ₁₂	7.988	31.6	350	1
25% CF ₄ + 75% C ₆ H ₁₂	8.819	37.2	175	0-1
40% CF ₄ + 60% C ₆ H ₁₂	5.99	30.8	250	0
60% CF ₄ + 40% C ₆ H ₁₂	3.015	22.4	275	0
70% CF ₄ + 30% C ₆ H ₁₂	7.483	36.9	230	1
100% CF ₄ + 0% C ₆ H ₁₂	8.612	38.6	90	1

Из таблицы 1 видно, что обработка поверхности ионами CF₄ приводит к существенным изменениям параметров рельефа, которые выражаются в увеличении среднеквадратического отклонения шероховатости (почти в 2 раза), возрастании высоты пиков неоднородности (почти в 3 раза), уменьшении расстояния между пиками неоднородности (почти в 3 раза), что

положительно сказывается на антифунгальных свойствах поверхности, снижая степень развития плесневых грибов с 2-3 баллов до 0-1 балла. По-видимому, это связано с развитием рельефа, а также с фторированием поверхностного слоя. Эти факторы в значительной мере снижают адгезию микроорганизмов к поверхности, которая является начальным этапом для формирования и развития биопленки на поверхности [8, 9]. На образцах ПЭТФ с 30-минутной обработкой ионами CF_4 и нанесении фторуглеродного покрытия с 40% и 60% содержания CF_4 в плазмообразующей смеси рост плесневых грибов не выявлен, следовательно, их поверхность не является питательной средой для развития мицелия.

В результате работы было выявлено:

1) Обработка ионами CF_4 исходной поверхности полимера значительно изменяет рельеф этой поверхности. Значения R_q и средней высоты пиков неоднородности увеличиваются почти в 2 и 3 раза соответственно. Среднее расстояние между пиками неоднородности уменьшается почти в 3 раза.

2) В области переходных процессов зависимости параметров от содержания CF_4 в плазмообразующей смеси изменяют свой характер на противоположный. Так среднеквадратичное отклонение шероховатости R_q и средняя высота пиков неоднородности монотонно уменьшаются, а среднее расстояние между пиками неоднородности увеличивается.

3) На образцах ПЭТФ с 30-минутной обработкой ионами CF_4 и нанесении фторуглеродного покрытия с 40% и 60% содержания CF_4 в плазмообразующей смеси рост плесневых грибов не выявлен, следовательно, их поверхность не является питательной средой для развития мицелия.

Литература

1. Вдовин С.М., Каблов Е.Н., Ерофеев В.Т., Старцев О.В., Светлов Д.А., Богатов А.Д., Дергунова А.В. Экономические потери от биодеструкции // Композиционные строительные материалы. Теория и практика : сб. ст. Междунар. науч.-техн. конф. / под ред. В. И. Калашникова. – Пенза, 2015. – С. 21–29
2. Ерофеев В.Т., Богатов А.Д., Смирнов В.Ф., Богатова С.Н., Казначеев С.В., Родин А.И. Биостойкие строительные композиты на основе отходов стекла // Сборник трудов Международной научно-технической конференции им. Леонардо-да-Винчи. – 2013. – Т1. – С. 83–97
3. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Ghaidarova A.K. 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, 2016, vol. 162, #1, November, Microbiology and Immunology, pp 71-74.
4. Elinson V.M., Shchur P.A. and Silnitskaya O.A. «Multifunctional polymer materials with antifungal activity, modified by fluorocarbon films by methods of ion-plasma technology», Published under license by IOP Publishing Ltd, Journal of Physics: Conference Series, Volume 1121, conference 1, pp. 1-3. doi :10.1088/1742-6596/1121/1/012012
5. Милицкова Е.А., Андреева Т.И. Конструкционные материалы на основе полиэтилентерефталата. М.: НИИТЭХИМ, 1991. С. 50.
6. Wyruch G. Handbook of Polymers. ChemTecPublishing, 2016, pp. 398-403. ISBN 978-1-895198-92-8
7. Елинсон В.М., Щур П.А., Лямин А.Н. // «Параметры рельефа наноструктурированных поверхностей на основе полиэтилентерефталата», Сборник научных трудов «XXII научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», 2015, с. 187-191
8. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Lyamin A.N., Silnitskaya O.A. 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

Влияние химического состава антиадгезионных антимикробных покрытий, сформированных методами ионно- плазменной технологии, на антифунгальные свойства поверхности ПТФЭ

В.М.Елинсон, П.А.Щур
Москва, МАИ (НИУ), Волоколамское шоссе, д. 4
E-mail: shur-pavel@mail.ru

Полученные результаты показали возможность создания антиадгезионных антимикробных покрытий на поверхности политетрафторэтилена (ПТФЭ), препятствующих адгезии клеток микроорганизмов на поверхности. Обнаружена область переходных процессов, которая является результатом оптимального содержания фтора в пленке и сформированного рельефа. Указанная область переходных процессов обеспечивают отсутствие адгезии микробных клеток.

The influence of the chemical composition of antiadhesive antimicrobial coatings formed by ion-plasma technology on the antifungal properties of the surface of PTFE. V.M.Elinson, P.A.Shchur. The results showed the possibility of creating antiadhesive antimicrobial coatings on the surface of polytetrafluoroethylene (PTFE), which prevent the adhesion of microbial cells on the surface. A transient region has been discovered, which is the result of the optimum fluorine content in the film and the formed specific relief. The specified transient region ensure the absence of adhesion of microbial cells.

Скорость деструкции полимерных материалов в значительной мере определяет длительность эффективной эксплуатации полимерных материалов и изделий из них. Наиболее значимую роль в этих процессах играет деструкция под воздействием микроорганизмов (биодеструкция). Известно, что биодеструкция является результатом образования и развития биопленок [1-3]. Первой стадией образования биопленки является образование безмикробной белковой пленки, затем происходит адгезия единичных клеток (например, клетки *S.aureus*) и формирование микроколоний, которые далее формируют зрелую биопленку [4,5].

Одним из наиболее перспективных подходов к борьбе с биодеструкцией полимерных материалов является создание на поверхности полимеров барьерных слоев, препятствующих адгезии микроорганизмов, что впоследствии затрудняет образование биопленок и процессы биодеструкции. Наиболее активные в этом плане слои могут быть сформированы на основе фторуглеродных пленок [4].

Наноструктурированные барьерные слои [6], сформированные методами ионно-плазменной технологии с использованием предварительной ионной обработки, которая в значительной степени приводит к изменению рельефа, и нанесения двухкомпонентной плазмообразующей смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, содержащей компонент для нанесения пленки (C_6H_{12}) и компонент для ее травления (CF_4), позволяют не только 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 обладает рядом специфических параметров, одним из которых является рельеф. Расстояние между пиками неоднородности при таком рельефе менее 1 мкм [7].

Формирование наноструктурированных барьерных слоёв состоит из 2-х последовательных этапов. 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 при изменении содержания компонентов в газовой смеси происходит либо нанесение пленок, либо их травление и выделение продуктов ионно-химического травления. На данном этапе на поверхности полимера формируется наноструктурированные барьерные слои (НБС).

Измерение параметров поверхности проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа NT MDT SolverNext с АСМ головкой (Россия, г. Зеленоград) в полуконтактном режиме. Структура поверхностей исследована с помощью двулучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа «Quanta 200 3D» (FEI Company, USA).

В качестве модельного полимера был выбран политетрафторэтилен (ПТФЭ), как один из наиболее используемых полимеров в авиации, космонавтике и электронике [8,9].

Исследование грибоустойкости было проведено по ГОСТ 9.049-91 совместно с ГНЦ РФ ИМБП РАН. В качестве микроорганизмов - биодеструкторов были использованы плесневые грибы (*Aspergillusnigervan Tieghem* -ВКМ F – 1119, *Paecilomycesvariotii Bainier* ВКМ F-378 и др.). По окончании испытаний образцы материала извлекали из эксикатора и осматривали в рассеянном свете при увеличении с помощью стереомикроскопа Stemi 2000.

Контрольный образец ПТФЭ по результатам СЭМ имел наиболее гладкую поверхность. С помощью рентгеновского микроанализа поверхностей было показано, что среднее весовое содержание (WT%) фтора в его составе было наибольшим среди всех представленных образцов и составило 62,92%. (рис. 1 и 3)

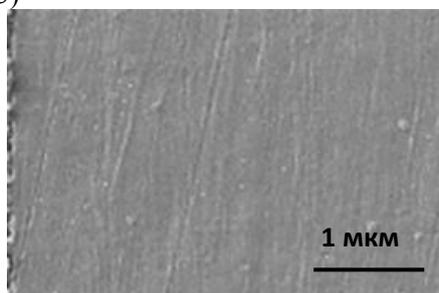


Рис.1. Поверхность контрольного образца ПТФЭ без ионной обработки.

Предварительная обработка поверхности материала ионами CF_4 в течение 30 мин приводила к образованию на поверхности специфического рельефа с гребнями извитой формы, расположенными параллельно друг другу. Последующее нанесение пленки из смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ в диапазоне содержания CF_4 от 10% до 60% проявлялось на поверхности в усилении рельефа и изменении формы гребней (рис. 2 а,б,в,г). Относительное содержание фтора изменялось в сторону уменьшения до 57% и 46% при предварительной обработке в течение 30 мин. и нанесении пленки при содержании в смеси 10% CF_4 соответственно (рис.2 и 3). В образце с нанесенной пленкой при содержании CF_4 40% соотношение фтора и углерода в образце приближалось к равному – 49,90 и 50,10 соответственно (рис. 3). Нанесение пленки при использовании плазмообразующей смеси, содержащей 60% CF_4 и 40% C_6H_{12} вновь приводило к увеличению содержания фтора в образце. (рис. 2 и 3)

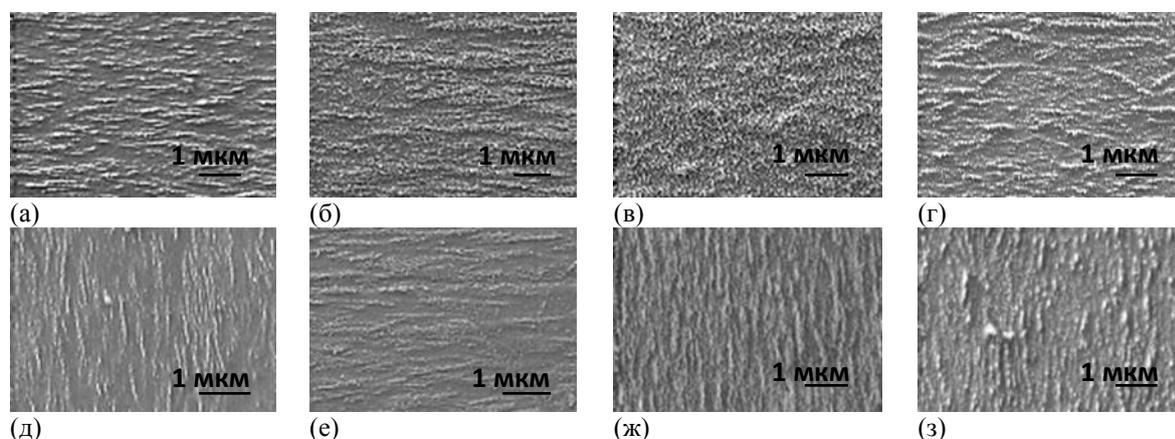


Рис.2. Изменение рельефа поверхности в условиях предварительной обработки в течение 30 мин. (а) и при нанесении пленки при содержании в плазмообразующей смеси CF_4 10% (б), 40%(в) и 60% (г).

Изменение рельефа поверхности в условиях предварительной обработки в течение 20 мин. (д) и при нанесении из плазмообразующей смеси с содержанием CF₄ 10% (е), 40%(ж) и 60% (з).

Аналогичный характер изменений рельефа поверхности был достигнут и в результате предварительной обработки ПТФЭ ионами CF₄ в течение 20 мин., хотя высота гребней, сформированных при нанесении пленки из плазмообразующей смеси представляется не столь выраженной (рис.2 д,е,ж,з). Относительное содержание фтора в составе образцов уменьшалось по сравнению с контрольным при обработке ионами CF₄ в течение 20 минут и при нанесении пленки из смеси, содержащей 10% CF₄ и 90% C₆H₁₂, приближалось к равному соотношению с углеродом в образце, полученном при нанесении из смеси, содержащей 40% CF₄ и 60% C₆H₁₂, и вновь увеличивалось в образце, полученном при нанесении из смеси, содержащей 60% CF₄ и 40% C₆H₁₂ (рис.3).

Вне зависимости от условий предварительной обработки исходного ПТФЭ – 30 или 20 минут обработки ионами CF₄, при воздействии на образец плазмообразующей смеси, содержащей 40% CF₄ и 60% C₆H₁₂ соотношение весового содержания фтора и углерода приближалось к равному. (рис.3)

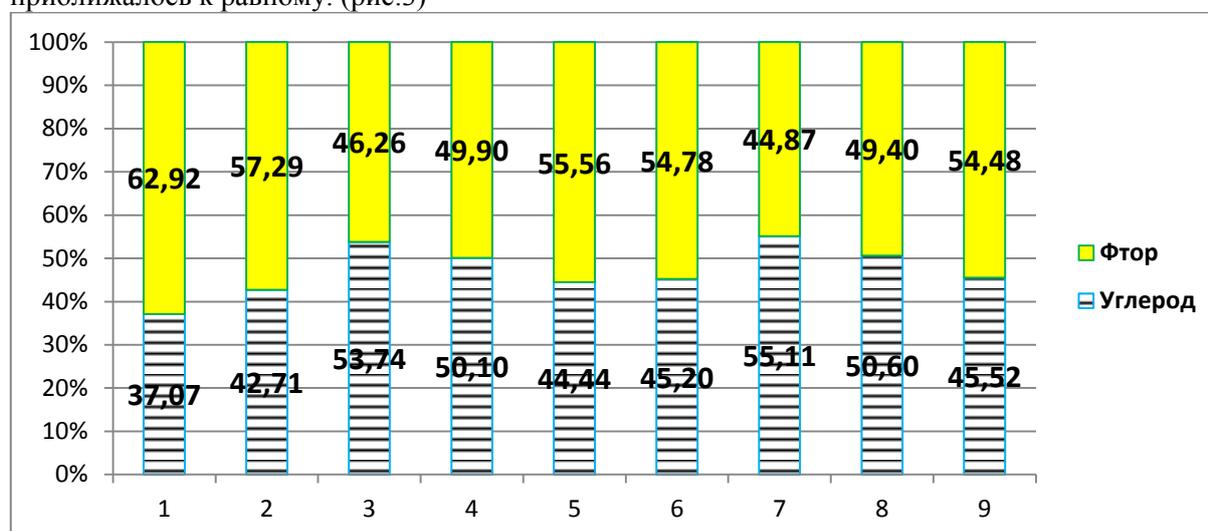


Рис. 3. Соотношение содержания фтора и углерода в составе исследуемых материалов по данным рентгеновского микроанализа.

На поверхности стекла, которое было выбрано в качестве контрольного материала, *S.aureus* образовал массивные скопления, местами многослойные, частично покрытые экзоматриком. Это свидетельствует о способности данного вида микроорганизмов к адгезии к абиотическим поверхностям, активному размножению и образованию на них биопленки. На поверхности ПТФЭ без предварительной обработки столь массивных скоплений бактериальных клеток выявлено не было, они располагались на расстоянии друг от друга. Были выявлены цепочки делящихся бактерий (рис. 4).

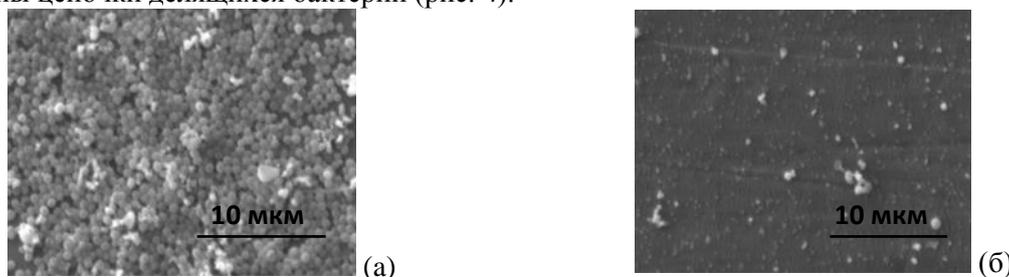


Рис.4. Адгезия микроорганизмов на контрольных поверхностях материалов: а) покровное стекло (образец №0); б) ПТФЭ (образец №1).

Картина, наблюдавшаяся при взаимодействии *S.aureus* с опытными образцами, существенно отличалась. При первоначальной обработке материалов потоком ионов CF₄ в течение 30 мин., единичные бактериальные клетки без признаков деления были выявлены на поверхностях образцов № 2 и № 3 (только предварительная обработка и нанесение пленки из смеси с содержанием 10% CF₄ соответственно). (рис. 5 а,б). Поверхности образцов № 4 и № 5 остались свободными от бактериальных клеток, что свидетельствует о наличии у модифицированных поверхностей антиадгезионных свойств по отношению к *S.aureus*. (рис. 5в,г)

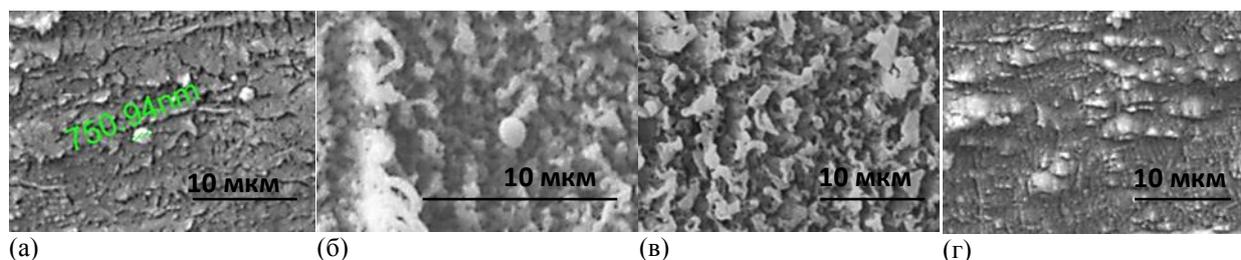


Рис.5. Адгезия микроорганизмов к поверхности образцов ПТФЭ при времени первичной обработки 30 минут: а)образец №2; б)образец №3; в)образец №4; г)образец №5.

При времени первичной обработки поверхности ПТФЭ в течение 20 минут на поверхности всех фторуглеродных пленок, сформированных на основе данной обработки, была обнаружена адгезия бактерий в разной степени выраженности. Так при использовании только обработки поверхности (образец № 6) (рис.6 а) в каждом поле зрения фиксировались от 8 до 15 бактериальных клеток, делящиеся клетки и небольшие их скопления. На поверхности образца № 7 в каждом поле зрения определялись единичные клетки микроорганизмов без признаков деления. (рис.6 б). В образцах № 8 и № 9 единичные бактерии обнаруживались в редких полях зрения. (рис.6 в и г).

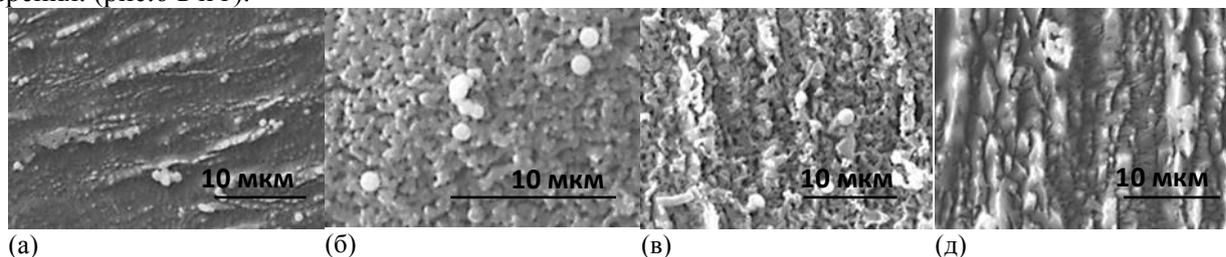


Рис.6. Адгезия микроорганизмов поверхности образцов ПТФЭ при времени первичной обработки 20 минут: а) образец №6; б) образец №7; в) образец №8; г) образец №9.

Величина содержания фтора, углерода и кислорода, а также рельеф поверхности резко изменяются при варьировании соотношения CF₄ и C₆H₁₂ в газовой смеси. 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 привлекают образцы, содержащие 40 и 60% CF₄ в газовой смеси. Они имеют похожий рельеф и очень близкий состав.

В таблице 1 приведены результаты исследования антифунгальной активности в соответствии с государственным стандартом ГОСТ 9.049-91 в баллах при использовании суспензии, содержащей *Penicillium expansum*, *Penicillium aurantiogriseum*, *Aspergillus versicolor*, *Aspergillus sydowii* и *Cladosporium cladosporioides*.

Таблица 1. Результаты исследования антифунгальной активности НБС на ПТФЭ.

№ образца	Характеристика исследуемых образцов	Оценка
1	ПТФЭ, контроль	2-3
2	ПТФЭ, обработка CF ₄ 20 мин	1-2
3	ПТФЭ, обработка CF ₄ 30 мин	1
4	ПТФЭ, обработка CF ₄ 20 мин., НБС (10% CF ₄ + 90% C ₆ H ₁₂)	1
5	ПТФЭ, обработка CF ₄ 20 мин., НБС (40% CF ₄ + 60% C ₆ H ₁₂)	0-1
6	ПТФЭ, обработка CF ₄ 20 мин., НБС (60% CF ₄ + 40% C ₆ H ₁₂)	0-1
7	ПТФЭ, обработка CF ₄ 30 мин., НБС (10% CF ₄ + 90% C ₆ H ₁₂)	1
8	ПТФЭ, обработка CF ₄ 30 мин., НБС (40% CF ₄ + 60% C ₆ H ₁₂)	0
9	ПТФЭ, обработка CF ₄ 30 мин., НБС (60% CF ₄ + 40% C ₆ H ₁₂)	0

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Микроорганизмы-биодеструкторы (*S. aureus* 29213 ATCC) в меньшей степени адгезировались к поверхностям, подвергшимся обработке CF₄ 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 фторуглеродной пленки с 40% и 60% содержанием CF₄ в газовой смеси на обработанную ионами поверхность в течение 20 минут обнаружены единичные бактериальные клетки, а при предварительной обработке в течение 30 минут не выявлены микроорганизмы на поверхности образцов, что свидетельствует об отсутствии адгезии микроорганизмов к поверхности.

2. На исследуемых образцах при различной обработке и последующем нанесении фторуглеродной плёнки не выявлено образования сплошной биопленки. Указанная область переходных процессов является результатом оптимального содержания фтора в пленке и сформированного рельефа, которые совместно обеспечивают отсутствие адгезии микробных клеток.

3. Было выявлено, что использование ионно-плазменных технологий, а именно предварительной ионной обработки и последующего нанесения фторуглеродной плёнки в области переходных процессов позволило придать поверхности полимерного материала антиадгезионные свойства по отношению к микроорганизмам, которые обеспечивают уменьшение биодеструкции и увеличение срока службы изделия из полимерного материала.

Литература

- Shah A.A., Hasan F., Hamed A., Ahmed S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnol. Adv.*, 2008, 26(3), 246-265.
- Pemraj R, Doble M. Biodegradation of polymers. *J. Biotechnol.*, 2005, 4, 186-193.
- Donlan R.M. Biofilms: Microbial life on surface. *Emerg. Infect. Dis.*, 2002, 8, 1-20.
- 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
- Zaichenko O. Yu., Ilin V. K., Vologin A. I., Novikova N. D., Lebedenko I. Yu., Deshevaya E. A. Testing of acrylic plastics for resistance to artificial biodestruction in imitation model with the use of microbial association. *Russian Stomatologicheskii Journal*, 2002, 3, 19-24.
- Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Ghaidarova A.K. 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*, 2016, vol. 162, #1, November, Microbiology and Immunology, pp 71-74.
- V.M. Elinson, P.A. Shchur and O.A. Silnitskaya. «Multifunctional polymer materials with antifungal activity, modified by fluorocarbon films by methods of ion-plasma technology».

Published under license by IOP Publishing Ltd Journal of Physics: Conference Series, Volume 1121 (2018) 012012, conference 1.

7. Wilson, D. J., Williams, R. L., & Pond, R. C. Plasma modification of PTFE surfaces. Part I: Surfaces immediately following plasma treatment. *Surface and Interface Analysis*, (2001), 31(5), 385–396. doi:10.1002/sia.1065
8. Q.Q. Shangguan, X.H. Cheng, Tribological properties of lanthanum treated carbon fibers reinforced PTFE composite under dry sliding condition, *Wear* 262 (2007) 1419–1425.

Динамический режим нанесения углеродных и фторуглеродных покрытий НЧ-плазмотроном атмосферного давления.

А.В. Шведов, В.М. Елинсон
Москва, МАИ (НИУ), Волоколамское шоссе, д. 4
E-mail: seriousash@yandex.ru

В настоящей работе показаны результаты исследования осаждения из газовой фазы углеродных и фторуглеродных покрытий при помощи низкочастотного плазмотрона низкотемпературной плазмы атмосферного давления в динамическом режиме нанесения. Описан процесс динамического режима обработки поверхности подложек. Представлены результаты процесса формирования тонких углеродных и фторуглеродных структур. Исследована возможность получения и влияние технологических параметров процесса осаждения из газовой фазы углеродных и фторуглеродных покрытий.

Deposition of carbon and fluorocarbon coatings by LF Plasmatron at atmospheric pressure in dynamic mode. A.V. Shvedov, V.M. Elinson. This paper shows the results of CVD carbon and fluorocarbon coatings study using a low-frequency plasmatron of a low-temperature atmospheric-pressure plasma in a dynamic deposition mode. The procedure of substrate surface dynamic processing is described. The results of the thin carbon and fluorocarbon structures formation are presented. The influence of the technological parameters of carbon and fluorocarbon CVD coatings is studied.

Современное развитие электронных и оптических устройств позволяет расширять сферы их использования в различных областях народного хозяйства [1,2]. Особого внимания заслуживают солнечные батареи, эксплуатация которых происходит в условиях повышенной влажности, микробиологических загрязнений и широкого диапазона температур окружающей среды [3]. Для защиты тех или иных компонентов обычно используются лаки и аэрозоли, имеющие в своём составе углеродсодержащие соединения [4]. Применение углерода в качестве защитного материала обусловлено качествами самого углерода: возможностью формирования компенсированных валентных связей и широким спектром свойств, варьируемых в зависимости от применяемых методов осаждения [5]. Использование фторуглерода позволяет добиться хороших барьерных свойств получаемых покрытий [6].

Применение ионно-плазменных методов для осаждения из газовой фазы в вакууме тонкоплёночных структур является одной из наиболее предпочтительных технологий для создания защитных покрытий, однако в последнее время всё больше внимания уделяется исследованиям и разработкам методов с использованием плазмы атмосферного давления. Благодаря отсутствию необходимости создания и поддержания вакуума, а также простоте управления процессами, плазма атмосферного давления нашла своё применение для синтеза металлических порошков [7], для осаждения тонких плёнок из газовой фазы [8], обработки текстильных материалов [9] и др.

В указанных процессах преимущественно используется низкотемпературная плазма диэлектрического барьерного разряда (ДБР), который, в силу конструкции электродов [10] позволяет эффективно производить обработку и модификацию поверхности различных изделий по всей площади. Однако, будучи тлеющим газовым разрядом, ДБР подвержен повышенному влиянию окружающей среды на протекающие процессы, а деградация диэлектрических барьеров не позволяет обеспечить как достаточно высокую воспроизводимость результатов, так и возможность прецизионного контроля получаемых результатов обработки. Использование низкочастотных (НЧ) дуговых газовых разрядов и устройств, работающих на их основе (плазмотроны), позволяют обеспечить локальное формирование покрытий с заданными параметрами с минимизированным влиянием атмосферы и низкой степенью деструкции термолабильных подложек [10].

Для создания воспроизводимого покрытия с заданными характеристиками по всей площади обрабатываемого изделия или подложки при помощи НЧ-плазмотрона атмосферного давления применяется динамический режим обработки. Он представляет собой процесс, при котором производится формирование покрытия с постоянно движущимся соплом плазмотрона по заданной площади. При этом в качестве основных технологических параметров фиксируются скорость движения сопла плазмотрона и шаг обработки (рис. 1).

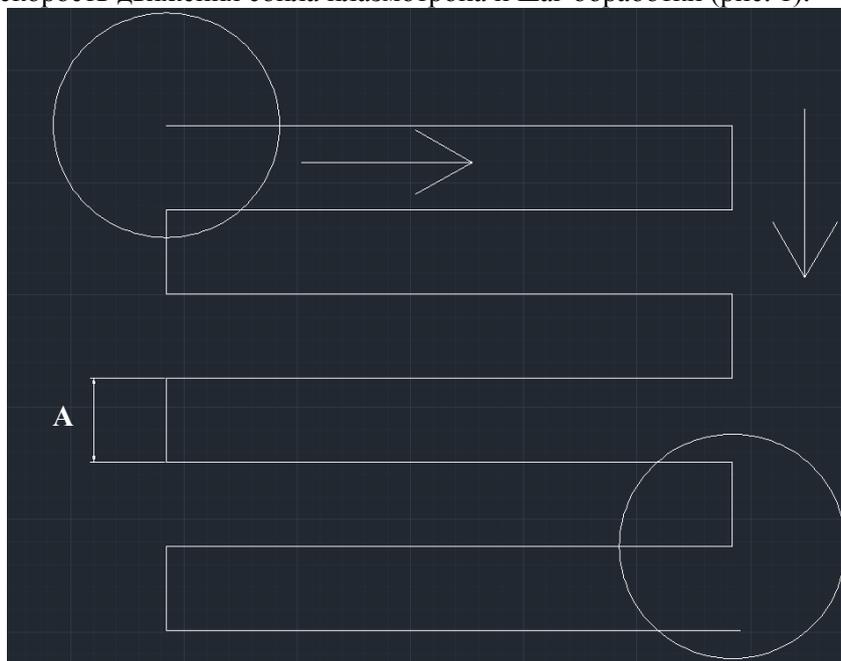


Рис. 1. Схематическое изображение матричного режима обработки (А – шаг обработки).

Целью работы является исследование углеродных и фторуглеродных покрытий, полученных при помощи НЧ плазмотрона низкотемпературной плазмы атмосферного давления в динамическом режиме нанесения.

Для проведения осаждения из газовой фазы углеродных плёнок использовался НЧ плазмотрон атмосферного давления (рис. 2). Данный аппарат уже был использован для исследования инактивации различных микроорганизмов при использовании инертных газов [11], где были установлены основные особенности процессов НЧ дугового газового разряда. Монтаж НЧ-плазмотрона на ЧПУ основу был сделан с целью обеспечения прецизионного контроля геометрических параметров осаждения из газовой фазы, а также для точного мониторинга скорости перемещения сопла плазмотрона. Управление установкой осуществлялось через персональный компьютер с установленным программным обеспечением NC-Studio.

Осаждение из газовой фазы обеспечивается подачей смеси из нескольких потоков газов согласно схеме на рис 3.

Формирование покрытий производилось при следующих технологических параметрах: используемый плазмообразующий/транспортный газ (Ar), расстояние плазмотрон-подложка (15 – 24 мм), скорость нанесения (1 – 5 мм/с). Площадь обработки составляла 750 мм² (25X30 мм). Суммарный поток газов составлял $7,1 \pm 0,1$ л/мин. Частота газового разряда была зафиксирована на значении 115 кГц. Формирование покрытий производилось на подложки из монокристаллического кремния для последующего измерения толщины на микроинтерферометре МИИ-11.

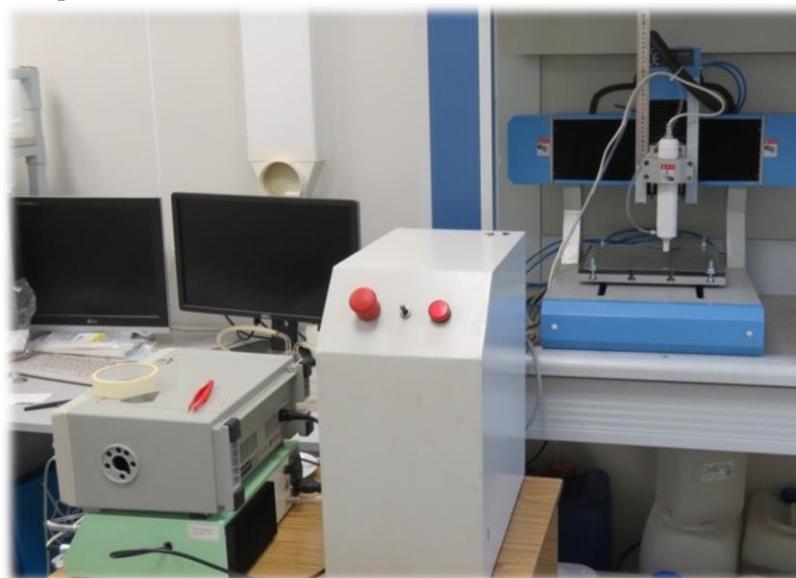


Рис. 2. НЧ-плазмотрон атмосферного давления.



Рис. 3. Схема подключения газового блока.

Исходя из характера распространения газовой смеси, установленной во время матричного режима осаждения из газовой фазы углеродных покрытий при атмосферном делении [12], был установлен максимальный шаг нанесения, равный 5 мм.

Полученные углеродные и фторуглеродные покрытия представляли собой полупрозрачные тонкие плёнки, различные цвета которых означали различную толщину в одной конкретной точке. Следов графитизации или термодеструкции обнаружено не было.

Для исследования были выбраны центры покрытий, где наблюдалось воспроизводимое покрытие. Исследование толщины полученных покрытий показало, что скорость роста углеродных и фторуглеродных покрытий существенно зависит от расстояния плазмотрон-подложка и скорости обработки (рис. 4 и рис. 5). Это связано с увеличенным энергозатратом в газовой смеси между соплом плазмотрона и подложкой, на которую производилось нанесение. Кроме того, влияние оказывают характер распространения газовой смеси и увеличенная диффузия частиц газа из плазменной струи в окружающую среду.

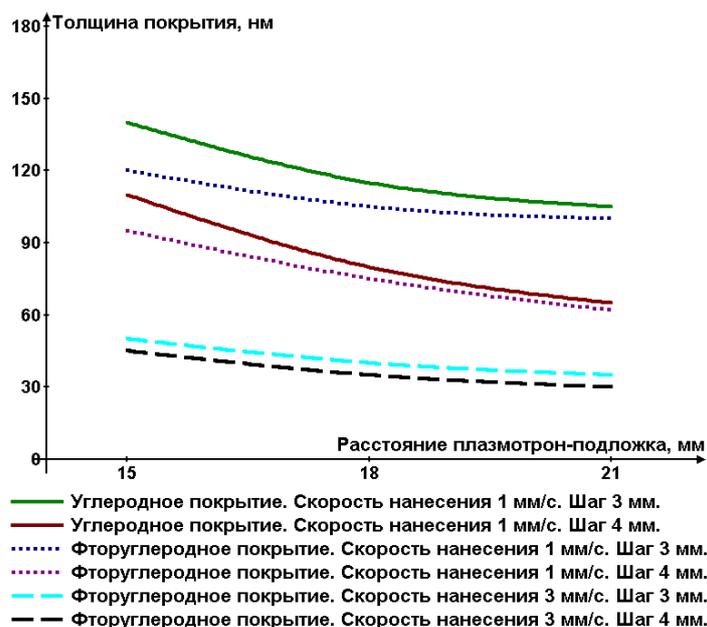


Рис. 4. Зависимость средней толщины полученных покрытий от расстояния плазматрон-подложка.

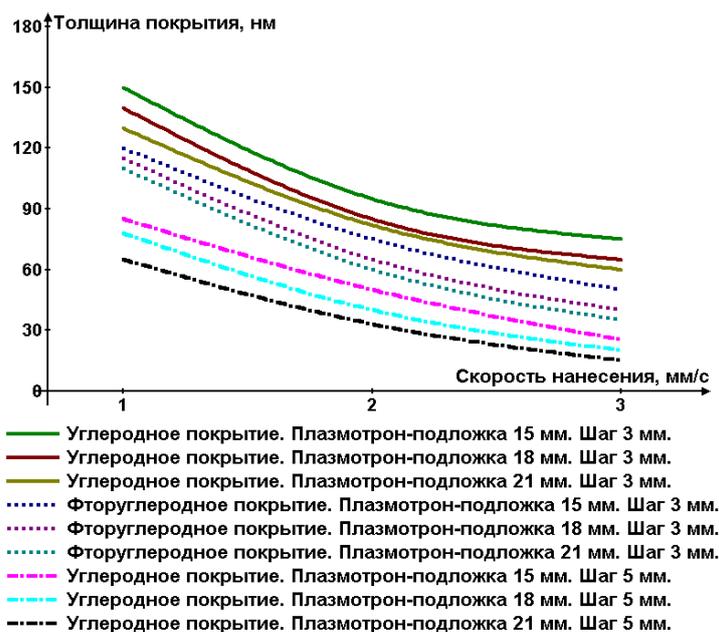


Рис. 5. Зависимость средней толщины полученных покрытий от скорости обработки.

Характер распространения ионизированной газовой смеси по поверхности подложки и распределения температуры был установлен при помощи инфракрасной камеры Fluke TiS65 (рис 6). Были получены диапазоны температур в зоне проведения осаждения из газовой фазы, которые находились в диапазоне от 30 до 45 °С. Это означает, возможность проведения обработки и формирования покрытий без существенной термодеструкции материала подложки, что особенно важно при обработке термолабильных полимеров.

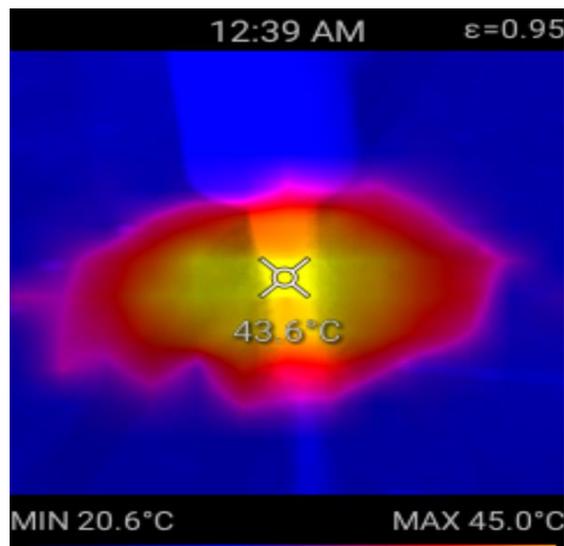


Рис. 6. Схема подключения газового блока.

В результате проделанной работы была показана возможность формирования углеродных и фторуглеродных покрытий в динамическом режиме нанесения. Было установлено влияние технологических параметров процессов нанесения на толщину полученных покрытий. В частности, было показано, что толщина углеродных покрытий значительно зависит от расстояния плазмотрон-подложка, времени нанесения и шагом обработки. Оценено влияние процесса нанесения на температуру подложки и установлен характер распределения газовой смеси во время осаждения из газовой фазы.

Литература

1. Цыганов И.К., Колючкин В.В., Талалаев В.Е., Пирютин Н.В., Чебурканов В.Д., «Высокопроизводительный оптико-электронный сканер для оперативного контроля подлинности защитных голограмм на документах» // Тезисы докладов XV международной конференции по голографии и прикладным оптическим технологиям, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018, с97–101.
2. Павлов П.В., Вольф И.Э., Малов А.Н., «Оптико-электронный комплекс неразрушающего контроля авиационных деталей» // «Credeexperto: Транспорт, общество, образование, язык», Московский государственный технический университет гражданской авиации (Москва) ISSN: 2312-1327, 2017, с 60–70.
3. Смирнова О.М., Левищева Д.Ю., «Расчёт эффективности применения солнечных батарей в условиях климата Краснодарского края» // Сборник статей II Международной научно-практической конференции «Современная наука: актуальные вопросы, достижения и инновации», 2018, Издательство: МЦНС «Наука и Просвещение», с. 126–128.
4. Хворостовский А., «Обзор методов защиты печатных плат на основе продукции ведущего производителя ELECTROLUBE» // Технологии в электронной промышленности, ООО "Медиа КиТ" (Санкт-Петербург) ISSN: 2079-9454, с 48–50.
5. И.П. Суздальев. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов // М.: КомКнига, 2006, 592 с.
6. В. И. Севастьянов, В. Н. Василец, 2008, Рос.хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), т. LII, № 3, 72–80.
7. Jana Kredl, Juergen F. Kolb, Uta Schnabel, Martin Polak, Klaus-DieterWeltmann, «Deposition of Antimicrobial Copper-Rich Coatings on Polymers by Atmospheric Pressure Jet Plasmas» // Materials 2016, 9, 274; doi:10.3390/ma9040274.

8. P. Rehn, A. Wolkenhauer, M. Bente, S. Forster, W. Viol, «Wood surface modification in dielectric barrier discharges at atmospheric pressure» // Surface and Coatings Technology, Volumes 174–175, September–October 2003, Pages 515–518.
9. А. М. Кутепов, А. Г. Захаров, А. И. Максимов, В. А. Титов, «Плазменное модифицирование текстильных материалов: перспективы и проблемы» // Рос.хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. XLVI, № 1, с 103.
10. P. Vinogradov, A. Dinkelmann, A. Fateev and A. Lunk, «Deposition of fluorocarbon polymer films in a dielectric barrier discharge (DBD)» // Surface and Coatings Technology, Volumes 174–175, September–October 2003, P. 509–514. DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00615.
11. В.М. Елинсон, В.А. Петров, В.И. Смирнов, Т.С. Кузнецова, В.П. Холоденков «Использование холодной плазмы атмосферного давления для инактивации вегетативных и споровых форм микроорганизмов» // Материалы XVIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России. Материалы и устройства функциональной электроники и микрофотоники», М. 2012, с. 351–355.
12. В.М. Елинсон, А.В. Шведов, Ю.Г. Богданова, Исследование процесса формирования углеродных покрытий, с использованием низкочастотного плазмотрона атмосферного давления в матричном режиме нанесения // Материалы XV-й конференции «Быстрозакалённые материалы и покрытия», М, МАИ, с 217–221.

Разработка биотехнической системы помощи хирургу

*Е.А. Бычков, А.В. Щербачев, И.А. Кудашов, С.И. Шукин, *С.Б. Симакин,
Е.А. Митрофанов

Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, д. 5, bmt2.bmstu@yandex.ru

**Москва, НИИВТ им. С.А. Векинского, Нагорный пр., 7, plasma@iontecs.ru*

В статье описаны проблемы оперативной локализации глубоких кровеносных сосудов во время проведения операций для военно-полевой хирургии, а также рассматривается актуальность применения электроимпедансного метода для отслеживания положения скальпеля в процессе движения. Приведены результаты исследований прототипа многослойного металлизированного скальпеля.

Development of a biotechnical system of assistance to the surgeon. E.A.Bychkov, A.V.Shcherbachev, I.A.Kudashov, S.I.Shchukin, S.B.Simakin, E.A.Mitrofanov. The article describes the problems of the operative localization of deep blood vessels during operations for military field surgery and considers the relevance of using an electrical impedance method to track the position of the scalpel during movement. The results of studies of a multi-layer metallized scalpel prototype are given.

Введение

Военно-полевая хирургия - составная часть военной медицины и раздел хирургии, изучающий организацию оказания хирургической помощи раненым на войне, современную боевую патологию и особенности лечения раненых в зависимости от характера боевых действий.

Предмет военно-полевой хирургии - изучение вопросов лечения раненых на войне. Ранение - травма, возникающая в результате воздействия на организм ранящих агентов. Человек, получивший боевую хирургическую травму, называется раненым. К боевой хирургической травме относятся огнестрельные и неогнестрельные ранения, взрывные, механические, термические травмы, комбинированные поражения. Основная цель лечебных мероприятий - сохранение жизни и скорейшее восстановление бое- и трудоспособности у

максимального числа пострадавших военнослужащих, что в настоящее время является наиболее эффективным способом восполнения боевых потерь личного состава воинских формирований [1].

Целью работы является демонстрация возможности применения технологии электроимпедансометрии для отслеживания положения скальпеля в процессе движения, что базируется на теоретических и экспериментальных исследованиях его пригодности для определения перехода из одной биологической среды в другую [2-5].

В данной работе описана технология применения хирургического скальпеля со специально нанесенным покрытием. Нанесение покрытия планируется посредством ионно-плазменной обработки скальпеля в вакууме совместно с научно-исследовательским институтом вакуумной техники им. С.А. Векшинского.

Материалы и методы

Выбор образца мышечной ткани осуществлялся путем подбора лоскута мышцы с чередованием мышечной и жировой ткани, размером 100х60мм. Чередование разных типов биоткани необходимо для моделирования перехода smart-скальпеля из мышечной в жировую и из жировой в мышечную ткань в процессе движения. Это условие необходимо для исследования свойств электрического импеданса, а именно его активной и реактивной составляющей [6,7] в процессе движения скальпеля. Чертеж лабораторного стенда показан на рис. 1.

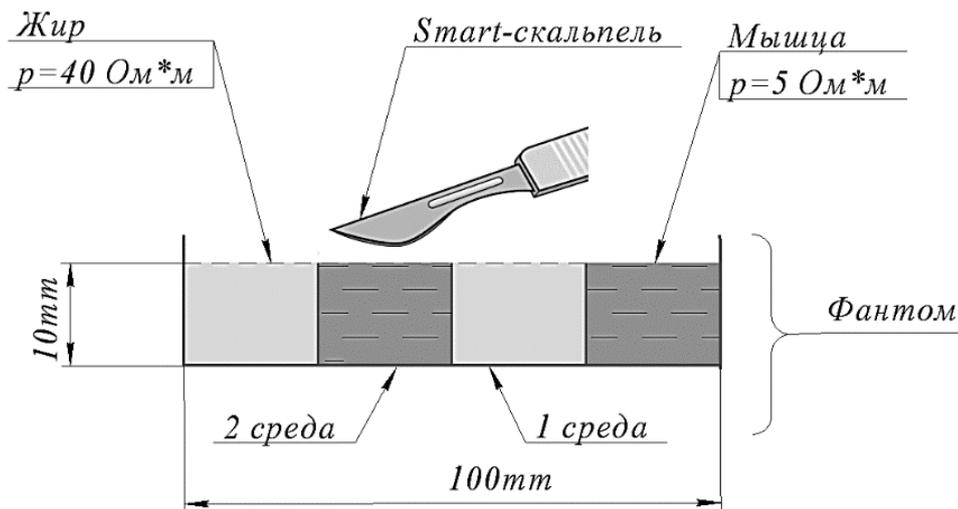


Рис.1. Фантом биологических тканей.

Первая среда толщиной 10 мм, с удельным электрическим сопротивлением $40 \pm 0,5$ Ом·м представляет собой жировую прослойку. Вторая среда – мышечная ткань, имеет толщину 10 мм, ее удельное электрическое сопротивление $5 \pm 0,2$ Ом·м [8,9].

В качестве измерительного преобразователя использовался электроимпедансный спектрометр «Quadra» компании «Eliko».

Smart - скальпель

В настоящее время биоимпедансометрия является одним из перспективных методов определения типа биологической ткани, а также границ перехода из одной биологической среды в другую.

Для выполнения измерений предлагается использовать специальный скальпель, с металлизированным окончанием. Данная конструкция позволяет обойтись без использования дополнительного электрода, при этом сохраняется точность получаемых данных. Прототип Smart-скальпеля представлен на рис. 2.

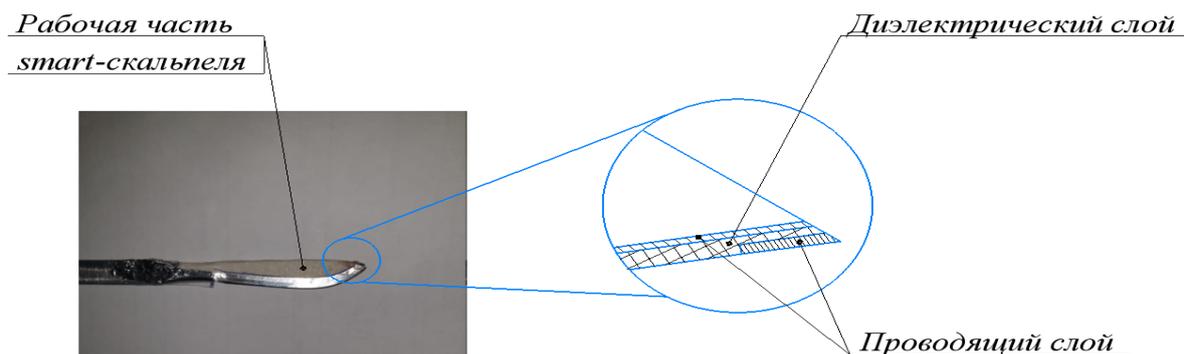


Рис.2. Разработка прототипа Smart – скальпеля.

Измерения проводились между проводящими слоями скальпеля на частотах 1кГц, 2кГц, 3кГц, 7кГц, 11кГц, 17кГц, 23кГц, 31кГц, 43кГц, 61кГц, 89кГц, 127кГц, 179кГц, 259кГц, 349кГц. Измерялась активная составляющая электрического импеданса и его емкостная часть. Основным преимуществом данной конструкции является применение многослойного металлизированного окончания скальпеля с чередованием слоев проводника и диэлектрика [12]. Благодаря такой конструкции, возможно измерить электрический импеданс только в локальной области нахождения режущего лезвия. Что позволяет проводить резекцию ткани с большей точностью по сравнению с традиционными хирургическими методами. [13,14]

Экспериментальное оборудование

Экспериментальные исследования проводились с использованием прибора электроимпедансной спектроскопии в реальном времени «Quadra» [15], краткие технические характеристики которого приведены в Таблице 1.

Таблица 1. Характеристики устройства «Quadra»

Количество частот на спектрограмме	15
Частота развертки спектрограммы	1 мс
Точность и разрешение	0.1 %, 12-BitADC's, 16-Bit DFT
Количество шагов изменения напряжения	255
Количество измерительных каналов	2
Тип, входной импеданс	Дифференциальный, > 10 МΩ

«Quadra» способен измерять спектрограмму из 15 частот со скоростью 1000 измерений в секунду. Компактный корпус включает в себя все необходимое для измерения напряжения и тока срабатывания.

Измеренные ответные сигналы тока и напряжения во временной области используются в качестве входных данных для расчета значений спектров для модуля и фазы в каждой точке частоты. Полученные спектры передаются в приложение на ПК для отображения и/или регистрации. Чтобы гарантировать более низкий уровень шума и ограничить возможность утечки тока возбуждения во время измерений, в устройство встроена батарея с аппаратным и программным обеспечением для ее управления.

Результаты и выводы

По результатам серии измерений на лабораторном стенде можно говорить о высокой стабильности и повторяемости получаемых результатов. На первом этапе исследования производилась регистрация изменения импеданса и фазового сдвига при перемещении

скальпеля из жировой ткани в мышечную. Фрагменты полученных экспериментальных данных приведены на рис. 3.

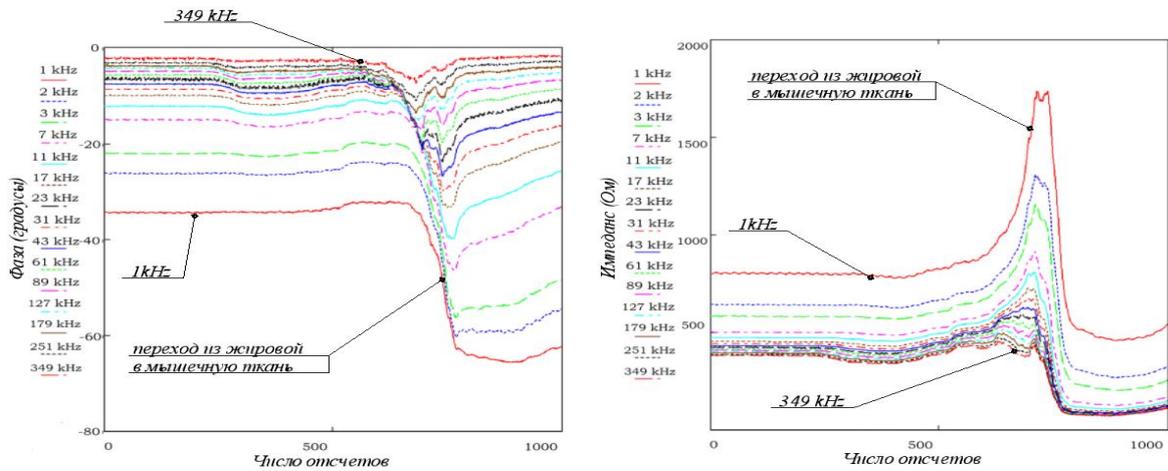


Рис. 3. Фазовый сдвиг при движении скальпеля от жира к мышечной ткани (слева) и регистрируемый электрический импеданс (справа).

Стоит отметить, что на данном графике, как и на всех последующих, сигнал по оси абсцисс представлен в единицах АЦП. Регистрация всех измерений в процессе проведения исследований выполнялась с частотой дискретизации 1 кГц.

Далее рассмотрен переход скальпеля из мышечной ткани в жировую. Фрагменты полученных на данном этапе экспериментальных изменений импеданса и фазового сдвига приведены на рис.4.

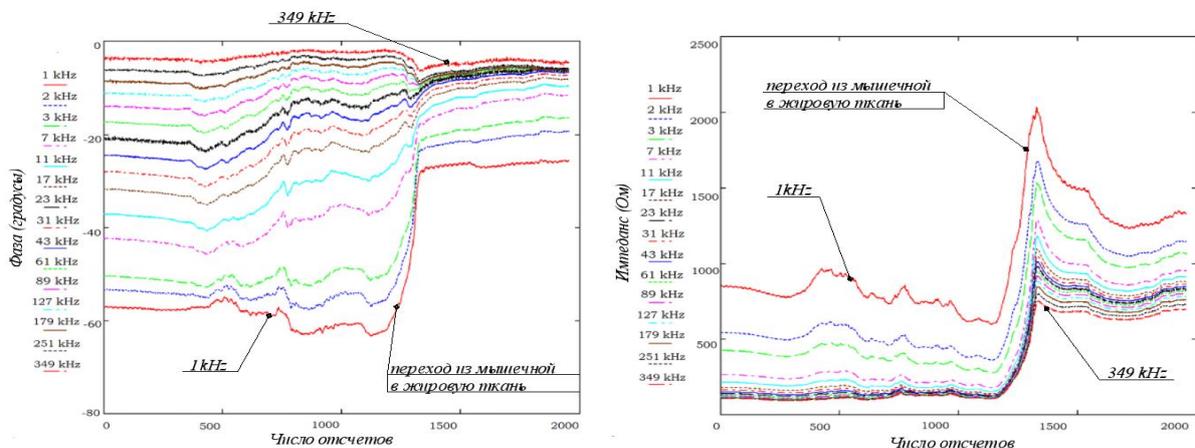


Рис. 4. Регистрируемый фазовый сдвиг при движении скальпеля от мышечной ткани к жировой (слева) и полученные значения импеданса от времени (справа).

На графиках хорошо различимы интервалы, когда металлизированное окончание скальпеля находится в пределах одной среды фантома и переходит в другую среду. По результатам проведенных экспериментальных исследований (рис. 3-4) видно, что с увеличением частоты различие электропроводности между выбранными типами биообъектов уменьшается. Оптимальной частотой с точки зрения распознавания типа биологической ткани, а также безопасной для пациента можно считать частоту в 1 кГц. На данной частоте достигается максимальна разница в моменты перехода – до 2,5 раза при регистрации импеданса и до 2 раз для фазы по сравнению с движением в однородной области.

Кроме того, данный выбор соответствует, положениям ГОСТа электробезопасности зондирующих методов исследований, где безопасной для пациента является частота, не превышающая 1кГц.

Таким образом, по результатам эксперимента можно сделать вывод о эффективности предложенной конструкции прототипа Smart-скальпеля для контроля положения и определения момента перехода режущего лезвия из одной биологической среды в другую.

Заключение

Рассмотрена возможность применения электроимпедансного метода для контроля положения скальпеля в процессе движения. Проведенные на описанном в статье экспериментальном стенде исследования показали достаточную эффективность предложенной конструкции многослойного Smart-скальпеля.

Применённое металлизированное лезвие с последовательным чередованием слоев проводника и диэлектрика обладает хорошей чувствительностью электрического импеданса к переходу из одного типа биологической ткани в другую и позволяет четко определять положение режущей кромки в данный момент времени. Кроме того, предложенное решение демонстрирует низкое влияние глубины рассечения тканей, а также скорости выполнения надреза.

На основании полученных данных сделан вывод о возможности применения электроимпедансных методов в военно-полевой хирургии. Обоснован выбор оптимальной частоты зондирующего сигнала в 1 кГц, поскольку наблюдается максимальное значение чувствительности к переходу из одной ткани в другую.

Литература

1. M.V. Lysenko «Militaryfieldsurgery. Guide to practical exercises», pp 6, 2010.
2. S. Grimnes, ØG. Martinsen. "Bioimpedance and bioelectricity basics". Department of biomedical engineering. Oslo. Norway, pp. 27-29, 2008.
3. H. Kalvoy. "Impedance based tissue discrimination for needle guidance Physiol". Department of biomedical engineering. Oslo. Norway, pp. 129-140, 2009.
4. I.A. Kudashov, S.I. Shchukin, O.V. Belaya, S.Yu. Perov, V.I. Petrov. "The features of the controlling venipuncture electrical impedance method". Biomedical Radioelectronics, no. 7, pp. 15-19, 2015, (in Russ.).
5. H. Saito, T. Togawa. "Detection of needle punctures to blood vessel using puncture force measurement". Saitama. Tokyo, pp 12, 2005.
6. M. Dehghan, S. Rezaei, H. Talebi. "Robust high fidelity needle insertion in soft tissues implemented on a teleoperation system". Preprints of the 18th IFAC World Congress Milano. Italy, pp 11-13, 2011.
7. S. I. Shchukin. "Fundamentals of interaction of physical fields with biological objects", M.: Publishing house of BMSTU, pp 66, 2002 (in Rus.)
8. Dielectric Properties of Body Tissues. Niremf: website. URL: <http://niremf.ifac.cnr.it/tissprop/htmlclie/htmlclie.php> (accessed 05.06.2019).
9. G. Gabriel, S. Gabriel, E. Corthout. "The dielectric properties of biological tissues: I. Literature survey", Physics Department, King's College, Strand. London. pp. 5, 1996.
10. M.B. AL-Harosh, S.I. Shchukin. "The Venous Occlusion Effect To Increase The Accuracy Of Electrical Impedance Peripheral Veins Detection." IFMBE Proceedings (EMBECE & NBC) 2017. Springer, Singapore, 2017. pp 538-541
11. A.I. Malakhov, A.N. Tikhomirov, S.I. Shchukin, I.A. Kudashov, A.V. Kobelev, Yu.N. Belenkov, G.A. Shakaryants, M.V. Kozhevnikova, V .YU. Kaplunova. "Electro-impedance methods for diagnosing heart activity." Kardiologiya 2016, 56, pp 33-39
12. A.V. Shcherbachev, E.A. Bychkov, I.A. Kudashov, A.K. Volkov «Research coaxial needle electrode characteristics for the automated vein puncture control system» Ural Symposium on

- Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology (USBREIT), IEEE Xplore, IEEE Catalog Number: CFP18P00-POD, ISBN: 978-1-5386-4947-3, 2018, pp 37-41
13. A.N.Briko, A.V.Kobelev, S.I.Shchukin. «Electrodes interchangeability during electromyogram and bioimpedance joint recording» Ural Symposium on Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology (USBREIT), IEEE Xplore, IEEE Catalog Number: CFP18P00-POD, ISBN: 978-1-5386-4947-3, 2018, pp 17-21
 14. I. A. Kudashov, S.I. Shchukin, M.B. Al-Harosh, “The study of needle electrode characteristics for venipuncture electrical impedance controlling system”, IFMBE Proceedings (EMBE & NBC) 2017, pp 350-353
 15. Qudra website. URL: <https://www.eliko.ee/products/quadra-impedance-spectroscopy/> (accessed 05.06.2019)

Анализ возможностей применения ионно-плазменных технологий при изготовлении медицинских изделий для челюстно-лицевой хирургии (Обзор)

*А.В. Демьянова, *Е.А.Митрофанов, *С.Б.Симакин, А.М.Сипкин
Москва, ГБУЗ МО «МОНИКИ им. М.Ф.Владимирского», 129110, ул. Щепкина, 61/2,
aleksipkin@bk.ru*

*ГБУЗ МО Одинцовская Районная больница №2, nastazzy@mail.ru
*Москва, АО «НИИВТ им. С.А.Векшинского», 117105, Нагорный проезд, 7,
E.Mitrofanov@niivt.ru, S.Simakin@niivt.ru*

Представлен обзор литературных данных о свойствах материалов и покрытий, применяемых при изготовлении медицинских изделий для челюстно-лицевой хирургии, в частности, минипластин и винтов, используемых при остеосинтезе вследствие значительных преимуществ перед другими видами фиксации. Большинство сплавов содержат металлы, оказывающие токсическое воздействие на организм человека. Применение одновременно изделий из сплавов с отличающейся электропроводностью вызывает гальванизм. Предлагается в качестве защиты от воздействия указанных факторов использовать сформированное в вакууме покрытие из карбида кремния, успешно апробированное в стоматологии.

Analysis of ion-plasma technology application in manufacturing of medical products for maxillofacial surgery. A.V.Demiyanova, E.A.Mitrofanov, S.B.Simakin, A.M.Sipkin. This paper concerns with revue of published data about properties of materials and coatings, which are applied for maxillofacial mini-plates manufacturing. They are used at osteosynthesis in maxillofacial surgery because of considerable advantages over other forms of fixation. Most of alloys contain toxic metals. Application of materials, which possess different electrical conductivity, leads to galvanic effects. It is supposed to use silicon carbide coating deposited in vacuum to decrease negative influence of toxic elements to a man. It was successfully applied in dentistry.

Введение

На сегодняшний день во всем мире отмечается тенденция к росту травматизма. Данное явление связано с развитием индустриализации общества, доступностью различных видов оружия, повышением общего уровня стресса среди населения крупных городов и других факторов. [1,2]

Среди общего числа всех травм, повреждения костей челюстно-лицевой области (ЧЛО) составляет порядка 16%, из которых перелом нижней челюсти около 80%, скулового комплекса – 12% и травмы верхней челюсти и костей носа – около 8%. [2,3]

Также следует отметить, что среди пациентов, находящихся на стационарном лечении в отделениях стоматологического профиля, общее число травм ЧЛО составляет порядка 40% и не имеет тенденции к снижению. [4]. Из всех пациентов с травмами челюстно-лицевой области в отделении ЧЛХ Одинцовской Районной больницы №2 за 2018 год оперативному вмешательству в объеме остеосинтеза костей лицевого скелета подверглось порядка 78%, причем около 40% из них имели отягощенный анамнез.

В настоящее время наиболее частым оперативным вмешательством при переломах костей челюстно-лицевой области является остеосинтез минипластинами и винтами из титановых сплавов. Данный тип операций позволяет обеспечить жесткую фиксацию отломков на необходимый срок и их полное обездвиживание. Примеры минипластин, выпускаемых фирмами Великобритании представлены на рис.1. Две верхние пластины изготовлены фирмой Champy из нержавеющей стали (17,2% Cr, 14%Ni), ниже – пластины из титановых сплавов фирм Champy, Leibinger, DePue, Stratec/AO. [5]

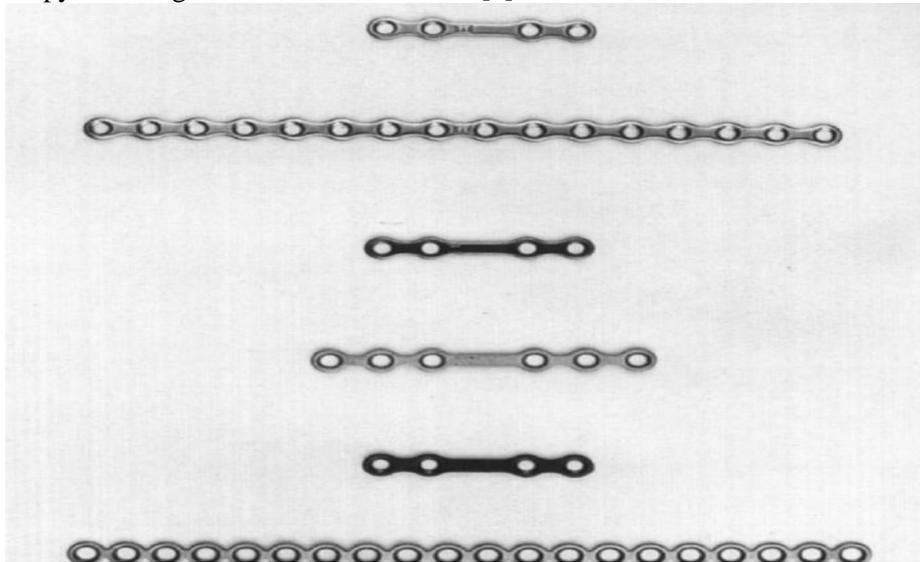


Рис.1 Минипластины для челюстно-лицевой хирургии, выпускаемые в Великобритании.

Две верхние изготовлены из нержавеющей стали (17,2% Cr, 14%Ni) фирмой Champy, остальные изготовлены из титановых сплавов фирмами Champy, Leibinger, DePue, Stratec/AO. [5]

Впервые данный тип лечения переломов костей применили Н. Hansmann и W.A. Lane. Однако В.В.Барьяш первым предложил использовать титановые пластины при лечении переломов ЧЛО.

Чистый титан не применяют для изготовления на костных пластин из-за недостаточных физико-механических и прочностных свойств. Титановые сплавы 6AL4V и 6AL4V ELI-это титан с легирующими добавками 6% алюминия и 4% ванадия. Из них изготавливают пластины, спицы, штифты, применяемые для остеосинтеза, так как они могут выдерживать большие нагрузки [6]. Никелид титана, или нитинол, материал с термопамятью, является сплавом, он содержит 55% никеля и 45% титана.

При использовании открытых методов хирургического лечения производится скелетирование области перелома, репозиция и фиксация костей. Однако, следует отметить, что хирургическое вмешательство усугубляет риск вторичного инфицирования раны в послеоперационном периоде. На сегодняшний день объем осложнений в послеоперационном периоде значителен [7].

Однако, помимо инфекционных осложнений, следует выделить такое нежелательное явление, как развитие металлоза и гальванических эффектов у лиц, у которых существует сочетание разных марок стали и/или титана в пластине и крепежных элементах [9].

Также существует ряд металлов, наличие которых в организме оказывает неблагоприятное влияние на скорость заживления ран. Учитывая это, исключены в сплавах сочетания хрома с кобальтом, титана с ванадием, никеля в высоком процентном отношении с любыми металлами и других [9,10,11].

Кроме того, следует отметить, что при длительном контакте тканей человека и различных биологических сред с пластинами, изготовленными из сплавов, содержащих легирующие добавки, некоторые изделия частично разрушаются и часть содержащихся в составе сплавов химических веществ, мигрирует в окружающие ткани. Как следствие, в организме увеличивается содержание Fe, Ni, Ti, Cr. Избыточное содержание ионов металлов в организме производит токсический эффект. Токсичность объясняется связыванием «металлических ядов» в организме с функциональными группами жизненно важных веществ, что нарушает нормальное функционирование клеток тканей [10].

Подверженность пластин и крепежных элементов коррозии напрямую влияет на pH-среды, что может привести к развитию гнойно-воспалительных осложнений после оперативного вмешательства [9,10].

Таким образом, на сегодняшний день остро стоит вопрос о предупреждении развития вторичных осложнений в послеоперационном периоде у больных с травмами костей челюстно-лицевой области.

Так, для профилактики вторичного инфицирования, применяют антибактериальную терапию в послеоперационном периоде, однако данная терапия не может полностью обеспечить предупреждение послеоперационных осложнений, так как антибиотики действуют только на микрофлору, исключая предупреждение влияния местных и общих факторов, влияющих на вероятность развития заболевания [12].

Для предупреждения влияния местных факторов на развитие вторичных осложнений и предотвращения выхода токсичных ионов, производится поиск биологически активных и инертных материалов, как альтернатива изделиям из стали и титановых сплавов.

Так, например, существует и применяется в медицине анодно-оксидное покрытие из диоксида титана, которое формируется способом микродугового гальванического оксидирования, а также покрытие из нитрида титана, которое формируется методом дугового нанесения в вакууме. Однако, диоксид титана является генотоксичным материалом, а традиционные способы и оборудование для вакуумного дугового нанесения покрытия требуют высокой температуры поверхности образцов, что вызывает деформирование изделий, особенно тонких конструктивных элементов [11,13,14,15].

В стоматологии для покрытия базисов съемных зубных протезов было успешно применено покрытие из карбида кремния [16,17]. Одним из возможных вариантов решения представленных проблем в челюстно-лицевой хирургии, может стать применение биоинертного биорезистентного покрытия из карбида кремния для изменения свойств поверхностей медицинских изделий, в частности, минипластин и крепежных элементов из титановых сплавов, при хирургическом лечении неогнестрельных повреждений костей лицевого черепа.

Выводы.

Резюмируя вышесказанное, можно предположить, что применение карбида кремния, сформированного в вакууме на наружных поверхностях медицинских изделий, применяемых в челюстно-лицевой хирургии, в частности, минипластин и крепежных винтов:

- предотвратит попадание в ткани человека токсичных компонентов металлических сплавов и полимеров;
- предотвратит гальванические эффекты при непосредственном соприкосновении и/или контакте через электропроводящие жидкости человека, в частности, кровь, слюну, пластин и винтов из электропроводящих материалов с отличающейся электропроводностью;
- предотвратит биодеструкцию материалов медицинских изделий;
- уменьшит адгезию микроорганизмов к поверхностям изделий;
- предотвратит биообрастание поверхностей изделий;
- обеспечит получение хорошей адгезии покрытия к поверхностям материалов медицинских изделий.

Литература

1. Абдулкеримов Т.Х., Костина И.Н. Динамика структуры челюстно-лицевой травмы за 10 лет. В сборнике: Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения Материалы III Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов, III Форума медицинских и фармацевтических ВУЗов России "За качественное образование". 2018. С. 17-21.
2. Шаргородский А.Г., Стефанцев Н.М. Повреждения мягких тканей и костей лица. - М.: ВУНМЦ, 2000. - 240 с.
3. Бахтеева Г.Р., Кузьмин А.С. Статистическое исследование травм челюстно-лицевой области – М. 2012г.
4. Современные подходы к диагностике травм челюстно-лицевой области. Бабкина Т.М., Демидова Е.А. «Світ медицини та біології» №4 2013г. 7-11с.
5. Loukota R.A., Shelton J.C. Mechanical analysis of maxillofacial miniplates. British Journal of Oral and Maxillofacial Surgery, 1995 .Vol. 33.- P. 174-179.
6. Для чего применяют титановые пластины при переломах? <http://bezperelomov.com/obshee/titanovaya-plastina-pri-perelomax.html>
7. Клинико-функциональное обоснование использования внутрикостных фиксаторов, покрытых композиционными материалами, для остеосинтеза переломов нижней челюсти. К: Казанский медицинский журнал. Т: 95 №2. 2014г - 219-223с.
8. Мамытова А.Б. Травматология челюстно-лицевой области / А.Б. Мамытова, Б.К. Ургуналиев, Э.К. Молдалиев. Бишкек: Изд-во КРСУ, 2014.
9. Что такое гальванизм в стоматологии: лечение, симптомы, фото. <http://topdent.ru/articles/galvanism-v-polosti-rta/html>.
10. Удаление пластины, спиц и винтов после перелома лодыжки: операция и сроки реабилитации. <http://nogostop.ru/golenostop/lodyzhka/udalenie-plasttiny-posle-pereloma-lodyzhki.html>.
11. Зайцева А.Г. Диагностика и лечение гальванизма в полости рта. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата медицинских наук. Санкт-Петербург, 2005 г. <http://dissercat.com/content/diagnostika-i-lechenie-galvanizma-v-polosti-rta>.
12. Ю.П. Савченко. Причины развития раневой инфекции в послеоперационном периоде и ее профилактика. - К: Кубанский научный медицинский вестник. №7, 2013 г. - 112-114с.
13. Гребенщикова М.М., Р.А. Нигматуллина Р.А., Хайдарова Л.М. Исследование токсичности материалов для ортопедии с покрытиями, полученными ионно-плазменным способом. <https://cyberleninka.ru/article/v/issledovanie-toksichnosti-materialov-dlya-ortopedii-s-pokrytyami-poluchennymi-ionno-plasmennym-sposobom>.
14. Королев Е. Наночастицы титана могут вызывать рак! – Записки провинциального журналиста-Форум orbita96.
15. Абилов С.К., Глазер В.М. Мутагенез с основами генотоксикологии: учебное пособие:-М.; СПб.: Нестор-История, 2015.-304 С. Стр. 178-179.
16. Воронов И.А., Митрофанов Е.А., Калинин А.Л., Симакин С.Б., Диденко Л.В., Автандилов Г.А. Разработка нового покрытия из карбида кремния для защиты зубных протезов от биодеструкции. Российский стоматологический журнал, 2014, №1, С. 4-8.
17. Регистрационное удостоверение на медицинское изделие от 25 октября 2017 года №РЗН 2017/6407. Медицинское изделие : Материал стоматологический- покрытие из карбида кремния для защиты базисов «Панцирь» по ТУ 9391-001-07604422-2015.

СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ

Теория термоэмиссии скандатных катодов

**В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11*

**Москва, МИРЭА-Российский технологический университет, пр. Вернадского, 78
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru*

Микропримеси скандия в кристаллитах оксида бария в зависимости от размеров кристаллитов в наноразмерной области приводят к формированию на поверхности кристаллитов доменов различных типов, обогащенных атомами скандия и характеризующихся пониженной работой выхода. Предложена физическая модель и проведены теоретические расчеты зависимости работы выхода доменов от температуры и концентрации кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария, легированных атомами скандия, для различных типов доменов.

The theory of thermoionic emission of the scandate cathodes. V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V.Shumanov, S.O.Moskalenko. Depending on the size of the crystallites in the nanoscale region, microscopic scandium in barium oxide crystallites leads to the formation of domains of various types enriched with scandium atoms and characterized by a low work function on the surface of crystallites. A physical model is proposed and theoretical calculations are performed of the dependence of the work function of the domains on temperature and the concentration of oxygen vacancies in barium oxide doped with scandium atoms for various types of domains.

В литературе имеется множество публикаций о свойствах скандатных катодов - металлопористых катодах, дополнительно содержащих скандий в виде оксида или интерметаллида скандия, которые обеспечивают получение плотности тока катода до 400 А/см² [1]. Основными недостатками скандатных катодов являются плохая воспроизводимость технологий их изготовления. До настоящего времени в литературе отсутствует теория скандатных катодов.

Задача создания промышленных образцов скандатных катодов подразумевает ответ на следующие вопросы: какой структурой поверхности должен обладать скандатный катод; какая технология может обеспечить формирование такой структуры; какие физико-химические процессы в материале катода могут обеспечить стабильность такой структуры. Данная статья посвящена разработке теории скандатных катодов, основанной на представлениях об определяющей роли кислородных вакансий и роли микропримесей в формировании их эмиссионных свойств.

На рис. 1а приведена энергетическая схема оксида бария, содержащего кислородные вакансии, которые в объеме оксиде бария являются дефектами донорного типа, а на поверхности – дефектами акцепторного типа [2-3].

На рис. 1 обозначено: 1 и 3 – собственные поверхностные состояния оксида, 2 – поверхностные состояния, связанные с кислородными вакансиями, 4 – зона проводимости, 5 – валентная зона, E_C – уровень дна зоны проводимости, E_V и E_{VS} – уровень верха валентной зоны в объеме и на поверхности оксида соответственно, N_C – плотность состояний в зоне проводимости, $V_1^{..}$ и $V_2^{..}$ – плотности состояний соответственно в нижней и верхней подзонах двухзарядной кислородной вакансии, V^{\cdot} – плотность состояний однозарядной кислородной вакансии, E_F – уровень Ферми, E_1 , E_2 , E_D и E_C – энергии переходов между соответствующими электронными уровнями при оптическом возбуждении.

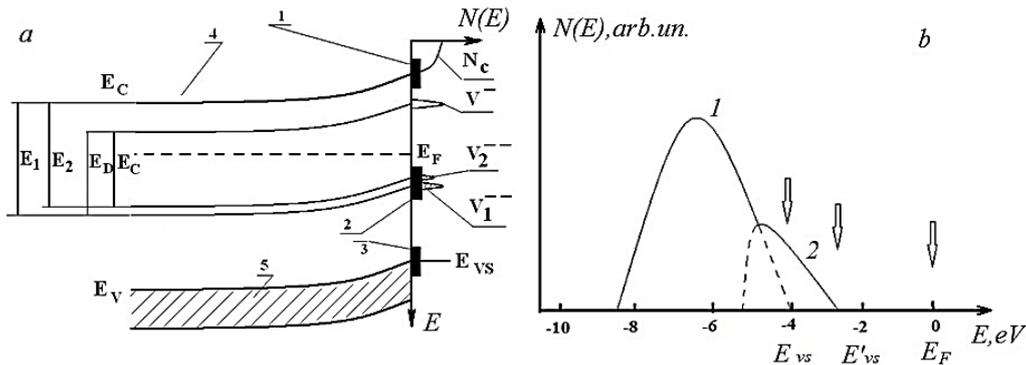


Рис. 1. Энергетическая схема оксида бария (а) и структура верха валентной зоны (б).

Микропримеси в кристаллитах оксида бария влияют на величину расщепления уровня кислородных вакансий и на смещение валентной зоны за счет появления в ней дополнительной зоны, как показано на рис. 1б [4-5], где 1 – основная валентная зона, 2 – область дополнительной зоны, E_{vs} – положение верхнего края дополнительной области валентной зоны.

На рис. 2а приведены экспериментальные данные [4-5] по величине расщепления электронного уровня кислородных вакансий в зависимости от ионного радиуса легирующего элемента R_i относительно ионного радиуса бария R_{Ba} , а на рис. 2б – данные по зависимости параметра $(E_{vs} - E_F)$ от относительного ионного радиуса микропримесей. Из рис. 2 следует, что при величине ионного радиуса микропримесей в интервале 0,5-0,7 от ионного радиуса бария имеет место повышенная растворимость микропримесей в оксиде бария с формированием дополнительной области в валентной зоне, а также упорядочение кислородных вакансий в объеме BaO.

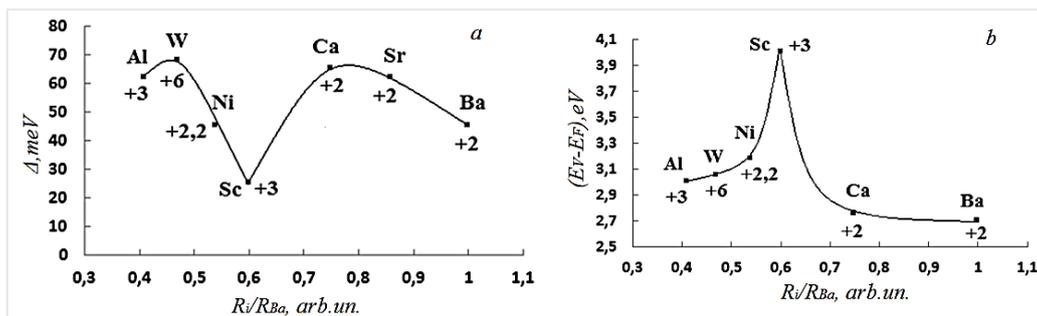


Рис. 2. Расщепление уровня вакансий (а) и сдвиг валентной зоны (б) BaO при его легировании.

В работе [6] с использованием эмиссионного микроскопа было показано, что структура поверхности скандатного катода имеет доменный характер со средним расстоянием между доменами 300 нм и средним размером доменов 28 нм.

На рис. 3а приведена обобщенная схема структуры поверхности кристаллитов оксида бария в скандатном катоде. На рис. 3а обозначены положения атомов кислорода: 1 – вблизи поверхностного атома Ba во втором монослое; 1' – вблизи поверхностного атома Sc во втором монослое; 2 – между атомами Ba в первом монослое; 2' – между атомами Sc и Ba в первом монослое; 2'' – между двумя атомами Sc в первом монослое; 3 – атома кислорода, адсорбированного на атоме Ba; 3' – атома кислорода, адсорбированного на атоме Sc; 4 – атома кислорода в объеме кристаллита BaO, 5 – атома Ba, адсорбированного на атоме кислорода.

Стрелками на рис. 3а показаны переходы атомов кислорода из занятых в вакантные узлы. Справа квадратными скобками указаны возможные варианты структуры поверхности: А – кристаллиты чистого оксида бария, В – поверхностные домены из атомов скандия и кислорода, С – поверхностные домены из чередующихся атомов скандия, кислорода и бария, D – поверхностные домены с содержанием атомов скандия, соответствующим его объемному содержанию.

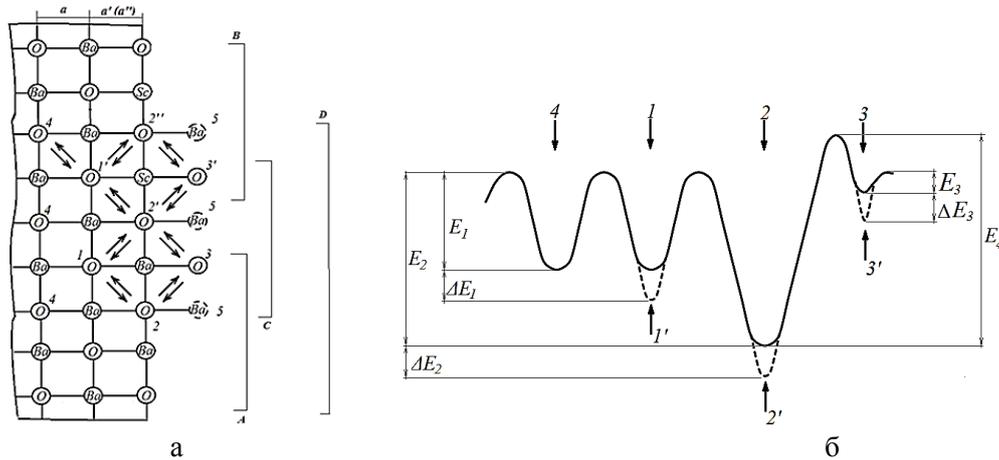


Рис. 3. Схема вариантов структуры поверхности BaO (а) и энергия связи кислорода (б).

На рис. 3б приведена диаграмма энергии связи атомов кислорода в чистом BaO (сплошная) и в BaO с внедренным атомом Sc на поверхности (пунктирная). Цифры на рис. 3б соответствуют положениям атомов кислорода в узлах кристаллической решетки на рис. 3а. Из-за наличия оборванных химических связей справа от верхнего поверхностного монослоя на рис. 3а, должны выполняться соотношения для межплоскостных расстояний $a' < a$; $a'' < a$, где a – межплоскостное расстояние в объеме оксида бария, a' – межплоскостное расстояние на поверхности чистого оксида бария, a'' – межплоскостное расстояние на поверхности при наличии на ней атомов скандия. При этом значение параметра a для нанокристаллитов BaO будет меньше его значения для массивного BaO, а отклонение значений a' и a'' от параметра a для нанокристаллитов BaO будет различным из-за различия ионных радиусов бария и скандия. Так как ионный радиус скандия меньше ионного радиуса бария, энергетически выгодным будет соотношение $a'' < a'$. Физически это означает, что энергетически выгодным будет формирование на поверхности нанокристаллитов BaO доменов с поверхностными атомами скандия в верхнем монослое BaO.

Изменения энергии связи атома кислорода вблизи атома скандия относительно ее значения вблизи атома бария можно оценить по величине энтальпии образования оксидов бария и скандия на одну связь барий-кислород в оксиде бария, равную 2,90 эВ, или скандий-кислород в оксиде скандия, равную 3,30 эВ [7]. Поэтому величина ΔE_1 для атома кислорода во втором монослое вблизи атома скандия будет равна 0,40 эВ, величина ΔE_3 для адсорбированного на атоме скандия кислорода будет равна 0,40 эВ, а величину ΔE_2 можно принять равной 0,40 эВ для атома кислорода у изолированного атома скандия в положении 2, и равной 0,80 эВ, если атом кислорода в верхнем монослое находится между двумя атомами скандия в положении 2''.

В соответствии с теорией абсолютных скоростей реакций [8], скорость каждого перехода, обозначенного стрелкой на рис. 3а, будет равна

$$v = \frac{kT}{h} C_A P_B \frac{f_{\ddagger}}{f_A f_B} \exp(-\varepsilon/RT), \quad (1)$$

где C_A – концентрация атомов кислорода в положении А; P_B – вероятность того, что положение В занято вакансией; f_A и f_B – суммы состояний атома А и вакансии В; f_{\ddagger} – сумма состояний активированного атома А на вершине потенциального барьера между состояниями А и В; ε – энергия активации перехода, равная по величине потенциальному барьеру между состояниями А и В; k – постоянная Больцмана; h – постоянная Планка; T – температура.

С учетом наличия (скандатный катод) или отсутствия (металлопористый катод) атомов скандия, растворенных в кристаллитах BaO, а также с учетом влияния размера кристаллитов на параметр кристаллической решетки в его объеме или межплоскостного расстояния между первым и вторым поверхностными монослоями кристаллита, могут иметь место четыре варианта структуры поверхности кристаллитов, обозначенные на рис. 3а.

В варианте А в кристаллитах отсутствуют примесные атомы скандия, при этом поверхностная концентрация кислородных вакансий находится из равенства скоростей

переходов между состояниями в соответствии с рис. 3а. В результате выражение для поверхностной концентрации кислородных вакансий $N_S(A)$ имеет вид, полученный ранее в работах [2-3]

$$N_S(A) = N_{SO} \exp\left(-\frac{E_4-E_1}{kT}\right) + aN_D \exp\left(-\frac{E_2-E_1}{kT}\right) . \quad (2)$$

В выражении (2) N_{SO} – поверхностная плотность кислородных узлов, N_D – объемная концентрация кислородных вакансий, сформированная на этапе активирования катода. При численных расчетах было принято: $(E_4 - E_1) = 0,80$ эВ; $(E_2 - E_1) = 0,50$ эВ, что обеспечивают согласие расчетных и экспериментальных данных для плотности тока термоэмиссии чистого ВаО [2-3].

В варианте В все поверхностные узлы катиона заняты атомами скандия, то есть на поверхности кристаллита ВаО сформировались домены с поверхностными атомами скандия. Для этого случая $\Delta E_1 = 0,40$ эВ; $\Delta E_2 = 0,80$ эВ = $2\Delta E_1$, и в итоге выражение для поверхностной концентрации кислородных вакансий $N_S(B)$ имеет вид

$$N_S(B) = \left[N_{SO} \exp\left(-\frac{E_4-E_1+\Delta E_2-\Delta E_1}{kT}\right) + aN_D \exp\left(-\frac{E_2-E_1+\Delta E_1}{kT}\right) \right]. \quad (3)$$

В варианте С, если размер кристаллитов ВаО возрастает по сравнению с размером кристаллитов в варианте В, может иметь место чередование атомов бария и скандия в верхнем монослое кристаллитов, то есть формируется домен с поверхностным чередованием катионов различного типа и с различающимися ионными радиусами. Для этого случая выражение для поверхностной концентрации кислородных вакансий будет иметь вид

$$N_S(C) = 4 \left[N_{SO} \exp\left(-\frac{E_4-E_1+\Delta E_2}{kT}\right) + aN_D \exp\left(-\frac{E_2-E_1+\Delta E_2}{kT}\right) \right], \quad (4)$$

В варианте D при малой концентрации атомов скандия С, растворенных в кристаллитах ВаО концентрация кислородных вакансий на поверхности составит

$$N_S(D) = C \cdot N_S(C) + (1 - C) \cdot N_S(A), \quad (5)$$

то есть мало отличается от варианта А.

В соответствии с теорией поверхности ионных кристаллов [9], к классу которых относится и оксид бария, кислородные вакансии, которые в объеме оксида образуют донорный уровень в запрещенной энергетической зоне, на поверхности оксида формируют локализованные поверхностные состояния акцепторного типа, что приводит к искривлению энергетических зон оксида вверх. Искривление зон обусловлено зарядом локализованных поверхностных состояний с поверхностной плотностью $q_s = e^* N_S$, где e^* - величина эффективного заряда кислородной вакансии, которая для простоты принята нами равной заряду электрона.

В работах [2-3] была предложена методика расчета величины искривления зон в соответствии с уравнением

$$2\varepsilon\varepsilon_0 kT \sqrt{\frac{N_C N_D}{2}} \exp\left(-\frac{\Delta E_g}{2kT}\right) \left[\exp\left(\frac{V}{kT}\right) + \exp\left(-\frac{V}{kT}\right) - 2 \right] = \left[\frac{e^* N_S}{1 + \sqrt{\frac{2N_C}{N_D} \exp\left(-\frac{\Delta E_g - 2V}{kT}\right)}} \right]^2, \quad (6)$$

где ε – диэлектрическая проницаемость оксида, ε_0 - диэлектрическая постоянная, V – величина искривления энергетических зон у поверхности, ΔE_g – расстояние между уровнем кислородных вакансий и дном зоны проводимости в объеме оксида, k – постоянная Больцмана, T – температура, $N_C = 2(2\pi m^* kT/\hbar)^{3/2}$ - эффективное число состояний в зоне проводимости оксида, m – масса электрона, \hbar – постоянная Планка.

Для полупроводников с широкой запрещенной зоной, к классу которых относится большинство оксидов элементов IIА - IIIА подгрупп Периодической системы, величину работы выхода можно представить в виде суммы «внутренней» и «внешней» работ выхода, а также вклада в работу выхода величины искривления зон у поверхности оксида в виде выражения

$$\varphi = \psi + \chi + V, \quad (7)$$

где ψ - величина «внутренней» работа выхода, равная

$$\psi = \frac{\Delta E_g}{2} + kT \ln \left[\frac{2(2\pi m^* kT)^{3/2}}{N_D \hbar^3} \right]^{1/2}, \quad (8)$$

h - постоянная Планка, m^* - эффективная масса электрона, χ - величина электронного сродства оксида бария, принятая равной 0.8 eV.

Для варианта А на рис. 4а приведены результаты численных расчетов зависимости величины работы выхода $\phi(A)$ чистого оксида бария от концентрации кислородных вакансий в объеме ВаО при различных значениях температуры Т: 1 – 400 К; 2 – 500 К; 3 – 600 К; 4 – 700 К; 5 – 800 К; 6 – 900 К; 7 – 1000 К; 8 – 1100 К; 9 – 1200 К; 10 – 1300 К; 11 – 1400 К; 12 – 1500 К.

Для варианта В на рис. 4б приведены расчетные зависимости работы выхода $\phi(B)$ оксида бария от объемной концентрации кислородных вакансий N_D при различных значениях температуры Т: 1 – 400 К; 2 – 500 К; 3 – 600 К; 4 – 700 К; 5 – 800 К; 6 – 900 К; 7 – 1000 К; 8 – 1100 К; 9 – 1200 К; 10 – 1300 К; 11 – 1400 К; 12 – 1500 К. Область концентраций 10^{26} - 10^{28} м^{-3} более детально показана на вставке.

Для варианта С на рис. 4в приведены расчетные зависимости работы выхода $\phi(C)$ оксида бария от объемной концентрации кислородных вакансий N_D при различных значениях температуры Т: 1 – 600 К; 2 – 800 К; 3 – 1000 К; 4 – 1200 К; 5 – 1400 К; 6 – 1500 К.

Для варианта D расчетные зависимости величины работы выхода от концентрации кислородных вакансий в пределах погрешности менее 1% совпадают с результатами расчетов для варианта А.

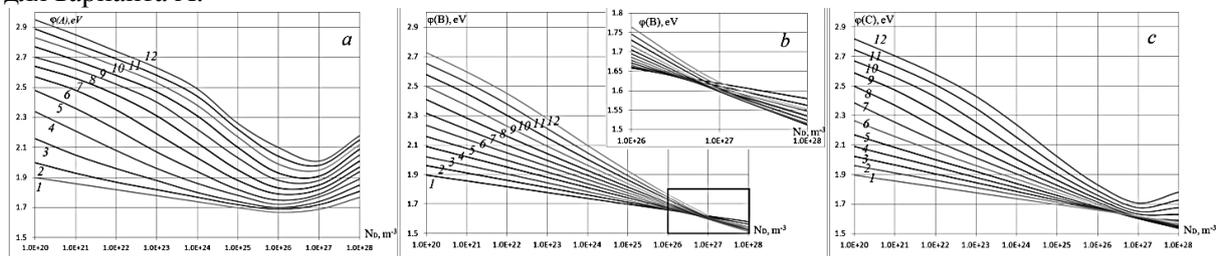


Рис. 4. Зависимости работы выхода вариантов катодов от концентрации вакансий.

Как видно на рис. 4, характеры зависимостей величины работы выхода структур А, В и С от температуры и концентрации кислородных вакансий несколько различаются. При этом сравнение результатов расчетов работы выхода для вариантов А, В и С показывает, что для вариантов В и С в интервале температур 900-1000 °С и интервале концентрации кислородных вакансий $1.5 \cdot 10^{26} \text{ м}^{-3}$ величина работы выхода на 0,30-0,35 эВ меньше, чем для варианта А структуры. Это означает, что в данном интервале температур плотность тока термоэмиссии структур В и С будет в 20-35 раз выше, чем плотность тока структуры А, то есть для структур В и С, с учетом усиления тока вследствие эффекта Шоттки, она может достигать 300-500 А/см².

Таким образом, формирование скандатного катода с высокой плотностью тока термоэлектронной эмиссии возможно путем формирования на поверхности алюминатной фазы катода нанокристаллитов вольфрама и скандий-содержащего компонента (оксид скандия или интерметаллид скандия), которые обеспечивают в свою очередь формирование на поверхности алюминатной фазы нанокристаллитов ВаО, содержащих кислородные вакансии и легирующие атомы скандия. В зависимости от размеров сформировавшихся нанокристаллитов ВаО, на их поверхности могут формироваться домены различных типов, поверхность которых обогащена скандием. Величина работы выхода доменов зависит от их типа, то есть фактически от размера нанокристаллитов ВаО, и может изменяться в зависимости от технологии изготовления катода, режима его активирования и режима эксплуатации катода. Плотность тока термоэмиссии нанокристаллитных структур, содержащих на поверхности домены на основе примесных атомов скандия, с учетом усиления тока термоэмиссии вследствие эффекта Шоттки, может достигать 300-500 А/см² в интервале температур 900-1000 °С.

Литература

1. Schoenbeck Laura // In Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Master of Science in Materials Science and Engineering. USA. Georgia Institute of Technology, February 2005. 118 p.

- Капустин В.И. Температурная зависимость работы выхода окиси бария // Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1991. Т. 55. № 12. С. 2455-2458.
- Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидсодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.
- Капустин В.И., Ли И.П., Петров В.С., Леденцова Н.Е., Турбина А.В. Электронная структура и физико-химические особенности оксидно-никелевых катодных материалов // Электронная техника. Сер. 1: СВЧ-техника. Вып. 1(528). – 2016. – С. 8-18.
- Brodie I., Vancil B. The Nature of the Emitting Surface of Scandate Cathodes // Proc. IEEE Int. Vacuum Electronics Conf., Monterey, CA, United States, 2014, p.p. 53-54.
- Физико-химические свойства окислов: Справочник // Самсонов Г.В., Борисова А.Л., Жидкова Т.Г. и др. - М.: «Металлургия». – 1978. - 472 с.
- Глестон С., Лейдлер К., Эйринг Г. Теория абсолютных скоростей реакций: Пер. с англ. // М.: «Иностранная литература». – 1948. – 584 с.
- Дэвисон С., Левин Дж. Поверхностные (Таммовские) состояния. Пер. с англ. М.: Мир. – 1973. - 232 с.

Влияние микропримесей d-элементов на электронную структуру кристаллитов ВаО в катодах СВЧ приборов

**В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко,*

**Р.Р. Залялиев, Н.Е. Кожевникова*

Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11

**Москва, МИРЭА-Российский технологический университет, пр. Вернадского, 78*

E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

Микропримеси d-элементов - W, Re, Ni, Pd, Os - в кристаллитах ВаО из состава катодов приводят к формированию на поверхности кристаллитов поверхностных состояний донорного типа, которые могут частично компенсировать поверхностные состояния акцепторного типа, обусловленные поверхностными кислородными вакансиями. Это приводит к снижению потенциального барьера на поверхности кристаллитов и к снижению работы выхода катода.

The influence of d-elements in micro-impurities on the BaO crystallites electron structure in the microwave device cathodes. V.I. Kapustin, I.P. Li, A.V. Shumanov, S.O. Moskalenko, R.R. Zaliyev, N.E. Kozhevnikova. Microimpurities of d-elements — W, Re, Ni, Pd, Os — in BaO crystallites from the cathode composition lead to the formation of donor-type surface states on the surface of the crystallites, which can partially compensate for the acceptor-type surface states caused by surface oxygen vacancies. This reduces the potential barrier at the surface of the crystallites and also the work function of the cathode.

Основным эмиссионно-активным компонентом большинства материалов катодов СВЧ приборов являются кристаллиты ВаО, которые формируются в материале на этапе изготовления и термического активирования катода. Эмиссионные свойства чистых кристаллитов ВаО определяются кислородными вакансиями, формирующими на поверхности оксида поверхностные состояния акцепторного типа, которые приводят к искривлению энергетических зон у поверхности оксида вверх [1]. При этом в различных типах катодов концентрация вакансий в кристаллитах ВаО после изготовления катода лежит в интервале $2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$ и достигает величины $3 \cdot 10^{26} \text{ м}^{-3}$ после активирования катода [2-3]. В то же время распространенной является концепция, согласно которой на поверхности кристаллитов ВаО

имеет место адсорбция электроположительных атомов (бария, кальция, стронция), формирующих поверхностные состояния донорного типа, что приводит к искривлению энергетических зон оксида вниз [4].

Другим компонентом материалов катодов является металлическая фаза, в качестве которой используют Ni (оксидно-никелевые катоды), W (металлопористые и скандатные катоды), Pd (палладий-бариевые катоды), а также Re или Os, которые используют в качестве пленочных покрытий в некоторых типах катодов, снижающих работу выхода и повышающих долговечность катодов. Традиционно считается [1, 5], что тремя основными функциями металлической фазы катода являются: инициирование разложения карбонатов или алюминатов бария, используемых в качестве компонентов при изготовлении катодов, с выделением кристаллитов BaO; формирование в кристаллитах оптимальной концентрации кислородных вакансий; обеспечение необходимой электропроводности и теплопроводности материала катода.

При формировании электронной структуры многокомпонентных материалов основными факторами, определяющими характер этой структуры, являются валентный, размерный и электронный факторы.

Двойные диаграммы состояния BaO, а также оксидов Ca, Al, Sc, W, Re, Os, Pd, Ni имеют эвтектический характер, в которых отсутствуют области взаимной растворимости оксидов, хотя нулевой взаимной растворимости компонентов не бывает принципиально. И действительно, в работах [2, 6] методами оптической спектроскопии и электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА) было показано влияние микропримесей Ca, Al, Sc, а также синергетический эффект влияния микропримесей Ca и Sr (микропримесей s и p-элементов) на электронную структуру кристаллитов BaO, а также на возможное появление пространственного упорядочения кислородных вакансий в кристаллитах BaO. Показано влияние микропримесей Ni (валентность +2.1-2.2) и Sc (валентность +3), ионный радиус которых составляет 0.54 и 0.60 от ионного радиуса Ba, на сдвиг валентной зоны кристаллитов BaO и упорядочение кислородных вакансий в объеме кристаллитов. Данные исследования фактически позволили выявить влияние валентного и размерного факторов микропримесей на электронную структуру BaO.

Такие компоненты катодных материалов, как Ni, W, Re, Pd, Os, являются типичными d-элементами с узкой d-зоной, расположенной на расстоянии $E_B = 0.0-6.0$ eV относительно уровня Ферми соответствующего металла, что соизмеримо с шириной запрещенной зоны кристаллитов BaO. Поэтому можно ожидать, что при легировании кристаллитов BaO микропримесями d-элементов может проявиться третий – электронный – фактор влияния микропримесей на электронную структуру кристаллитов BaO.

Образцы материалов получали прессованием таблеток диаметром 7.6 мм и толщиной 1 мм из порошка карбоната бария (средний размер частиц 5 мкм) и порошков Pd, Os, Re (размер частиц 10-20 мкм), W (размер частиц 2-5 мкм), наноразмерного порошка Ni (средний размер частиц 80 нм), порошка Ni (размер частиц 10-20 мкм) с последующим спеканием в вакууме при температуре 1200 °C в течение 2 ч. В результате в материалах формировались кристаллиты BaO, легированные другими компонентами в пределах их максимально возможной растворимости. Электронную структуру валентной зоны образцов исследовали с использованием спектрометра Theta Probe фирмы Thermo Scientific методом ЭСХА, шаг развертки спектров – 0,05 эВ. Обработку результатов проводили с использованием методик, описанных в работе [2].

На рис. 1а приведена структура валентной зоны образца материала на основе карбоната бария, содержащего 10% нанопорошка Ni.

Пик 1 относится собственно к валентной зоне BaO, пик 2 – зона проводимости частиц порошка Ni. Так как плотность состояний у края валентной зоны оксида приближенно равна

$$N_V(E) \propto \sqrt{|E_{VS} - E|} \quad , \quad (1)$$

где E_{VS} – положение верха валентной зоны на поверхности оксида, то на рис. 2b приведен спектр в координатах «энергия связи – квадрат интенсивности». Прямая, проведенная у правого края пика 1, позволяет определить величину E_{VS} .

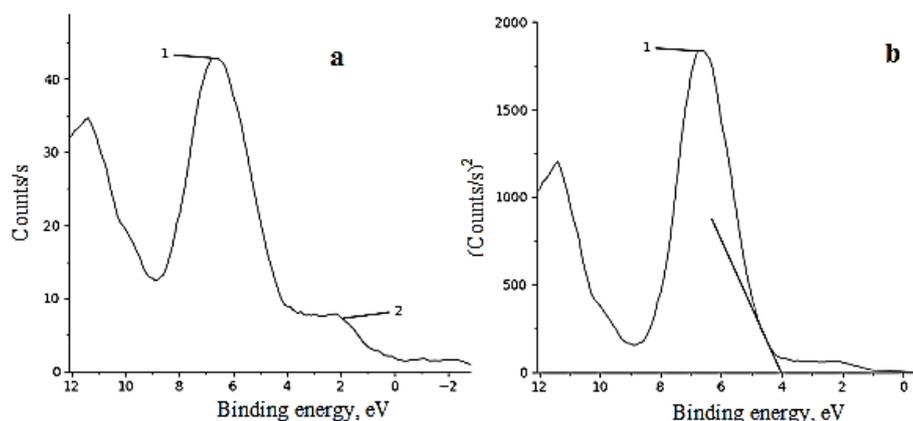


Рис. 1. Структура валентной зоны образца BaO + 10%Ni (нанопорошок).

На рис. 2а, 2б и 2с соответственно приведены структуры края валентной зоны BaO, содержащего микропримеси Os, Pd, Re в координатах «энергия связи – квадрат интенсивности», позволяющие определить параметр E_{VS} для BaO с указанными микропримесями.

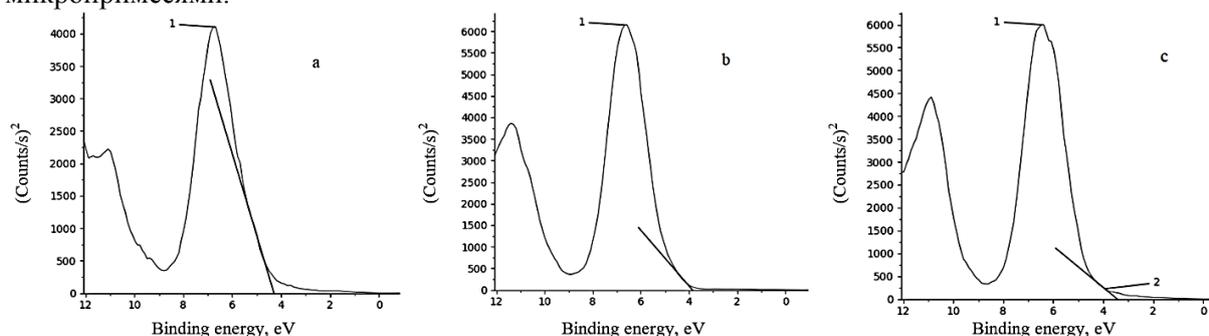


Рис. 2. Структура края валентной зоны BaO в координатах «энергия связи – квадрат интенсивности» с микропримесями Os (a), Pd (b) и Re (c).

В таблице 1 приведены значения величины $(E_F - E_{VS})$ для BaO, легированного микропримесями при спекании порошка карбоната бария с порошками Os, Pd, Re (10-20 мкм), нанопорошком Ni (80 нм).

В таблице приведены также параметры легирующих элементов – число d-электронов в атомах, энергия связи d-электронов E_B в чистых металлах, максимальная валентность элемента, ионный радиус элемента R_i относительно ионного радиуса бария R_{Ba} . Для сравнения в таблице приведены также указанные параметры для образцов, полученных спеканием с порошком W (2-5 мкм), порошком Ni (10-20 мкм), порошком карбоната кальция (5 мкм), взятые из [2,6].

Таблица 1. Положение края валентной зоны относительно уровня Ферми оксида бария, легированного микропримесями d-элементов.

Параметр	Чистый BaO	Легированные элементы						
		Ca	W	Re	Ni	Pd	Os	
Размер частиц порошка	5 мкм	5 мкм	2-5 мкм	10-20 мкм	10-20 мкм	80 нм	10-20 мкм	10-20 мкм
Число d-электронов	-	-	4	5	8	10	6	
E_B, eV , в металле	-	-	6.0	4.0	4.0	1.0	0.0	
Максимальная валентность	+2	+2	+6	+7	+2.1-2.2	+4	+8	
R_i/R_{Ba}	1.0	0.76	0.48	0.38	0.54	0.47	0.48	
$(E_F - E_{VS}), eV$	2.70	2.75	3.05	3.45	3.18	4.03	4.30	
Направление искривления зон у поверхности	Вверх			Нет		Вверх	Вниз	

На рис. 3 приведена модель электронной структуры оксида бария, содержащего кислородные вакансии и микропримеси d-элементов.

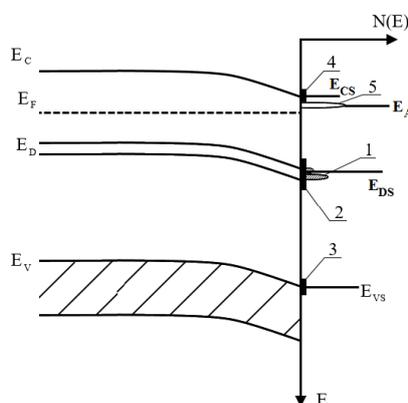


Рис. 3. Модель электронной структуры оксида бария, содержащего кислородные вакансии и микропримеси d-элементов.

На рисунке обозначено: E_C , E_D , E_V – положение низа зоны проводимости, уровня кислородных вакансий и верха валентной зоны в объеме; E_F – уровень Ферми; 1 – плотность состояний уровня вакансий в объеме, который расщепляется на две подзоны из-за их неупорядоченного расположения в кристаллитах [6]; 2 – плотность акцепторных состояний на поверхности, обусловленная поверхностными кислородными вакансиями; 3 и 4 – плотность собственных поверхностных состояний оксида; 5 – плотность донорных поверхностных состояний, обусловленных микропримесью d-элементов на поверхности; E_{CS} , E_{VS} , E_{DS} , E_A – положение уровней и состояний на поверхности. Отметим, что $E_B \neq E_A$, но, очевидно, $E_A \propto E_B$.

Величина работы выхода оксида с широкой запрещенной зоной ϕ равна

$$\phi = \chi + \psi + V, \quad (2)$$

где $\chi = 0,80$ эВ- электронное сродство BaO, $V = (E_C - E_{CS})$ – величина искривления зон у поверхности оксида, ψ – внутренняя работа выхода, равная

$$\psi = \frac{\Delta E_g}{2} + kT \ln \left[\frac{2(2\pi m^* kT)^{3/2}}{N_D h^3} \right]^{1/2}. \quad (3)$$

В соотношении (3) h - постоянная Планка, m^* - эффективная масса электрона, T – температура, k – постоянная Больцмана, $\Delta E_g = (E_C - E_D)$, N_D – концентрация кислородных вакансий в объеме оксида. Так как ширина запрещенной зоны оксида бария равна $(E_C - E_V) = 4.71$ эВ [2], то при концентрации вакансий $N_D = 2 \cdot 6 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$, то есть после изготовления катода, но до его активирования, и при комнатной температуре $T=300$ К величина

$$(E_F - E_V) = (E_C - E_V) - \psi = 4.03 \text{ эВ} \quad (4)$$

в объеме оксида в соответствии с выражением (3). С учетом величины ($E_F - E_{VS}$), приведенной в таблице 1 для различных легирующих примесей, для некоторых микропримесей в ВаО при комнатной температуре имеет место изгиб зон у поверхности вверх, а для некоторых микропримесей – изгиб зон вниз, как указано в таблице 1. Отметим, что с ростом концентрации кислородных вакансий, то есть при активировании катода, и с ростом температуры величина ψ в соответствии с (3) уменьшается, а величина ($E_F - E_V$) растет.

Полученные экспериментальные результаты с учетом таблицы 1 и модели рис. 3 позволяют сформулировать следующий механизм влияния микропримесей d-элементов на электронную структуру кристаллитов ВаО из состава катодов СВЧ приборов:

1. Кислородные вакансии в чистом ВаО формируют на поверхности кристаллитов ВаО поверхностные состояния акцепторного типа, которые приводят к изгибу электронных зон у поверхности оксида вверх.

2. Микропримеси d-элементов в кристаллитах оксида бария, валентность которых больше +2, формируют на поверхности кристаллитов ВаО поверхностные состояния донорного типа. В зависимости от положения энергии этих донорных состояний относительно положения акцепторных состояний кислородных вакансий, а также от величины поверхностной плотности d-элементов и величины поверхностной плотности кислородных вакансий, акцепторные поверхностные состояния могут заполняться электронами с указанных поверхностных донорных состояний, а не с состояний в объеме оксида. Это может привести к изменению величины и знака поверхностного заряда оксида, то есть к изменению величины и направления искривления зон у поверхности оксида, то есть к уменьшению его работы выхода. Данный эффект особенно наглядно проявляется при легировании кристаллитов оксида бария осмием.

3. Использование нанопорошка d-элемента для легирования кристаллитов оксида бария позволяет эффективно повысить поверхностную плотность d-элементов в кристаллитах ВаО.

Литература

1. Капустин В.И. // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5–17.
2. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Ю.Ю. Лебединский, А.В. Заблоцкий // ЖТФ. 2017. Том 87, вып. 1. С. 105-115.
3. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Москаленко С.О., Буш А.А., Лебединский Ю.Ю. // ЖТФ. 2019. Том 89, вып. 5. С. 771-780.
4. Свешников В.К., Базаркин А.Ф. // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника. 2014. Вып. 1(520), С. 70-75.
5. Дюбуа Б.Ч., Королев А.Н. // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника. 2011. Вып. 1(509). С. 5-25.
6. Капустин В.И., Ли И.П., Петров В.С., Леденцова Н.Е., Турбина А.В. // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника. 2016. Вып. 1(528). С. 8-18.

Теория эмиссионных свойств Pd-Va катодов

**В.И. Капустин, И.П. Ли, С.О. Москаленко, А.В. Шуманов*
Москва, АО «Плутон», ул. Нижняя Сыромятническая, 11

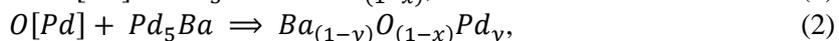
**Москва, МИРЭА-Российский технологический университет, пр. Вернадского, 78*
E-mail: ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

На основе модели Дайона проведен расчет зависимости коэффициента вторичной электронной эмиссии ВаО от температуры и концентрации кислородных вакансий. Показано, что эмиссионные свойства Pd-Va катода зависят от эмиссионных свойств кристаллитов ВаО и от относительной площади поверхности катода, занятой кристаллитами. Построены теоретические номограммы, связывающие величину работы выхода и коэффициента вторичной электронной эмиссии Pd-Va катода, при этом параметрами номограмм являются температура, концентрация кислородных вакансий в кристаллитах ВаО и относительная площадь поверхности катода, занятая кристаллитами.

The theory of the Pd-Va cathode emission properties. V.I.Kapustin, I.P.Li, S.O.Moskalenko, A.V.Shumanov. Based on the Dion model, the dependence of the secondary electron emission coefficient ВаО on temperature and the concentration of oxygen vacancies is calculated. It is shown that the emission properties of the Pd-Va cathode depend on the emission properties of ВаО crystallites and on the relative surface area of the cathode occupied by crystallites. Theoretical nomograms were constructed that relate the magnitude of the work function and the secondary electron emission coefficient of the Pd-Va cathode, while the parameters of the nomograms are the temperature, the concentration of oxygen vacancies in ВаО crystallites, and the relative surface area of the cathode occupied by crystallites.

Палладий-бариевые катоды нашли широкое применение в магнетронных усилителях и генераторах СВЧ диапазона длин волн [1]. Рабочая температура катода составляет 300-700 °С. Pd-Va катоды получают прессованием композиции из порошка Pd и порошка интерметаллида Pd₅Va с содержанием интерметаллида 1,5-5,0 %. Интерметаллид Pd₅Va получают электродуговой переплавкой Ва и Pd в среде аргона с избытком Pd в количестве 5-8 % по отношению к стехиометрии соединения. Избыточный Pd после переплавки характеризуется повышенным содержанием кислорода по сравнению с исходным Pd. Величина измеряемого максимального коэффициента вторичной электронной эмиссии (КВЭЭ) σ_m материала катода составляет 2,45-2,85, а величина измеряемой работы выхода ϕ – 2,30-2,70 eV [1]. Целью данной работы является разработка теории Pd-Va катодных материалов, описывающей соотношение между значениями параметров σ_m и ϕ материалов в зависимости от температуры и степени активирования катодов.

В литературе распространенными являются представления о «пленочном» механизме работы Pd-Va катода [2-3], согласно которым на поверхности катода формируется монослойная пленка Ва, которая снижает потенциальный барьер на поверхности материала, снижая величину ϕ и увеличивая величину σ_m . Однако в работе [4] было экспериментально показано, что при активировании Pd-Va катода на его поверхности формируются два типа нанокристаллитов ВаО, определяющих эмиссионные свойства такого материала, первый из которых – нанокристаллиты $VaO_{(1-x)}$, второй – нанокристаллиты $Va_{(1-y)}O_{(1-x)}Pd_y$, по реакциям



где O[Pd] – кислород, растворенный в кристаллитах палладия после его переплавки, x отклонение от стехиометрии кристаллитов ВаО за счет формирования в них кислородных вакансий, y – отклонение от стехиометрии ВаО за счет растворенных в них микропримесей Pd. При этом в кристаллитах первого и второго типа кислородные вакансии определяют их эмиссионные свойства, а в кристаллитах второго типа микропримеси Pd дополнительно

упорядочивают пространственное распределение кислородных вакансий. По данным работы [3], объемная N_D и поверхностная N_S концентрации кислородных вакансий в кристаллитах первого и второго типа практически совпадают, и лежит в интервале $N_D=1,8-1,9 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$, $N_S=1,6-1,7 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$.

В соответствии с физикохимией эмиссионных свойств сплавов [5], величина КВЭЭ Pd_5Ba должна лежать в интервале $\sigma_m = 1,55-1,65$, так как $\sigma_m(\text{Ba}) = 0,9$ и $\sigma_m(\text{Pd}) = 1,70$. Так как площадь катода, занятая кристаллитами интерметаллида, мала, а его КВЭЭ мало отличается от КВЭЭ палладия, то КВЭЭ Pd-Ba катода определяется величиной КВЭЭ Pd и кристаллитов BaO , сформировавшихся в процессе активирования катода, и приближенно равен

$$\sigma_m = \left[1 - \frac{a^2}{(a+D)^2} \right] \sigma_m(\text{Pd}) + \left[\frac{a^2}{(a+D)^2} \right] \sigma_m(\text{BaO}). \quad (3)$$

Величина работы выхода палладия равна 4,8 эВ, работа выхода бария составляет 2,7 эВ. В соответствии с физикохимией эмиссионных свойств сплавов [5], величина работы выхода интерметаллида Pd_5Ba должна лежать в интервале 4,5-4,6 эВ. Поэтому измеряемая величина работы выхода ϕ палладий-бариевого катода может быть представлена соотношением

$$\phi = \phi_0 + kT \ln \left[\frac{(a+D)^2}{a^2} \right], \quad (4)$$

где ϕ_0 – истинное значение работы выхода кристаллитов оксида бария.

Таким образом, значения эмиссионных параметров σ_m и ϕ палладий-бариевого катода будут определяться температурой катода, а также параметрами a (средний размер кристаллитов BaO), D (среднее расстояние между кристаллитами BaO) и x .

Величину максимального КВЭЭ оксида σ_m в соответствии с известной моделью Дайона [6-7] можно представить в виде

$$\sigma_m = \frac{B}{\xi} \left(\frac{C\rho n}{\alpha} \right)^{1/n} (\alpha l)^{(1-n)/n} (1 - e^{-\alpha l}), \quad (5)$$

где B – вероятность выхода вторичных электронов, ξ – средняя энергия возбужденных вторичных электронов, обеспечивающая его выход в вакуум, l – глубина проникновения первичных электронов в твердое тело, $\lambda = 1/\alpha$ – длина свободного пробега вторичных электронов до их выхода в вакуум, ρ – плотность вещества, C – постоянная Виддингтона, $n = 1,35$ – константа, входящая в выражение для потерь энергии первичными электронами при их торможении в твердом теле

$$\frac{dE}{dx} = - \frac{C\rho}{E^{(n-1)}}. \quad (6)$$

Так как КВЭЭ достигает своего максимального значения при $\lambda \cong l$, то из (5) и с учетом выражения для глубины l проникновения первичных электронов с энергией E_p [6]

$$l = \frac{E_p^n}{nC\rho} \quad (7)$$

следуют выражения для величины максимального КВЭЭ материала и энергии первичных электронов E_{pm} , при которой достигается максимальный КВЭЭ

$$\sigma_m = \frac{B}{\xi} \left(\frac{C\rho}{\alpha} \right)^{1/n}, \quad E_{pm} = \left(\frac{C\rho}{\alpha} \right)^{1/n}. \quad (8)$$

В выражении (5) величина B зависит от температуры и концентрации кислородных вакансий, а величины χ и α – от указанных параметров и от характера зонной структуры оксида, - ширины запрещенной зоны оксида и электронной концентрации в валентной зоне.

В первом приближении для оксидов, являющихся диэлектриками с широкой запрещенной зоной, величина ξ при отсутствии в оксиде кислородных вакансий приближенно имеет вид

$$\xi = E_g + \chi, \quad (9)$$

а при наличии в нем кислородных вакансий - вид

$$\xi = E_g + \chi + V, \quad (10)$$

где E_g – ширина запрещенной зоны оксида, χ – величина электронного сродства оксида, V – величина искривления энергетических зон вблизи поверхности оксида.

Энергетическое распределение возбужденных вторичных электронов в твердом теле подчиняется обратному степенному закону $S(E) \propto E^{-m}$, при этом $m \cong 2$ [6]. Так как вероятность выхода вторичных электронов пропорциональна интегралу от $S(E)$ для интервала

энергий выше потенциального барьера на границе твердого тела, то приближенно можно положить

$$B \sim \frac{1}{(\chi + \nu)} \quad (11)$$

Длина свободного пробега вторичных электронов λ до их выхода в вакуум может быть представлена выражением

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{1}{\lambda_0} + \frac{1}{\lambda_T} + \frac{1}{\lambda_D} \quad (12)$$

где λ_0 – длина свободного пробега относительно рассеяния на электронах оксида, прежде всего на электронах валентной зоны, λ_T – длина свободного пробега относительно рассеяния на фононах, λ_D – длина свободного пробега относительно рассеяния на ионизированных кислородных вакансиях.

В соответствии с [8], величину λ_T для оксидов можно записать в виде

$$\lambda_T = \frac{\beta}{(2n_\nu + 1)^{1/2}} \quad (13)$$

где величина n_ν и температура Дебая T_D равны

$$n_\nu = \exp\left(\frac{h\nu}{kT}\right) - 1; \quad \frac{h\nu}{k} = T_D \quad (14)$$

В соответствии с [9], величину λ_D можно представить в виде

$$\lambda_D = \frac{4}{\pi N_{D+}^{1/3}} \quad (15)$$

где N_{D+} – концентрация термически ионизированных вакансий, равная

$$N_{D+} = \sqrt{\frac{N_C N_D}{2}} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E_g}{2kT}\right); \quad N_C = 2 \cdot \left(\frac{mkT}{2\pi\hbar^2}\right)^{3/2} \quad (16)$$

где ΔE_g – «глубина» донорного уровня кислородных вакансий относительно дна зоны проводимости, равная для оксида бария 1,80 эВ.

Величина искривления энергетических зон у поверхности оксида, обусловленная локализованным на поверхности оксида зарядом поверхностных кислородных вакансий, может быть определена по уравнениям, предложенным в [9].

Для определения зависимости КВЭЭ ВаО от температуры и концентрации кислородных вакансий значения параметров β , λ_0 , входящих в выражения (12) и (13), были определены из сопоставления электронной структуры ВаО и MgO с учетом известных зависимостей КВЭЭ MgO от температуры, зависимости длины свободного пробега электронов в MgO от энергии, зависимости КВЭЭ от ширины запрещенной зоны ионных кристаллов [8].

На рис. 1 приведены расчетные зависимости величины КВЭЭ оксида бария от концентрации кислородных вакансий. Кривые соответствуют следующим значениям температуры: 1 – 300 К, 2 – 400 К, 3 – 500 К, 4 – 600 К, 5 – 700 К, 6 – 800 К, 7 – 900 К, 8 – 1000 К, 9 – 1100 К.

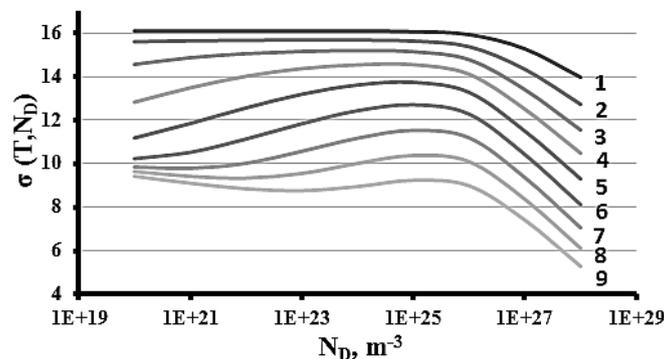


Рис. 1. Расчетные зависимости КВЭЭ ВаО от концентрации вакансий.

Кристаллиты оксида бария, формирующиеся в палладий-бариевом катоде, должны обладать определенным сочетанием параметров σ_m и истинного значения величины работы выхода ϕ_0 . На рис. 2 приведены расчетные номограммы соотношения между истинной работой выхода оксида бария ϕ_0 и величиной максимального КВЭЭ σ_m при фиксированных значениях температуры, но при изменении в оксиде бария концентрации кислородных вакансий. На рис. 2

расчетные кривые соответствуют температуре: 1 – 300 К, 2 – 400 К, 3 – 500 К, 4 – 600 К, 5 – 700 К, 6 – 800 К, 7 – 900 К, 8 – 1000 К, 9 – 1100 К. Расчетной точке А (правые окончания кривых) на каждой кривой соответствует концентрация вакансий $1 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-3}$, расчетной точке В (левые нижние окончания кривых) – концентрация вакансий $1 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, при этом расчетные точки на кривых отстоят на порядок величины концентрации вакансий.

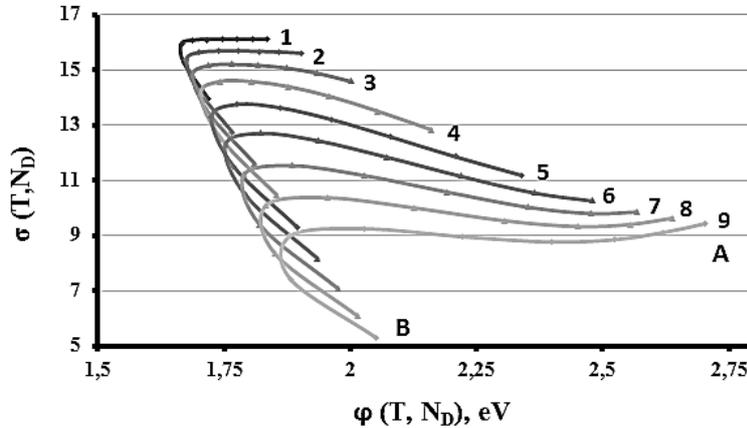


Рис. 2. Расчетные номограммы соотношения σ_m и ϕ_0 для ВаО.

Как видно на рис. 2, в зависимости от температуры и концентрации кислородных вакансий, соотношение работы выхода и максимального КВЭЭ оксида бария меняется сложным образом. В интервале температур 600-900 К с ростом концентрации кислородных вакансий работа выхода оксида бария значительно уменьшается, при этом имеет место и рост величины КВЭЭ. При температуре ниже 600 К и выше 900 К при уменьшении работы выхода величина КВЭЭ меняется незначительно. При высокой концентрации кислородных вакансий во всем интервале температур с ростом концентрации вакансий работа выхода изменяется незначительно, при этом сильно уменьшается величина КВЭЭ.

В соответствии с выражениями (3) и (4), измеряемые значения σ_m и ϕ палладий-бариевого катода сильно зависят от относительной площади поверхности катода, занятой кристаллитами оксида бария, формирующимися в соответствии с реакциями (1) и (2). На рис. 3 приведены расчетные номограммы соотношения между измеряемой ϕ и σ_m при фиксированных значениях температуры, но при изменении в оксиде бария концентрации кислородных вакансий, при условии, что кристаллиты оксида бария занимают 10% площади поверхности катода, а на рис. 4 – номограммы при условии, что кристаллиты оксида бария занимают 5% площади поверхности катода.

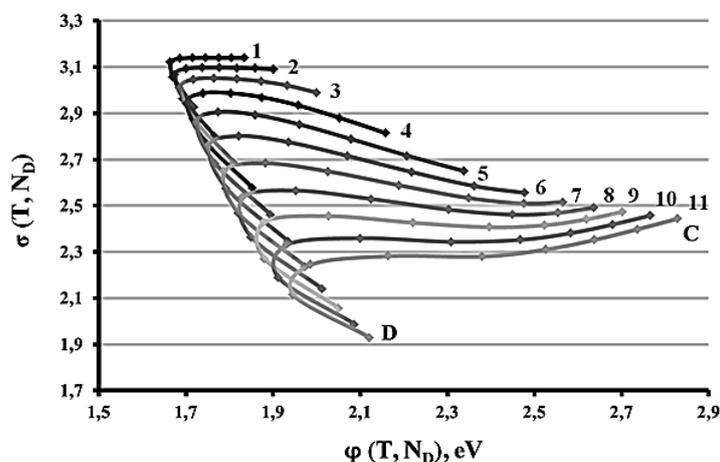


Рис. 3. Номограммы соотношений σ_m и ϕ Pd-Ва катода от концентрации кислородных вакансий и температуры при площади поверхности ВаО, равной 10%.

На рис. 3 и рис. 4 расчетные кривые соответствуют температуре: 1 – 300 К, 2 – 400 К, 3 – 500 К, 4 – 600 К, 5 – 700 К, 6 – 800 К, 7 – 900 К, 8 – 1000 К, 9 – 1100 К. Расчетной точке С (правые окончания кривых) на каждой кривой соответствует концентрация вакансий $1 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-3}$, расчетной точке D (левые нижние окончания кривых) – концентрация вакансий $1 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, при этом расчетные точки на кривых отстоят на порядок величины концентрации вакансий.

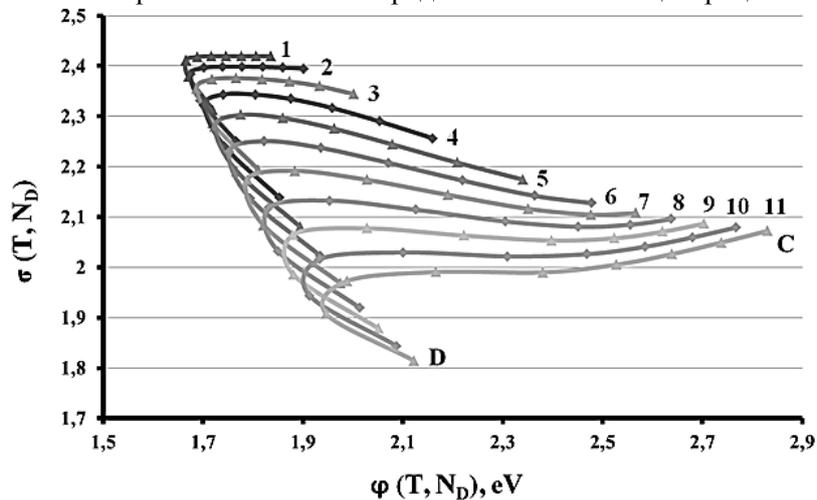


Рис. 4. Номограммы соотношений σ_m и ϕ Pd-Ва катода от концентрации кислородных вакансий и температуры при площади поверхности ВаО, равной 5%.

По результатам расчетов можно сделать следующие заключения:

1. Вторично-эмиссионные и термоэмиссионные свойства Pd-Ва катодов определяются кристаллитами ВаО, содержащими кислородные вакансии, которые формируются на поверхности материала в процессе активирования катода прогревом в вакууме. При этом расчетные значения величины КВЭЭ и работы выхода кристаллитов ВаО в зависимости от температуры и концентрации кислородных вакансий в ВаО лежат в интервале $\sigma_m=5-16$, $\phi=1,65-2,75$ эВ.

2. Измеряемые эмиссионные параметры Pd-Ва катода в электровакуумном СВЧ приборе магнетронного типа будут определяться их значениями для кристаллитов ВаО, сформированными на этапе активирования катода, а также величиной относительной площади поверхности катода, занятой кристаллитами ВаО, и могут лежать в интервале $\sigma_m=1,8-3,1$, $\phi=1,7-2,9$ эВ.

3. В процессе работы импульсного СВЧ прибора магнетронного типа с палладий-бариевым катодом эмиссионные параметры такого катода могут существенно изменяться в результате действия нескольких факторов, основными из которых являются обратная электронная бомбардировка поверхности катода и электрическое поле у поверхности катода, при этом, в зависимости от соотношения мощности электронной бомбардировки, величины электрического поля и температуры, величины КВЭЭ и работы выхода могут как уменьшаться, так и увеличиваться, при этом не синхронно.

Литература

1. Ли И.П. Наноструктуры в палладий - бариевых катодах СВЧ приборов // Электроника. Наука. Технологии. Бизнес. 2018. № 5. С. 144-151.
2. Дюбуа Б.Ч., Поливникова О.В. О некоторых особенностях и проблемах современных эффективных катодов // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2013. Вып. 4(519). С. 187-190.
3. Дюбуа Б.Ч., Королев А.Н. Современные эффективные катоды (К истории их создания на ФГУП «НПП «Исток») // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2011. Вып. 1(509). С. 5-25.
4. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Москаленко С.О. Физический механизм работы палладий-бариевых катодов СВЧ-приборов // ЖТФ. 2019. Том.89. Вып. 5. С. 771-780.

5. Савицкий Е.М., Буров И.В., Пирогова С.В., Литвак Л.Н. Электрические и эмиссионные свойства сплавов. - М.: «Наука». 1978. 294 с.
6. Dionne G. The model of secondary electron emission // J. Appl. Phys. 1973, v. 44. p.5361-5365.
7. Dionne G. Origin of secondary - electron emission yield curve parameters // J. Appl. Phys. 1975, v. 46. P. 3347-3351.
8. Бронштейн И.М., Фрайман Б.С. Вторичная электронная эмиссия. М.: «Наука». 1969. 408 с.
9. Капустин В.И. Физико-химические основы создания многокомпонентных оксидосодержащих катодных материалов // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5 – 17.

Определение температуры катодно-подогревательных узлов в составе электронных вакуумных приборов и электронно-лучевого технологического оборудования

С.В. Королев

*Москва, ФГУП РФЯЦ ВНИИТФ им. Забабахина Е.И. филиал ВЭИ. Красноказарменная 12,
E-mail:svulm@list.ru*

Рассматривается бесконтактный метод измерения температуры катодов в составе приборов. Метод связан с определением спектра распределения эмиссионной неоднородности и измерением его смещения по шкале работы выхода при изменении температуры по сравнению с исходной.

Determination of temperature of cathode-heating units as a part of electronic vacuum devices and electron-beam processing equipment. S.V. Korolev. A non-contact method for measuring the temperature of the cathodes in the composition of devices is considered. The method is associated with the determination of the spectrum of the distribution of emission in homogeneity and the measurement of its displacement on the scale of the work function when the temperature changes compared to the original.

В последние годы область применения электронных пушек типа Пирса, становится все шире и шире, в особенности в качестве источника нагрева для устройств в составе линий осаждения из паровой фазы оксида металлов, таких как MgO и SiO₂, для напыления которых требуется долговременная стабильность параметров в течение более 300 часов.

Анализ причины нестабильности работы пушек Пирса, приводящий к дефокусировке электронного луча и в ряде случаев к выходу из строя электронных пушек [1], показывает, что эта нестабильность часто связана с нестабильностью температуры источника электронов.

Указанная выше проблема в [1] решается с помощью измерения температуры внутри электронной пушки и управление электронной пушкой типа Пирса в соответствии с измеренной температурой. Благодаря контролю температуры внутри электронной пушки и управлению электронным лучом в соответствии с температурой катода, удалось [1] существенно повысить продолжительность стабильной работы пушки, что в свою очередь позволило повысить производительность в четыре раза, предотвратить повреждение электронной пушки, а так же заблаговременно предотвращать дефекты продукта.

Традиционный способ измерения температуры катода с помощью пирометров не приемлем для устройств с непрозрачной оболочкой или в приборах с прозрачной оболочкой, но при наличии экранировки катода элементами конструкции.

Известен способ, позволяющий получить сведения о температуре катодов из ВАХ [3] ЭВП. Сущность этого способа заключается в том, что с помощью источника тока между анодом и катодом создается разность потенциалов, необходимая для работы датчика в режиме насыщения. Измерительная аппаратура позволяет измерить величину тока эмиссии в цепи

датчика и по его величине определить локальную температуру поверхности эмитирующего термокатода. Вольтамперная характеристика (ВАХ) устройства имеет начальный, линейный участки и участок насыщения. В режиме контроля температуры используется линейный участок насыщения ВАХ. Температура определяется по величине эмиссионного тока, регистрируемого измерительной аппаратурой в режиме насыщения, в соответствии с известной зависимостью:

$$I = AT^2 \cdot e^{-\frac{e\phi}{kT}}$$

Температура определяется в результате решения трансцендентного уравнения

$$\ln \frac{I}{A} = 2 \ln T - \frac{e\phi}{kT}$$

где A - константа, зависящая от свойств материала катода и электронно-оптической системы;
 T - измеряемая температура, в K ;

$e\phi$ - работа выхода, эВ;

k - постоянная Больцмана.

Следует обратить внимание на зависимость температуры от величины константы A и работы выхода $e\phi$.

Автор не дает рекомендации по определению константы A для геометрии реальных электронных приборов, и путает понятие работы выхода и эффективной работы выхода. Если первую величину работы выхода можно найти в справочниках [4], то методика определения эффективной работы выхода для реальных приборов не имеет строгого физического обоснования. Более того, эта величина зависит от эмиссионной неоднородности, не известна в предлагаемом решении и может изменяться в течение времени, внося неопределенность и ошибку в измерение температуры.

В отличие от известного решения для определения отклонения температуры от исходного значения:

зарегистрировать исходную вольтамперную характеристику на участке от режима пространственного заряда, до режима насыщения.

$$I(u) = \int_0^{\infty} K(u, \phi) \cdot f(\phi) d\phi$$

Где $K(u, \phi)$ -ядро интегрального уравнения, характеризующее электронно-оптическую систему устройства;

$f(\phi)$ -функция распределения работы выхода (спектр распределения работы выхода)– дифференциальный закон распределения работы выхода.

Учитывая, что

$$I(u) = \int_0^{\infty} K(u, \phi) \cdot \delta(\phi - \phi_0) d\phi \rightarrow I(u) = K(u, \phi_0)$$

$$\begin{bmatrix} J(u_1) \\ J(u_2) \\ \dots \\ J(u_{n-1}) \\ J(u_n) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} K(u_1, \phi_1) & K(u_1, \phi_2) & \dots & K(u_1, \phi_{k-1}) & K(u_1, \phi_k) \\ K(u_2, \phi_1) & K(u_2, \phi_2) & \dots & K(u_2, \phi_{k-1}) & K(u_2, \phi_k) \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ K(u_{n-1}, \phi_1) & K(u_{n-1}, \phi_2) & \dots & K(u_{n-1}, \phi_{k-1}) & K(u_{n-1}, \phi_k) \\ K(u_n, \phi_1) & K(u_n, \phi_2) & \dots & K(u_n, \phi_{k-1}) & K(u_n, \phi_k) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} f(\phi_1) \\ f(\phi_2) \\ \dots \\ f(\phi_{k-1}) \\ f(\phi_k) \end{bmatrix} \cdot \Delta\phi$$

определить элементы матрицы электронно-оптической системы

Используя ранее полученную информацию о температуре катода и геометрии прибора определить текущий спектр эмиссионной неоднородности, путём минимизации функционал Тихонова:

$$\vartheta = \int_{u_{min}}^{u_{max}} \left[\int_{\phi_{min}}^{\phi_{max}} K_h(u, \phi) \cdot f(\phi) d\phi - j_{\delta}(u) \right]^2 du + \alpha \cdot \int_{\phi_{min}}^{\phi_{max}} \{ [f(\phi)]^2 + [f'(\phi)]^2 \} d\phi$$

где $j_{\delta}(u)$ - экспериментальные значения токоотбора;

$K_h(u, \phi)$ - ядро соответствующее электронно-оптической системе, в которой производится испытание;

$f(\varphi) \geq 0$, $f'(\varphi)$ - искомая функция распределения вместе со своей производной;
 α - параметр регуляризации, определяемый по обобщенной невязке:

$$\rho_{\eta}(\alpha) = \int_{u_{min}}^{u_{max}} \int_{\varphi_{min}}^{\varphi_{max}} [K_h(u, \varphi) \cdot f(\varphi) d\varphi - j_{\delta}(u)]^2 d\varphi du - \left\{ \delta + h \cdot \int_{\varphi_{min}}^{\varphi_{max}} \{[f(\varphi)]^2 + [f'(\varphi)]^2\} d\varphi \right\}^2 = 0$$

В дальнейшем, в ходе эксплуатации электронного устройства, с периодичностью необходимой пользователю, регистрировать вольтамперную характеристику, определять спектр распределения работы выхода, и сравнивать положение спектра с исходным спектром. Величина смещения полученного спектра $\Delta\varphi$. относительного исходного говорит об отклонении температуры на величину $\Delta T = k \cdot \Delta\varphi$. Температура катода $T = T_{исх} + \Delta T$

На рис. 1 приведен априорно заданный спектр, вольт-амперная характеристика для заданного спектра и результат определения спектра эмиссионной неоднородно из вольт-амперной характеристики.

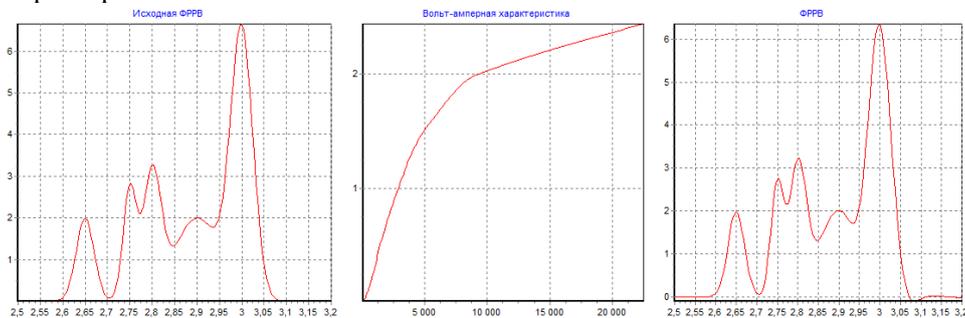


Рис. 1. Исходная функция распределения работы выхода (а), вольтамперная характеристика, построенная по априорной функции распределения (б) и восстановленная из вольтамперной характеристики функция распределения работы выхода.

Из рисунка видно, что используемый алгоритм позволяет адекватно определять спектр эмиссионной неоднородности из результатов эмиссионных испытаний.

На рис. 2 повторно задан тот же спектр распределения работы выхода для той же, как исходная электронно-оптическая система и увеличена на 30° температура катода. По заданному спектру и температуре определялась вольт-амперная характеристика, из которой определялся спектр распределения работы выхода. Так как температура повысилась, то спектр сместился влево на величину порядка 0.05 эВ. То есть для заданной электронно-оптической системы и рабочей температуре катода $\Delta T = 600 \cdot \Delta\varphi$

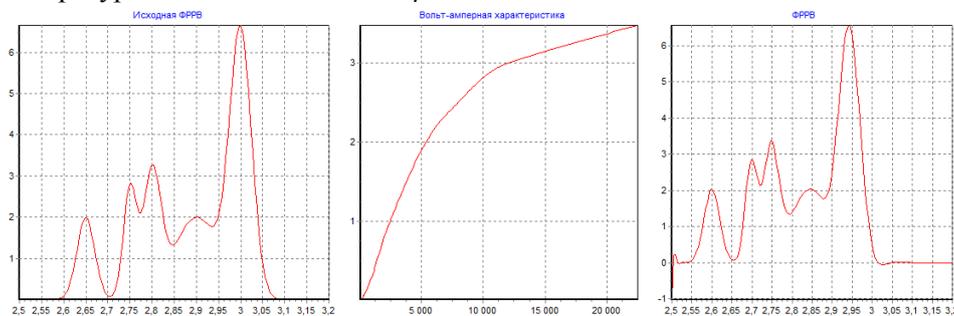


Рис. 2. Исходная функция распределения работы выхода (а), вольтамперная характеристика, построенная по априорной функции распределения (б) и восстановленная из вольтамперной характеристики функция распределения работы выхода. Температура поднялась на 30 градусов.

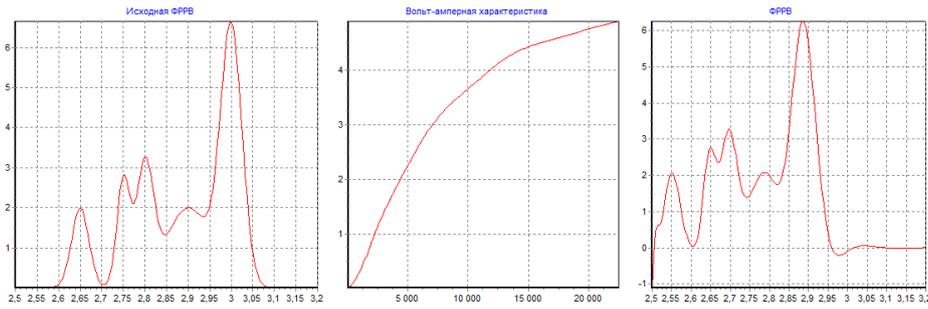


Рис. 3. Исходная функция распределения работы выхода (а), вольтамперная характеристика, построенная по априорной функции распределения (b) и восстановленная из вольтамперной характеристики функция распределения работы выхода. Температура поднялась на 60 градусов.

На рис. 2 температура отличалась от исходной температуры на 30⁰С. На рис.3 температура катода увеличилась на 60⁰С. Как видно из рисунков смещение спектра происходило влево, пропорционально отличию температуры от исходной температуры и удовлетворяет уравнению $\Delta T = 600 \cdot \Delta \varphi$.

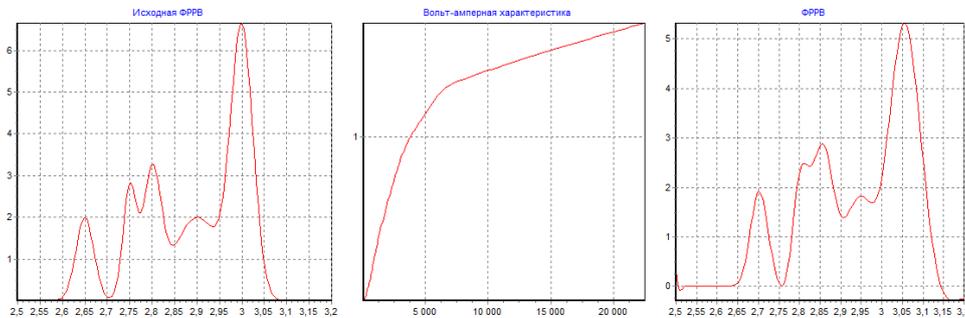


Рис. 4. Исходная функция распределения работы выхода (а), вольтамперная характеристика, построенная по априорной функции распределения (b) и восстановленная из вольтамперной характеристики функция распределения работы выхода. Температура опустилась на 30 градусов.

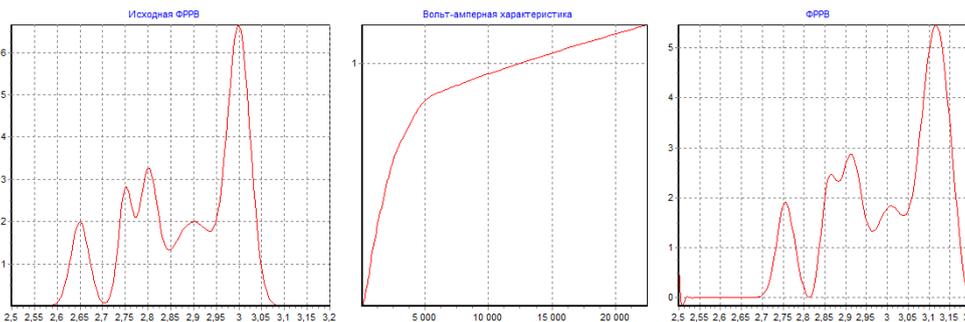


Рис. 5. Исходная функция распределения работы выхода (а), вольтамперная характеристика, построенная по априорной функции распределения (b) и восстановленная из вольтамперной характеристики функция распределения работы выхода. Температура опустилась на 60 градусов.

На рис. 4 температура отличалась от исходной температуры на 30⁰С в сторону уменьшения. На рисунке 5 температура катода уменьшилась по сравнению с исходной температурой на 60⁰С. Как видно из рисунков смещение спектра происходило влево, пропорционально отличию температуры от исходной температуры и удовлетворяет уравнению $\Delta T = 600 \cdot \Delta \varphi$.

Анализ результатов показывает перспективность применения предложенного метода.

Литература

1. Патент RU 2 449 409 ИИДЗИМА Эйити (JP), ШЭНЬ Гуо Хуа (JP), САТАКЕ Тохру (JP) Способ управления фокусировки электронного луча электронной пушки типа Пирса и управляющее устройство для нее. Опубликовано: 27.04.2012 Бюл. № 12.
2. Кудинцена Г.А. и др, Термоэлектронные катоды. М.-Л., Энергия . 1966, с. 27.
3. Козлов Л.Я., Фохтин А.Г., Фохтин В.Г., Карегин А.С., Левин М.Н. Патент РФ 2111462. Измеритель температуры. Патентообладатель Ракетно-космическая корпорация "Энергия" им. С.П. Королева. Публикация патента: 20.05.1998 .
4. Лингарт Ю.К., Шур Д.Л. Патент РФ 2030718 устройство для измерения температуры. публикация патента: 10.03.1995
5. В.С. Фоменко. Эмиссионные свойства материалов. Справочник. Киев. Наукова Думка. 1981. Стр. 338.
6. А.Н. Тихонов, В.В. Арсенин. Методы решения некорректных задач. М.: Наука, 1979 г., 288 с.

Методика косвенной оценки вакуумного состояния отпаянных электровакуумных приборов

*П.О. Предтеченский, *Л.Л. Колесник*
*Москва, АО «Плутон», *МГТУ им.Н.Э.Баумана*
Нижняя Сыромятническая ул., 11, корп. 1
e-mail: po.pred@yandex.ru

В статье описана методика оценки вакуума в электровакуумном приборе после его отпайки. Описана теоретическая основа метода упругих столкновений, а также приведены экспериментальные данные по оценке вакуума в приборе на примере типового магнетрона.

Method of indirect estimation of the vacuum state of sealed electrovacuum devices. P.O.Predtechenskiy, L.L.Kolesnik. The methodology for estimating vacuum in an electrovacuum device after its sealing is described. The theoretical basis of the elastic collision method is presented, as well as experimental data are given for estimating the vacuum in the device using the example of a typical magnetron.

На данный момент существует несколько методик по оценке вакуумного состояния в отпаянных приборах, но ни одна из них не применяется для контроля приборов после их изготовления, что обусловлено низкой степенью их проработанности. Единственным широко используемым способом измерения вакуума в отпаянных приборах является встраивание в прибор миниатюрного магниторазрядного насоса. Разработка методики оценки вакуумного состояния отпаянных электровакуумных приборов позволяет определить значение давления в приборе после его откачки и заварки. Это позволит повысить надежность поставляемых изделий, а также позволит контролировать вакуум в изделии в процессе длительного хранения прибора и во время его эксплуатации.

Теоретическая основа

В основу метода положено упругое рассеяние электронов на молекулах остаточных газов при движении электронов в скрещенных электрическом и магнитном полях. На рис. 1

приведены схематическое изображение электровакуумного прибора и проекция траектории электронов в межэлектродном промежутке на плоскость, перпендикулярную оси прибора.

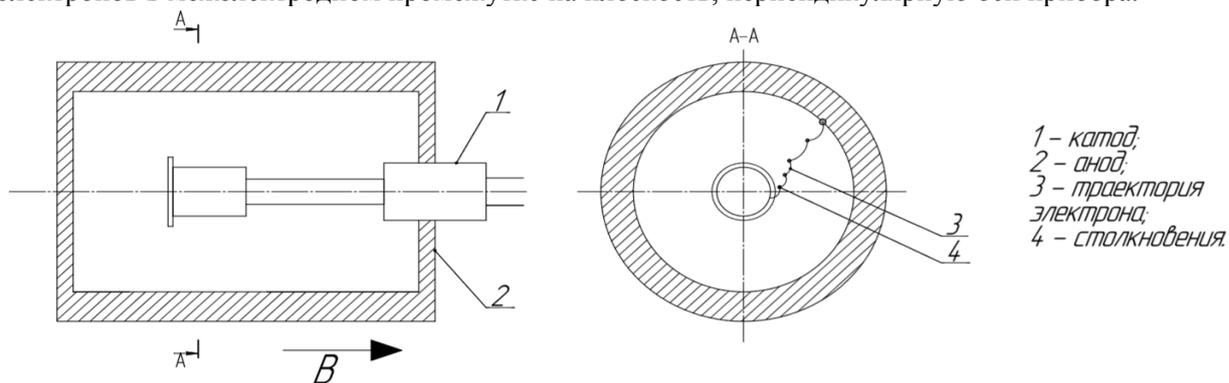


Рис. 1. Схематическое изображение прибора и проекция возможной траектории электрона.

Коаксиальная конструкция прибора позволяет обеспечивать в межэлектродном промежутке взаимно перпендикулярное радиальное электрическое и осевое магнитное поле. В таких условиях эмитируемый электрон движется вокруг катода по эпициклоиде. При упругом столкновении с молекулами остаточных газов электрон может переместиться ближе к аноду и при последующих столкновениях достичь его, вызывая анодный ток. Чем выше давление внутри прибора, тем больше столкновений между электронами и молекулами, а, следовательно, и величина анодного тока.

В данном методе существует ряд условий для его использования. Во-первых, с целью уменьшения погрешности, связанной с ионной откачкой, необходимо подбирать величину магнитной индукции и анодного напряжения таким образом, чтобы величина энергии электрона, движущегося по эпициклоиде, не превышала энергию ионизации молекулы остаточного газа. Во-вторых, необходимо обеспечить режим отсечки электронного тока в случаях, когда молекул в электродном промежутке нет. Исходя из параметров исследуемого прибора, величина анодного напряжения, подаваемого при проведении экспериментов, не должен превышать 200 В.

Первоначально необходимо было определить возможность фиксирования тока эмиссии в армированных приборах на имеющемся оборудовании. Измерения проводились на 2 забракованных армированных изделиях с индукцией магнитного поля порядка 420 мТл. Принципиальная схема измерительного стенда представлена на рис. 2.

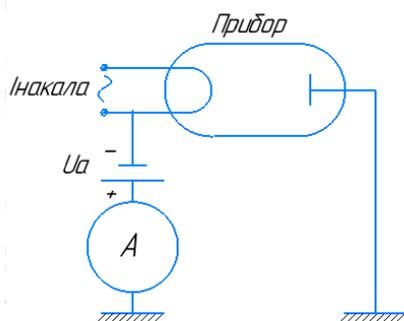


Рис. 2. Принципиальная схема экспериментального стенда.

Результаты экспериментов

Согласно техническим характеристикам прибора, рабочий ток накала изделия №1 составляет 1,85 А. Так как для проведения экспериментов были отобраны забракованные изделия, на некоторые приборы ток накала подавался в диапазоне 0,5 – 3 А, то есть катод

подвергался глубокому перекалу. Ток эмиссии измерялся при анодном токе порядка 50,100 В. Результаты измерений представлены на рис. 3.

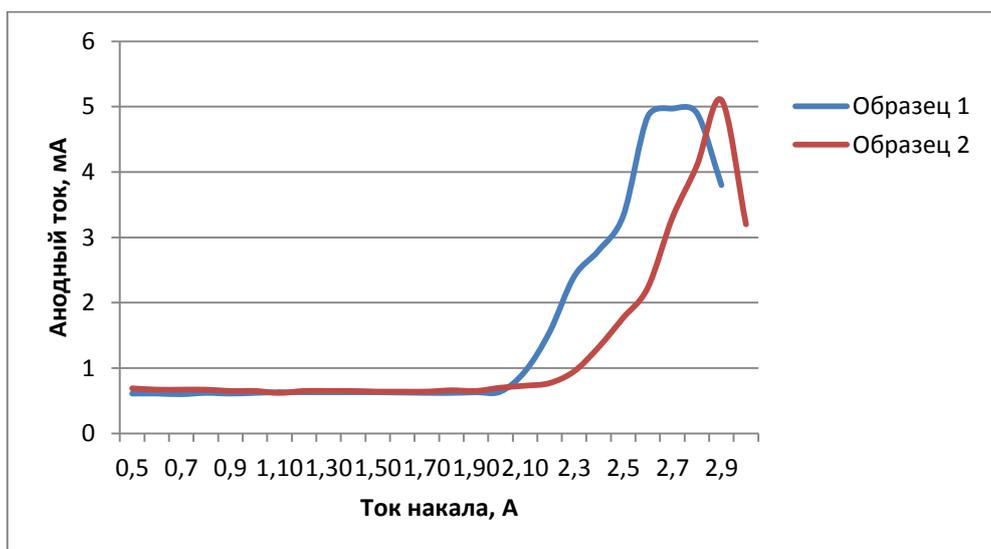


Рис. 3. Зависимость $I_a(I_n)$ в изделии при $U_a=100В$.

Последним этапом экспериментов по оценке вакуумного состояния в неотпаянном приборе с целью построения градуировочных шкал в координатах P/I_a , где P – давление в исследуемом приборе, а I_a – анодный ток.

Прибор устанавливался через штенгель на откачной пост и откачивался до предельно возможного вакуума. Затем с помощью источников накала и напряжения на прибор подавался ток накала 1,9 А и анодное напряжение 150 В. Затем в приборе постепенно ухудшался вакуум, и показания амперметра снимались в контрольных точках.

Полученная в ходе экспериментов зависимость представлена на рис. 4.

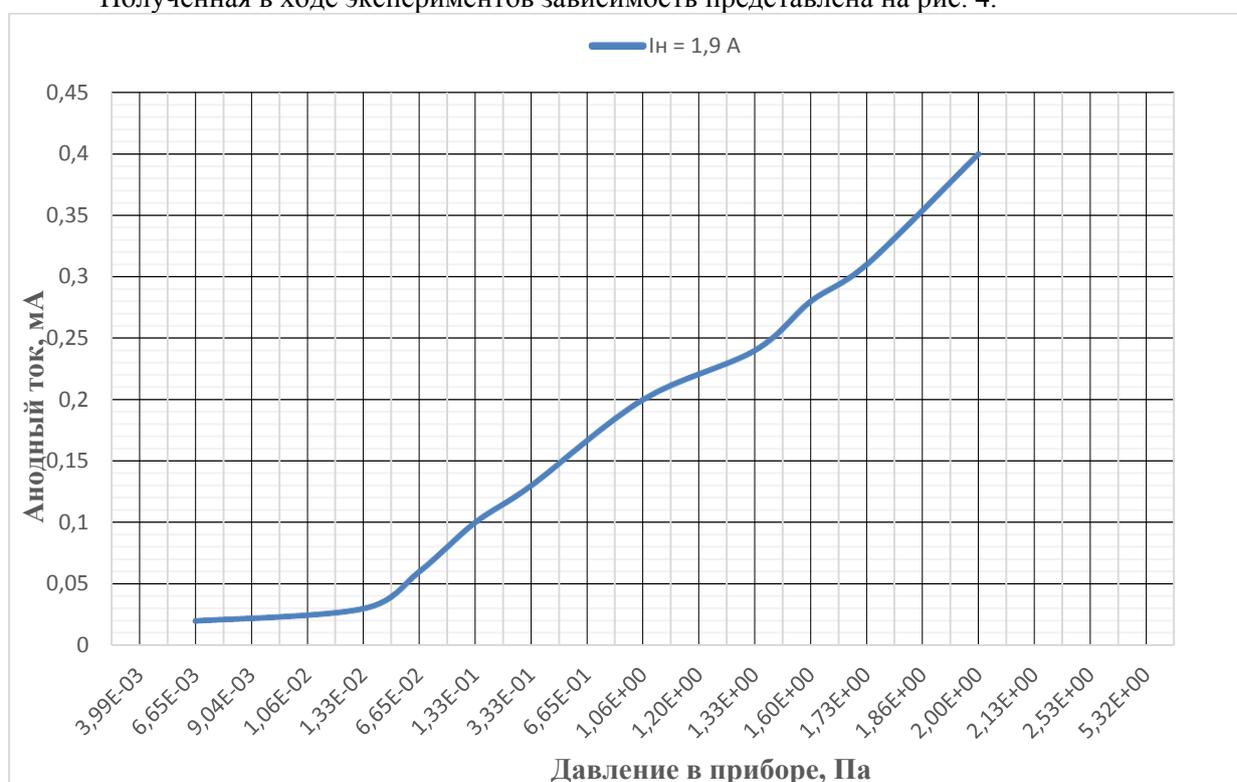


Рис. 4. Полученная зависимость $I_a(P)$.

Выводы

Проведенные эксперименты показали, что при росте давления внутри прибора анодный ток также увеличивался, что подтверждает гипотезу о возможности применения метода упругих столкновений для оценки вакуумного состояния в электровакуумных приборах. По результатам экспериментов была построена градуировочная шкала, которая в дальнейшем может применяться для оценки вакуумного состояния в отпаянных приборах.

В дальнейшем планируется проведение экспериментов для проверки данной методики на рабочих электровакуумных приборах.

Литература

1. Коротченко В.А. Разработка и исследование методов контроля среды в изделиях I-го и II-го типов // Рязанский Радиотехнический Институт, Рязань, 1989.
2. Базылев В.К., Жидков А.Е. Исследование возможности измерения давления газа в отпаянном магнетроне с прямонакальным катодом // Вестник РГРТУ, 2015, №54, ч.2
3. Плисковский В. Я. Экспериментальное исследование высоковакуумных систем для откачки и обезгаживания магнетронов // Москва, 1968.

СЕКЦИЯ 8. ИСТОРИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Памятные даты в истории развития вакуумной техники

С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского

В работе приведены памятные даты в истории развития вакуумной техники за 2019 год.

*Memorable dates in the history of vacuum technology in 2019. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva.
Memorable dates in the history of vacuum technology are given in this paper.*

1519	Ушел из жизни Леонардо да Винчи, гениальный ученый, живописец, гуманист
1619	Рене Декарт, французский математик, физик, философ высказал идею о том, что в основе процесса познания лежит математика
1639-1641	Гаспар Берти, итальянский ученый, провел первый физический опыт в вакууме
1649	Блез Паскаль, французский математик, физик получил патент на изобретение арифметической машины
1749	Михаил Васильевич Ломоносов, русский ученый-энциклопедист опубликовал работу «Размышления о природе теплоты и холода»
1799	Родился Жан Луи Мари Пуазейль, французский врач и физик, открывший закон истечения жидкости
1799	Родился Бенуа Поль Эмиль Клапейрон, французский физик и инженер, вывел уравнение состояния идеального газа, уравнение Клапейрона-Клаузиуса
1819	Родился Джордж Габриэль Стокс, английский физик и математик, автор фундаментальных исследований по гидродинамике
1819	Ушел из жизни Джеймс Уатт, английский изобретатель, создатель универсального теплового двигателя. Его именем названа единица мощности – Ватт
1829	Ушел из жизни Гемфри Дэви, английский физик и химик, придумал способ получения высокого вакуума – химическое вакуумирование
1839	Родился Джозайя Уиллард Гиббс, американский физик-теоретик, один из создателей современной термодинамики
1859	Братья Фрэнсис и Филандер Рутсы изобрели т.н.воздуходувки Рутса
1859	Джеймс Клерк Максвелл, английский физик, выступил с докладом, в котором привел распределение молекул по скоростям (Максвелловское распределение)
1869	Ушел из жизни Жан Луи Мари Пуазейль, французский врач и физик, открывший закон истечения жидкости
1869	Дмитрий Иванович Менделеев, великий русский ученый –энциклопедист, открыл периодический закон химических элементов
1869	Ян Дидерик Ван-дер-Ваальс, голландский физик, Нобелевский лауреат, открыл силы взаимодействия между молекулами, которые впоследствии были названы его именем «силы Ван-дер-Ваальса»
1879	Родился великий физик-теоретик Альберт Эйнштейн
1879	Ушел из жизни английский физик Джеймс Клерк Максвелл, создатель классической электродинамики, один из основоположников статистической физики
1889	Ушел из жизни Джеймс Прескотт Джоуль, английский физик, определил механический эквивалент теплоты, автор эффекта Джоуля-Томсона, закона Джоуля-Ленца

1899	Метрическая система мер была допущена в России факультативно законом от 1899 г., проект которого был разработан Д.И.Менделеевым, и введена в качестве обязательной 14 сентября 1918 г.
1949	Ушел из жизни Мартин Ханс Кристиан Кнудсен, датский физик, ввел безразмерное число (названо его именем)

Аннотированная библиография изданий по вакуумной технике (2018-2019)

С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

В работе приведена аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2018-2019 гг.. Создана на основе информации, имеющейся в РНТВО им. академика С.А.Векшинского.

Issues on vacuum science, equipment and technology publised in Russia in 2018-2019. S.B.Nesterov, E.V.Belyaeva. *The data on the issues published in the field of vacuum science and technology in Russia in 2018-2019 available in the Russian Vekshinski Vacuum Society are presented here.*

Монографии

1. Райков А.А. Спиральные вакуумные насосы: монография / А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Бурмистров; Минобрнауки России. Казан.нац.исслед. технол. ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2018. – 220 с.

Рассмотрены принцип действия, конструктивные разновидности и характеристики безмасляных спиральных вакуумных насосов, а также влияние геометрических параметров спирали и концевой участка на характеристики насосов. Проанализированы технические решения, используемые в НВСП, и выделены их достоинства и недостатки.

Предназначена для специалистов, работающих в области вакуумной и компрессорной техники. Будет полезна преподавателям, аспирантам и студентам, связанным с направлениями подготовки «Технологические машины и оборудование», «Ядерная энергетика и теплофизика», «Наноинженерия».

Подготовлена на кафедре «Вакуумная техника электрофизических установок».

2. Афанасьев В.А., Громов А.В., Деньгин В.Г., Карагусов В.И., Липин М.В., Ляпин В.И., Попов Л.В. Газовые криогенные машины малой холодопроизводительности. Системы кондиционирования воздуха транспортных установок. Установки и системы производства, хранения и газификации сжиженных газов. Под общей редакцией канд.техн.наук В.А.Афанасьева, канд.техн.наук В.И.Ляпина. – Астрахань, ГП АО «Издательско-полиграфический комплекс «Волга», 2018. – 520 с.

Материалы конференций

3. «Вакуумная наука и техника» Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2018 – 371 с.

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

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

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

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

5. «Электровакуумная техника технология». Труды международного постоянно действующего семинара. Под редакцией руководителя Семинара А.В. Горина. М.: НОБЕЛЛА. 2018.

В пятом томе сборника трудов напечатана некоторая часть докладов и сообщений, с которыми участники Семинара выступили на заседаниях в период с 2012 по 2018 год. Тематика докладов традиционна для данного семинара. Это электровакуумные технологии нанесения покрытий различного функционального назначения, установки и устройства для их получения, используемые материалы и т.д.

6. «Вакуумная техника и технологии – 2019»: труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием 18-20 июня 2019 г.// под ред. Д.К. Кострина и С.А. Марцынюкова. – СПб: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2019. – 274 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 25-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов.

7. Девятая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология»: материалы конференции (8-11 апреля 2019 г.); Минобрнауки России, Казан. нац.исслед.технол. ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2019. – 206 с.

Обзорные статьи

- 8 Sergey Nesterov. The Russian Scientific and Technical Vekshinski Vacuum Society (RSTVVS). Pp.140-141. IUVSTA International Union for Vacuum Science, Technic and Applications. Science and Tecnology for society across the world. History of the International Union for Vacuum Science, Technic and Applications and Short Histories of the National Vacuum Societies. Updated by M-G Barthes – LABROUSSE for the 2001 -2016 period from the second edition by J.L. Robins and J.M. Lafferty (2001). 3d Edition.2018. 166 p.
9. С.Б. Нестеров. Основатели отечественной вакуумной науки и техники М.В. Ломоносов и Д.И. Менделеев. Gasworld, март-апрель 2018, с.30-32.
10. Капустин Е.Н. Акционерному обществу «Вакууммаш» 75 лет. Очерки истории. Часть 1. «Вакуумная наука и техника». Материалы XXV научно-исследовательской конференции с

- участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2018. с.12-25.
11. Ю.В. Панфилов, С.В.Сидорова, С.Б. Нестеров. Онлайн – курс по вакуумной технике и технологии. «Вакуумная наука и техника» Материалы XXV научно-исследовательской конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2018. с. 26 – 33.
 12. В.В.Одинокоев. Перспективные вакуумно-плазменные процессы и экспериментальное оборудование. «Вакуумная наука и техника». Материалы XXV научно-исследовательской конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА, 2018. с.109 – 121.
 13. С.Б. Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки «ВакуумТехЭкспо 2018». Наноиндустрия, № 5, 2018.
 14. А.В. Бурмистров, Е.Н.Капустин, С.И.Саликеев, А.А.Исаев. Перспективы развития отечественных «безмасляных» средств создания вакуума. «Вакуумная техника, материалы и технология». Коллективная монография. Материалы XIV Международной научно-технической конференции. Под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2019, с.15-19.

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.
6. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2016-2017 гг. Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2017, с.312-314.
7. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2017-2018 гг. Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» под ред. д.т.н., профессора Нестерова С.Б. М.: НОВЕЛЛА, 2018, с.347-349.

«Трудился всю жизнь, вот и стал гением» К 150- летию открытия периодического закона Д.И. Менделеева

С.Б. Нестеров
РНТВО им. академика С.А. Векшинского
sb.nesterov@vacuum.org.ru

Статья посвящена 150-летию открытия периодического закона Д.И. Менделеева.

*«I have been working hard all my life, that is why I have become a genius». S.B.Nesterov.
The work is devoted to the 150th anniversary of Mendeleev periodic law.*

Великий русский ученый, педагог и общественный деятель Д.И. Менделеев родился 185 лет назад 8 февраля 1834 г.

По подсчету исследователей, им написано около 1000 работ в разных областях знаний – химии, физики, метрологии, метеорологии, сельского хозяйства, экономики и др.

1 марта 1869 г. – дата открытия Д.И. Менделеевым периодического закона (таблица «Опыт системы элементов, основанный на их атомном весе и химическом сходстве»). До сих пор имеет хождение миф о том, что таблица приснилась ему во сне. Считается, что плотно работать над этой тематикой он начал после участия в Международном конгрессе химиков в Карлсруэ (1860). Сам Д.И. Менделеев на вопрос об открытии периодической системы отвечал: «Я над ней, может быть, 20 лет думал, а вы думаете: сидел и вдруг... готово».

Во время чтения курса неорганической химии Менделеев не нашел пособий, которые можно было рекомендовать студентам, и стал писать свой классический труд «Основы химии». При жизни ученого «Основы химии» издавались 8 раз. Автор данного материала использует «Основы химии» как настольную книгу.

В 1887 г. ученый опубликовал монографию «Исследования водных растворов по удельному весу», в которой изложил свои взгляды на природу растворов.

В 1860-1861 гг. изучал температуры абсолютного кипения жидкостей. Он писал: «Ценно преимущественно понятие ныне общепринятое об температуре абсолютного кипения, ныне называемой критической температурой»... « температура абсолютного кипения определена мной (1861 г.) как таковая, при которой: а) жидкость не существует и дает газ, не переходящий в жидкость, несмотря на увеличение давления, б) сцепление равно нулю и в) скрытая теплота испарения равна нулю.

В 1874 г. Д.И. Менделеев предложил формулу уравнения состояния для одного моля газа (уравнение Клапейрона-Менделеева). В его статье читаем: «Считаю эту формулу (мною данную) существенно важною в физико-химическом смысле...».

Работа Менделеева «Об упругости газов» является первым в истории отечественным учебником вакуумной техники.

19 августа 1887 г. Д.И. Менделеев осуществил одиночный полет на военном водородном аэростате «Русский» для наблюдения полного солнечного затмения из города Клина в район села Спас-Угол Талдомского уезда, усадьбу писателя М.Е. Салтыкова-Щедрина. Про этот полет он писал: «Это одно из примечательных приключений в моей жизни». Несколько лет назад в память полета в селе Спас-Угол был установлен памятный камень.

В 1876 году Д.И. Менделеев совершил ознакомительную поездку в США, по результатам которой он написал книгу «Нефтяная промышленность в Северо-американском штате Пенсильвания и на Кавказе» и 18 декабря 1876 года на специальном собрании Русского технического общества сделал доклад «О нефтяном промысле в Америке и об отношении его к нефтяному русскому промыслу на Кавказе». Русское техническое общество активно поддержало Д.И. Менделеева и добилось того, что система откупов в России была отменена, и к 1891 году при организации перевозок нефти в соответствии с рекомендациями Д.И. Менделеева стоимость перевозок упала почти в три раза.

В 1881 году Русское техническое общество избрало Д.И. Менделеева своим почетным членом.

Менделеев много размышлял о взаимоотношении науки и промышленности: «Если без науки не может быть современной промышленности, то без нее (промышленности) не может быть и современной науки».

Много внимания ученый уделял развитию отечественной промышленности, сельского хозяйства и экономики.

Сам Дмитрий Иванович считал своими главными работами: открытие периодического закона, книгу «Основы химии», теорию растворов, изучение упругости газов.

В заключении следует сказать еще об одной дате. 25-томное собрание сочинений Д.И.Менделеева было опубликовано в 1935-1954 гг., т.е. 65 лет назад.

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

Девятая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология»

*С.Б. Нестеров, *В.А. Аляев, *А.В.Бурмистров, *А.В.Гаврилов, *М.Г.Фомина
Москва, РНТВО им. академика С.А.Векшинского.
Казань, КНИТУ, ул.К.Маркса, 68.

Подведены итоги девятой российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология».

S.B.Nesterov, V.A. Alyaev, A.V.Burmistrov, A.V.Gavrilov; M.G.Fomina. The 9-th Russian student scientific-technical conference „Vacuum equipment and technology“. Here the results of the 9th Russian student scientific technical conference are presented.

8-11 апреля 2019 г. в Казанском научно-исследовательском технологическом университете состоялась Девятая российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология». Конференция проходила под эгидой следующих организаций: Министерства 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.

Сопредседатели конференции: Юшко С.В., 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

Гаврилов А.В., доцент КНИТУ, Казань

Демихов К.Е., профессор, МГТУ им.Н.Э.Баумана, Москва

Панфилов Ю.В., профессор, МГТУ им.Н.Э.Баумана, Москва

Розанов Л.Н., профессор, СПб ГПУ, Санкт-Петербург

Одинокое В.В., профессор, ОАО «НИИТМ», Москва

Ответственный секретарь: Фомина М.Г., доцент, КНИТУ, Казань.

Пленарные доклады сделали ведущие специалисты России в области вакуумной техники и технологии:

- С.Б. Нестеров, президент РНТВО им. С.А.Векшинского, Москва. Ученый-романтик Иван Михайлович Симонов.

- Ю.В.Панфилов, С.Б. Нестеров, С.В.Сидорова, Л.Л.Колесник, МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва. Новые образовательные технологии в области вакуумной техники и технологии.
- Н.К.Никулин, Е.В.Свичкарь, МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва. Высковакуумные системы на основе турбомолекулярных вакуумных насосов.
- А.В.Бурмистров, С.И.Саликеев, В.А.Аляев, Е.Н. Капустин. КНИТУ, Казань, АО «Вакууммаш», Казань. Бесконтактные безмасляные вакуумные насосы. Некоторые аспекты выбора и особенности эксплуатации.
- Е.Н.Капустин, АО «Вакууммаш», Казань. Инновационное развитие Российского центра вакуумного машиностроения.
- Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, И.А. Сунгатуллин, О.В.Желонкин, ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Казань. Инструменты и методы разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования.

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.Санкт-Петербург), ЗАО «ФЕРРИ ВАТТ» (г.Казань), ГК «Криосистемы» (г.Москва).

Студенты КНИТУ (Казань), МГТУ им. Н.Э.Баумана (Москва), СГТУ им. Ю.А.Гагарина (Саратов), Поволжского ГТУ (Йошкар-Ола) сделали 76 докладов.

Специалисты посетили производство и музей вакуумной техники АО «Вакууммаш» и лабораторию кафедры вакуумной техники и электрофизических установок КНИТУ.

Лучшие доклады были отмечены премиями и призами.



Литература

1. Девятая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», 8-11 апреля 2019 г.: Материалы конференции / М-во образ. и науки России, Казан.нац. исслед.технол.ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2019. – 206 с.

Решение 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии». Санкт-Петербург, 18 - 20 июня 2019 г.

Констатирующая часть

С 18 по 20 июня 2019 г. в Санкт-Петербурге состоялась 26-я научно-техническая конференция с зарубежным участием «Вакуумная техника и технологии – 2019».

Организаторами конференции выступили:

- Министерство науки и высшего образования РФ;
- Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И.Ульянова (Ленина);
- Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева;
- Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика С.А.Векшинского;
- Региональная международная организация «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КООМЕТ).

Конференция была подготовлена Организационным и Программным комитетами. Организационный комитет состоял из сотрудников СПбГЭТУ «ЛЭТИ» (С.-Петербург) и СПбПУ Петра Великого (С.-Петербург). В состав Программного комитета входили ученые и специалисты из СПбГЭТУ «ЛЭТИ» (С.-Петербург); ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» (С.-Петербург); РНТВО им. академика С.А.Векшинского (Москва); СПбПУ Петра Великого (С.-Петербург); ИПМаш РАН (С.-Петербург); ФГУП «НПО «Техномаш» (Москва); КНИТУ (Казань); Региональная международная организация «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КООМЕТ); БелГИМ (Республика Беларусь, Минск); НГУ (Новосибирск); АО «Вакууммаш» (Казань); ИСЭ СО РАН (Томск); ННЦ «Институт метрологии» (Украина, Харьков); УГАТУ (Уфа); ОАО НИИТМ (Москва); МГТУ им. Н.Э.Баумана (Москва); ОАО НИАТ (Москва); ПГТУ «ВОЛГАТЕХ» (Йошкар-Ола); TÜBİTAK ÜME - National Metrology Institute (Turkey, Gebze).

На конференции: работали две секции:

1. Вакуумная техника: физика вакуума, получение вакуума, измерение общих и парциальных давлений, конструирование элементов вакуумных систем, технологические вакуумные установки, течеискание, герметичность.

2. Вакуумные технологии: обработка поверхности, создание перспективных материалов и покрытий (2D- материалы, наноматериалы, пленки, гетероструктуры и др.), вакуумные технологии в промышленности и научных исследованиях.

Принятые формы участия: слушатель, произносимый доклад, стендовый доклад, заочное участие, представление продукции

Рабочие языки конференции: русский и английский.

В состав участников конференции входили: академиков – 1, докторов наук – 18, кандидатов наук – 10, доцентов – 10, научных сотрудников – 5, директоров – 4, начальников отделов – 6, инженеров – 11, заведующих кафедрами – 6, аспирантов – 4, студентов – 6.

За два дня 18-го и 19-го июня на конференции были заслушаны 8 пленарных, 28 секционных, 7 стендовых докладов и 3 выставочных стенда продукции.

Опубликован сборник трудов конференции, включающий 60 статей, в том числе 22 работы с заочным участием.

20-го июня во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» состоялся круглый стол, посвященный развитию средств получения вакуума и измерения давлений и их роли в технологическом суверенитете России. В заседании приняли участие 30 человек, прозвучали 3 доклада, которые вызвали дискуссию. На заседании принят проект решения конференции.

Постановляющая часть

1. Конференция обращает внимание заинтересованных лиц на то, что одним из обязательных условий достижения технологического суверенитета РФ является развитие вакуумной техники и технологий. Этому будет способствовать специальная программа, включающая разделы: наука, производство и подготовка кадров.
2. В области вакуумной науки необходимо расширить исследования синтеза 2D материалов в вакууме, использование низкотемпературной плазмы для создания новых перспективных микро- и наноструктур, метрологии общих и парциальных давлений при высоком и сверхвысоком вакууме и контроля герметичности.
3. Способствовать возвращению аспирантуре функции государственной системы подготовки научных и научно-педагогических кадров.
4. Оказывать содействие в выборе оппонентов для защиты кандидатских и докторских диссертаций, написании отзывов на автореферат.
5. В области производства необходимо обеспечить создание размерного ряда безмасляных форвакуумных насосов, широкодиапазонных вакуумметров и анализаторов парциальных давлений, в том числе нового поколения, включая технологии МЭМС, нового технологического оборудования для изготовления ИМС на кремниевых пластинах диаметром 150 и 200 мм с проектной нормой 45 нм.
6. В области образования желательно при координирующей деятельности Совета РНТВО им. академика С.А.Векшинского активно разрабатывать современные on-line формы подготовки по вакуумной технике и технологии.
7. Инициировать подготовку информации о повышении квалификации по вакуумной технике и технологии.
8. Инициировать создание реестра организаций северо-запада РФ, использующих в производстве, разрабатывающих и выпускающих вакуумное оборудование.
9. Оценить положительно деятельность АО "Вакууммаш" по созданию отечественного вакуумного оборудования.
10. Поддержать инициативу ВНИИМ им. Д.И.Менделеева по созданию центра вакуумных измерений и контроля герметичности.
11. Выразить озабоченность в том, что в Санкт-Петербурге отсутствует специализированный совет, в котором можно защищать диссертационные работы по вакуумной технике.
12. Одобрить результаты проведения международной выставки вакуумного и криогенного оборудования "ВакуумТехЭкспо - 2019" и научно-технической конференции с международным участием "Вакуумная техника, материалы и технология" (Москва, КВЦ "Сокольники", 16-18 апреля 2019 г.).
13. Одобрить результаты проведения молодежной научно-технической конференции "Вакуумная техника и технология", Казань, КНИТУ, 8-11 апреля 2019 г.
14. Поддержать очередную конференцию молодых ученых, специализирующихся в области вакуумной техники и технологии (МГТУ им. Н.Э. Баумана, апрель 2020 г.)
15. Провести 27-ю конференцию ВТТ-2020 в Санкт-Петербурге в июне 2020 года.
16. Изменить регламент работы конференции, использовать нетрадиционные формы её проведения, увеличить продолжительность пленарного доклада до 30 минут.
17. Учредить на конференции секцию «Контроль герметичности»
18. Разработать положение о поощрении участия в конференции молодых учёных и студентов путём вручения грамот, писем ректору об их научных достижениях и бесплатной публикации текста доклада в зарубежном издании.
19. Рекомендовать лучшие доклады конференции ВТТ-2019 для опубликования в электронной версии журнала «Вакуумная техника и технология»
20. Поддержать инициативу РНТВО им. академика С.А.Векшинского по учреждению нового журнала «Вестник РВО».

Саксаганский Георгий Леонидович – ученый и человек

С.Б.Нестеров, А.В. Редьков
Москва, РНТВО им. академика С.А. Векшинского

В работе приведены биографические сведения и справка о научно-технической деятельности Саксаганского Г.Л.

Saksaganski Georgi Leonidovich, a personality and a scientist. S.B.Nesterov, A.V.Redkov. Biography and the data on his scientific activity is given.

Биографические сведения

Саксаганский Г.Л. родился 13июля 1936 г.в городе Севастополе. Мать Георгия Леонидовича Кузнецова Ольга Константиновна (04.01.1912-27.07.1995) родилась в г. Симферополе. Ее отец – гидротехник-строитель Кузнецов Константин Владимирович (21.05.1886 -12.1941) - сын капитана 2-го ранга Владимира Александровича Кузнецова. В.А.Кузнецов родился 25 сентября 1852 года. Кавалер орденов Св. Станислава III степени, Св. Анны III степени, имел серебряную медаль в память царствованию Императора Александра III, из потомственных дворян Псковской губернии. Был женат на дочери анапского купца Руссо Елене Антоновне.

Ее мать – домохозяйка, урожденная Лазарева Клавдия Павловна. Дочь гласного севастопольской городской думы, потомственного почетного гражданина Павла Онисимовича Лазарева (1852-1903).

В конце 1912 г. вся семья переехала в Севастополь. В 1922 г.Ольга Константиновна поступила в школу, окончила 7 классов в 1930 году. С 1930 по 1931г. училась на курсах чертежников. По окончании курсов получила квалификацию чертежника 3 категории механической специальности. С сентября 1932г. по декабрь 1934г. работала чертежницей в тресте «Трансэлектро». В феврале 1935г. переехала в г. Ленинград к мужу, который в это время учился в Ленинградском инженерно-экономическом институте. С сентября 1935 г. по сентябрь 1936г., работала чертежницей в ВИМТ (Всесоюзный институт механизации торфяной промышленности). В июне 1936 г., перед рождением сына Георгия уехала к родителям в г. Севастополь, где и прожила до ноября 1938 г. С сентября 1936г. по сентябрь 1938 г. работала в Севастопольском институте Физических методов лечения им. профессора Сеченова. В 1938 г. возвратилась в г. Ленинград. В июле 1941 г. после мобилизации мужа в Красную армию эвакуировалась с сыном в село Кременевку Джувалинского района Южно-Казахстанской области Казахстана. В 1942 г. работала секретарем Кременевского сельсовета, а в 1943 г. была переведена в Джувалинский райсовет, где и работала до возвращения в Ленинград, т.е. до января 1946 года. Джувалинским райсоветом была представлена к награждению медалью «За доблестный труд в Великой Отечественной войне 1941-1945 годов». В феврале 1946г. вместе с сыном и матерью возвратилась в Ленинград. С мая 1946г по декабрь 1975г работала корректором в издательстве (типография «Печатный двор»).

Отец Георгия Леонидовича Саксаганский Леонид Ильич (28.06.1910-21.01.1944) родился в городе Бреславль, окончил Ленинградский инженерно-экономический институт имени тов. Молотова по специальности экономист машиностроительной промышленности. Работал на Ленинградском заводе киноаппаратуры. В июле 1941г. призван Фрунзенским районным военкоматом г. Ленинграда, командир 9 стрелковой роты 213 стрелкового полка 56 стрелковой дивизии. Погиб в ходе боевых действий в районе населенных пунктов Рехколово, Соболево, во время наступления на Ленинградском фронте 21 января 1944 г.

Жена Георгия Леонидовича, урожденная Кононова Ольга Сергеевна (03.11.1940-21.03.1983) родилась в городе Ленинграде, в 1961 году вышла замуж за Георгия Леонидовича. В 1961 г. в семье родился сын Сергей, в 1963 г. – дочь Марина. В 1965 году Ольга Сергеевна окончила Ленинградский электротехнический институт связи им. проф. М.А. Бонч-Бруевича. Окончила аспирантуру по специальности «Приборы экспериментальной физики», решением

НТС от 18.11.1977 ей было присвоено звание «младший научный сотрудник». Трагически погибла 21.03.1983. Повторно Георгий Леонидович не женился.

Научно-техническая деятельность

С отличием окончил Ленинградский политехнический институт по специальности “электровакуумные машины” (1959 г.) и Северо-западный заочный политехнический институт по специальности “радиотехника” (1964 г.). Доктор технических наук (1985 г.); профессор по кафедре экспериментальной ядерной физики (1991 г.); действительный член Российской академии инженерных наук им. А. М. Прохорова и Санкт-Петербургской инженерной академии.

С 1951 г. работал в НИИ электрофизической аппаратуры им. Д. В. Ефремова, пройдя путь от инженера-исследователя до начальника научно-исследовательского отдела.

Творческие интересы Г. Л. Саксаганского лежали в области электрофизического аппаратостроения. Это проектирование высоко- и сверхвысоковакуумных систем магнитных термоядерных реакторов, ионных и электронных ускорителей и коллайдеров, уникальных электрофизических комплексов прикладного назначения; экспериментальное и математическое моделирование специализированного оборудования; технологии сверхвысокого вакуума. Им внесён вклад в становление и развитие нового научного направления – теоретических основ управления молекулярными потоками; развит новый концептуальный подход к расчёту высоковакуумных электрофизических комплексов (ЭФК); предложены оригинальные инженерно-физические решения.

Введено представление о двух системах понятий и категорий вакуумной техники. Одна из них отражает традиционный алгоритм проектирования; другая – возможности, адекватные реальной картине молекулярного переноса. Это позволило преодолеть принципиальные трудности, неизбежные в понятийных рамках “классической” вакуумной техники и обусловленные утратой в условиях ЭФК физической содержательности таких фундаментальных понятий как давление разреженного газа, проводимость каналов и трубопроводов, быстрота откачки и т. п.

Предложены методики проектировочных расчётов сложных ВС и вычисления пространственно-временного распределения молекулярной концентрации, плотности газовых потоков, других молекулярных характеристик. Авторский метод эквивалентных поверхностей сделал возможным детальный анализ молекулярного переноса в разветвлённых системах практически неограниченной сложности. Разработаны математическая модель, методики определения вакуумных характеристик насосов поверхностного действия, многокомпонентных структур с сорбирующими стенками; сформулированы критерии структурно-геометрической и энергетической оптимизации таких структур, включая ситуации, требующие одновременного учёта теплообмена и молекулярного переноса. Введена дефиниция и физически обосновано существование линейных и нелинейных ВС, предложены критерии их эксплуатационной устойчивости и технико-экономической оптимизации. Разработана инженерная методика определения газокинетической проводимости каналов с дискретно меняющимся профилем, радикально упрощающая вычислительные процедуры.

Указанные работы, обобщённые в трёх авторских монографиях, стали теоретическим фундаментом проектирования и комплексной оптимизации сложных высоковакуумных систем. Они отражены в двухтомном учебном пособии для вузов.

Важный вклад внесён Г. Л. Саксаганским в создание новых видов сверхвысоковакуумной электрофизической аппаратуры. Им выдвинута концепция функциональной и пространственно-энергетической интеграции вакуумных систем ЭФК и на изобретательском уровне предложены инженерно-физические решения интегрированного вакуумного тракта ускорителей различных типов, электромагнитных сепараторов, электронных и ионных источников; экспериментально исследованы характеристики интегрированных вакуумных систем, в т. ч. в сверхсильных магнитных полях. Реализация этой концепции на отечественных и зарубежных электрон-позитронных коллайдерах позволила в десятки раз снизить остаточное давление, снять ограничения на время жизни накопленных пучков и

уменьшить стоимость вакуумных систем. На этой же основе созданы электронные ускорительные трубки, средства откачки которых в принципе не нуждаются во внешних источниках электропитания.

По инженерно-физическим идеям Г. Л. Саксаганского разработаны новые модификации сверхвысоковакуумных насосов с быстротой действия до $100 \text{ м}^3/\text{с}$; устройства формирования, транспортировки и вывода ионных и молекулярных пучков; источники металлических плёнок. Выполнены исследования кинетики взаимодействия индивидуальных газов и газовых смесей с напылёнными металлическими сорбентами. Практический интерес, выходящий за рамки электрофизического аппаратостроения представляют разработанные под его руководством комбинированные ионно-геттерные насосы на основе магнитостабилизированного дугового разряда и криосорбционные насосы с рабочей температурой 3-50 К. Очень значимы отработанная технология получения сверхнизких давлений, а также кинетические и температурные зависимости газодиффузионных характеристик конструкционных материалов, в том числе в их связи с методами обработки и радиационными условиями. На этой основе выбирались наиболее эффективные режимы очистки и термического обезгаживания камер ЭФК, спроектированных в НИИЭФА.

По инициативе и под научным руководством Г. Л. Саксаганского в первой половине 70-х годов начаты НИОКР в области радиационно-вакуумного материаловедения. Они включали сооружение облучательных установок стационарного и импульсного действия, создание экспериментальных методик, формирование критериев оценки и методов прогнозирования радиационной деградации свойств конструкционных и функциональных материалов термоядерных реакторов. Материаловедческие исследования получили дальнейшее развитие в рамках международного проекта экспериментального термоядерного реактора. Получен и продолжает пополняться массив экспериментальных данных о свойствах кандидатных материалов, их эрозионной стойкости, устойчивости к ударным тепловым нагрузкам; отрабатываются технологии. Исследования выполняются по международным научным программам.

По инициативе и при непосредственном участии Г. Л. Саксаганского выполнены исследования и тритиевые испытания макетных образцов оборудования топливного цикла термоядерных реакторов. С этой целью в Российском федеральном ядерном центре “ВНИИ экспериментальной физики” был создан вакуумно-тритиевый контур мирового уровня.

Выполненные исследования и разработки использованы при создании вакуумных систем крупнейших отечественных электрофизических комплексов – бустера протонного синхротрона и проекта ускорительно-накопительного комплекса ИФВЭ, мезонной фабрики ИИИ РАН, проекта циклотрона ОИЯИ, резонансных, высоковольтных и индукционных ускорителей на малые и средние энергии, экспериментальных термоядерных установок Т-3, “Ураган”, ТМ-4, ТМ-4А, Т-10, ТСП, Т-15, У-5, УМИ-35, мощных технологических лазеров.

В течение многих лет Г. Л. Саксаганский вел работу по подготовке научных и инженерных кадров. В СПбПУ Петра Великого поставил курс “вакуумная техника электрофизических установок”; инициировал создание и был первым заведующим кафедрой термоядерной и ядерной энергетики (ГУАП); выступал с лекциями в Международном учебно-научном центре по электронно-лучевым и плазменным технологиям (г. София) и в Техническом университете им. О. Герике (г. Магдебург). Возглавлял редакционно-методический совет курсов повышения квалификации по вакуумному аппарато- и приборостроению, обучение на которых за 15 лет прошло около трёх тысяч инженеров. Его монографии используются как учебные пособия в вузовских курсах по электронике, вакуумной технике, ускорителям заряженных частиц, управляемому термоядерному синтезу и в спецкурсах кандидатского минимума по специальностям “физика и химия плазмы”, “электрофизика и электрофизические установки”, “физика пучков заряженных частиц и ускорительная техника” и др. Подготовил 10 кандидатов и двух докторов наук. Входил в редколлегии нескольких научно-периодических изданий. Активно участвовал в научно-общественной деятельности.

Публикации

Автор/соавтор около 90 изобретений, 140 статей и книг, включая две монографии, переведённые на английский язык. В их числе:

- Основы проектирования магнитных термоядерных реакторов (СПбГПУ, 2016);
- Научные и прикладные разработки в области высокоэкологических систем электрофизического аппаратостроения (СПбГПУ, 2013);
- Вакуумная техника, ч. I. Инженерно-физические основы. Учебное пособие (КНИТУ, 2013);
- Вакуумная техника. Справочник (Машиностроение, 2009);
- Электрофизические вакуумные насосы (Энергоатомиздат, 1988; переведено на английский язык);
- Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах (Атомиздат, 1980; переведено на английский язык, 1980).

Награды. Почётные звания

- Медали СССР и РФ;
- Премия Правительства РФ в области образования;
- Премия Правительства Санкт-Петербурга за выдающиеся достижения в области высшего и среднего профессионального образования;
- Почётные знаки, грамоты, благодарности и юбилейные медали:
 - Министерства РФ по атомной энергии;
 - Министерства образования и науки РФ;
 - Федерального агентства по атомной энергии;
 - Президиума правления союза научных и инженерных обществ СССР;
 - всероссийских и региональных научно-общественных организаций;
 - имени С. И. Вавилова, С. А. Векшинского, Д. В. Ефремова.
- Почётный инженер Санкт-Петербурга и Ленинградской области; Лучший изобретатель отрасли; Книга почёта изобретателей отрасли.

Каким мы запомнили Георгия Леонидовича

Я (Нестеров С.Б.) считаю себя учеником Георгия Леонидовича. После окончания института я прочитал книгу «Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах», изданную профессором Саксаганским в 1980 г. Идеи, изложенные в книге, помогли мне сформулировать основное направление аспирантской работы. Впервые с Георгием Леонидовичем я встретился в 1984 г. во время конференции по инженерным проблемам термоядерных реакторов. Георгий Леонидович одобрил мою диссертационную работу, которая была защищена в 1985 г.

Запомнилась школа молодых ученых под руководством Георгия Леонидовича, которая проходила в 1987 г. в Дивноморске. Среди преподавателей были А.Б.Цейтлин, В.Я.Плисковский, С.Ф.Гришин, А.А. Глазков.

В период с 1988 по 2005 гг. нами было опубликовано 20 работ по вакуумно-технологическим проблемам УТС. Считаю, что мне очень повезло с официальным научным консультантом по докторской диссертации.

Мне посчастливилось совместно с Георгием Леонидовичем участвовать во многих конференциях в Советском Союзе, затем в России (Москва, Ленинград – Санкт-Петербург, Харьков, Казань, Севастополь, Троицк, Адлер, Дагомыс, Судак, Гурзуф, Феодосия) и за рубежом (Саламанка, Токио, Сан-Хосе, Бирмингем).

С удовольствием вспоминаю наше путешествие по Испании – Саламанка, коррида в Валенсии, музей Прадо в Мадриде.

В моем личном архиве сохранилось несколько документов, написанных Георгием Леонидовичем. Каллиграфический почерк, отсутствуют помарки и исправления. Кто ясно

мыслит, тот ясно излагает. В его выступлениях отсутствовали слова-паразиты. Его было всегда интересно слушать, будь то выступление на конференции, либо частный разговор. Запомнилось выступление Георгия Леонидовича во время конференции в Судак в сентябре 2016 г. Это было своего рода напутствие продолжателям вакуумного дела в России. Необходимо отметить его исключительную деликатность. Прежде чем дать какой-либо совет, он спрашивал, можно ли это сделать. В 90-е годы, когда мы с женой приезжали в Санкт-Петербург, Георгий Леонидович любезно предоставил нам жилье.

Георгий Леонидович был одним из инициаторов организации и проведения современных вакуумных конференций (Судак, Санкт-Петербург, Сокольники, Казань). Он был членом оргкомитетов и активным участником всех этих конференций.

Его научные достижения в области вакуумной техники и проектирования электрофизических аппаратов широко известны научной общественности и производителям.

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.

Свою жизнь Георгий Леонидович не представлял без путешествий. В молодые годы с семьей объездил многие города СССР и, когда появилась возможность, стал путешествовать за границу. В поездках его всегда сопровождали близкие. За свою жизнь посетил более 50 стран в Евразии, Африке, Южной и Северной Америке, а также Австралии. При встречах рассказывал о крокодилах и черепахах, говорил, что хочет увидеть разные края и страны. Свободное от работы время Георгий Леонидович всегда любил проводить с семьей, много внимания уделял детям, внукам Ольге, Алексею и Алле, а впоследствии и правнуку - Кириллу.

Я (Редьков А.В.) запомнил Георгия Леонидовича как человека, который всегда сможет помочь или дать мудрый совет, никогда не оставит в беде. На него во всем хотелось быть похожим: в чрезвычайном трудолюбии, уравновешенности в характере, в отношении к жизни, во всесторонней эрудиции, в великолепной памяти (мог цитировать стихи или отрывки произведений даже со своих школьных времён). Несмотря на постоянную загруженность в работе, командировки, он находил время чтобы побыть с семьей, всегда радовался успехам близких, и помогал преодолевать сложности. Трудно переоценить вклад, который он сделал в становление нашей семьи и, в частности, меня. Именно благодаря Георгию Леонидовичу я выбрал своим делом науку и продолжаю заниматься ей.

Георгий Леонидович навсегда останется в наших сердцах как великолепный человек с Большой Буквы и блестящий ученый. Его имя стоит в одном ряду с такими учеными, как С.А.Векшинский и М.И. Меньшиков. В работе использованы материалы из архива семьи Саксаганских, любезно предоставленные внуком Георгия Леонидовича Алексеем Редьковым, и архива С.Б. Нестерова.

Литература

1. Гуревич Л.С., Саксаганский Г.Л., Серебренников Д.В., Бычкова А.Д., Ершова З.В., Кравченко И.М., Родионова Н.А., Нестеров С.Б. Особенности проектирования и основные характеристики криогенных насосов для откачки термоядерных реакторов. Тезисы докладов IV Всесоюзной конференции по инженерным проблемам термоядерных реакторов. Ленинград, 1988, с. 260-261.
2. Гуревич Л.С., Крюков А.П., Нестеров С.Б., Саксаганский Г.Л. Криосорбционные средства вакуумной откачки. Ч.1. Газовые криосорбенты (учебное пособие). ЦИНТИХимнефтемаш, М., 1991 г. 56 с.
3. Nesterov S.B., Saksaganski G.L. Physical and Technical Characteristics of Cryopumping Systems of Tokamak Fuel Mixtures. 13th International Vacuum Congress, 9th International Conference on Solid Surfaces. 25-29 September 1995, Yokohama, Japan, p.217.
4. Nesterov S.B., Saksaganski G.L. Essential physical and technical characteristics of cryopumping systems of Tokamak fuel mixtures. In the Book of abstracts of 10th Int. conf. on thin films and 5th European vacuum conf., 1996, Salamanca, 23-27 Sept., p. 258.
5. Веденеев А.И., Казаковский Н.Т., Койра Е.Л., Крюков А.П., Нестеров С.Б., Саксаганский Г.Л., Серебрянников Д.В., Ширнин П.В. Характеристики установок для изучения параметров криосорбции насосов ТЯР. Тезисы докладов VI Всероссийской конференции “Инженерные проблемы термоядерных реакторов”. Санкт-Петербург, 27-29 мая 1997 г., с.144.
6. Kazakovsky N.T., Koyra E.L., Kryukov A.P., Nesterov S.B., Saksagansky G.L., Serebrennikov D.V., Vedeneev A.I. Experimental Modelling of Cryosorption Primary Vacuum Pump for ITER. Main Features of Test Facilities. Fourth Internat. Symp. on Fusion Nuclear Technology, 1997, Apr. 6-11, Tokyo, p. 343.
7. Kazakovsky N.T., Koyra E.L., Kryukov A.P., Nesterov S.B., Saksagansky G.L., Serebrennikov D.V. Experimental Features of Cryosorptional Panels for Pumping of Fusion Reactors Fuel Mixtures. Abstracts of 44th National Symposium. San Jose, USA, 1997, October 20-24, p.131.
8. Kazakovsky N.T., Koyra E.L., Kryukov A.P., Nesterov S.B., Saksagansky G.L., Serebrennikov D.V. Experimental Features of Cryosorptional Panels for Pumping of Fusion Reactors Fuel Mixtures. Abstracts of 44th National Symposium. San Jose, USA, 1997, October 20-24, p.131.
9. Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Саксаганский Г.Л., Логинов Б.А., Протасенко В.В. Влияние микрогеометрии сорбентов на сорбционные характеристики крионасосов. Материалы V научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов “Вакуумная наука и техника”. Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.: МИЭМ, 1998, с.145 -149.
10. Nesterov S., Saksagansky G., Vassiliev Yu., Loginov B., Protasenko V. How the sorbent microgeometry effects the sorptional characteristics of cryopumps. Book of Abstracts of 14 Int. Vacuum Congress. 1998, Birmingham, Great Britain, p. 421.
11. Kazakovsky N.T., Koyra E.L., Kryukov A.P., Nesterov S.B., Saksagansky G.L., Serebrennikov D.V., Shirnin P.V., Vedeneev A.I. Characteristics of test facilities intended to investigate the parameters of fusion reactor cryosorption pumps. Plasma Devices and Operations, 1998, v.6, pp.277-284.
12. Nesterov S.B., Vassiliev Yu.K., Saksagansky G.L., Loginov B.A., Protasenko V.V. How the sorbent microgeometry effects the sorptional characteristics of cryopumps. Vacuum, 1999, v.53, pp.263-267.
13. Nesterov S.B., Vassiliev Yu.K., Saksaganski G.L. Study of Microgeometry of Activated Coals and Nonevaporable Getters. Book of abstracts of 46 American Vacuum Symp. 1999, p.138.

14. Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Саксаганский Г.Л. Комплексное исследование системы откачки продуктов реакции термоядерного синтеза ИТЕР. Материалы VII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов “Вакуумная наука и техника”. Под ред. д.т.н., профессора Быкова Д.В. М.: МГИЭМ, 2000, с.139-145.
15. Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Саксаганский Г.Л. Анализ криовакуумных условий в зоне «Камера – экран – система катушек тороидального поля» ИТЭР. Материалы IV международного симпозиума «Вакуумные технологии и оборудование», Харьков, 2001, с. 49-55.
16. Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Саксаганский Г.Л. Проектирование сложных вакуумных систем для проекта ИТЭР. Материалы 10-й научно-технической конференции «Вакуум-2001», Казань, 2001, с.40-44.
17. Зилова О. С., Кеменов В.Н., Нестеров С.Б., Саксаганский Г. Л. Изучение поверхности активированного угля для криосорбционных панелей ИТЭР с помощью сканирующего зондового микроскопа. Тезисы докладов VII Международной конференции по инженерным проблемам термоядерных реакторов. С-Петербург, 2002,с. 207.
18. Зилова О.С., Кеменов В.Н., Нестеров С.Б., Саксаганский Г.Л. Изучение топографии поверхности активированного угля, подвергнутого воздействию трития. Материалы XIV Международного совещания «Радиационная физика твёрдого тела». М.: 2004, с. 391-395.
19. Быков Д.В., Аляев В.А., Деулин Е.А., Кеменов В.Н., Нестеров С.Б., Панфилов Ю.В., Ребров А.К., Розанов Л.Н., Саксаганский Г.Л., Слепцов В.В. Система непрерывного высшего профессионального образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии. Вакуумная техника и технология, 2004, т.14, № 4, с.191-203.
20. Быков Д.В., Аляев В.А., Деулин Е.А., Кеменов В.Н., Нестеров С.Б., Панфилов Ю.В., Ребров А.К., Розанов Л.Н., Саксаганский Г.Л., Слепцов В.В. Инновационно ориентированная система непрерывного высшего профессионального образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии. Высокие технологии в промышленности России (материалы и устройства функциональной электроники и нанофотоники). Материалы XI Международной научно-технической конференции Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005, 8-10 сентября. Тонкие пленки в электронике. Материалы XVII Международного симпозиума, Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005, 8-10 сентября, с.18-36.

ПРЕЗЕНТАЦИИ КОМПАНИЙ



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

Интек предлагает самые передовые решения с использованием современного оборудования от лучших мировых производителей, что дает возможность подобрать оптимальное решение для задач наших клиентов. Нашими зарубежными партнерами являются крупнейшие компании, такие как, Edwards, VAT, HSR, VIC и ряд других.

В составе компании есть отдел логистики, сервисный центр, конструкторское бюро. Сервисный центр компании Интек является авторизованным сервисным центром в России по представляемой нами продукции. Конструкторское бюро занимается расчетами и проектированием вакуум создающих систем.

Компания работает с заказчиками, занимающимися научной работой, и отвечает за большой спектр вопросов: от помощи в оснащении разнопрофильных лабораторий, до решения совершенно новых, впервые возникающих в проектных институтах задач при разработке разнообразных установок.

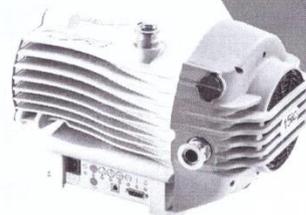
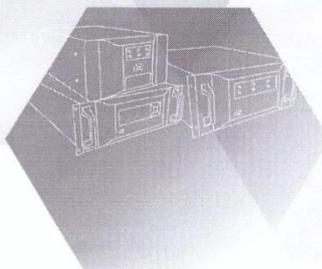
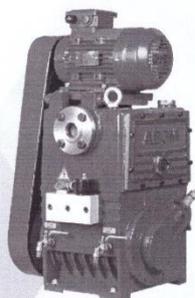
Также Интек предлагает современные решения в области проектирования вакуумных систем для любых отраслей промышленности. Заказчиками данного направления являются металлургические и химические заводы, предприятия нефтяной и нефтехимической отрасли и другие.

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.

EDWARDS

HSR

VAT



Сервисное обслуживание и ремонт

Компания "Интек-Аналитика" оказывает поддержку своим клиентам, обеспечивает гарантию на все поставляемое оборудование, проводит послегарантийное обслуживание и ремонт вакуумных насосов, СВ, датчиков, компрессоров, установок, течиискателей и пр. Команда профессионалов осуществляет обслуживание и ремонт следующего оборудования:

- Вакуумных насосов и датчиков компании Edwards
- Поршневых компрессоров Josef Mehrer
- Воздуходувки Lutos и Hibon
- Течиискателей VIC
- Вакуумных печей Ipsm, Nabertherm, VMI и других марок и другого вакуумного оборудования.

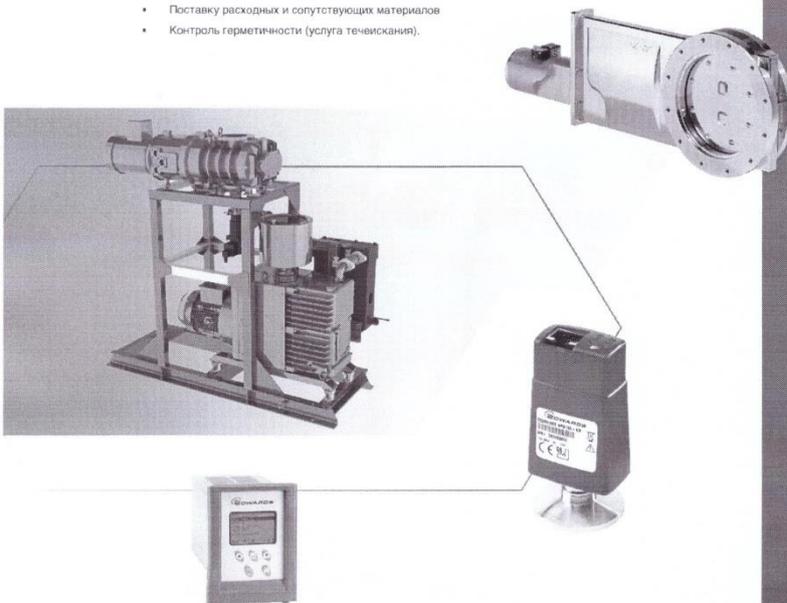
Интек является единственным авторизованным сервисным центром Edwards (Authorized service partner). При покупке у нас любого вакуумного оборудования вы можете заказать его шеф-монтаж и пуконаладку.

Инжиниринговые возможности

Компания "Интек-Аналитика" была основана более 10 лет назад и начала свою деятельность как импортер зарубежного вакуумного оборудования на российский рынок. Теперь инжиниринговые возможности нашей компании позволяют нам браться за сложные проекты по созданию новых и модернизации существующих вакуумных систем.

Спектр решаемых нашими специалистами задач включает:

- Разработку новых вакуумных систем. Одно из распространенных решений - готовые двух- и трехступенчатые откачные системы
- Модернизацию существующих вакуумных систем
- Создание систем автоматического управления компонентами вакуумных установок
- Сертифицированное сервисное обслуживание, гарантийный и постгарантийный ремонт вакуумных систем
- Поставку расходных и сопутствующих материалов
- Контроль герметичности (услуга течиискания).



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

ЗЕЛЕНОГРАД

124498, Москва, Зеленоград,
проезд № 4922, дом 4, строение 5
+7 (495) 725-24-80
Телефон/факс: +7 (495) 236-01-63

ООО «Электровакuumные технологии»

ООО «Электровакuumные технологии» 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.rusprofile.ru>

ПОЗДРАВЛЯЕМ ЮБИЛЯРА

Аляев Валерий Алексеевич



Доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой Вакуумной техники электрофизических установок Казанского национального исследовательского технологического университета .

Область научных исследований включает в себя широкий спектр проблем в области радиационно-кондуктивного теплообмена в слоях различной геометрии органических жидкостей при высоких параметрах, включая околокритическую область состояния вещества, а также исследование и разработка безмасляных бесконтактных вакуумных насосов.

Всего опубликовано более 150 научных работ, в том числе 6 монографий.

Является председателем диссертационного совета Д 212.080.11 по защите докторских и кандидатских диссертаций при КНИТУ по специальностям:

01.02.05 – Механика жидкости, газа и плазмы (технические науки)

05.02.02 – Машиноведение, системы приводов и детали машин (технические науки)

05.04.06 – Вакуумная, компрессорная техника и пневмосистемы (технические науки)

Является заместителем главного редактора журнала «Компрессорная техника и пневматика».

Является членом Оргкомитета Научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» (Москва)

Является членом Оргкомитета Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» (Москва).

Является членом Оргкомитета Российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология» (Казань)

Член технического комитета 249 по стандартизации в вакуумной технике.

Автор 15 учебно-методических разработок.

Имеет Почетное звание «Заслуженный деятель науки Республики Татарстан».

Награжден:

- медалью «В память 1000-летия Казани»,
- почетной грамотой Министерства образования Российской Федерации,
- нагрудным знаком «Почетный работник высшего профессионального образования Российской Федерации».

Поздравляем Валерия Алексеевича с юбилеем, желаем новых творческих успехов.

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

ПАМЯТЬ

Памяти Корепина Геннадия Федосиевича 18.04.1947 – 22.04.2019



22 апреля 2019 года ушел из жизни Корепин Геннадий Федосиевич. Геннадий Федосиевич родился 18.04.1947 г. в не большой деревне Холшевиково Николаевского района Вологодской области. Чтобы дать возможность получить хорошее образование его матери удалось получить разрешение выйти из колхоза. После чего Геннадий Федосиевич с мамой и бабушкой переехал в город Шарью Костромской области. Детство Геннадия Федосиевича проходило в трудные послевоенные годы, матери приходилось много работать, поэтому с детских лет Геннадий был приучен к самостоятельности, и это ему значительно помогло в жизни. В 1965 году он окончил среднюю общеобразовательную школу и поступил в том же году в Рязанский радиотехнический институт.

После окончания института в 1970 году Геннадий Федосиевич по распределению начал свою трудовую деятельность в НИИ-160 (сейчас «НПП «Исток» им. Шокина»), где он попал в группу специалистов, занимающихся разработкой нового типа изделия атомно-лучевой трубки (АЛТ). Участвовал в решении трудных научных и технологических проблем. Без отрыва от производства в 2012 году защитил кандидатскую диссертацию. Возглавлял вакуумное направление в своём подразделении (НПК-2) предприятия, руководил с 2009 года сектором, затем с 2014 года технологической лабораторией. За внедрение прогрессивных вакуумных технологий и нового оборудования в 2016 году был награждён медалью министерства обороны.

Работая в области вакуумной СВЧ электроники, занимался исследованием и разработкой технологических процессов откачки ЭВП, течеискания отпаянных приборов, высоковольтной тренировки и многих других технологий. Геннадий Федосиевич разрабатывал миниатюрные магнитные электроразрядные насосы, которые нашли свое применение во многих вакуумных приборах СВЧ. Корепин Г.Ф. внес огромный вклад в развитие вакуумной техники и электроники. Геннадий Федосиевич соавтор более 60 научных работ, 6 патентов.

Геннадий Федосиевич всегда много внимания уделял молодежи, с радостью делился с молодыми специалистами секретами своей профессии. Он долгое время преподавал в ФТЭП (Фрязинский техникум электронных приборов). Затем занимался преподавательской деятельностью в РГТУ МИРЭА (филиал г. Фрязино), был доцентом кафедры «Электроники и микроэлектроники», передавая свои знания и опыт студентам и аспирантам.

Многие годы Геннадий Федосиевич являлся активным участником конференций «Вакуумная техника и технологии» и «Вакуумная наука и техника», а также активным членом вакуумного общества.

Коллеги, родные и ученики вспоминают его добрым, отзывчивым человеком с хорошим чувством юмора, умеющим в любой сложной ситуации подобрать нужные слова. Его безотказность, отцовская заботливость и профессиональное отношение к своему делу всегда будут для нас оставаться примером.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А		И	
Абдулагатов И.М.	77	Ибрагимов А.Р.	162
Акасов Р.А.	244	Иванова Д.А.	68,81,92
Акишин М.Ю.	141,199	Иванов В.В.	125
Аляев В.А.	77,301	Ильин В.М.	239
Андреасян О.Г.	177	Исаева А.А.	172
Андреева Н.А.	16	Исаев А.А.	63
Антипов А.В.	193,206	К	
Астахова Г.К.	16	Казаков А.В.	68
Аунг Линн	221	Казенас Е.Е.	16
Б		Казенас Е.К.	16
Бабурин А.С.	157	Калинин В.Н.	218
Багдасарян А.С.	108	Каляда В.В.	48
Базиненков А.М.	68,81,92	Капустин В.И.	273,278,283
Беликов А.И.	179,218,221	Капустин Е.Н.	11,63
Беляева Е.В.	296,297	Каторов А.С.	24,29
Белянин А.Ф.	108	Князев В.И.	116
Бычков Е.А.	264	Кобзев В.А.	236
Бурмистров А.В.	63,301	Кожевникова Н.Е.	278
В		Козин А.А.	187
Васильева Т.М.	244	Козлов А.А.	38
Васильев Д.Д.	141,193,199,206	Колесник Л.Л.	135,190,211,292
Васильев М.Н.	244	Корнеев А.В.	34
Вахтомин Ю.Б.	193,206	Королев С.В.	288
Волченкова В.А.	16	Кочетков А.Ю.	230,233
Г		Кочурова Е.В.	244
Гаврилов А.В.	301	Кравчук Е.Д.	249
Галаганова Е.Н.	167	Кувандыков Р.Э.	85
Гордеева У.С.	73	Кудасова Е.О.	244
Гумеров Ф.М.	77	Кудашов И.А.	264
Д		Кукушкин С.А.	184
Давыдов С.Г.	34,38	Купцов А.Д.	130
Демихов К.Е.	73	Л	
Демьянова А.В.	269	Ли И.П.	273,278,283
Долгов А.Н.	34,38	Лотков Е.С.	157
До Тхи Ньян	221	Лян М.	135
Е		М	
Елинсон В.М.	249,254,259	Малеванная Е.И.	193,206
Есаулов М.Н.	16	Мамонтова В.А.	141
Ефимов В.Б.	43	Межов-Деглин Л.П.	43
Ефимов И.А.	81	Митрофанов Е.А.	264,269
Ж		Михайлова И.В.	141
Жировов Е.В.	236	Михайлов В.П.	68
Жуков Р.М.	162	Моисеев К.М.	135,141,193,199,206
З		Морозов П.В.	206
Зайцев А.Н.	230	Москалев Д.О.	157
Залялиев Р.Р.	278	Москаленко С.О.	273,278,283
Зарвин А.Е.	48	Мьо Чжо Хлаинг	211
Зау Пхо Аунг	211		
Зверев А.М.	236		
Золотов Ф.И.	193		

Н		Т	
Налимов С.А.	108	Тетерук Р.А.	85
Неверов В.С.	230	Ф	
Нестеров С.Б.	53,226,296,297,300,301, 305	Феимов Ф.А.	236
О		Филатов А.А.	226
Овчинникова О.А.	16	Филоненко Е.М.	125
Одинокое В.В.	101	Фомин А.В.	125
Очков А.А.	73	Фомина М.Г.	77,301
П		Фомин Д.М.	96
Панин В.В.	101	Х	
Панфилова Е.В.	162	Хтет Ко КоЗау	244
Панфилов Ю.В.	135,157	Хтет Вэй Ян Чжо	244
Пенкина Т.Н.	16	Художитков В.Э.	48
Предтеченский П.О.	292	Хыдырова С.	141,199
Р		Ц	
Райков А.А.	63	Цветков Ю.В.	16
Ревазов В.О.	24,29,38	Цветков Ю.Б.	116,146
Редьков А.В.	184,305	Ч	
Родионов И.А.	157	Чжо Зин Пьо	179,221
Ротарь А.П.	68,81,92	Чжо Я.	135
Рыбченко О.Г.	43	Чубаров О.Е.	236
Рыжиков И.А.	157	Ш	
Рябов В.Т.	121	Шабалин А.Е.	187
С		Шведов А.В.	259
Сагдеев Д.И.	77	Шуманов А.В.	273,278,283
Сажнев С.В.	116	Щ	
Саликеев С.И.	63	Щербачев А.В.	264
Селезнёв В.А.	206	Щукин С.И.	264
Селезнев В.П.	24,29	Щур П.А.	249,254
Семочкин А.И.	179	Я	
Сидорова С.В.	130,172,177	Ядровский А.И.	24
Сиков А.В.	218	Якубов Р.Х.	34,38
Симакин С.Б.	264,269	Яловнаров В.В.	239
Сипкин А.М.	269		
Смирнов К.В.	193,206		
Смирнов П.Г.	226		
Сотников Д.А.	167,190		

**ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА
(СУДАК, 2019, 16 – 21 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 30.08.2019

Отпечатано в типографии ООО «Копиринг»
г.Москва, ул. Нагатинская, д.3А
e-mail: copyring@mail.ru, www.copyring.ru

усл.печ. листов: 19 Формат: А4
Тираж: 100 экз.