



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

Вакуумная наука и техника

Материалы

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



**Крым, Судак
2021, 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

Институт физики твердого тела РАН

**Российский союз научных и инженерных общественных
объединений**

ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА

Материалы

**XXVIII научно-технической конференции с участием
зарубежных специалистов
Крым, Судак, 2021, 16 – 21 сентября**

ББК 31.77
В 14
УДК 621.52

В 14 «Вакуумная наука и техника» Материалы XXVIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. М.: НОБЕЛЛА. 2021 – 324 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

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>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>	Профессор КНИТУ
<i>С.А.Бушин</i>	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
<i>Д.В.Быков</i>	Почетный Председатель Совета РНТВО
<i>Т.М.Васильева</i>	Профессор МФТИ
<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>А.Н.Долгов</i>	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
<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>А.А.Левченко</i>	Директор Института физики твердого тела РАН
<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>Р.А.Тетерук</i>	Начальник отдела ВНИИМ им. Д.И.Менделеева
<i>В.И.Шаповалов</i>	Профессор ЛЭТИ
<i>Е.П.Шешин</i>	Профессор МФТИ

ОРГАНИЗАЦИИ УЧАСТНИКИ

АО «Вакууммаш», г. Казань
АО "Криогенмонтаж", г. Москва
АО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», г. Москва, г. Зеленоград
АО «НПО Лавочкина», г. Химки, Московская обл.
АО «Плутон», г. Москва
БГТУ «Военмех», г. С.-Петербург
ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, г. Санкт-Петербург
Всероссийский научный центр молекулярной диагностики и лечения, г. Москва
ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС», г. Москва
Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, г. Гомель, Белоруссия
Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН, Аналитический центр коллективного пользования, г. Махачкала
Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН, г. Москва
Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, г. Москва
Институт теоретической и прикладной электродинамики РАН, г. Москва
Институт физики, Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН, г. Махачкала
Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл.
Казанский национальный исследовательский технологический университет, г. Казань
МИРЭА-Российский технологический университет, г. Москва
МАИ (Национальный исследовательский университет), г. Москва
МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва
МФТИ Московская обл., г. Долгопрудный
Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Москва.
НИИ ядерной физики им. Д.В.Скобельцына МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва.
НПП «Технологии радиочастотной идентификации и связи», г. Москва
Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна, Московская обл.
ООО «НПО Гелиосфера», г. С.-Петербург.
ООО «Ферри Ватт», г. Казань
ООО «ЭЛТОЧПРИБОР», г. Москва, г. Зеленоград
ООО ЮЭйчВакуум, г. Москва
Российский университет дружбы народов, г. Москва
Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А. Векшинского, г. Москва
ФГУП «ВНИИА им. Н.Л.Духова», г. Москва
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН), г. Москва
ФГАБУ ВПО Национальный исследовательский ядерный университет (МИФИ), г. Москва
Физический факультет МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва
ЦНИТИ «Техномаш», г. Москва
National Institute for Laser, Plasma and Radiation Physics, Bucharest, Romania

СОДЕРЖАНИЕ

ПРИВЕТСТВИЯ.....	9
ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ.....	12
<i>Е.Н.Капустин, А.В.Бурмистров, В.А.Аляев.</i> Казань - вакуумная столица России ...	12
<i>Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, О.В.Желонкин.</i> К 30-ти летнему юбилею компании ФЕРРИ ВАТТ.....	18
СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ.....	24
<i>А.Н.Долгов, С.Г.Давыдов, А.А.Козлов, Р.Х.Якубов.</i> Некоторые особенности инициирования высоковольтного разряда в вакуумном промежутке излучением оптического диапазона.....	24
<i>С.Г.Давыдов, А.Н.Долгов, А.А.Козлов, Р.Х.Якубов.</i> Временные характеристики процесса инициирования низковольтного вакуумного разряда излучением оптического диапазона.....	30
<i>В.Б.Ефимов.</i> Квантовая турбулентность в сверхтекучем гелии – способы детектирования.....	37
<i>Е.К.Казенас, Н.А.Андреева, Г.К.Астахова, В.А.Волченкова, О.А.Овчинникова, Т.Н.Пенкина, В.Б.Смирнова, А.А.Фомина.</i> Термодинамика испарения молибдатов щелочноземельных металлов в вакууме.....	42
<i>А.А.Козлов, С.Г.Давыдов, А.Н.Долгов, Р.Х.Якубов.</i> Эрозионное воздействие импульсной вакуумной дуги на рабочие поверхности малогабаритного разрядника.....	48
<i>Ю.В.Панфилов, Л.Л.Колесник.</i> Привносимая дефектность при формировании наноструктур в вакууме.....	54
СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА.....	61
<i>А.А.Исаев, А.А.Райков, А.В.Бурмистров, С.И.Саликеев.</i> Проводимость каналов роторного механизма двухроторного вакуумного насоса типа Рутс при молекулярном режиме течения газа.....	61
<i>С.А.Бушин.</i> Использование параллельных двухкамерных измерительных систем для оценки степени негерметичности с использованием метода редукции давления.....	65
<i>Р.А.Тетерук.</i> Новый подход к определению межповерочных и межкалибровочных интервалов для средств измерений абсолютного давления.....	76
<i>Д.М.Фомин, А.А.Пименова.</i> Калибровка течеискателей масс-спектрометрических гелиевых.....	80
<i>С.Б.Нестеров.</i> Лучшие инновационные продукты выставки «VacuumTechExpo 2020».....	84
<i>В.В.Альмов, Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, И.А.Сунгатуллин, С.И.Саликеев.</i> Вакуумные пульсирующие течи.....	92
<i>Р.О.Емельяненко, Д.В.Копытов, Е.А.Деулин.</i> Система диагностики СВВ механизмов.....	100
<i>Г.В.Степанов, Е.Ю.Крамаренко, П.А.Стороженко¹.</i> Магнитодеформационный эффект и вакуумное уплотнение с помощью магнитоактивного эластомера.....	106

<i>У.С.Гордеева.</i> Разработка метода расчета основных параметров малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса.....	112
СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	117
<i>В.В.Одинок.</i> Особенности создания и эксплуатации вакуумного оборудования кластерного типа.....	117
<i>С.В.Сажнев, А.А.Дорофеев.</i> Нейтрализация выбросов технологического оборудования в микроэлектронном и вакуумном производствах с использованием жидкостного скруббера.....	125
<i>Д.А.Иванова, А.М. Базиненков, А.В. Глуценков.</i> Исследование вакуумных характеристик магнитоэластического эластомера.....	130
<i>И.Д.Шоничев, С.С.Серопян, Л.Л.Колесник.</i> Модернизация проекта малогабаритной лабораторной установки магнетронного распыления.....	135
<i>Д.С.Шахов, В.П.Михайлов, А.М.Базиненков, М.Е.Жуков.</i> Вакуумный двухкоординатный механизм перемещений с электроэластической регулировкой скорости.....	141
<i>А.И.Беликов, Л.Л.Колесник, О.Э.Алиханов, В.Е.Бражников.</i> Разработка вакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных испытаний и исследование твердосмазочных MOS2-покрытий.....	146
<i>А.Х.Абдуев, А.К.Ахмедов, А.Ш.Асваров, Д.В.Генералов, Д.Тирадо.</i> Вакуумные методы синтеза функциональных слоев прозрачной электроники.....	152
<i>В.Т.Рябов, Н.А.Дюжеев.</i> Исследование теплового МЭМС-сенсора массового расхода газа.....	157
СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ.....	163
<i>А.Д.Купцов, С.В.Сидорова.</i> Влияние ионной обработки на электрические и топологические характеристики поверхностей.....	163
<i>О.Г.Андреасян, С.В.Сидорова.</i> Островковый тонкопленочный конденсатор.....	169
<i>А.Г.Колесников, Ю.А.Крюков, Н.В.Горбунов А.Х.Абдуев, А.Ш.Асваров, А.К.Ахмедов, С.А.Куликов, А.В.Чураков, П.Ю.Апель, О.Л.Орелович, А.В.Шадрин.</i> Формирование тонких плёнок карбида бора, обогащённого изотопом ¹⁰ B, при низких температурах.....	173
<i>А.Х.Абдуев, А.К.Ахмедов, Э.К.Мурлиев, А.Ш.Асваров.</i> Магнетронный синтез тонких слоев ZnO в среде, содержащей водород.....	182
<i>А.Р.Ибрагимов, А.А.Шатаев, О.М. Медведева, К.Р.Минько, С.С.Серопян, Е.В.Панфилова.</i> Исследование влияния параметров процесса получения коллоидных фотонно-кристаллических гетероструктур на их спектральные характеристики.....	187
<i>А.Ф.Белянин, А.С.Багдасарян, В.В.Борисов, С.А.Налимов, Е.Р.Павлюкова.</i> Введения веществ в наноразмерные пустоты опаловых матриц.....	192
<i>А.С.Ломакин, С.П.Бычков, А.А.Копылов.</i> Улучшение выходных характеристик пропорциональных газовых клапанов за счет снижения трения между якорем и корпусом.....	198
<i>А.С.Ковалева, С.П.Бычков.</i> Получение различных структур методом быстрой термической обработки.....	204

СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС.....	214
<i>А.Ю.Кочетков, Е.Ю.Котляров, А.Ф.Шабарчин, Е.В.Шеметова.</i> Разработка концепции и расчётно-экспериментальный анализ рабочих характеристик теплообменника-тепломера для проведения тепловакуумных испытаний низкотемпературной полезной нагрузки КА.....	214
<i>Е.В.Жировов, И.А.Лозанов, В.А.Кобзев, К.В.Сметанин, Н.В.Артемова, Е.Н.Галаганова.</i> Опыт поиска негерметичности теплоизоляционной полости криогенной транспортной цистерны объемом 25 м куб. Фирмы Linde при отсутствии технической документации.....	223
<i>А.С.Борейшо, А.А.Моисеев, С.Б.Нестеров, А.В.Савин, П.Г.Смирнов, С.С.Смоленцев, А.А.Филатов.</i> Моделирование лучистого теплообмена в пористых метаматериалах и на метаповерхностях.....	225
<i>А.А.Филатов, А.А.Кишалов, П.Г.Смирнов, А.А.Моисеев.</i> Моделирование и экспериментальная верификация оптико-физических характеристик имитаторов теплового потока для термовакуумных испытаний.....	229
<i>А.А.Филатов, А.А.Кишалов, П.Г.Смирнов.</i> Моделирование особо крупногабаритного имитатора солнечного излучения на основе высокоомощных короткодуговых ксеноновых ламп.....	232
<i>А.А.Моисеев, А.А.Филатов, А.К.Горденко¹, Д.Е.Алфимов¹, П.Г.Смирнов.</i> Моделирование теплового состояния уловителя потока от плазменного двигателя	234
СЕКЦИЯ 6. БИОМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ.....	237
<i>Л.И.Кравец, Н.Е.Лизунов, М.А.Ярмоленко, V.Satulu, B.Mitu, G.Dinescu.</i> Осаждение на поверхности трековых мембран покрытий в вакууме с целью создания композиционных мембран для опреснения морской воды.....	237
<i>Аунг Чжо У, Йе Хлаинг Тун, М.Н.Васильев, Хтет Ко Ко Зау, Т.М.Васильева.</i> Электростатическая зарядка проводящих мишеней в низкотемпературной сильнонеравновесной плазме пониженного давления.....	244
<i>Хтет Ко Ко Зау, Т.М.Васильева, Е.Д.Никольская, Н.Г.Яббаров, М.Б.Сокол, М.Р.Моллаева, М.В.Чиркина.</i> Исследование нестационарных процессов формирования структур с поверхностно-распределенными свойствами в полимерных материалах в пучково-плазменных реакторах.....	250
<i>Йе Хлаинг Тун, Аунг Чжо У, М.Н.Васильев, Хтет Ко Ко Зау, Т.М.Васильева.</i> Генерация и свойства электронно-пучковой плазмы вблизи поверхности твёрдых тел и жидкости.....	256
<i>В.М.Елинсон, А.С.Аболенцев, Т.В.Ходырев, П.А.Щур.</i> Влияние поверхностного заряда электретов на грибостойкость фторуглеродных полимерных материалов...	260
СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ.....	267
<i>В.И.Капустин, И.П.Ли, Н.Е.Кожевникова.</i> Синергетические эффекты влияния микропримесей на электронную структуру оксидно-никелевых катодов.....	267
<i>В.И.Капустин, И.П.Ли, А.В.Шуманов.</i> Электронная структура вариантов скандатных катодов.....	272

<i>И.П.Ли, В.И.Капустин, А.В.Шуманов, Д.В.Бычков, Н.Е.Леденцова, А.А.Полунина, Ю.В.Поляков. Влияние вакуумного состояния на автоэмиссионные свойства КПУ магнетронов с мгновенной готовностью.....</i>	<i>278</i>
<i>И.П.Ли, В.И.Капустин, Н.Е.Леденцова, А.В.Шуманов. Особенности конструкции трёхмодульных КПУ магнетронов с мгновенной готовностью.....</i>	<i>283</i>
<i>В.А.Мельников, С.А.Платонов, И.П.Ли, Ю.В.Поляков. Некоторые особенности функционирования магнетронов с безнакальным запуском.....</i>	<i>289</i>
<i>В.А.Мельников, С.А.Платонов, И.П.Ли, Ю.В.Поляков. Особенности работы импульсных модуляторов с магнетронами с безнакальным запуском.....</i>	<i>293</i>
<i>Н.И. Скрипкин, А.В.Шмелев, А.И.Проников, И.М.Иванов. Комплексированный СВЧ-модуль с синхронизированными магнетронными генераторами.....</i>	<i>298</i>
<i>И.Ф.Ханбеков, В.П.Михайлов. Исследование процессов ультразвукового активирования диффузии и десорбции в электровакуумных приборах.....</i>	<i>306</i>
ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ.....	311
Решение всероссийской конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2020» 27 – 29 октября 2020, Санкт-Петербург.....	311
Решение 28-й всероссийской конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2021» 22 – 24 июня 2021, Санкт-Петербург...	313
Краткий отчёт по конференции «Перспективы развития катодной техники на предприятиях, занятых выпуском приборов ЭВП СВЧ».....	315
ПРЕЗЕНТАЦИЯ КОМПАНИИ.....	316
Интек Аналитика.....	316
ПАМЯТЬ.....	318
Цветков Юрий Владимирович	318
Горобей Владимир Николаевич	320
Израилов Евгений Константинович.....	321
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ.....	322

ПРИВЕТСТВИЯ

РОССИЙСКИЙ СОЮЗ НАУЧНЫХ И ИНЖЕНЕРНЫХ ОБЩЕСТВЕННЫХ ОБЪЕДИНЕНИЙ

КООРДИНАЦИОННЫЙ СОВЕТ

119034, г. Москва, Курсовой пер., д.17, стр.1
Для телеграмм МОСКВА-ТЕХНИКА

Т/факс: (495)695-16-36
E-mail: rusea@front.ru
<http://www.rusea.info>

от 25.08.21 № 290-КС

На № _____ от _____

Участникам и организаторам
28-ой научно-технической конференции
с участием зарубежных специалистов
«Вакуумная наука и техника»

Уважаемые коллеги!

Российский Союз научных и инженерных общественных объединений сердечно приветствует вас, участников и организаторов 28-ой научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника".

Конференция является авторитетной дискуссионной площадкой, 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, расширения международного сотрудничества и всего наилучшего!

Президент Российского и
Международного Союзов НИО,
академик РАН



Ю.В. Гуляев

Вице-президент,
первый секретарь Российского Союза НИО,
первый вице-президент Международного Союза НИО,
государственный советник РФ 1 класса



С.П. Друкаренко

**ПРИВЕТСТВИЕ РНТВО ИМ. АКАДЕМИКА С.А. ВЕКШИНСКОГО
УЧАСТНИКАМ 28-Й НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ
«ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА»**

100 лет назад, в 1920 году, родилась отечественная электровакуумная отрасль промышленности. В архиве РАН мы обнаружили документ, написанный академиком АН СССР С.А.Векшинским. Приводим выдержку из этого документа: «Самый факт зарождения у нас новой отрасли промышленности (электровакуумной, как ее теперь называют), привел к созданию и изучению новой техники – техники высокого вакуума, постепенное поднятие уровня которой вывело ее уже из круга чисто радиотехнических интересов, расширив его горизонты в сторону рентген-техники, техники выпрямления сильных токов, проводной связи, телевидения и телемеханики, электромедицины и технической химии.

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

В 2021 г. научная общественность отмечает 125 лет со дня рождения основателя отечественной электроламповой промышленности, первого директора НПО «Исток» (г.Фрязино) и научно-исследовательского института вакуумной техники (г.Москва), Героя Социалистического Труда, академика АН СССР Векшинского Сергея Аркадьевича.

В 2016 г. на карте Москвы появилась улица Академика Векшинского. К 125-летию академика планируется на улице его имени открыть информационный стенд.

Установлены контакты с праправнучкой С.А.Векшинского к.э.н., доцентом Санкт-Петербургского политехнического университета имени Петра Великого Т.В.Мокеевой, инициатором создания сайта, посвященного академику.

В 1992 г. было создано Российское научно-техническое вакуумное общество (РНТВО), которое сегодня носит имя академика С.А.Векшинского. РНТВО входит в состав Российского союза научных и инженерных общественных объединений (президент – академик РАН Ю.В.Гуляев), продолжающего традиции Русского технического общества, организованного в 1866 г.

Под эгидой РНТВО проведено 27 конференций «Вакуумная наука и техника» (Крым, Кавказ), 28 конференций «Вакуумная техника и технология» (Санкт-Петербург), 15 конференций «Вакуумная техника, материалы и технология» (Москва), 15 международных выставок вакуумного и криогенного оборудования (Москва).

За годы работы выставки в ней приняли участие представители более 400 организаций из 22 стран мира. 87 лучших инновационных продуктов, представленных на выставке, отмечены почетными призами и дипломами.

В материалы 15-й конференции «Вакуумная техника, технология и материалы» включены 50 докладов 173 участников, представляющих 59 организаций из 16 городов.

В материалы 27-й конференции «Вакуумная наука и техника» включены 50 докладов 136 участников, представляющих 46 организаций из 19 городов.

27-29 октября 2020 г. в Санкт-Петербурге состоялась Всероссийская конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2020». Проводилась в удаленном формате с помощью программы zoom. Опубликован сборник трудов, включающий 41 работу.

Студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология» занимает достойное место среди мероприятий РНТВО им. академика С.А.Векшинского.

В сборниках трудов казанской студенческой конференции опубликовано 624 доклада студентов 33 вузов из 20 городов России и 56 докладов ведущих ученых России в области вакуумной техники и технологии. Многие студенты, участвовавшие в работе конференции, за эти годы защитили диссертации, стали высококвалифицированными специалистами.

28 апреля 2021 г. состоялась Всероссийская научно-практическая молодежная конференция «Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты», посвященная 60-летию кафедры вакуумной и компрессорной техники МГТУ им.Н.Э. Баумана.

3 июня 2021 г. в АО «Плутон» была проведена конференция в формате круглого стола «Перспективы развития катодной техники на предприятиях, занятых выпуском приборов ЭВП СВЧ», на которую были приглашены представители 17 организаций.

22-24 июня 2021 г. во ВНИИМ им.Д.И.Менделеева состоялась 28-я научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии». Был заслушан 41 пленарный, секционный и стендовый доклад. Опубликован сборник трудов, включающий 40 статей.

1 июля 2021 г. состоялся великолепный праздник, посвященный 30-летию ЗАО «ФЕРРИ ВАТТ».

В августе 2020 г. во Франции начато строительство международного термоядерного реактора ITER.

В решение вакуумно-технологической проблемы реактора значительный вклад внесли ученые РНЦ «Курчатовский институт», НИИЭФА им.Д.В.Ефремова, НИИВТ им. С.А.Векшинского. Вопросы, связанные с ITER, регулярно рассматривались на всех наших конференциях.

В связи с развитием пандемии коронавируса актуальной становится задача обеспечения вакуумным и криогенным оборудованием медицинских центров буквально во всех субъектах РФ с целью бесперебойного снабжения кислородом.

Важным достижением мировой космонавтики является успешное проведение экспериментов по полетам коптера в условиях сильно разреженной атмосферы Марса. Давление среды на поверхности Марса соответствует условиям на высоте в 35 км над поверхностью Земли.

Необходимо отметить, что АО «Вакууммаш» находится сегодня на новом этапе инновационного развития. В результате совместной работы с КНИТУ сегодня выпускаются спиральные, двухроторные и винтовые насосы.

Нам удалось сохранить музей НИИВТ им.С.А.Векшинского. Сегодня экспонаты переданы в федеральный музей космонавтики в Калуге. Планируется разместить их в отдельном зале нового здания, открытого 12 апреля 2021 г.

Научная библиотека академика С.А.Векшинского сегодня находится в РНТВО.

Мы приобрели опыт публикации избранных материалов, представляемых на ежегодных конференциях, проводимых под эгидой РНТВО, в Москве, Санкт-Петербурге, Судаче, в цитируемых журналах.

В 2020 г. с борта Международной космической станции космонавты Роскосмоса Александр Скворцов и Олег Скрипочка передали горячий привет и поздравления вакуумщикам России. Флаг РНТВО в течение 2 месяцев преодолел в космическом пространстве около 40 млн. км.

От имени РНТВО сердечно поздравляю участников конференции с началом ее работы, желаю всем здоровья, творческих успехов и новых свершений.

Президент РНТВО им. академика С.А.Векшинского, д.т.н., профессор
С.Б. Нестеров

ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ

КАЗАНЬ - ВАКУУМНАЯ СТОЛИЦА РОССИИ

KAZAN - VACUUM CAPITAL OF RUSSIA

Е.Н. Капустин¹, А.В. Бурмистров², В.А. Аляев²

E.N. Kapustin, A.V. Burmistrov, V.A. Alyaev

¹АО «Вакууммаш», г. Казань

²ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», г. Казань

Статья посвящена вакуумной столице России – городу Казани. Обосновано использование термина «Вакуумная столица России». Показано развитие сотрудничества АО «Вакууммаш» и ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» в сфере подготовки кадров и совместных разработках вакуумной техники.

The article is devoted to the vacuum capital of Russia - the city of Kazan. The use of the term "Vacuum capital of Russia" is substantiated. The development of cooperation between JSC "Vacuummash" and Kazan National Research Technological University in the field of personnel training and joint development of vacuum technology is shown.

Ключевые слова: сотрудничество, подготовка кадров, разработки вакуумной техники.

Keywords: cooperation, personnel training, development of vacuum technology.

Сегодня сложно представить нашу жизнь и промышленное производство без вакуума и вакуумных технологий. Количество применений вакуума увеличивается с каждым годом. А значит, увеличивается потребность и в технике, создающей и поддерживающей вакуум и в специалистах, способных эту технику обслуживать. Поэтому роль вакуумного кластера, созданного в Казани, приобретает для государства важнейшее значение.

Вакуумная отрасль зарождается в Казани в 1959 году, начиная с известного письма академика Векшинского С.А., в котором он обосновал необходимость создания вакуумного центра в Казани и Постановления Совета Министров СССР № 656-295 от 16.06.1959, в соответствии с которым Механический завод, занимавшийся производством и ремонтом сельскохозяйственной техники, был перепрофилирован в завод по выпуску вакуумной техники.

Одновременно на заводе образовано Специальное конструкторское бюро для «разработки новых образцов вакуумного оборудования и арматуры для всех отраслей промышленности», на базе которого в 1961 году создается самостоятельное Центральное КБ вакуумной техники, а позже в 1971 году - НИИ Вакууммаш.

А начиная с 1975 года все казанские предприятия, связанные с вакуумной техникой – Казанский механический завод, НИИ Вакууммаш и Опытный завод вакуумного машиностроения объединяются в ПО «Вакууммаш», и с этого момента начинается новейшая история предприятия.

Развитие такого научно-производственного предприятия, естественно было невозможно без высококвалифицированных кадров. И именно в этот период на Механическом факультете Казанского химико-технологического института начинается

подготовка специалистов по вакуумной технике. А сейчас, в 2021 году исполнилось ровно 40 лет со дня первого выпуска специалистов-вакуумщиков, состоявшегося в 1981 году.

Уже в июне 1985г. в соответствии с приказом Минвуза РСФСР курс "Вакуумная техника" выделен в самостоятельную кафедру "Вакуумная техника электрофизических установок", с 1986 г. в состав кафедры входит филиал, действующий на базе НПО "Вакууммаш".

Первым заведующим кафедрой стал заслуженный работник высшей школы РФ, заслуженный деятель науки и техники ТАССР, д.т.н., профессор Г.Х. Мухамедзянов, а с 2001 года кафедру возглавляет один из первых её выпускников профессор Аляев В.А.

Сегодня Казань – кузница кадров для вакуумного машиностроения не только России, но и для предприятий ближнего и дальнего зарубежья.

Кафедра ВТЭУ с 1981 г. по настоящее время выпустила почти полторы тысячи специалистов, магистров, бакалавров, которые работают на всех крупных предприятиях г. Казани, в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» в г. Сарове, в ОИЯИ в г. Дубна. Ну и конечно, они составляют костяк технических специалистов на АО «Вакууммаш».

Сегодня подготовка специалистов, способных заниматься разработкой новых видов вакуумной техники, в том числе импортозамещением, приобретает особое значение, так как вакуумные насосы, особенно большой производительности, являются товарами двойного назначения и находятся под контролем служб экспортного контроля и МАГАТЭ. Только такие специалисты способны обеспечить технологическую безопасность России. И опыт последних лет доказал необходимость разработки и освоения производства всех необходимых средств откачки в России.

Однако, несмотря на всю важность вакуумной техники для государства, количество вузов, в которых готовят специалистов-вакуумщиков неуклонно сокращается.

Исключением здесь является Казань. Именно в Казани не только сохранилась, но и успешно развивается кафедра «Вакуумная техника электрофизических установок». Более того, только Казанский национальный исследовательский технологический университет готовит именно вакуумщиков.

Именно поэтому в 60-е годы двадцатого столетия Казань стала союзным центром вакуумного машиностроения и сохраняет статус ВАКУУМНОЙ СТОЛИЦЫ РОССИИ сегодня. В Казани для этого есть всё - научная база, своя школа по подготовке специалистов-вакуумщиков, есть АО «Вакууммаш» - крупнейшая компания в России и странах СНГ, производящая вакуумное оборудование.

Сегодня сотрудничество КНИТУ и АО «Вакууммаш» вышло на новый уровень. Открыта магистерская программа для ведущих специалистов завода, разработана специальная программа повышения квалификации для специалистов среднего и низшего звена. В 2021 году два ведущих специалиста АО «Вакууммаш» готовят защиты диссертаций на соискание степени кандидата технических наук.

А начиная с 2013 года КНИТУ и АО «Вакууммаш» начали реализацию совместных проектов по разработке и постановке на производство новейших образцов вакуумной техники. Это стало возможным благодаря тому, что на кафедре сформировалась группа учёных под руководством профессора Бурмистрова А.В., научные интересы которого сосредоточены в области прикладных задач, связанных с исследованиями и разработкой бесконтактных безмасляных вакуумных насосов, в частности двухроторных, спиральных и кулачково-зубчатых.

Безусловно, что эти успехи были бы невозможны, если бы не АО «Вакууммаш». Несмотря на солидный возраст, Вакууммаш сегодня молодое и динамично развивающееся предприятие.

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.

Именно поэтому в 2013 году АО «Вакууммаш» совместно с КНИТУ при поддержке Министерства образования и науки РФ начали проект по разработке и созданию производства первого для себя безмасляного спирального вакуумного насоса [1, 2].

В результате реализации данного проекта был создан типоразмерный ряд вакуумных спиральных насосов (НВСп) производительностью 4, 12, 35 и 60 м³/час и организовано высокотехнологичное серийное производство безмасляных спиральных вакуумных насосов.

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) [3, 4], замещению дорогостоящих комплектующих иностранного производства на отечественные, в том числе собственного производства, например торцевых уплотнителей [5].



Рис. 1. Семейство спиральных вакуумных насосов НВСп.

Продолжением работы по сухим вакуумным насосам стал самый амбициозный проект, вернее сразу три проекта, реализацию которых мы начали в 2018 году – это разработка принципиально новых для нас средств откачки – разработка больших механических бустерных насосов (насосов Рутса) НВД, разработка винтовых вакуумных насосов НВВ и разработка турбомолекулярных вакуумных насосов НВТ [6, 7]. 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-630, НВД-2000 и НВТ-400.

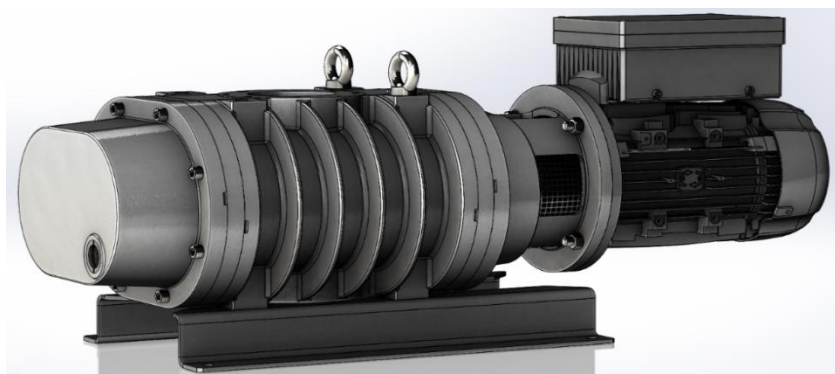


Рис. 2. Макет двухроторного вакуумного насоса НВД-1000.

Насосы Рутса мы хорошо знаем и даже производим небольшие типоразмеры. Теперь стоит задача разработать новую линейку насосов для различных применений и с различными

вариантами обратной связи по входному давлению – и с байпасной линией, и с частотным приводом. Этот проект наиболее проработан благодаря совместной работе с нашими коллегами из технологического университета [8].

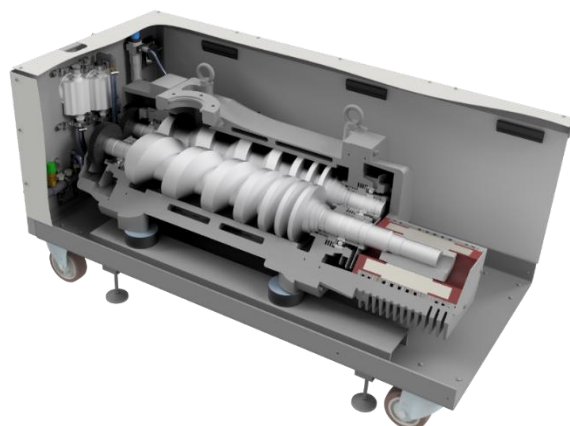


Рис.3. Макет вакуумного винтового насоса НВВ-630.

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

Винтовая машина - основной конкурент системам откачки с масляным уплотнением: пластинчато-роторным и золотниковым насосам. Особенности конструкции роторного механизма делают этот тип насосов невосприимчивым к загрязнениям и позволяют использовать их в очень «грязных» промышленных технологических процессах, а также для откачки сред, содержащих пары жидкостей, и даже капельную влагу.

Однако, при всех преимуществах, этот насос никто в России до сих пор не производил. Имеющийся опыт по разработке и изготовлению винтовых компрессоров здесь использовать практически невозможно, так как профили винтов и сложность конструкции несопоставимы.

Турбомолекулярные насосы всем хорошо известны, а небольшой производительности даже производятся в России. Но для нас это абсолютно новый насос. Более того, мы приняли решение разрабатывать сразу большой насос производительностью 3 500 л/с и с приводом на магнитном подвесе. Такие насосы в России сейчас тоже не производятся.

И проблема 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 далеко не всегда готовы дать гарантию по изготовлению наших деталей с требуемой точностью. Только после нескольких лет поиска нам удалось подобрать необходимое оборудование.



Рис.4. Макет вакуумного турбомолекулярного насоса НВТ-400.

Наше исторически сильное направление – струйные вакуумные насосы, к которым относятся диффузионные и бустерные паромасляные насосы. Несмотря на прогресс в развитии новых средств откачки, ставить точку в истории, например, диффузионных насосов, пока рано.

Вакууммаш разрабатывает и выпускает диффузионные и бустерные насосы уже 60 лет, в том числе последние 25 лет для компании Leybold GmbH. В 2020 году мы завершили проект по разработке нового типоразмерного ряда диффузионных вакуумных насосов с расширенным диапазоном работы – DII, так как за последнее десятилетие существенно поменялись области применения насосов и, соответственно, требования к ним.

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

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

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



Рис.5. Семейство струйных вакуумных насосов: диффузионные и бустерные насосы, изготовленные для компании Leybold GmbH.

Именно таким требованиям соответствует новый насос DИ, способный устойчиво работать и обеспечивать максимальный поток откачиваемого газа при входном давлении $1 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст. Разработаны и начато серийное производство насосов с условным проходом 320, 500, 630, 800, 1000 мм., подготовлена документация на насосы с условным проходом 250 и 400 мм. Наименование нового насоса DИ 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 замечательный результат: насосы не уступают по своим характеристикам лучшим мировым образцам, а порой их превосходят. Так по массовым характеристикам и энергоэффективности наши насосы превосходят конкурентов на 10-20 %.

Таким образом, подводя итоги следует ещё раз подчеркнуть, что АО «Вакууммаш» и КНИТУ находятся сегодня на новом этапе инновационного развития. Благодаря тесному сотрудничеству промышленного предприятия и университета создана инновационно-ориентированная система непрерывного высшего образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии, что позволяет разрабатывать и производить действительно уникальные продукты. Работы предстоит ещё очень много. Но мы считаем, что очень важно заявить о наших амбициях и желании выйти на рынок с самыми современными продуктами. Убеждены, что, не смотря на исключительную сложность поставленных задач, мы справимся с ними и АО «Вакууммаш» в очередной раз подтвердит звание лидера российского вакуумного машиностроения, КНИТУ – звание лидера в подготовке специалистов вакуумщиков, а Казань – звание ВАКУУМНОЙ СТОЛИЦЫ РОССИИ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Капустин, Е.Н. Создание высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов в России / Е.Н. Капустин, А.Е. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вестник Казанского технологического университета. – 2014, Т.17. - № 19 - С. 280 -283.

2. Капустин, Е.Н. Этапы разработки типоразмерного ряда отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов/ Е.Н. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вакуумная техника и технология. –2015. – Т. 25, № 2. - С. 176-180.

3. Патент на изобретение. 2565342 Российская Федерация, МПК F04C 18/02 (2006.01), С1. Спиральная машина / Бурмистров А.В., Райков А.А., Саликеев С.И., Бронштейн М.Д., Капустин Е.Н.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО "КНИТУ", ОАО "Вакууммаш" - заявка № 2014146836; зарегистрировано 16.09.2015 – 4 с.

4. Патент на изобретение. 2616894 Российская Федерация, МПК D06F 39/00 (2006.01), С2. Спиральная машина / Бурмистров А.В., Райков А.А., Саликеев С.И., Бронштейн М.Д., Капустин Е.Н.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО "КНИТУ", АО "Вакууммаш" - заявка № 2015138655; зарегистрировано 18.04.2017 – 3 с.

5. Капустин Е.Н. Разработка и освоение выпуска отечественных торцевых уплотнителей для безмасляных спиральных насосов / Е.Н. Капустин, А.А. Исаев, А.В. Тюрин, А.В. Бурмистров // Материалы VIII Международной научно-технической конференции «Инновационные машиностроительные технологии, оборудование и материалы - 2017», Казань. - 2017. – С. 34-38.

6. Бурмистров, А. В. Разработка нового типоразмерного ряда ДВН типа Рутс / А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, Е.Н. Капустин, А.А. Исаев // Наноиндустрия. - Наноиндустрия. Спецвыпуск (2s, том 13). – 2020. – С. 54-61.

7. Бурмистров, А.В. Новые совместные разработки АО «Вакууммаш» и КНИТУ бесконтактных безмасляных вакуумных насосов./ А.В. Бурмистров, Е.Н. Капустин // Материалы X Российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология», Казань, 2021. – С.31-37.

8. Бурмистров А.В. Разработка двухроторного вакуумного насоса высокой производительности / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.А. Райков // Материалы IX Международной научно-технической конференции «Инновационные машиностроительные технологии, оборудование и материалы - 2018», Казань. - 2018. – С. 14-18.

9. Аляев В. А. Инновационно-ориентированная система непрерывного высшего образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии /В. А. Аляев, А.В. Бурмистров, С. Б. Нестеров, Е.Н. Капустин // Сборник докладов и научных статей международной сетевой конференции Новые стандарты и технологии инженерного образования: возможности вузов и потребности нефтегазохимической отрасли» - Синергия - 2017». – Казань: Изд-во «Бронто», - 2017. – 410с.

К 30-ТИ ЛЕТНЕМУ ЮБИЛЕЮ КОМПАНИИ ФЕРРИ ВАТТ

FOR THE 30TH ANNIVERSARY OF FERRY VATT

Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, О.В.Желонкин /zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

Ya.O.Zhelonkin, A.A.Biktashev, O.V.Zhelonkin

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Казань

Доклад к 30-ти летнему юбилею Казанской компании «ФЕРРИ ВАТТ» - разработчика и изготовителя вакуумного технологического оборудования. Представлен краткий исторический экскурс, основные хронологические вехи и направления деятельности компании.

For the 30th anniversary of FERRY VATT, a Kazan company for vacuum process equipment development and manufacturing. A brief historical overview, chronological milestones and activities of the company are presented.

Ключевые слова: компания – разработчик и изготовитель вакуумного технологического оборудования.

Key words: company for vacuum process equipment development and manufacturing.

История предприятия начинается с 1991 г., когда группа инициативных сотрудников, разваливающегося в те годы НИИ «ВАКУУММАШ», создали предприятие «Квазар», в последствии переименованное в МП «ВАТТ» и уже в последствии - «ФЕРРИ ВАТТ». Название компании «ФЕРРИ ВАТТ» состоит из 2-х частей, где первая часть — это дань уважения к нашим инвесторам, группе компаний «ФЕРРИ» (от англ. ferry – переправа), вторая - «ВАТТ», расшифровывается как Вакуумная Техника и Технологии. Первооснователями компании были Бикташев Айрат Адипович, Желонкин Олег Владиславович, Балабанов Андрей Анатольевич, Дементьев Сергей Юрьевич, Гиматдинов Ильдар Габдулхаевич. Руководителем компании до 1995 года был Дементьев С.Ю., 1995 - 2021 года – Бикташев А.А., с 2021 года – Желонкин Я.О. На протяжении многих лет наши ключевые отделы – технологический и

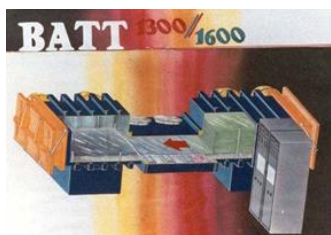
конструкторский, возглавляли Глинкин Владимир Александрович и Редкин Владимир Григорьевич, большие специалисты в области вакуумной техники, преданные своему ремеслу.

С первых дней работы предприятие имело заказы на изготовление ряда напылительных установок для нанесения защитно-декоративных покрытий. С 1993 г. на предприятии открылся свой участок нанесения покрытий, на котором было задействовано несколько установок с круглосуточным режимом работы. До настоящего момента, коллективом нашего предприятия накоплен огромный опыт по разработке и изготовлению вакуумного оборудования различного назначения, формализованный в виде 6 основных направлений:

- Технологии вакуумного и плазменного напыления тонких пленок и покрытий (PVD, CVD, PECVD, ALD и др.);
- Технологии обработки различных материалов в высокочастотной (ВЧ) плазме пониженного давления (ССР, ICP);
- Вакуумное оборудование для формирования композитных материалов и вакуумной пропитки изделий смолами и лаками;
- Установки климатических испытаний, имитации космического пространства, испытания электроракетных двигателей (ЭРД);
- Вакуумные печи различного назначения;
- Специальное промышленное и лабораторное вакуумное и плазменное оборудование (оборудование зонной плавки, в т.ч. монокристаллов, установки вакуумной плавки).

Далее представлены основные исторические вехи в жизни компании:

1991 г.



Основание компании. **Первое поколение** вакуумных установок «ФЕРРИ ВАТТ». Серия установок ВАТТ 1200. Открытие с 1993 г. участка нанесения покрытий.

1995 г.



Серия установок ВАТТ 1600 («Казанская бочка»). **Самая популярная серия** установок первого поколения, более 35 единиц в различной комплектации: магнетронное, дуговое, термическое напыление, плазменная обработка, имитация космоса и др.

1998 г.



Выход на **рынки СНГ и Восточной Европы**, поставки оборудования в Казахстан, Болгарию, Узбекистан, Молдавию, Белоруссию, Украину и др. страны.

2000 г.



Ребрендинг компании. Запуск **второго поколения** вакуумных установок, многие из которых представляют уникальные единицы вакуумного технологического оборудования для индивидуальных задач науки и производства.

2005 г.



Выход на **международные рынки** Западной Европы и Ближнего Востока, поставки установок в Швейцарию, Испанию, Кувейт, Сирию и др. страны.

2007 г.



Серия напылительных установок ВАТТ 900 для различных задач нанесения декоративных и функциональных покрытий. В дальнейшем на ее базе создана серия установок ВАТТ 700.

2006 -
2009
гг.



Первые **проходные** вакуумные установки ВАТТ 600x1200М-ЭД и ВАТТ 600-6 ИМД.

2012 г.



Серия установок зонной плавки **монокристаллов** тугоплавких металлов ВАТТ УЗП-800.

Самая большая в истории компании вакуумная установка ВАТТ 4500-4М, для нанесения покрытий на подложки размерами 3x1,5 м и весом до 5 т.

2013-
2014
гг.



Серия вакуумных установок для **рулонных материалов** ВАТТ 4000 ПТ Плазма и ВАТТ 5000 Б Плазма.

Активное развитие направления оборудования и технологий **плазменной обработки**.

2015 г.



Автоматизированная вакуумная линия пропитки пористых сплавов ВАТТ-5-ВКП2,8. Открытие направления вакуумной **пропитки и формования** композитных материалов.

2019 г.



Ребрендинг компании. Запуск **третьего поколения** вакуумных установок «ФЕРРИ ВАТТ».

За годы многолетней работы компании создан тесный сплоченный коллектив, готовый решать любые и, в том числе, нестандартные задачи. Наши сотрудники являются выпускниками ведущих Российских кафедр вакуумной и плазменной техники КНИТУ-КХТИ, МГТУ им. Н.Э. Баумана. Профессионализм нашей команды подтверждается многочисленными научными статьями, дипломами и наградами, а также выбором Заказчика - госкорпораций, университетов, научно-исследовательских центров, производственных предприятий. Компания является постоянным участником и

многократным победителем Международной выставки вакуумного оборудования VacuumTechExpo. Также, имеется опыт работы с зарубежными партнерами и заказчиками – установки компании «ФЕРРИ ВАТТ» эксплуатируются в 12 странах: Япония, Китай, Швейцария, Испания, Кувейт, Сирия, Украина, Молдавия, Белоруссия, Узбекистан, Казахстан.

Заказчиками нашего оборудования являются предприятия крупнейших государственных корпораций – нам доверяют компании Росатома (РФЯЦ-ВНИИЭФ, ПО «Маяк», НИИ НПО «ЛУЧ», ГНЦ РФ – ФЭИ, ВНИИА им. Н.Л. Духова, НИИТФА), Роскосмоса («ИСС» имени академика М.Ф. Решетнёва, Навигатор), Ростеха (ВИАМ, Концерн ВКО «Алмаз-Антей», КБточмаш им. А.Э. Нудельмана, НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха», Завод «Дагдизель»), университеты (МИСиС, МЭИ, КНИТУ, РГПУ им. А.И. Герцена, СПбГУ ИТМО, СПбГУ, СКФУ).

Компания имеет полный производственный цикл, начиная от идеи воплощения, конструкторской разработки до изготовления на собственных производственных площадях:

- Инжиниринговые процессы разработки оборудования выполняются с применением современных средств автоматизации проектирования (САПР), что позволяет качественно и в кратчайшие сроки решать уникальные проектные задачи любой сложности;

- Моделирование и расчет физических процессов вакуумной и плазменной техники: механические, газо- и гидродинамические, электромагнитные, процессы теплопередачи, плазмодинамики. Позволяют на этапах проектной разработки новых изделий проверить результаты аналитических расчетов на 3D моделях с учетом всех конструктивных нюансов и исключить возможные издержки производства;

- Современные средства автоматизации технологических процессов (АСУ ТП): собственная разработка SCADA систем управления, ручное и автоматическое управление, контроль всех параметров на мнемосхеме, программирование технологических циклов, протоколирование всех параметров, формирование отчетов, удаленное управление, многоуровневый доступ;

- Производственные возможности компании включают участки заготовительные, металлообрабатывающие, сварочные, сборочные, испытательные;

- Ресурсный центр компании является лабораторной площадкой для отработки новых технологий и пилотных установок.

Система контроля качества продукции «Ферри Ватт» сертифицирована и соответствует требованиям ИСО 9001, сварочное оборудование и персонал аттестованы по требованиям НАКС, руководители и инженерно-технические сотрудники сертифицированы по квалификационным стандартам Межотраслевого Объединения Наноиндустрии, в т.ч. по профессиональным стандартам в области наноструктурированных композиционных материалов и нанесению PVD покрытий.

Компания «ФЕРРИ ВАТТ» гордится своим прошлым и уверенно смотрит в будущее.

ЛИТРАТУРА

1. Zhelonkin Ya O, Biktashev A A, Salikeev S I, Sungatullin I A, Zhelonkin O V Modern engineering tools for the development of new samples of vacuum process equipment // *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1313* (2019) 01206, doi:10.1088/

2. Желонкин Я.О., Бикташев А.А., Саликеев С.И., Сунгатуллин И.А., Желонкин О.В. 2019, Современные инжиниринговые инструменты разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования / *НОВЕЛЛА*, - С. 25-31

3. Zhelonkin Ya O, Biktashev A A, Salikeev S I, Sungatullin I A, Zhelonkin O V, 2019, Modern engineering tools for the development of new samples of vacuum process equipment // *18-20 июня 2019 г.* / СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», - С. 80-84.

4. Шаймарданов Р.Р., Косенков Д.В., Пальцев А.В., Гаврилов А.В., Аляев В.А., 2019, *«Установка вакуумной сушки поверхностно-активных веществ/Казань: Издательство КНИТУ, - С. 154-155.*
5. Желонкин Я.О., Бикташев А.А., Сунгатуллин И.А., Желонкин О.В., *«Инструменты и методы разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования»/ Казань: Издательство КНИТУ, 2019, - С. 39-46.*
6. Желонкин Я.О. 2018, *Вакуумное оборудование для обработки полимерных рулонных материалов/Желонкин Я.О., Бикташев А.А., Желонкин О.В., Саликеев С.И.// «Электровакуумная техника и технология», М.: НОВЕЛЛА, - С. 123-126.*
7. Желонкин Я.О. 2018, *Модульное плазменное оборудование для научных исследований// «Электровакуумная техника и технология», под редакцией руководителя Семинара А. В. Горина. М.: НОВЕЛЛА, - С. 127-130.*
8. Желонкин Я.О., Муртазин Р.Н., Саликеев С.И., Бикташев А.А., Пальцев А.В., Сунгатуллин И.А. 2017, *«Разработка технологии изготовления высокопрочных отливок...» // Материалы конференции «МНТК «ИМТОМ–2017». Ч. 2. – Казань, - С. 31-34.*
9. Глинкин В.А., Бикташев А.А., Муртазин Р.Н. 2014. *Установка для нанесения прозрачных пленок оксида индия магнетронным методом. // Вестник Казан. Технол. Ун-та. – Т.17 - №21. – С. 269-273.*
10. Глинкин В.А., Бикташев А.А., Муртазин Р.Н. 2014, *Вакуумная установка для нанесения покрытий методом атомно-послойного осаждения. // Вестник Казан. Технол. Ун-та. -. – Т.17 - №19. – С. 276-279.*
11. Бикташев А.А., Глинкин В.А. 2013. *Вакуумная установка для нанесения селективных покрытий. //Вестник Казан. Технол. Ун-та. — Т.16 - №21. – С. 225-228.*
12. Бикташев А.А., Глинкин В.А., Желонкин О.В. 2012, *Промышленные и исследовательские установки для нанесения наноструктурных и наноразмерных покрытий. // Труды семинара «Электровакуумная техника и технология». М.: НИИ ЭМ МГТУ им. Н.Э. Баумана, С.157-161.*
13. Бикташев А.А., Глинкин В.А. 2009, *Новые российские вакуумные установки для нанесения твердых покрытий серии ВАТТ. // Материалы IV международной н-техн. конф. «Вакуумная техника, материалы и технологии». М.: ОМР.ПРИНТ, - С.50-56.*
14. Бикташев А.А., Глинкин В.А., Желонкин О.В. 2008, *Установка «ВАТТ 600х1200 – ЭД». // Сб. докладов Харьковской нанотехнологической ассамблеи-2008, т.1, Харьков.: ННЦ ХФТИ, С. 282-283.*
15. Бикташев А.А., Глинкин В.А., Желонкин О.В. 2008. *Новая концепция установки нанесения упрочняющих покрытий серии «ВАТТ»//Тезисы докладов конференции «Нанотехнологии - производству - 2008». Фрязино: «Янус-К», С. 116-117.*
16. Бикташев А.А., Желонкин О.В., Глинкин В.А., Ляпин А.П. 2006, *Новое поколение вакуумных напылительных установок ЗАО «Ферри Ватт». // Сб. докладов 7-й Международной конференции «Вакуумные нанотехнологии и оборудование». Харьков: ННЦ «ХФТИ», ИПП «Контраст», 2006.*
17. Бикташев А.А., Глинкин В.А., Желонкин О.В., Ляпин А.П. 2006, *Напылительные установки ЗАО «Ферри Ватт». // Труды научно-технического семинара «Электровакуумная техника и технология». Т.3. -М.: МГТУ им. Баумана, С.128-137.*
18. Biktashev A A, Zhelonkin O V, Glinkin V A, Lyapin A P 2006, *Coating plants from "FERRI VATT" Ltd.// Труды научно-технического семинара «Электровакуумная техника и технология». Т.3. -М.: МГТУ им. Баумана, С.138-147.*
19. Бикташев А.А., Глинкин В.А., Желонкин О.В., Ляпин А.П. 2006, *Современные установки серии ВАТТ. //Труды международной н-техн. конф. «Нанотехнологии – производству 2006», Фрязино: «Концерн Наноиндустрия», С. 222-226.*
20. Бикташев А.А., Желонкин О.В., Бурмистров А.В., Глинкин В.А. *Современные принципы конструирования вакуумных установок для нанесения покрытий на стекла больших форматов и критерии выбора оборудования. // Сборник докладов*

международного научно-практического симпозиума "Функциональные покрытия на стеклах". Харьков, 2003, с.74-80.

21. Бикташев А.А., Желонкин А.В., Бурмистров А.В., Глинкин В.А. 2003, Опыт проектирования вакуумных установок для нанесения покрытий на стекла больших форматов. // *Труды научно-техн. семинара «Электровакуумная техника и технология». Т.2.* - М.: – С. 151-156.

22. Бикташев А.А., Желонкин А.В., Бурмистров А.В., Глинкин В.А. 2001, Оборудование для нанесения различных функциональных покрытий на стекло. // *Сборник докладов 4-го Международного симпозиума «Вакуумные технологии и оборудование».* - Харьков: ИПЦ «Контраст», 2001. – С. 337-338.

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ИНИЦИИРОВАНИЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОГО РАЗРЯДА В ВАКУУМНОМ ПРОМЕЖУТКЕ ИЗЛУЧЕНИЕМ ОПТИЧЕСКОГО ДИАПАЗОНА

SOME FEATURES OF THE INITIATION OF A HIGH-VOLTAGE DISCHARGE IN A VACUUM GAP BY RADIATION OF THE OPTICAL BAND

А.Н.Долгов, С.Г.Давыдов, А.А.Козлов, Р.Х.Якубов / alnikdolgov@mail.ru

A.N.Dolgov, S.G.Davydov, A.A.Kozlov, R.Kh.Yakubov,

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

На основе ранее полученных экспериментальных данных сделан вывод о том, что под действием импульса лазерного излучения в продуктах эрозии электродов зажигается первоначально тлеющий разряд, который в результате развития ионизационно-перегревной неустойчивости испытывает контракцию токового канала и переходит в дуговой. Показан характер зависимости минимальной энергии лазерного излучения, необходимой для инициирования разряда, и пороговой энергии лазерного излучения, при превышении которой лазерное излучение эффективно воздействует на возникающую лазерную плазму, от термодинамических параметров материала мишени.

On the basis of earlier obtained experimental data the conclusion is drawn that under the influence of the impulse of laser radiation in products of the erosion of electrodes originally glow discharge is lit which as a result of development of ionization-overheating instability undergoes the contraction of current channel and passes into the arc discharge. The nature of dependence of the minimum energy of laser radiation necessary for initiation of discharge, and threshold energy of laser radiation at which the laser radiation excess effectively influences the arising laser plasma on thermodynamic parameters of the target material is shown.

Ключевые слова: вакуумная дуга, оптическое излучение, перегревная неустойчивость.

Keywords: vacuum arc, optical radiation, overheating instability.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время управляемые малогабаритные разрядники применяются в каротажной аппаратуре, высокоскоростной фотографии, устройствах подсветки быстропотекающих процессов импульсами оптического и рентгеновского излучения, а также в ряде других областей, где определяющими требованиями являются отсутствие накаливаемых цепей, миниатюрность, широкий диапазон коммутируемых токов, устойчивость к внешним воздействиям [1]. В качестве основного преимущества разрядников с лазерным управлением обычно рассматривается полная гальваническая развязка электрической цепи поджига и коммутируемой цепи [2]. Быстрый прогресс в миниатюризации оптических квантовых генераторов достаточно большой мощности позволяет надеяться, что будут обнаружены и другие уникальные преимущества разрядников, поджиг которых осуществляется излучением лазера.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Авторы провели серию экспериментов, целью которых было измерение временных параметров процесса коммутации вакуумного разрядного промежутка при различной энергии лазерного излучения и неизменной длительности импульса, и площади пятна фокусировки лазерного луча.

Находящийся в герметичном диэлектрическом корпусе и откачиваемый до давления остаточных газов 10^{-2} - 10^0 Па двухэлектродный разрядник коммутировал низкоиндуктивную ($\sim 10^{-8}$ Гн) цепь, содержащую высоковольтный конденсатор (10^{-8} Ф), заряженный до напряжения 3 кВ. Регистрация сигналов с сопротивления, включенного последовательно с конденсатором, и с низковольтного плеча омического делителя, включенного параллельно конденсатору, подаваемых на вход стробоскопического осциллографа, позволила с наносекундным временным разрешением наблюдать процесс коммутации (рис.1).

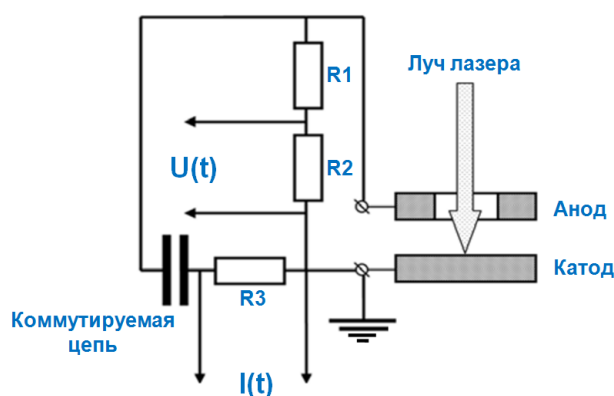


Рис.1. Схема эксперимента.

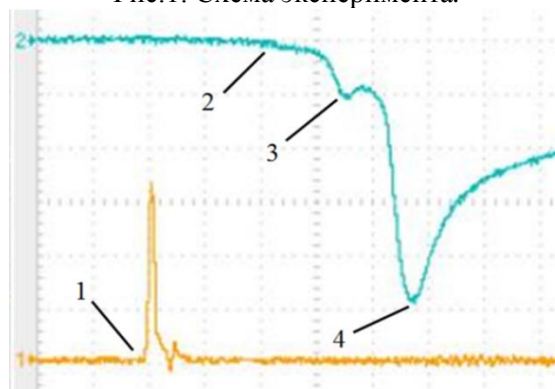


Рис.2. Характерные осциллограммы процесса коммутации тока (луч №1 – сигнал с фотодатчика, луч №2 – токовый импульс) с указанием выделенных точек на осциллограмме коммутируемого тока:

1 – старт лазерного импульса; 2 – момент появления в разрядной цепи тока, заметного по величине при сравнении с амплитудным значением; 3 – особенность на осциллограмме (всплеск); 4 – момент достижения максимума тока в контуре. Развертка: 50 нс/дел. Интервал времени 1-2 соответствует времени задержки τ_{del} .

Излучение импульсного лазера (длина волны 1,06 мкм; длительность импульса по основанию 20 нс) фокусировалось собирающей линзой на поверхности катода через отверстие в аноде. Протяженность промежутка катод-анод составляла 1 мм. Габаритный размер разрядного устройства ~ 1 см. Габариты излучателя - $3 \times 5 \times 10$ см³, и блока

питания/управления лазера - $3 \times 15 \times 20 \text{ см}^3$. Энергия лазерного излучения, падающего на мишень, варьировалась в пределах нескольких порядков величины $E_{LP} = 2 \times 10^{-6} - 2 \times 10^{-3} \text{ Дж}$. При этом средняя интенсивность лазерного излучения на поверхности катода в пределах пятна фокусировки менялась в пределах $q = 3 \times 10^6 - 3 \times 10^9 \text{ Вт/см}^2$.

ОСНОВНЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Было установлено, что существует минимальное значение энергии лазерного излучения $(E_{LP})_{\min}$, необходимое для зажигания самостоятельного разряда в коммутируемом промежутке.

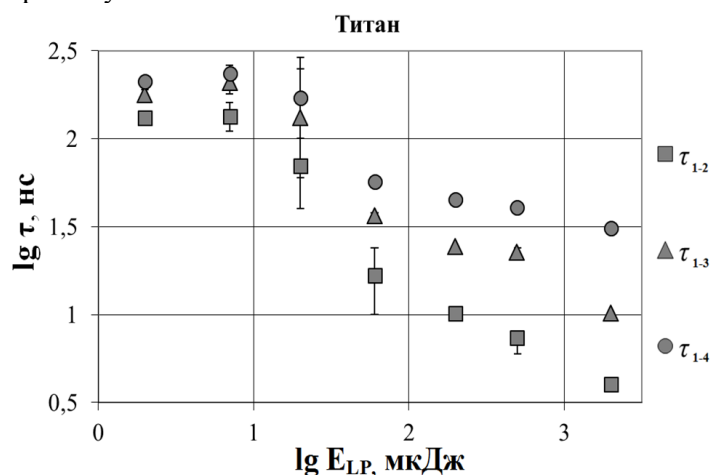


Рис.3. Зависимость временных параметров процесса коммутации тока от энергии управляющего импульса излучения. Указан материал катода.

Зависимость времени задержки между началом дуговой стадии разряда в вакуумном промежутке и началом импульса лазерного излучения τ_{del} от энергии излучения лазера E_{LP} для различных материалов имеет практически идентичный вид, что говорит о единообразии протекающих процессов. При относительно малых $E_{LP} = 2 - 20 \text{ мкДж}$ ($q = 3 \times 10^6 - 3 \times 10^7 \text{ Вт/см}^2$) время задержки τ_{del} меняется сравнительно слабо или даже в пределах случайной погрешности остаются неизменными. С ростом E_{LP} выше некоторого порогового значения $(E_{LP})_{\text{thre}}$ длительность времени задержки τ_{del} начинает достаточно быстро сокращаться (рис.2).

Стоит заметить, что минимальное, необходимое для инициирования разряда в исследуемом вакуумном промежутке, значение $(E_{LP})_{\min}$ и пороговое значение $(E_{LP})_{\text{thre}}$ энергии излучения в лазерном импульсе зависит от материала катода и отличается для различных материалов примерно на один-два порядка величины.

При малых E_{LP} (значительно меньших $(E_{LP})_{\text{thre}}$) в течении примерно 100-200 нс после окончания лазерного импульса в цепи разряда не фиксируется ток. При больших E_{LP} (значительно больших $(E_{LP})_{\text{thre}}$) ток в цепи разряда фиксируется практически сразу после начала облучения поверхности катода (рис.3).

АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исходя из того факта, что при E_{LP} , заведомо меньших порогового значения, ток в цепи, коммутируемой вакуумным промежутком, не фиксируется в течение значительного времени после окончания лазерного импульса, можно предположить, что в межэлектродное пространство расширяется сгусток слабо ионизованного пара [3, 4]. Вероятно, в указанной среде загорается слаботочный тлеющий разряд, а внешняя обращенная к аноду граница облака пара выполняет роль эмиттера электронов. Ток в цепи ограничен, в частности, объемным зарядом в межэлектродном пространстве. Замыкание

межэлектродного промежутка проводящей средой и нейтрализация объемного заряда приводит к заметному увеличению регистрируемого тока. Далее, по-видимому, ионизационно-перегревная неустойчивость тлеющего разряда приводит к контракции канала тока [5-7] и, соответственно, дальнейшему разогреву локального участка поверхности катода. Отсюда следует увеличение плотности потока термоэмиссионных электронов, в частности, за счет напряженности электрического поля у поверхности катода и увеличение плотности потока ионов из плазмы на катод. Рост плотности испаряемого или сублимируемого вещества электрода у его поверхности вызовет уменьшение длины свободного пробега электронов и, соответственно, уменьшение ширины слоя катодного падения потенциала, т.е. вновь рост напряженности электрического поля и плотности электронного тока эмиссии с катода. И так вплоть до образования катодного пятна, т.е. возникновения самовоспроизводящихся центров взрывной электронной эмиссии [8], и перехода разряда в дугу. Свидетельством развития неустойчивости в тлеющем разряде, когда он из нормальной формы переходит в аномальную и затем в дугу, по нашему мнению, является наличие зарегистрированных колебаний (или всплесков) тока на указанной стадии разряда.

При относительно больших E_{LP} , т.е. заведомо больших порогового значения, отличительной чертой разряда, по-видимому, становится влияние лазерного излучения на процесс развития ионизационно-перегревной неустойчивости в плазме тлеющего разряда. При достижении пороговой величины E_{LP} начинается эффективная ионизация паров материала катода за счет пробоя нейтрального газа в поле электромагнитной волны [9]. Локальное увеличение температуры и степени ионизации пара автоматически приводит к увеличению поглощения лазерного излучения и к еще большему разогреву, соответственно, увеличению степени ионизации и проводимости плазмы, т.е. контракции тока. Кроме того, вероятно, быстрее идет процесс заполнения плазмой межэлектродного пространства.

Вероятность ионизации молекул пара электронным ударом, необходимая для зажигания тлеющего разряда, на начальном этапе заполнения вакуумного промежутка и тем самым начальное количество свободных электронов будет определяться средней энергией свободных электронов, а она в свою очередь будет зависеть от тепловой энергии электронов, т.е. от температуры электронов T . В дальнейшем вероятность ионизации станет зависеть от возможности набирать энергию в приложенном к промежутку электрическом поле. Последнее обстоятельство определяется скоростью разлета пара, образовавшегося при нагреве катода лучом лазера, которая пропорциональна величине $(T/\mu)^{1/2}$, где μ – молярная масса (здесь предполагается наличие равновесного состояния). Далее необходимо учесть влияние начальной плотности пара, которая будет определяться количеством испарившегося вещества, т.е. глубиной прогрева катода излучением лазера, которую в свою очередь можно оценить, как $(\tau\chi)^{1/2}$, где τ – длительность лазерного импульса, χ – коэффициент температуропроводности материала катода-мишени.

Температуру мы полагаем одной и той же и равной температуре плавления T_{melt} материала катода, т.к. речь идет о минимально необходимой энергии излучения. Если предположить, что вероятность развития самостоятельного разряда прямо пропорциональна T_{melt} и $(T_{melt}/\mu)^{1/2}$ и обратно пропорциональна $\chi^{1/2}$, то образуется определяющий параметр $(T_{melt}^3/\chi\mu)^{1/2}$. На рис.4 представлена диаграмма, демонстрирующая взаимосвязь $(E_{LP})_{min}$ и сконструированного на основе выше изложенных соображений параметра $(T_{melt}^3/\chi\mu)^{1/2}$. По-видимому, диаграмма демонстрирует некоторую вполне заметную тенденцию.

Что касается пороговой энергии $(E_{LP})_{thre}$ лазерного импульса, то ее величина в первом приближении определяется скоростью разлета плазмы, которая в условиях продолжающегося лазерного импульса не зависит, судя по экспериментальным данным, от массы иона [10, 11], а определяется скоростью электронов плазмы в процессе амбиполярной диффузии в вакуум.

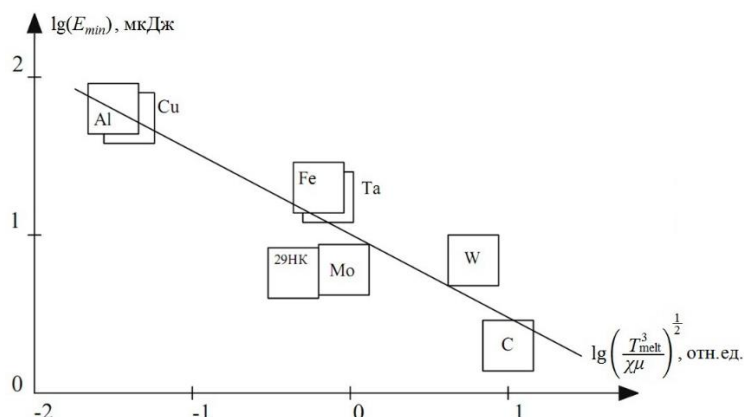


Рис.4. Диаграмма распределения материалов, использованных для изготовления катода, по величине минимальной необходимой для инициирования разряда энергии в лазерном импульсе $(E_{LP})_{min}$ и параметра $(T_{melt}^3/\chi\mu)^{1/2}$.

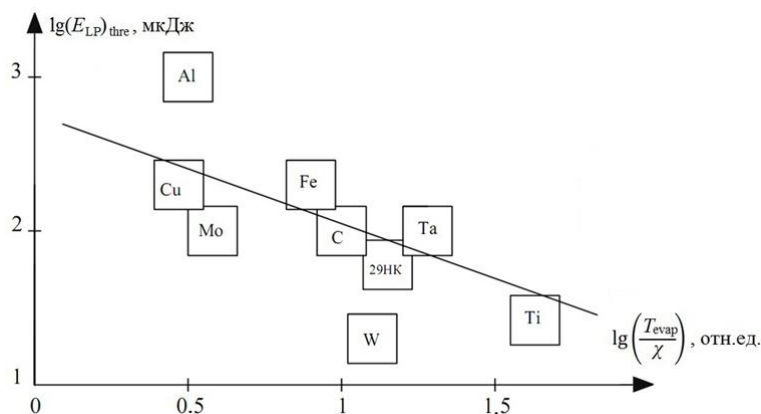


Рис.5. Диаграмма распределения материалов, использованных для изготовления катода, по величине пороговой энергии излучения в лазерном импульсе $(E_{LP})_{thre}$ и параметра (T_{evap}/χ) .

Таблица 1

Отношение критических интенсивностей к пороговым для различных материалов.

Материал	W	Al	Ковар	Cu	Mo	Fe	Ta	Ti	Графит
q_{crit}/q_{thre}	1,8	0,017	0,2	0,11	0,2	0,07	0,2	0,3	0,5

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Суммируя полученные результаты, можем отметить следующее.

Характер зависимости регистрируемых временных параметров от энергии излучения одинаков для различных материалов катода.

Было установлено, что существует минимальное значение энергии лазерного излучения $(E_{LP})_{min}$, необходимое для зажигания самостоятельного разряда в коммутируемом промежутке, и пороговой энергии $(E_{LP})_{thre}$, начиная с которой проявляется зависимость регистрируемых временных параметров процесса коммутации от энергии лазерного импульса.

Под действием импульса лазерного излучения в межэлектродном пространстве в продуктах эрозии электродов, по-видимому, зажигается первоначально тлеющий разряд, который затем в результате развития ионизационно-перегревной неустойчивости

испытывает контракцию токового канала и переходит в дуговой. При величине энергии излучения, превышающей пороговое значение, падающее на катод излучение ускоряет процесс развития ионизационно-перегревной неустойчивости и переход разряда в дуговой.

Величина минимальной необходимой для поджига разрядника энергии лазерного импульса $(E_{LP})_{min}$ и пороговой энергии $(E_{LP})_{thre}$, определяется термодинамическими параметрами материала катода при постоянстве длины волны и длительности излучения, а также приложенного напряжения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника. М.: Наука, 2004,-704 с.
2. Rosenthal E. W., Larkin I., Goffin A., Produit T., Schroeder M. C., Wolf J.-P., Milchberg H. M. Dynamics of the femtosecond laser-triggered spark gap // Optics Express. 2020. V.28. №17/17. 24599. -19 pp.
3. Ананьин О.Б., Афанасьев Ю.В., Крохин О.Н. // Лазерная плазма. Физика и применение: Монография. М.: МИФИ,2003. -400 с.
4. Cremers D.A., Radziemski L.J. // Handbook of Laser Induced Breakdown Spectroscopy, Wiley,New York,2006.
5. Биберман Л.М., Воробьев В.С., Якубов И.Т. // Кинетика неравновесной низкотемпературной плазмы. М.: Наука,1982. -375 с.
6. Райзер Ю.П. // Физика газового разряда. М.: Наука,1992. -536 с.
7. Велихов Е.П., Ковалев А.С., Рахманов А.Т. // Физические явления в газоразрядной плазме. М.: Наука,1987. -160 с.
8. Месяц Г.А.//Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. – М.: Наука,2000, -424 с.
9. Райзер Ю.П. // Лазерная искра и распространение разрядов. – М.: Наука, 1974. - 308 с.
10. Keldysh L.V. Ionisation in the field of a strong electromagnetic wave // Soviet Physics JETP. 1965. V.20. №5. P.1307-1314.
11. Воробьев В.С. // УФН.1993. Т.163. №12. С.51.

**ВРЕМЕННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЦЕССА ИНИЦИИРОВАНИЯ
НИЗКОВОЛЬТНОГО ВАКУУМНОГО РАЗРЯДА ИЗЛУЧЕНИЕМ ОПТИЧЕСКОГО
ДИАПАЗОНА**

**TIME RESPONSE CHARACTERISTICS OF PROCESS OF INITIATION OF THE
LOW-VOLTAGE VACUUM SPARK BY RADIATION OF OPTICAL BAND**

С.Г.Давыдов, А.Н.Долгов, А.А.Козлов, Р.Х.Якубов / sg.davydov@mail.ru

S.G.Davydov, A.N.Dolgov, A.A.Kozlov, R.Kh.Yakubov,

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л.Духова»
(ВНИИА), Москва

Исследован процесс коммутации низковольтного вакуумного диода под воздействием импульса излучения оптического диапазона. Продемонстрирован характер зависимости времени срабатывания от приложенного напряжения и давления остаточного газа. На основе полученных экспериментальных данных выдвинуто предположение о том, что первоначально зажигается тлеющий разряд, который в результате развития ионизационно-перегревной неустойчивости испытывает контракцию токового канала и переходит в дуговой.

Process of switching of the low-voltage vacuum-tube diode under the influence of the radiant pulse of optical band is investigated. The nature of dependence of response time on applied voltage and pressure of the residual gas is shown. On the basis of the obtained experimental data the assumption is made that the glow discharge being originally lit as a result of development ionization-overheating instability undergoes the contraction of current channel and passes into the arc discharge.

Ключевые слова: вакуумная искра, лазерная плазма, неустойчивость.

Keywords: vacuum spark, laser plasma, instability.

Вакуумная искра является одной из форм нестационарного электрического разряда, возникающей на финальной стадии процесса, называемого электрическим пробоем вакуумного промежутка. Широкое применение искровой разряд находит, например, как коммутирующий элемент в приборах импульсной техники [1]. Полученные при исследовании низкоиндуктивного вакуумного искрового разряда результаты указывают на возможность создания плазменного двигателя на основе искрового разряда для малых космических аппаратов, имеющих лучшие характеристики по сравнению со стационарной дугой [2].

Настоящая работа посвящена исследованию процесса коммутации короткого вакуумного промежутка под воздействием импульса излучения оптического диапазона в условиях низких напряжений, прикладываемых к промежутку.

Разрядное устройство, состоящее из двух коаксиальных кольцеобразных электродов внешним диаметром 10 мм и внутренним диаметром 4 мм, разделенных керамическим изолятором, помещалось в откачиваемую герметичную оболочку с оптически прозрачными стенками (рис. 1). Объем внутри оболочки откачивался до давления остаточных газов 10^{-2} – 10^0 Па. Катод – заземлен. Материал электродов – титан. Расстояние между электродами составляет 3 мм. За пределами межэлектродного промежутка на оси симметрии электродной системы располагается мишень из тугоплавкого материала – корунда. Мишень вынесена за пределы межэлектродного промежутка на расстояние 1 мм.

В качестве источника излучения использовался импульсный твердотельный лазер ЛТИ-60, работающий в режиме модулированной добротности и генерирующий импульс излучения с длиной волны 0,53 мкм энергией 5-10 мДж и длительностью 5 нс на полувывсоте импульса. Излучение лазера фокусировалось с помощью собирающей линзы, расположенной за пределами откачиваемой оболочки, на поверхности мишени сквозь стенку вакуумной камеры таким образом, что пучок излучения без потерь проходил на мишень сквозь отверстия в электродах. Интенсивность лазерного излучения задавалась диаметром пятна фокусировки. В экспериментах использовалась фокусирующая линза с фокусным расстоянием $F=50$ мм. При угловой расходимости лазерного пучка 4,5 мрад это теоретически позволяло получить пятно фокусировки диаметром 0,8 мм, что и было подтверждено экспериментально путем измерения следа пучка лазерного излучения на фотобумаге марки УНИБРОМ ГОСТ-10752-79. Измерение энергии лазерного импульса осуществлялось с помощью болометра ЗА-Р NOVA II, а временной профиль интенсивности излучения лазера регистрировался с помощью скоростного фотодатчика ФП-70А. Средняя по пятну фокусировки интенсивность падающего на поверхность мишени излучения составляла $(2-4) \cdot 10^8$ Вт/см².

Коммутируемая разрядным промежутком цепь состояла из последовательно включенных низкоиндуктивных конденсатора емкостью 2,2 мкФ и сопротивления 47 Ом. Конденсатор заряжался до напряжения 20 – 150 В. Одна из обкладок конденсатора – заземлена, вторая находится под положительным потенциалом и соединена с анодом разрядного устройства. Измерения силы тока, протекающего в указанной цепи в процессе разряда конденсатора, осуществлялись с помощью регистрации напряжения на сопротивлении в коммутируемой цепи.

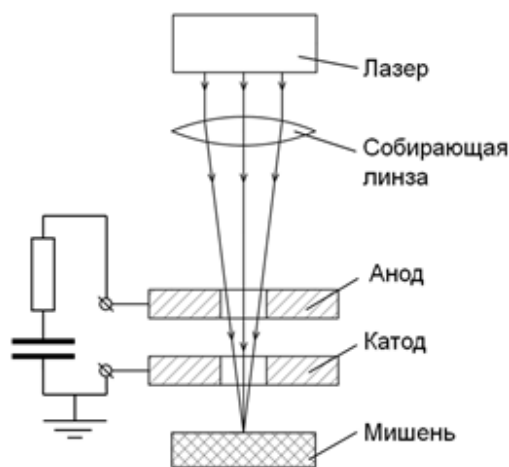


Рис.1. Схема эксперимента.

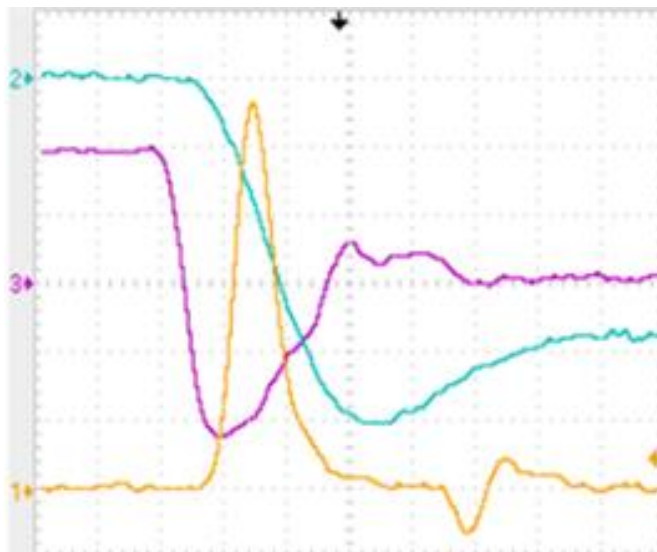


Рис.2. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 - 0,01 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 - 10 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов - 10^{-1} - 10^0 Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе - 20 В.

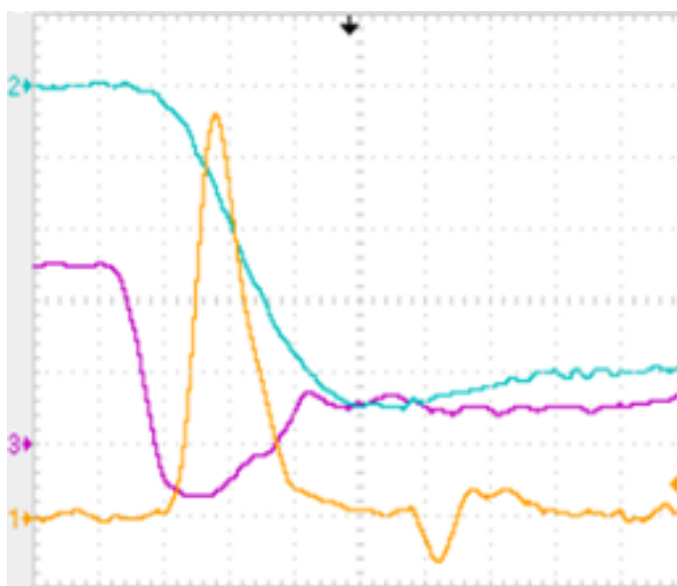


Рис.3. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 - 0,02 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 - 20 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов: 10^{-1} - 10^0 Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе - 50 В.

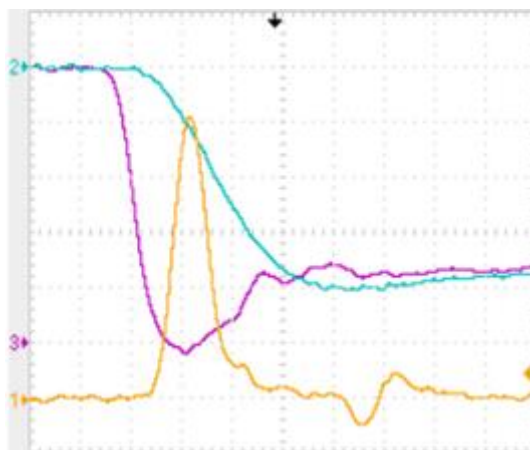


Рис.4. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 – 0,04 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 – 20 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов: 10^{-1} - 10^0 Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе - 100 В.

Результаты экспериментов свидетельствуют о том, что изменения зарядного напряжения на конденсаторе и давления остаточного газа в разрядном промежутке вызывают количественные и качественные изменения во временном профиле напряжения на межэлектродном промежутке и тока в межэлектродном пространстве в процессе протекания разряда. Если рассматривать первые примерно 50 нс после начала воздействия излучения на мишень, то можно отметить следующие особенности развития разряда. При величине зарядного напряжения в пределах ≤ 100 В время нарастания силы тока при коммутации межэлектродного промежутка остается практически неизменным.

Наиболее заметные изменения напряжения и силы тока происходят в течение времени воздействия излучения на мишень. Достижимая в разряде сила тока составляет величину $\leq 0,16$ А, что говорит о недостижении условий, необходимых для развития дугового разряда. При величине зарядного напряжения в пределах >100 В время нарастания силы тока при коммутации межэлектродного промежутка возрастает как с ростом зарядного напряжения, так и с уменьшением давления остаточных газов (рис. 2-6).

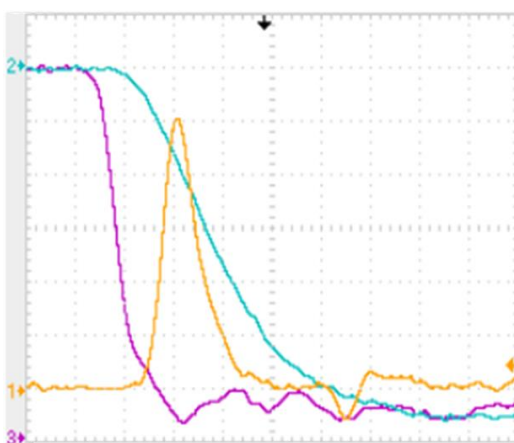


Рис.5. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 – 0,4 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 – 20 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов: 10^{-1} -10 Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе - 140 В.

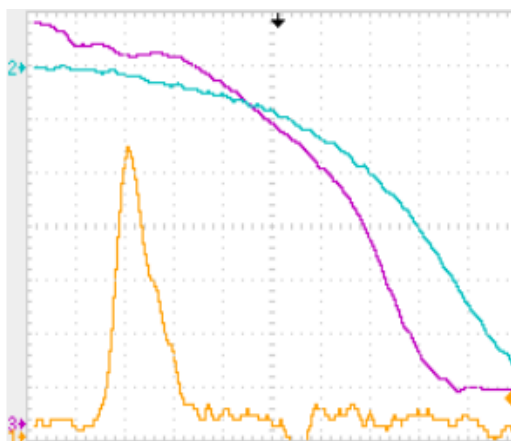


Рис.6. Оциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 –0,4 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 –20 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов - 10^{-2} Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе -150 В.

При вакууме 10^{-1} - 10^0 Па и зарядном напряжении коммутируемой цепи 20 В достигаемая в разряде сила тока составила 0,05 А. Далее с повышением напряжения, соответственно: 50 В - 0,09 А; 100 В - 0,16 А; 140 В - 2,6 А.

Выше указанные обстоятельства заставляют предположить, что при величине зарядного напряжения конденсатора ≤ 100 В в течении воздействия лазерного излучения на мишень разряд носит несамостоятельный характер, т.е. в нем рождение носителей заряда не обусловлено действием прикладываемого к межэлектродному промежутку электрического поля, а преобладающим является иной механизм. Кроме того, даже при условии включения механизма амбиполярной диффузии факелу лазерной плазмы, возникающей у поверхности мишени, потребуется $\sim 200 - 400$ нс для того, чтобы замкнуть межэлектродный промежуток, что значительно превышает наблюдаемое время нарастания тока.

Полученные экспериментальные результаты свидетельствуют, что действует гораздо более быстрый механизм возникновения проводящей среды, причем его быстрдействие зависит от наличия остаточных газов в межэлектродном пространстве. Остается сделать заключение о том, что разряд на регистрируемом начальном этапе, длительностью примерно до 50 нс, происходит в проводящей среде, возникшей в результате ионизации остаточного газа под действием УФ излучения лазерной плазмы и потока убегающих из лазерной плазмы достаточно высокоэнергетичных электронов. Электроны с энергией $\sim 10 - 100$ эВ пробегут расстояние между электродами за время $\sim 1 - 3$ нс. В описываемых экспериментах поток убегающих электронов не наблюдался. Более того, отдельно выполненные авторами исследования корпускулярной эмиссии лазерной плазмы при указанной выше интенсивности излучения на мишени с использованием методики электростатического зонда не обнаружили убегания электронов в нормальном по отношению к поверхности мишени направлении. Во всяком случае, можно уверенно говорить о том, что продолжительность такого потока не превысит в данных условиях и 5 нс и, следовательно, носителями тока убегающие электроны быть не могут.

Учет рассеяния электронов на нейтралах с концентрацией, соответствующей условиям наших экспериментов, $n_0 \approx 10^{12} - 10^{14} \text{ см}^{-3} = 10^{18} - 10^{20} \text{ м}^{-3}$ при сечении рассеяния порядка $\sigma \approx 10^{-19} \text{ м}^2$ [3] даст для длины свободного пробега электрона величину $\lambda_{e0} \approx 1/\sigma n_0 \approx 10^1 - 10^3 \text{ м}$. Оценка длины свободного пробега электронов в полностью ионизованном газе при условии, что концентрации ионов и электронов не слишком сильно отличаются, даст величину, определяемую кулоновскими столкновениями [4]: $\lambda_{ei} = 4,5 \cdot 10^{11} \cdot T_e^2 / (n_e \cdot \Lambda_K) \approx 10^1 - 10^1 \text{ м}$, где Λ_K

≈ 10 – кулоновский логарифм, электронная температура $T_e \approx 1$ эВ выражается в Кельвинах, а концентрация электронов в м^{-3} . Оценка электронной температуры несколько занижена по сравнению с результатами зондовых измерений для лазерной плазмы. Таким образом, даже те свободные электроны, которые возникнут вследствие ионизации остаточных газов, будут собраны на аноде примерно за 5 нс. Остается заключить, что в течении лазерного импульса, падающего на поверхность мишени, происходит ионизация остаточных газов УФ излучением лазерной плазмы, и именно таким образом создается начальная проводящая среда разряда.

Судя по регистрируемой на начальной стадии разряда силе тока, а при зарядном напряжении конденсатора, удовлетворяющем условию ≤ 100 В, и на более поздних стадиях разряда, разряд носит характер тлеющего или близкого к нему. При зарядных напряжениях, удовлетворяющих условию >100 В судя по величине достигаемой силы тока, по-видимому, происходит контракция токового канала в результате развития ионизационно – перегревной неустойчивости и возникают условия для его перехода в дуговой режим [5].

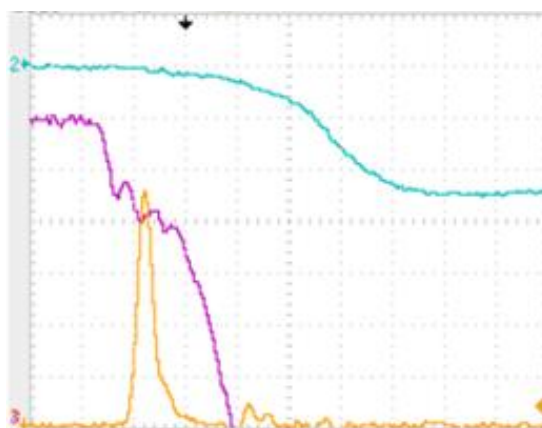


Рис.7. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 – 1 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 – 5 В/дел.). Развертка - 10 нс/дел. Давление остаточных газов – 10^{-2} Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе: – 150 В.

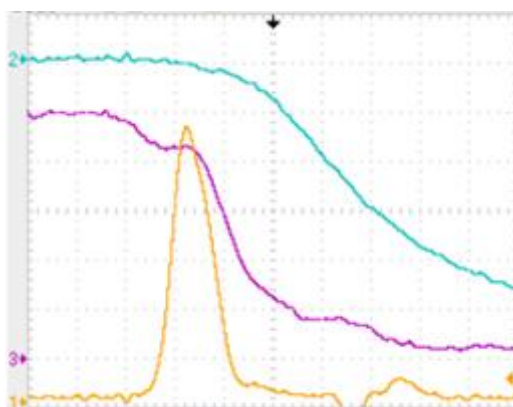


Рис.8. Осциллограммы сигнала со скоростного фотодатчика (луч №1 – интенсивность излучения в относительных единицах), тока в межэлектродном пространстве (луч №2 – 0,2 А/дел.) и напряжения на межэлектродном промежутке (луч №3 – 10 В/дел.). Развертка - 5 нс/дел. Давление остаточных газов – 10^{-2} Па. Величина зарядного напряжения на конденсаторе – 50 В. Материал катода (он же – мишень) – ковар.

В пользу данной версии развития разряда свидетельствуют следующие обстоятельства. На осциллограмме сигнала, показывающего на начальной стадии разряда временной ход напряжения на межэлектродном промежутке (рис.7), при давлении остаточных газов 10^{-2} Па, как правило, регистрируется ступенька – спад напряжения примерно на 10 В в течении 10 – 15 нс, сопровождающийся колебаниями. Вероятно, мы наблюдаем отражение процесса формирования анодного слоя с избыточным отрицательным зарядом [6]

То обстоятельство, что речь идет именно об анодном слое, подтверждается результатами специально выполненного эксперимента (рис.8), в котором катод имел форму диска, т.е. в электроде отсутствовало отверстие и, соответственно, он выполнял роль мишени для лазерного излучения. В этих условиях можно было бы ожидать в первую очередь формирования катодного слоя, но в условиях разряда типа тлеющего падение потенциала на катодном слое составило бы величину на порядок большую. Однако на осциллограмме напряжения на промежутке катод-анод, приведенной на рис.8, отчетливо прослеживается точно такая же ступенька, как и на рис.7.

Измерения, выполненные методом одиночного зонда Ленгмюра, дали для оценки температуры и концентрации частиц на начальной стадии рассматриваемого процесса (момент времени 5 нс после старта разряда) вполне разумные величины для разряда типа тлеющего $T_e \approx 3-4$ эВ и $n_e \approx 10^{10} \div 10^{11}$ см⁻³, соответственно. Таким образом выдвигаемая гипотеза о характере разряда и его динамике находит дополнительное подтверждение.

ЛИТЕРАТУРА

1. Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника – М.: Наука, 2004, - 704 с.
2. Горбунов С.П., Красов В.И., Паперный В.Л., Коробкин Ю.В., Романов И.В. // Прикладная физика. 2006. №6. с. 72.
3. Раховский В.И. Физические основы коммутации электрического тока в вакууме. М.: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит. 1970, -536 с.
4. Арцимович Л.А., Сагдеев Р.З. Физика плазмы для физиков. М.: Атомиздат, 1979. -320 с.
5. Райзер Ю.П. // Физика газового разряда. М.: Наука, 1992. -536 с.
6. Велихов Е.П., Ковалев А.С., Рахманов А.Т. // Физические явления в газоразрядной плазме. М.: Наука, 1987. -160 с.

КВАНТОВАЯ ТУРБУЛЕНТНОСТЬ В СВЕРХТЕКУЧЕМ ГЕЛИИ – СПОСОБЫ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ

QUANTUM TURBULENCE IN SUPERFLUID HELIUM – METHODS OF ITS DETECTION

В.Б.Ефимов, (ORCID: 0000-0002-9195-2458) / victor_efimov@yahoo.co.uk

V.V.Efimov, (ORCID: 0000-0002-9195-2458)

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл.

Для генерации возбуждений в виде квантовых вихрей в физический вакуум в последнее время активно используются высокочастотные осцилляторы, по режиму которых можно определять количество рожденных вихрей, а также использовать их в качестве детектора таких вихрей.

High-Q oscillators have recently been actively used for generation of excitations in the form of quantum vortices into a physical vacuum. A change of the response of the oscillator on an external excitation allows to determine the number of produced vortices and also to use them as a detector of such vortices.

Ключевые слова: квантовый вихрь, осциллятор, детектор.

Keywords: quantum vortex, oscillator, detector.

ВИХРИ В ФИЗИЧЕСКОМ ВАКУУМЕ

Сверхтекучий гелий при низких температурах является идеальной модельной средой, позволяющей изучать различные физические процессы в том числе и физический вакуум. Можно определить технический вакуум, который понимают как среду с резко уменьшенным количеством молекул по сравнению количеством, соответствующим атмосферному давлению. Технический вакуум характеризуется соотношением между длиной свободного пробега молекул газа λ и характерным размером сосуда d . При этом высокий вакуум отвечает условию $\lambda \gg d$, что для характерных размеров сосуда в несколько см составляет плотность молекул газа 10^{11} на см^3 однако для микропор условие $\lambda \gg d$ выполняется при существенно более высоких давлениях. Так для пор с размерами в десятки нанометров атмосферное давление удовлетворяет этому условию, т.к. λ молекул воздуха при комнатной температуре составит ~ 60 нм.

Наряду с техническим вакуумом можно определить физический вакуум (вакуумное состояние), под которым в квантовой физике понимают низшее (основное) энергетическое состояние квантованного поля, обладающее нулевым импульсом, моментом импульса и другими квантовыми числами. Сверхтекучий гелий при температурах ниже 0.1 К отвечает такому определению, т.к. количество возбуждений при таких температурах становится пренебрежимо малым: количество квантовых возбуждений (ротон) вымерзает экспоненциально с понижением температуры, а количество фононов – пропорционально T^3 .

Жидкий гелий при низких температурах является модельной средой для изучения процессов формирования и распада турбулентности. Особенностью вихревого движения в сверхтекучем гелии является простота описания момента движения сверхтекучей компоненты. В односвязной области $\text{rot } \mathbf{V}_s = 0$, для многосвязного объема циркуляция сверхтекучей компоненты квантуется

$$\Gamma = \oint_C V_s \cdot dl = n\kappa,$$

где интегрирование проводится по замкнутой линии C . Многосвязность объема циркуляции может осуществляться наличием в объеме сверхтекучего гелия области с нарушенной сверхтекучестью – сердцевинной или кором вихря (*core*) с размерами $r_c \sim$ нескольких ангстрем для ^4He ($r_c \approx 1,28 \pm 0,13 \text{ \AA}$ при $T=0,28 \text{ K}$) и для $^3\text{He-B}$ $\geq 100 \text{ \AA}$. Квант циркуляции определяется как $\kappa = h/m_{4\text{He}} = 9,998 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2/\text{с}$, h – постоянная Планка, $m_{4\text{He}}$ – масса атома гелия. Такие квантовые вихри в сверхтекучем гелии являются возбуждениями, вносимые в жидкость как в физический вакуум. Введение квантовых вихрей в среду может быть осуществлено противотоком нормальной и сверхтекучей компонент при тепловыделении в жидком гелии, однако такой метод осуществляется при температурах выше 1 К, где концентрация нормальной компоненты достаточно велика, где свойства гелия определяются тепловыми возмущениями и описание турбулентных процессов сильно усложняется из-за возможности существования вихревой системы как в сверхтекучей компоненте, так и в нормальной и взаимодействием двух этих систем и передачей энергией между ними. При низких температурах источником вихрей могут быть разного типа осцилляторы, поведению таких источников квантовой турбулентности и количественным оценкам генерируемых вихрей посвящена данная статья.

ГЕНЕРАЦИЯ ВИХРЕЙ И ИХ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ

В экспериментах в сверхтекучем гелии для генерации и детектирования турбулентности при низких температурах за счет механического движения обычно применяют методы движения колеблющихся тел в резонансных условиях, измеряя при этом скорость их движения в зависимости от величины приложенных механических напряжений. В зависимости от геометрических размеров используемых резонаторов, материала из которого они изготовлены, способов их возбуждения меняется диапазон их резонансных частот, чувствительности и особенности генерации вихрей. В качестве таких резонансных систем используются колеблющиеся сетки, левитирующие шарики, сверхпроводящие проволочки, кварцевые камертоны. В последнее время в качестве малогабаритных резонаторов начали использовать микро- и нано-электро-механические системы (MEMS и NEMS).

При малых скоростях движения механического осциллятора колеблющегося с частотой $f = \omega/2\pi$ силы сопротивления описываются зависимостью, характерной для ламинарного обтекания, коэффициент сопротивления $C_D^L = c_L \frac{\sqrt{\omega\nu}}{v}$, где ν – кинематическая вязкость, c_L – геометрическая константа порядка единицы. Это соотношение справедливо и для сверхтекучего гелия, кинематическая вязкость которого определяется инерционным движением массы жидкости при колебаниях осциллятора. При превышении скорости движения осциллирующего тела критической величины начинается генерация вихрей. Процесс перехода осциллятора к генерированию квантовой турбулентности регистрируется по изменению зависимости коэффициента сопротивления от скорости движения тела. Формирование развитой квантовой турбулентности сопровождается зависимостью вида $F = \frac{1}{2} C_D \rho A_S V^2$, однако генерация вихрей начинается существенно раньше и происходит в два этапа, что подтверждают эксперименты по детектированию вихрей в сверхтекучем гелии при низких температурах (ниже 0,1 К).

Скорость движения вихревого кольца определяется его радиусом R_0 и чем больше радиус кольца, тем меньше его скорость [1] $V_0 = \frac{\kappa}{4\pi R_0} \left(\ln \frac{8R_0}{r_c} - 1/2 \right)$. При движении такого вихря при нулевой температуре радиус его не меняется, т.к. в сверхтекучем гелии при этих температурах отсутствуют тепловые возбуждения. При температурах выше 0,5 К радиус вихря будет уменьшаться по мере его движения и на расстоянии в $l_B = R_0/\alpha$ (где α – коэффициент взаимного трения между нормальной и сверхтекучей компонент

сверхтекучего гелия) вихрь исчезнет. Одну из задач при исследовании квантовой турбулентности можно сформулировать как изучение распространения вихрей при нулевой температуре. Если квантовые вихри исчезают и при нулевой температуре, то необходимо придумать диссипативный механизм потерь энергии вихревого кольца в таком физическом вакууме.

В качестве детектора для таких измерений используют высокодобротные резонансные системы аналогичные тем, что используются для генерации вихрей, но с амплитудой колебаний существенно меньше порога генерации вихрей. Присоединение вихрей на детектор приводит к изменению добротности такого резонатора и позволяет оценить количество дошедших до детектора вихрей.

РЕЖИМЫ ГЕНЕРАЦИИ ВИХРЕЙ

При проведении экспериментов по детектированию вихрей в качестве излучателя вихрей наиболее часто используются кварцевые камертоны. При низких температурах поведение таких излучателей разделяется на три области в зависимости от скорости движения ножек этих камертонов (рис. 1): при малых скоростях сила сопротивления движению ножек камертона возрастает пропорционально скорости их движения (ламинарное обтекание жидкости), при достаточно высоких скоростях, как было описано выше, сила сопротивления пропорциональна скорости в квадрате, что определяется переходом к развитой турбулентности. Однако между этими двумя предельными состояниями обтекания есть промежуточная область $V_{C1} < V < V_{C2}$, поведение вихрей в которой отличается от двух этих областей. По экспериментальным зависимостям видно, что превышение скорости движения выше V_{C1} сила сопротивления несколько возрастает, но остается примерно пропорциональна скорости движения ножек камертона, как при ламинарном движении. Стоит отметить, что подобное движение отмечалось и для других способов генерации вихрей, в том числе при противотоке нормальной и сверхтекучей компонент при постоянном тепловом потоке при температурах выше 1 К [2].

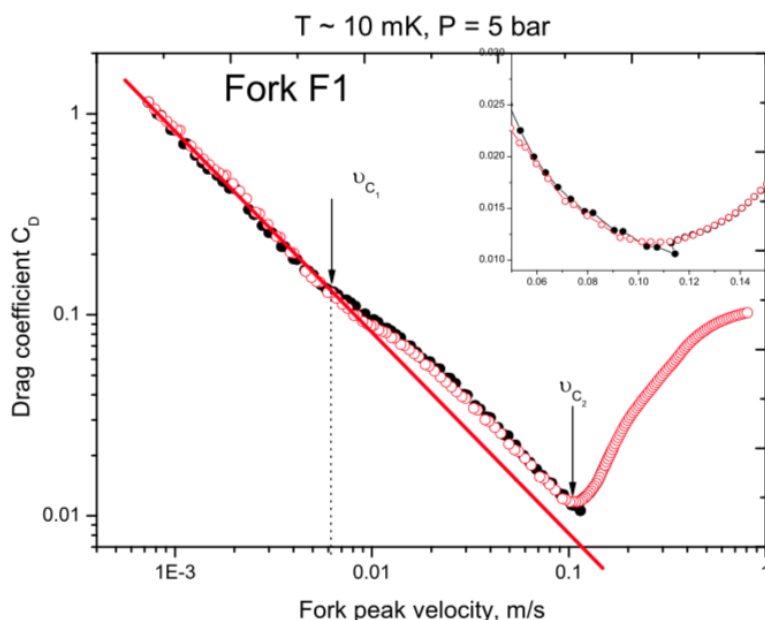


Рис. 1. Коэффициент сопротивления C_D как функция скорости движения кварцевого камертона. Черными точками показано поведение C_D , если величину накачки уменьшить до достижения V_{C2} .

Эксперименты по детектированию вихрей при нулевой температуре ($T < 100$ мК) проводились в нескольких лабораториях, в том числе в Университете Осаки, Япония (сверхпроводящие проволочные дуги в магнитном поле, диаметром проволочки 2-3 μm , диаметр дуги ~ 1 мм, резонансные частоты $f \sim 3$ кГц, детектирование на расстоянии ~ 1 мм) [3], в Университете Ланкастера, Англия (два кварцевых камертона – tuning forks, длина ножек $\sim 2-3$ мм, ширина ~ 0.6 мм, толщина ~ 0.4 мм, плоскости колебаний компланарны, $f \approx 32$ кГц, частота генератора и детектора различались на ≈ 0.5 кГц, что исключало механическое влияние друг на друга, детектирование на расстоянии ~ 10 мм) [4]. Аналогичные эксперименты были проделаны во Флоридском университете, США [5] и в Ланкастерском университете, Англия [6] с использованием в качестве излучателей вихрей кварцевых камертонов, а в качестве детекторов микро- и нано-механических систем (MEMS и NEMS), находившиеся на расстоянии в несколько мм от излучателя.

Обнаружено, что при включении генератора вихрей в режиме скоростей выше нижнего предела $V_{c1} \approx 1$ см/с, детектор начинает уменьшать свою добротность, что связано с пиннингованием вихрей на поверхности детектора (рис. 2 по результатам работы [4]). Интересно то, что вихри распространяются при такой генерации на расстояние в десяток мм, долетая до детектора.

Дальнейшее увеличение скорости движения ножек генератора приводило к дальнейшему уменьшению добротности детектора до достижения второй критической скорости $V_{c2} \approx 15$ см/с. Теперь, если превысить вторую критическую скорость, то добротность детектора начинает возрастать, что можно объяснить как уменьшение количество вихрей, достигающих детектор.

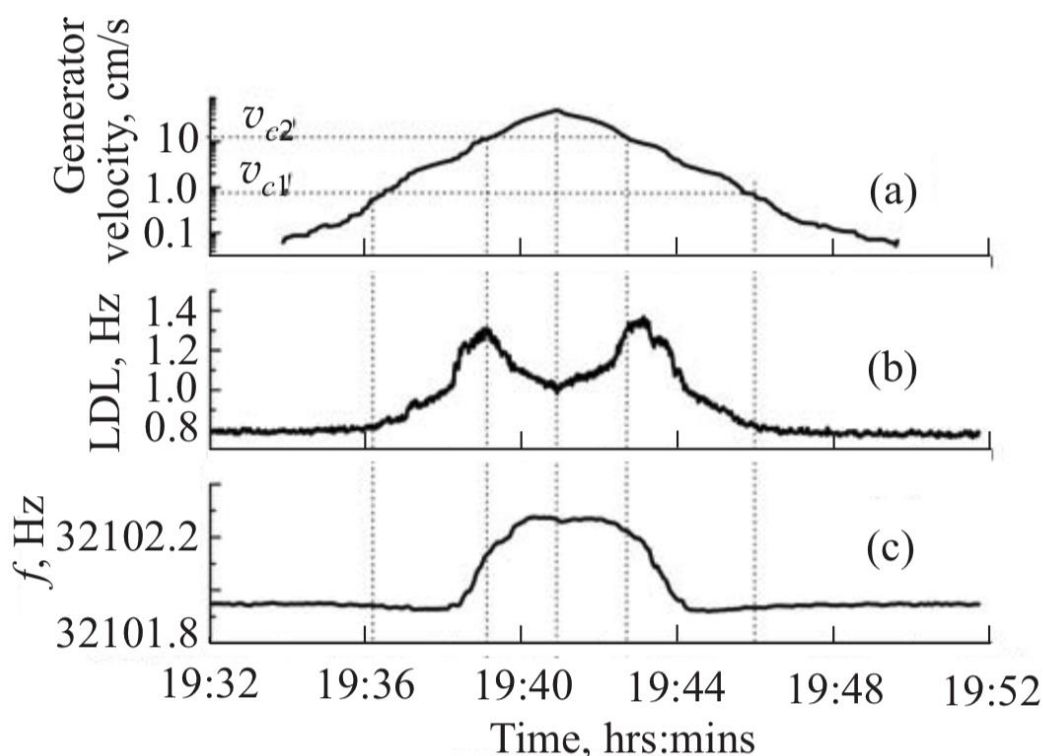


Рис. 2. Влияние скорости колебаний «генератора» в процессе увеличения и уменьшения сигнала внешней накачки (а) на ширину резонанса «детектора» (low-drive-linewidths – LDLs) (b) и его резонансную частоту (c) $V_D \sim 0.3$ мм/с, $T=10$ мК, $P=5$ Вар, особо чистый ^4He [4].

Уменьшение потока вихрей при больших скоростях движения источника вихрей наблюдалось в работах по генерации и детектированию с помощью сверхпроводящих

проволочных и MEMS резонаторов. Таким образом в настоящее время процесс излучения вихрей, как возбуждений в физический вакуум, можно представить следующим образом. При малых скоростях движения генератора вихрей обтекание сверхтекучей жидкости осциллятора ламинарное и определяется только присоединенной массой и излучением фононов (полная аналогия с музыкальным камертоном). Увеличение скорости движения осциллятора приводит к рождению одиночных вихрей. Физика этого процесса связана с увеличением длины вихрей, запинненгованных на осцилляторе, при движении осциллятора со скоростями выше V_{C1} , их самопересечением (реконнекцией) и пересечением с соседними вихрями. При реконнекции образуются свободные вихревые петли, двигающиеся в пространстве баллистически. О механизмах диссипации энергии таких вихрей при нулевой температуре нужно говорить отдельно. В принципе это различные механизмы релаксации возбуждений физического вакуума, аналогичные откачки технического вакуума. Дальнейшее увеличение скорости движения осциллятора выше V_{C2} приводит к лавинообразному рождению вихревых колец, высокая плотность которых в окрестностях места рождения приводит к их столкновениям, реконнекциям, аннигиляциям, что приводит к экранировке потока вихрей на детектор или к изотропному перераспределению потока вихревых петель в пространстве – режим развитой квантовой турбулентности. Отметим, что для генерации вихрей необходимо наличие остаточных вихрей, запинненгованных на осцилляторе. Стоит отметить, что переход генератора к режиму развитой турбулентности приводит, по-видимому, к увеличению количества запинненгованных вихрей на генераторе, что увеличивает коэффициент сопротивления при ламинарном обтекании жидкости. Как показали эксперименты на гладких поверхностях, к которым вихри не цепляются, скорости ламинарного движения могут быть в десятки раз выше, чем скорости V_{C1} и V_{C2} и при этом не наблюдается перехода к турбулентному рождению вихрей. Так для очень гладких NbTi сверхпроводящих проволочек даже при скоростях движения выше 1 м/с не происходил переход к турбулентному рождению вихрей [7].

Работа была выполнена в рамках ГосЗадания ИФТТ РАН.

ЛИТЕРАТУРА

1. Donnelly R J *Quantized Vortices in Helium II* (Cambridge University Press, Cambridge, 1991).
2. Tough T. in *Progress in Low Temperature Physics* Vol. VIII (North-Holland Publ. Co., 1982)
3. Nago Y et al. *Phys. Rev. B* 87 024511 (2013)
4. Deepak Garg et al. *ФНТ* 38 11 1300 (2012)
5. Barquist C S et al. *J. Low Temp. Phys.* 201 4 (2020)
6. Guthrie A et al. arXiv:2007.04482v1
7. Yano H et al. *J. of Low Temp. Phys.* 150 3 410 (2008)

**ТЕРМОДИНАМИКА ИСПАРЕНИЯ МОЛИБДАТОВ ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫХ
МЕТАЛЛОВ В ВАКУУМЕ**

**THERMODYNAMIC VAPORIZATION MOLYBDATES OF ALKALINE EARTH
METALS IN VACUUM**

Е.К.Казенас / ekazenas@imet.ac.ru

Н.А.Андреева, Г.К.Астахова, В.А.Волченкова, О.А.Овчинникова, Т.Н.Пенкина,
В.Б.Смирнова, А.А.Фомина

E.K.Kazenas, N.A.Andreeva, G.K.Astakhova, V.A.Volchenkova, O.A.Ovchinnikova,
T.N.Penkina, V.B.Smirnova, A.A.Fomina

ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (ИМЕТРАН),
Москва

Приведены расчетные и полученные с помощью метода высокотемпературной масс-спектрометрии, опытные масс-спектры (при температурах 1500-1800 К) молибдатов щелочноземельных металлов. Получены давления паров и термодинамические свойства газообразных молекул молибдатов $MgMoO_{4(g)}$, $CaMoO_{4(g)}$, $SrMoO_{4(g)}$, $BaMoO_{4(g)}$.

Calculated and experimental mass spectra (at temperatures of 1500-1800 K) of alkaline earth metals molybdates are given. Vapor pressures and thermodynamic characteristic of gaseous alkaline earth metals molybdates are obtained.

Ключевые слова: щелочноземельные металлы, молибдаты, состав и давление пара, энтальпии атомизации и образования.

Keywords: alkaline earth metals, molybdates, composition and vapor pressure, enthalpies of atomization and formation.

Впервые в работах [1-5] методом высокотемпературной масс-спектрометрии при исследовании испарения оксидов магния, кальция, стронция, бария из молибденовых тиглей при температурах 1600-2400 К в парогазовой фазе найдены молекулы $MgMoO_{4(r)}$, $CaMoO_{4(r)}$, $SrMoO_{4(r)}$, $BaMoO_{4(r)}$. Термодинамические свойства твердых и газообразных молибдатов щелочноземельных металлов изучены в работах [6-17] (табл. 3, 4).

Нами [18-25] методом высокотемпературной масс-спектрометрии исследованы состав и давление пара молибдатов щелочноземельных металлов. В данной работе мы впервые публикуем масс-спектры молибдатов щелочноземельных металлов. В таблице 1 и на рис. 1-8 приведены опытные и расчетные масс-спектры изученных соединений, которые полностью совпадают: рис. 1 ($MgMoO_4^+$, 1800 К); рис.2 (экспериментальный Hg^+ и расчетный $CaMoO_4^+$); рис. 3 ($CaMoO_3^+$, 1700 К); рис. 4 (MoO_3^+ , 1700 К); рис. 5 (MoO_2^+ , 1700 К); рис. 6 ($SrMoO_4^+$, 1700 К); рис. 7 ($SrMoO_3^+$, 1700 К); рис. 8 ($BaMoO_4^+$, 1700 К).

Таблица 1

Состав масс-спектров над молибдатами щелочноземельных металлов

Соединение	$T_{пл}, K$ (интервал)	Состав масс-спектра (ионы)	Литература
$MgMoO_4$	(1650-1800) 1608	$MgMoO_4^+$ (1,0); $Mo_3O_9^+$ (0,75); $Mo_3O_8^+$ (0,21); $Mo_3O_7^+$ (0,05); $Mo_2O_6^+$ (1,21); $Mo_2O_5^+$ (0,43); $Mo_2O_4^+$ (0,31); MoO_3^+ (1,74); MoO_2^+ (1,39); Mg^+ (0,06); O_2^+ (0,09)	[21]
$CaMoO_4$	(1530-1770) 1788	$CaMoO_4^+$ (1,0); $CaMoO_3^+$ (0,15); MoO_3^+ (6,17); MoO_2^+ (3,23)	[22]
$SrMoO_4$	(1600-1750) 1730	$SrMoO_4^+$ (1,0); $SrMoO_3^+$ (0,61); Sr^+ (0,75)	[23, 24]
$BaMoO_4$	(1640-1770) 1730	$BaMoO_4^+$ (1,0); $BaMoO_3^+$ (0,21); Ba^+ (0,19); BaO^+ (0,24); MoO_3^+ (0,25); MoO_2^+ (0,17)	[20]

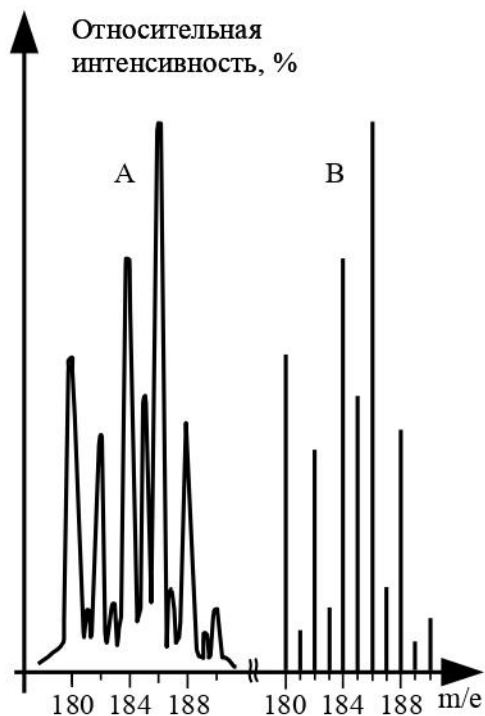


Рис.1. Масс-спектр $MgMoO_4^+$ (1800 К):
А - экспериментальный, В - расчетный.

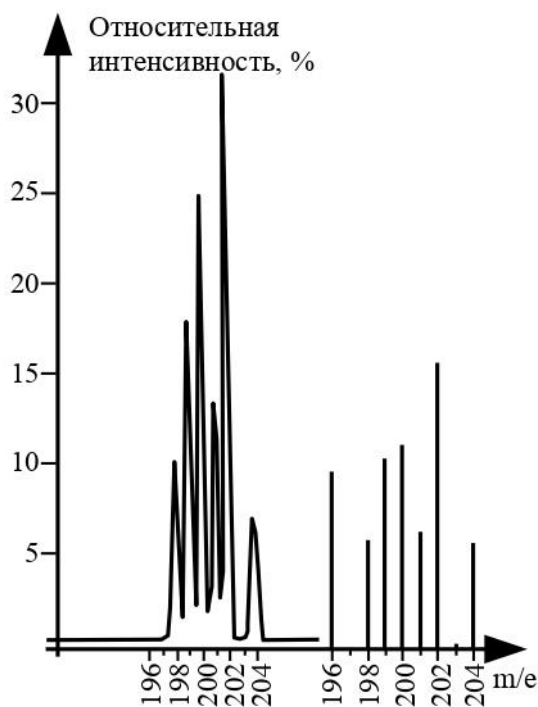


Рис.2. Экспериментальный масс-спектр ртути,
расчетный масс-спектр $CaMoO_4^+$.

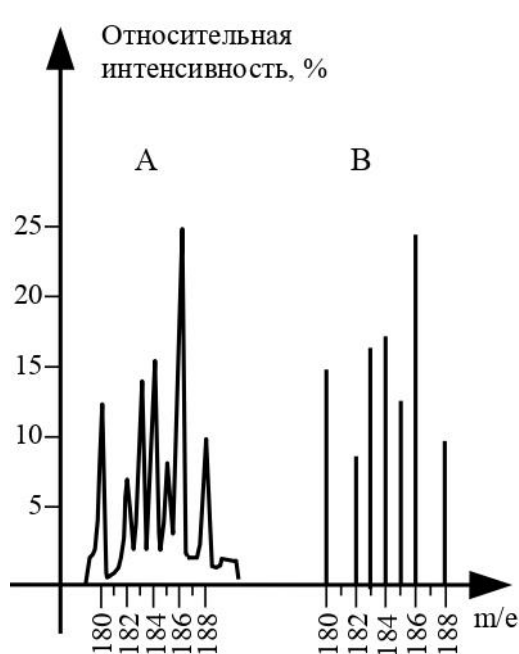


Рис. 3. Масс-спектр CaMoO_3^+ (1700 К):
 А - экспериментальный, В - расчетный.

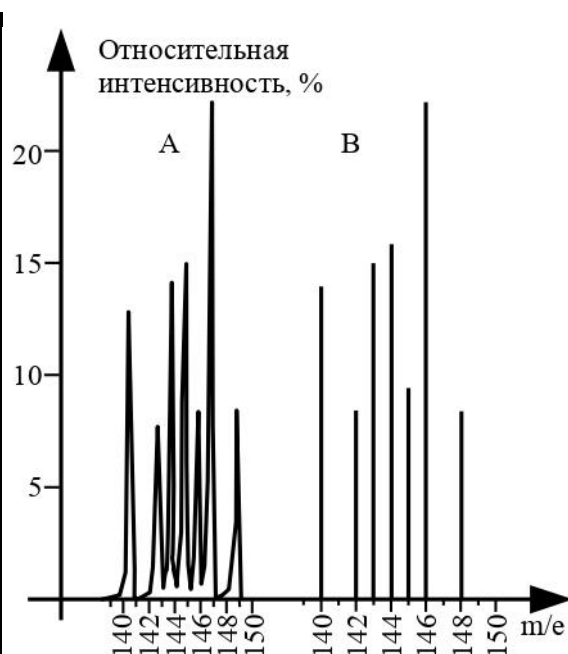


Рис. 4. Масс-спектр MoO_3^+ (1700 К):
 А - экспериментальный, В - расчетный.

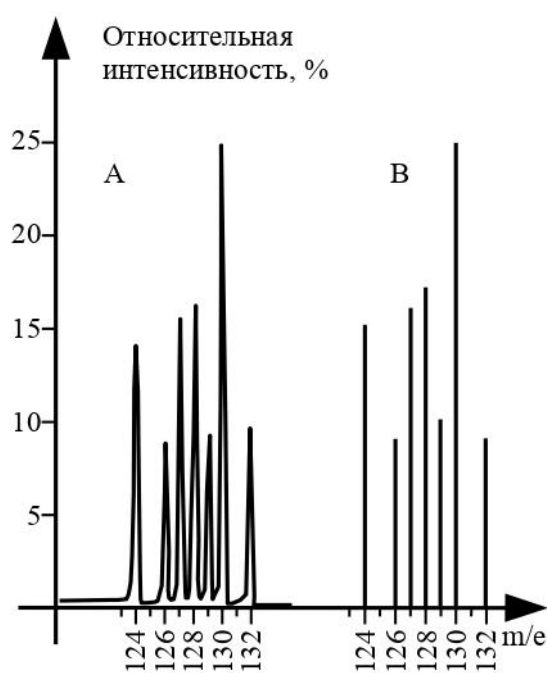


Рис. 5 Масс-спектр MoO_2^+ (1700 К):
 А - экспериментальный, В - расчетный.

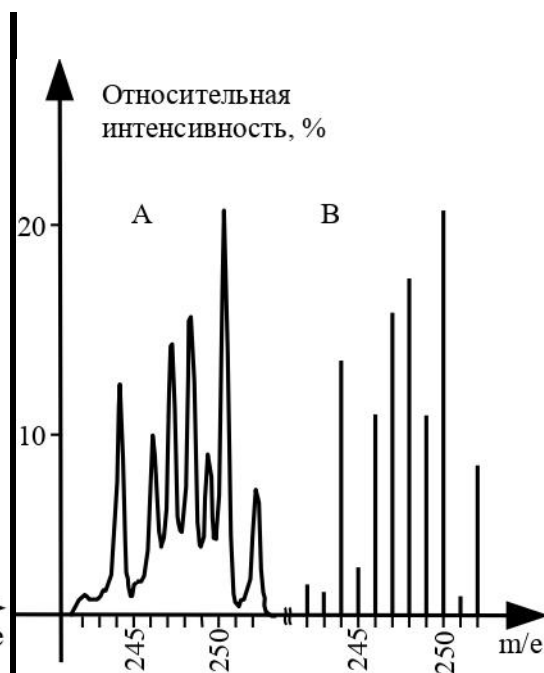


Рис. 6 Масс-спектр SrMoO_4^+ (1700 К):
 А - экспериментальный, В - расчетный.

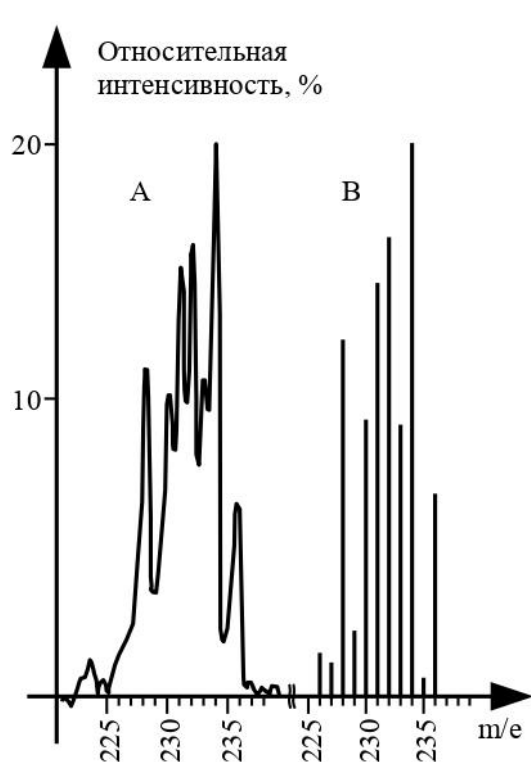


Рис. 7 Масс-спектр SrMoO_3^+ (1700 К):
А - экспериментальный, В - расчетный.

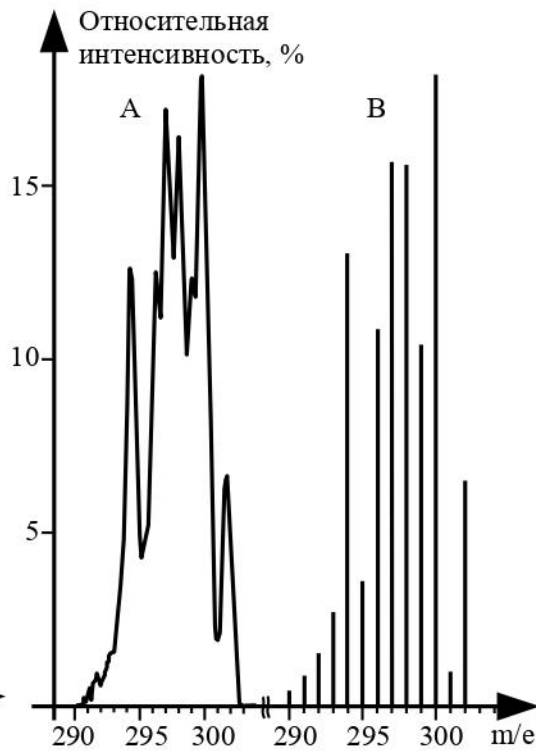


Рис. 8 Масс-спектр BaMoO_4^+ (1700 К):
А - экспериментальный, В - расчетный.

В таблице 2 и на рисунке 9 приведены температурные зависимости парциальных давлений и энтальпии испарения мономерных молекул молибдатов щелочноземельных металлов.

Таблица 2

Зависимость давления пара молибдатов щелочноземельных металлов от температуры
(P, атм) (ΔH , кДж/моль).

Соединение	Т, К	$\Delta H_{v,o}^0$	$\lg P = -A/T + B$	
			А	В
MgMoO_4	1640-1760	485	20360	5.46
CaMoO_4	1530-1770	466	19685	5.52
SrMoO_4	1600-1750	482	19980	5.11
BaMoO_4	1640-1770	483	17858	4.38

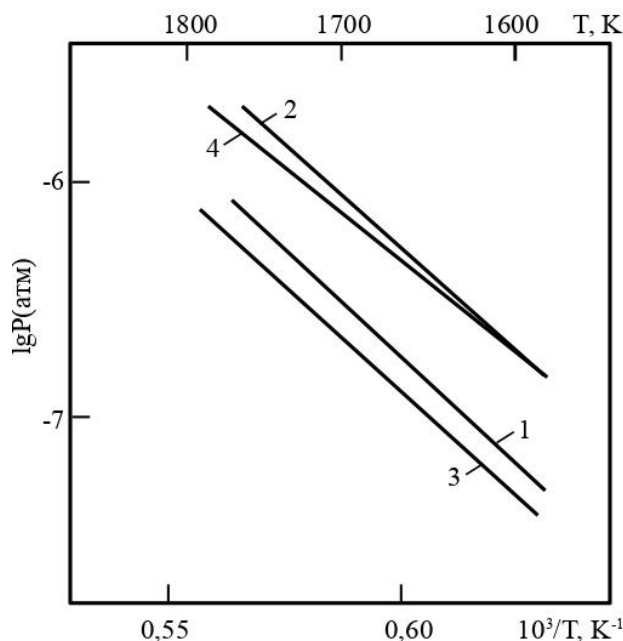


Рис.9. Сравнительные результаты по давлению пара над молибдатами щелочноземельных металлов: 1 - P(MgMoO₄), 2- P(CaMoO₄), 3- P(SrMoO₄), 4- (BaMoO₄).

Таблица 3

Теплоты образования и атомизации газообразных молибдатов щелочноземельных металлов (ΔH , кДж/моль)

Соединение	$-\Delta H_{f,o}^0$		$\Delta H_{at,o}^0$		
	[20, 21, 22, 24]	[6]	[20, 21, 22, 24]	[1]	[6]
MgMoO ₄	882	-	2671	2690	-
CaMoO ₄	1090	857	2910	2805	2692
SrMoO ₄	1058	912	2862	2893	2725
BaMoO ₄	995	985	2820	-	2817

Таблица 4

Теплоты образования (ΔH , кДж/моль) твердых молибдатов щелочноземельных металлов из оксидов и элементов [10, 12-15].

Соединение	$-\Delta H_{f,298}^0$ (из оксидов)	$-\Delta H_{f,298}^0$ (из элементов)	Соединение	$-\Delta H_{f,298}^0$ (из оксидов)	$-\Delta H_{f,298}^0$ (из элементов)
MgMoO ₄	56.3	1402.8	MgMoO ₃	-7.1	1181.7
CaMoO ₄	177.2	1556.2	CaMoO ₃	29.3	1251.5
SrMoO ₄	217.8	1552.1	SrMoO ₃	58.1	1235.6
BaMoO ₄	238.3	1539.5	BaMoO ₃	62.7	1208.1

ВЫВОДЫ

Методом высокотемпературной масс-спектрометрии экспериментально доказано, что молибдаты щелочноземельных металлов испаряются в расплавленном состоянии в виде мономерных молекул MeMoO_{4(g)} (Me- Mg, Ca, Sr, Ba).

ЛИТЕРАТУРА

1. Verhaegen G., Colin R., Exsteen G. et al. Mass spectrometric determination of the stability of gaseous molybdates, tungstites, molybdates and tungstates of magnesium, calcium, strontium and tin // Trans. Faraday. Soc. 1965. V. 61, N 511, pt 7. P. 1372-1375.
2. Pupp C., Y'mdagni R., Porter R.F. Mass spectrometric study of the evaporation of BaMoO₄ and BaWO₄ // J. Inorg. And Nucl. Chem. 1969. V.31, N 7. P. 2021-2029.

3. Кудин Л.С., Балдуччи Дж., Джильи Г. и др. Масс-спектрометрическое определение стабильности газообразных молекул BaMoO_2 , BaMoO_4 , BaMoO_5 , $\text{Ba}_2\text{Mo}_2\text{O}_8$ // Изв. вузов Химия и хим. технология. 1982. Т.25, N 3. С. 259-263.
4. Aldrich L.T. The evaporation products of barium oxide from various base metals and of strontium oxide from platinum // J. Appl. Phys. 1951. V. 22, N 9. P. 1168-1170.
5. Aldrich L.T. The evaporation of BaO from Pt, Ta, W, Mo and Ni // Phys. Rev. 1951. V.81, N 2. P. 320-322.
6. Лопатин С.И., Семенов Г.А., Шугуров С.И. Термохимическое исследование газообразных солей кислородосодержащих кислот. XIII. Молибдаты и вольфраматы щелочноземельных металлов // ЖОХ. 2003. Т. 73. N 2. С. 187-193.
7. Жуковский В.М., Ткаченко Е.В., Петросян Ю.Г. Системы MgMoO_4 - MeMoO_4 // Журн. неорган. химии. 1974. Т. 19, N 6. С. 1637-1640.
8. Ткаченко Е.В., Петросян Ю.Г., Жуковский В.М. и др. Система CaMoO_4 - CaWO_4 // Иваново, 1975. Деп. в ВИНТИ 19.05.75. N 1364. с.75.
9. Кунев Д.К., Беляевская Л.В., Зеликман А.Н. Системы MoO_3 - CaMoO_4 , MoO_3 - PbMoO_4 , MoO_3 - ZnMoO_4 // Журн. неорг. химии. 1966. Т. 11, N 8. С. 1989-1991.
10. Жуковский В.М., Янушкевич Т.М. О термодинамической устойчивости молибдатов щелочноземельных металлов, магния и бериллия // Журн. неорган. химии. 1972. Т. 17, N 3. С. 689-695.
11. Жуковский В.М., Ткаченко Е.В., Ракова Т.А. О диаграммах состояния систем MoO_3 - MeMoO_4 (Me-Mg, Ca, Sr, Ba) // Журн. неорган. химии. 1970. Т. 15, N 12. С. 3326-3328.
12. Singh Z., Dash S., Prasad R. et al. Thermochemical studies on BaMoO_4 // J. Alloys and Compounds. 1998. V. 266, N 1/2. P.77-80.
13. O'Hare P.A.G. Thermochemistry of molybdates. III. Standard enthalpy of formation of barium molybdate, and the standard entropy and standard Gibbs energy of formation of the aqueous molybdate ion // J. Chem. Thermodyn. 1974. V. 6, N 5. P. 426-434.
14. Лаврентьев В.И., Герасимов Я.И., Резухина Т.Н. Равновесие с водородом и термодинамические характеристики BaMoO_4 и BaMoO_3 // Докл. АН СССР. 1960. Т.133, N 2. С.374-376.
15. Жаркова Л.А., Баранчеева Н.Г. Термодинамические исследования соединений типа MeMoO_3 . Теплоты образования SrMoO_3 и BaMoO_3 // Журн. физ. химии. 1964. Т. 38, N 5. С. 752-754.
16. Резухина Т.Н., Левицкий В.А. Термодинамические свойства молибдатов щелочноземельных металлов // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. 1967. Т.3, N 1. С.138-145.
17. Жаркова Л.А., Лаврентьев В.И., Герасимов Я.И. и др. Равновесие молибдата стронция с водородом и термодинамические характеристики SrMoO_4 // Докл. АН. СССР. 1960. Т. 131, N 4. С.872-875.
18. Чижиков Д.М., Казенас Е.К., Ермилова И.О. Масс-спектрометрическое исследование испарения сложных окислов вольфрама и молибдена // II Всесоюз. конф. по масс-спектрометрии. 1974. Тез. докл. Л.: Наука.1974. С. 179-180.
19. Самойлова И.О., Казенас Е.К., Звиададзе Г.Н. Термодинамика испарения вольфраматов и молибдатов щелочноземельных металлов // IX Всесоюз. конф. по калориметрии и хим. термодинамике. Тбилиси, 14-16 сент., 1982: Расширен. тез. докл. Тбилиси, 1982. С. 355.
20. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Термодинамика испарения молибдата бария // Металлы. 2003. N 1. С. 14-17.
21. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А., Волченкова В.А. Термодинамика испарения молибдата магния // Металлы. 2004. N 2. С. 83-85.
22. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Астахова Г.К., Волченкова В.А., Самойлова И.О., Петров А.А. Исследование термодинамики испарения молибдата кальция // Металлы. 2006. N 2. С. 60-62.

23. Kazenas E.K., Tsvetkov Yu.V., Volchenkova V.A. Investigation of thermodynamics of strontium molybdate sublimation // XVI International Conference on Chemical Thermodynamics in Russia (RCCT 2007) ABSTRACTS. V.1. Suzdal, July 1-6. P. 29-144.

24. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Волченкова В.А., Петров А.А. Исследование термодинамики сублимации молибдата стронция // Металлы. 2008. N 2. с. 16-19.

25. Казенас Е.К. Термодинамика испарения двойных оксидов // М.: Наука. 2004. 551 с.

ЭРОЗИОННОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ ИМПУЛЬСНОЙ ВАКУУМНОЙ ДУГИ НА РАБОЧИЕ ПОВЕРХНОСТИ МАЛОГАБАРИТНОГО РАЗРЯДНИКА

EROSIVE EFFECT OF A PULSED VACUUM ARC ON THE WORKING SURFACES OF A SMALL-SIZED SPARK GAP

А.А. Козлов, С.Г. Давыдов, А.Н. Долгов, Р.Х. Якубов / alexsandr-kozlov95@rambler.ru

A. A. Kozlov, S. G. Davydov, A. N. Dolgov, R. Kh. Yakubov

ФГУП «ВНИИА им. Н.Л.Духова», Москва

Приведены результаты исследования эрозионных процессов в малогабаритном вакуумном разряднике с искровым поджигом методами электронной микроскопии, рентгенофлуоресцентного элементного анализа и масс-спектрометрии продуктов газовой выделения. Изучены закономерности эрозии переноса вещества элементов разрядного устройства.

The results of the study of erosive processes in a small-sized vacuum spark gap with spark ignition by electron microscopy, X-ray fluorescence elemental analysis and mass spectrometry of gas products are presented. The regularities of erosion and transfer of substance of the elements of the discharge device are studied.

Ключевые слова: пробой, эрозия, искровой разрядник.

Keywords: breakdown, erosion, spark gap.

В настоящее время управляемые малогабаритные вакуумные коммутаторы применяются в таких областях, где определяющими требованиями являются отсутствие накаливаемых цепей, миниатюрность, широкий диапазон коммутируемых токов, устойчивость к внешним воздействиям [1]. Увеличение ресурса и стабильности функционирования указанных устройств - задача, которая требует постоянного решения. Одно из препятствий на пути её успешного решения – эрозия элементов коммутирующего устройства под действием, в частности, высоких температур, достигаемых в вакуумно-дуговом разряде. Цель настоящей работы – изучение процесса эрозии элементов конструкции малогабаритного вакуумного разрядника с искровым поджигом. Особенность работы – использование различных по своему характеру и взаимодополняющих методов исследования.

Геометрию конструкции малогабаритного искрового разрядника можно представить в двух вариантах. В одном из них инициирующий разряд по поверхности

диэлектрика происходит параллельно оси симметрии разрядника (рис.1а). В другом – в направлении, перпендикулярном оси симметрии (рис.1б).

Малогобаритные коммутаторы применяются при относительно невысоких напряжениях – до нескольких киловольт. Соответствующая протяженность диэлектрической поверхности, по которой происходит инициирующий разряд, составляет ~0,1 мм. В узле поджига с продольным инициированием (рис.1а) необходимость использовать диэлектрик толщиной ~0,1 мм приводит к тому, что предпочтение отдается диэлектрикам, обладающим достаточной гибкостью, но и в большей степени подверженных эрозии при воздействии плазмы разряда в промежутке катод-анод. Последнее обстоятельство обусловлено тем, что энергия, вкладываемая в коммутирующий разряд в промежутке катод-анод, значительно превышает энергию, вкладываемую в инициирующий разряд. Использование жаропрочных материалов, отличающихся одновременно с этим качеством твердостью и хрупкостью, создает угрозу надежности прибора. В узле поджига с поперечным инициированием (рис.1б) как раз напрашивается использование жаропрочных материалов, т.к. толщина диэлектрика в данном случае не связана с протяженностью пробиваемого промежутка.

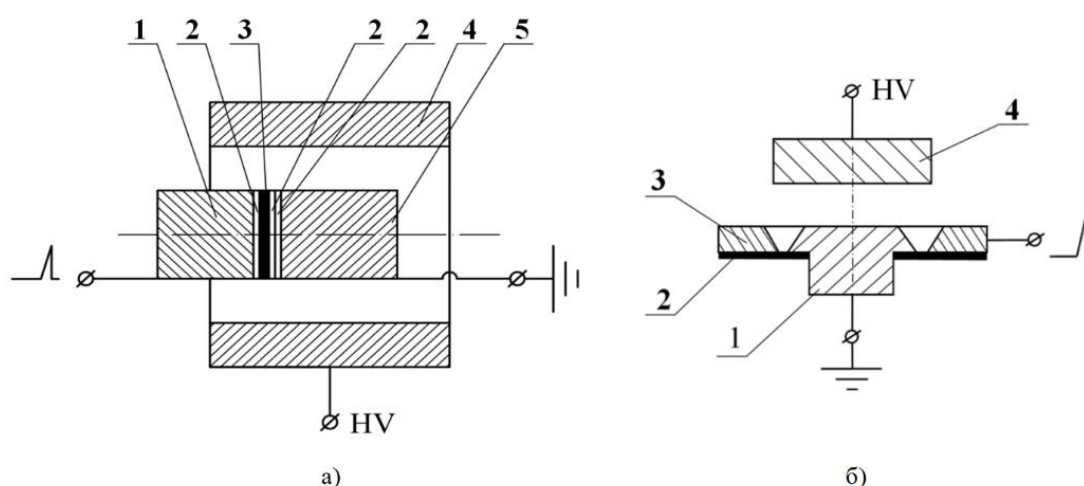


Рис.1. Вакуумные искровые разрядники различной геометрии:

а) инициирующий разряд вдоль (параллельно) оси симметрии: 1 – поджигающий электрод, 2 – дополнительные металлические вставки, 3 – диэлектрическая шайба, 4 – анод, 5 – катод; б) инициирующий разряд поперек (в направлении перпендикулярном) оси симметрии: 1 – катод, 2 – диэлектрическая шайба, 3 – поджигающий электрод, 4 – анод.

Картина эрозии электродов (поджигающий электрод, катод, выполненные из алюминиевого сплава, и дополнительные вставки из титана и кобальта) и диэлектрической шайбы, наблюдаемая визуально, выглядит так как показано на рис. 2-5.

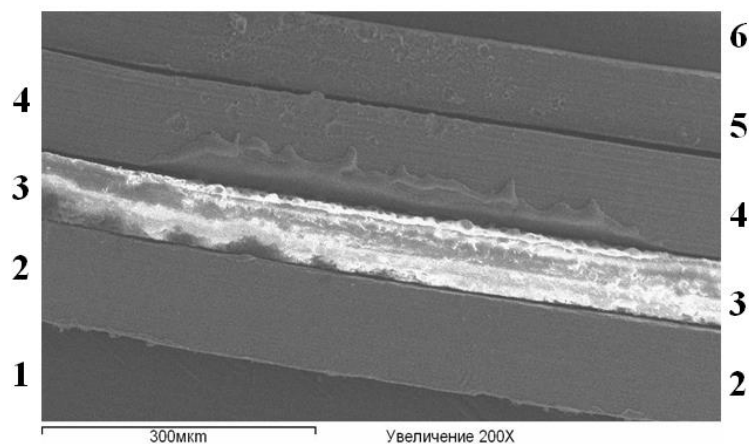


Рис.2. Состояние электродной системы после 4 срабатываний (снимок получен с помощью электронного микроскопа): 1 – поджигающий электрод; 2 – коваровая вставка; 3 – диэлектрическая шайба; 4 – коваровая вставка; 5 – титановая вставка; 6 – катод.

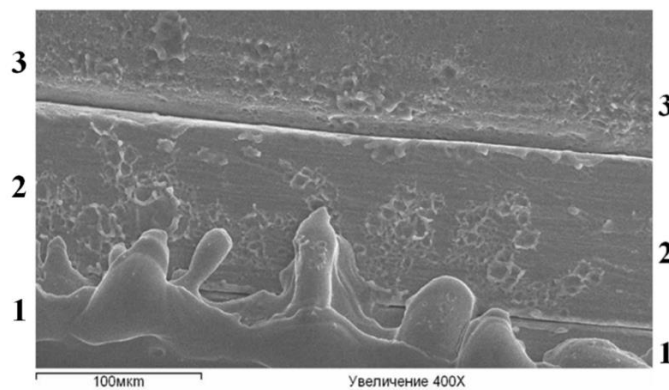


Рис.3. Состояние электродной системы после 20 срабатываний (снимок получен с помощью электронного микроскопа): 1 – коваровая вставка; 2 – титановая вставка; 3 – катод.

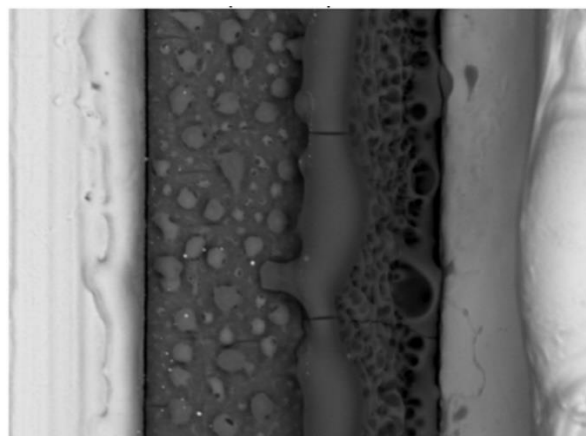


Рис.4. Картина эрозии в узле поджига с инициирующим разрядом вдоль оси симметрии.

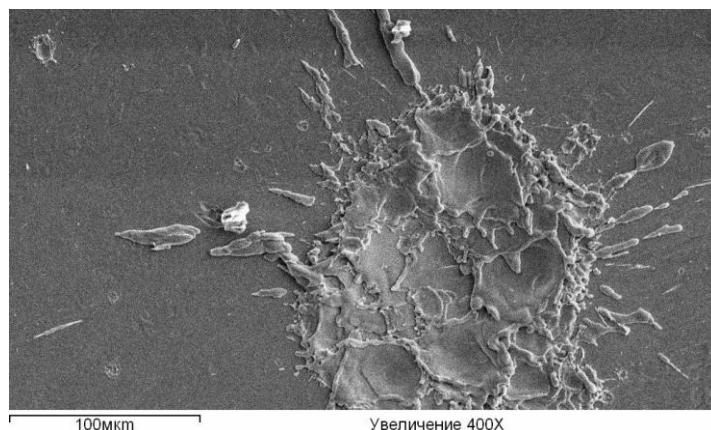


Рис.5. Картина эрозии на катоде.

Получены экспериментальные свидетельства устойчивого первоначального возникновения катодного пятна в искровом вакуумном разряде по поверхности диэлектрика в тройной точке на границе трех сред - вакуум, металл и диэлектрик (рис.2-4). О том, что образование катодных пятен произошло именно в данной области, говорит направление выброса расплавленного металла от границы металл – диэлектрик. На поверхности катода наблюдается формирование групп ярко выраженных кратеров (рис. 3,5)

Установлены различия в картине эрозии при продольном и поперечном инициировании коммутации короткого вакуумного промежутка. При продольном инициировании коммутации эрозия диэлектрика происходит в результате разогрева теплопередачей от катодного пятна в тройной точке и касательным потоком плазмы из области основного разряда в промежутке катод-анод. При поперечном инициировании причиной эрозии диэлектрика наряду с разогревом является механическое воздействие нормально падающего на поверхность диэлектрика потока плазмы.

При использовании слюды в первом случае, преобладающим воздействием, определяющим ресурс прибора, является перенос потоком плазмы материала электрода (катода) на поверхность диэлектрика, что приводит к падению сопротивления в плоть до закорачивания промежутка между катодом и поджигающим электродом. Во втором случае преобладает возрастание протяженности промежутка по поверхности диэлектрика между катодом и поджигающим электродом вплоть до прекращения пробоев промежутка (рис. 6а). Заметной металлизации поверхности диэлектрика не происходит, вероятно, потому, что падающий по нормали поток плазмы в каждом разряде «сдувает» уносит прилипший перед этим к диэлектрической поверхности металл.

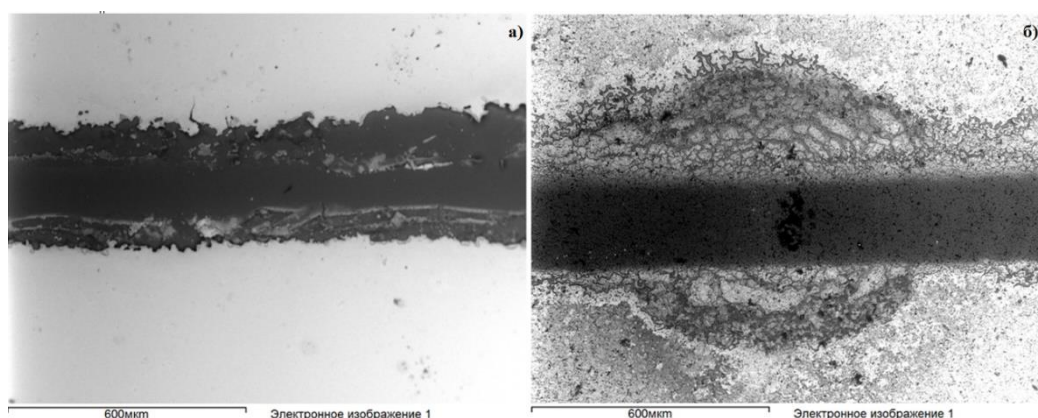


Рис.6. Картина эрозии поджигающей системы: а) на поверхности слюды, б) на поверхности керамики.

Слюда под воздействием разряда испускает значительное количества вещества: кристаллизационной воды и продуктов ее распада, продуктов распада окислов кремния и калия. Наблюдается «пузырение» и, добавив, расщепление слюды параллельно плоскости спайности, в результате выделения под прогретой до достаточно высокой температуры (вероятно, около 1700°C, при которой происходит плавление двуокиси кремния или по крайней мере диэлектрик приобретает пластические свойства) газообразных продуктов распада диэлектрика таких, как пары воды.

Присутствие сорбированного газа на поверхности слюды и значительная эмиссия продуктов эрозии, которая продолжается и после завершения основной фазы иницирующего разряда, с одной стороны ускоряет развитие разряда на начальной его фазе (пробой), с другой приводит к быстрому охлаждению плазмы разряда и затуханию самого разряда. В отличие от случая со слюдой применение в узле поджига керамики ведет к недостатку плазмообразующего вещества. Данное обстоятельство приводит к развитию ускорительных процессов, формированию электронных пучков и ярко выраженных анодных пятен. В этом случае эффективное образование проводящей среды происходит за счет эрозии материала электродов (рис. 6б).

При использовании керамики в результате эрозии материала электродов в узле поджига происходит перенос и осаждение значительного количества металла на поверхность изолятора в виде зернистой структуры, с вкраплениями открытой поверхности диэлектрика. Это с одной стороны, а с другой - в зоне эрозии тонкопленочного электрода наблюдается превращение сплошного покрытия в отдельные островки, окруженные участками с гораздо более тонким слоем металла на керамической подложке. Такой характер эрозии делает трудно предсказуемым сопротивление промежутка между катодом и поджигающим электродом (рис. 6б).

Таким образом, выбор материала диэлектрика, по поверхности которого протекает искровой разряд весьма заметным образом способен влиять на характер сопровождающих его эрозионных процессов. Представленный выше анализ дает возможность объяснить различия в наблюдаемой картине свечения разряда по поверхности слюды и керамики. Как было сказано, в случае разряда по поверхности керамики в качестве плазмообразующего элемента в большей степени должны быть задействованы поверхности электродов, а для слюды – поверхность слюды.

Изучение картины эрозии катода в вакуумно-дуговом разряде свидетельствует о том, что процесс образования и миграции катодного пятна по поверхности катода обнаруживает присутствие двух конкурирующих механизмов. Один можно связать с электрическим взрывом микроострий на поверхности металла и разбрызгиванием металла в жидкой фазе. Второй может быть связан с присутствием диэлектрической окисной пленки (оксида алюминия) на поверхности катода. Таким образом проявляется эктонный механизм образования катодного пятна в искровом и дуговом разряде [2].

На поверхности алюминия, соприкасавшейся с атмосферным воздухом, обязательно присутствует пленка окисла алюминия, являющегося диэлектриком. Рентгенолюминисцентный анализ элементного состава поверхности используемого катода до начала его эксплуатации дает следующий результат. Регистрируемая массовая доля алюминия в составе подвергнутого анализу материала составляет 73%. Остаток почти полностью принадлежит кислороду, за исключением незначительного количества марганца и следов некоторых случайных примесей. В предположении, что анализируемый материал состоит из молекул трехоксида алюминия и атомов алюминия, можно рассчитать, что на одну молекулу окисла приходится примерно три атома алюминия. Глубина слоя, из которого регистрируется характеристическое рентгеновское излучение составляет 2-5 мкм [3]. Таким образом толщина диэлектрического слоя Al_2O_3 на поверхности проводника может составить примерно 0,5-1 мкм. Действительно, на изображениях, полученных с помощью электронного микроскопа, иногда удается различить трещины на поверхности катода, не подвергшейся значительной эрозии. Вероятно, эти трещины образовались именно в слое окисла, покрывающего металл. В вакууме под воздействием потока плазмы

происходит накопление заряда на внешней поверхности диэлектрической пленки. В результате в местах разрыва пленки на ее срезе могут возникать разности потенциала порядка 10^2 В и, соответственно, электрические поля с напряженностью порядка 10^8 В/м [4]. Разрыв пленки может происходить при нагревании на стадии предварительного прогрева и обезгаживания разрядника за счет различия температурных коэффициентов линейного расширения пленки и металлической подложки (у пленки температурный коэффициент линейного расширения в 4-6 раз меньше, чем у металла [5]). При таких условиях происходит пробой по краю диэлектрической пленки и появление так называемого микроплазменного разряда уже на металле с образованием области плотной плазмы размером 1-100 мкм. Воздействие плазмы микроплазменного разряда на металл приводит к появлению в контактном слое электрического поля напряженностью $\sim 2 \times 10^9$ В/м, которое вызывает переход к взрывной электронной эмиссии [6].

ЛИТЕРАТУРА

1. Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника – М.: Наука, 2004, - 704 с.
2. Месяц Г.Ф. // Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. – М.: Наука, 2000, - 424 с.
3. Микроанализ и растровая электронная микроскопия / Под ред. Ф.Морис, Л.Мени, Р.Тиксье. М.: Металлургия. 1985. - 408с.
4. Иванов В.А. // Прикладная физика. 2001. №1. С.5.
5. Физические величины: Справочник. /А.П.Бабичев, Н.А.Бабушкина, А.М.Братковский и др.; Под ред. И.С.Григорьева, Е.С.Мелихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. -1232 с.
6. Иванов В.А., Коньжев М.Е., Зимин А.М., Тройнов В.И., Камолова Т.И., Летунов А.А. Электронная температура в микроплазменных разрядах, развивающихся на поверхности титана//Успехи прикладной физики. 2014. Т. 2. № 1. С. 31-40.

ПРИВНОСИМАЯ ДЕФЕКТНОСТЬ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАНОСТРУКТУР В ВАКУУМЕ

MICRO-CONTAMINATION OF NANOSTRUCTURES DURING ITS MANUFACTURING IN VACUUM

Ю.В.Панфилов / panfilov@bmstu.ru, Л.Л.Колесник

Y.V.Panfilov, L.L.Kolesnik

МГТУ имени Н.Э. Баумана, Москва

Проанализированы основные источники привносимой дефектности изделий микро и наноэлектроники в вакуумном технологическом оборудовании кластерного типа. Рассмотрены механизмы формирования потоков мелкодисперсных частиц в илловых и технологических вакуумных камерах, молекулярных загрязнений и следов металлов в результате изнашивания конструкционных материалов и трибодесорбции.

Main sources of micro-contamination in micro and nano-electronics devices in vacuum cluster tool systems were analyzed. Generation mechanism of microparticles flow at load lock and processing vacuum chambers, molecules contamination and metal particles as a results of construction materials wear and tribo-desorption were shown.

Ключевые слова: привносимая дефектность, вакуумное оборудование, микро и наноэлектроника, молекулярные загрязнения, трибодесорбция.

Key words: micro-contamination, vacuum equipment, micro and nanoelectronics, molecules contamination, tribo-desorption.

Утверждение, что в борьбе с привносимой дефектностью изделий микроэлектроники победить невозможно [1] наглядно проявляется при переходе к производству изделий наноэлектроники. Так, при минимальных размерах элементов современных сверхбольших интегральных микросхем (СБИС) 7 – 18 нм критичными с точки зрения выхода годных СБИС становятся не только мелкодисперсные частицы (МДЧ) [2], а и, так называемые, молекулярные загрязнения [3]. Целью данной статьи является анализ источников привносимой дефектности изделий микро и наноэлектроники в вакуумном технологическом оборудовании кластерного типа.

Кластерные производственные системы (рис. 1) объединяют в едином вакуумном цикле различные технологические операции и на сегодняшний день на них производятся самые современные изделия микро и наноэлектроники. Одна из основных проблем проектирования и эксплуатации такого оборудования связана с обеспечением качества вакуумной технологической среды, а именно, с минимумом привносимой дефектности изготавливаемых микро и наноструктур. Если для микроструктур с размерами порядка 1 мкм основными причинами брака из-за привносимой дефектности являются твердые или жидкие мелкодисперсные частицы [2], то для наноструктур с размерами в десятки и даже единицы нанометров критичными с точки зрения выхода годных становятся молекулярные загрязнения [3] в виде продуктов распада полимерных конструкционных материалов и органических соединений, а также продуктов газовой выделений резиновых смесей. Кроме того, в результате высокотемпературного и фрикционного воздействия (трибодесорбции [4]) на материалы внутрикамерных устройств и механизмов на обрабатываемые наноструктуры попадают атомы и молекулы кислорода, метана, моно и диоксида углерода, соединений серы, а также, металлов и их оксидов. В оборудовании кластерного типа

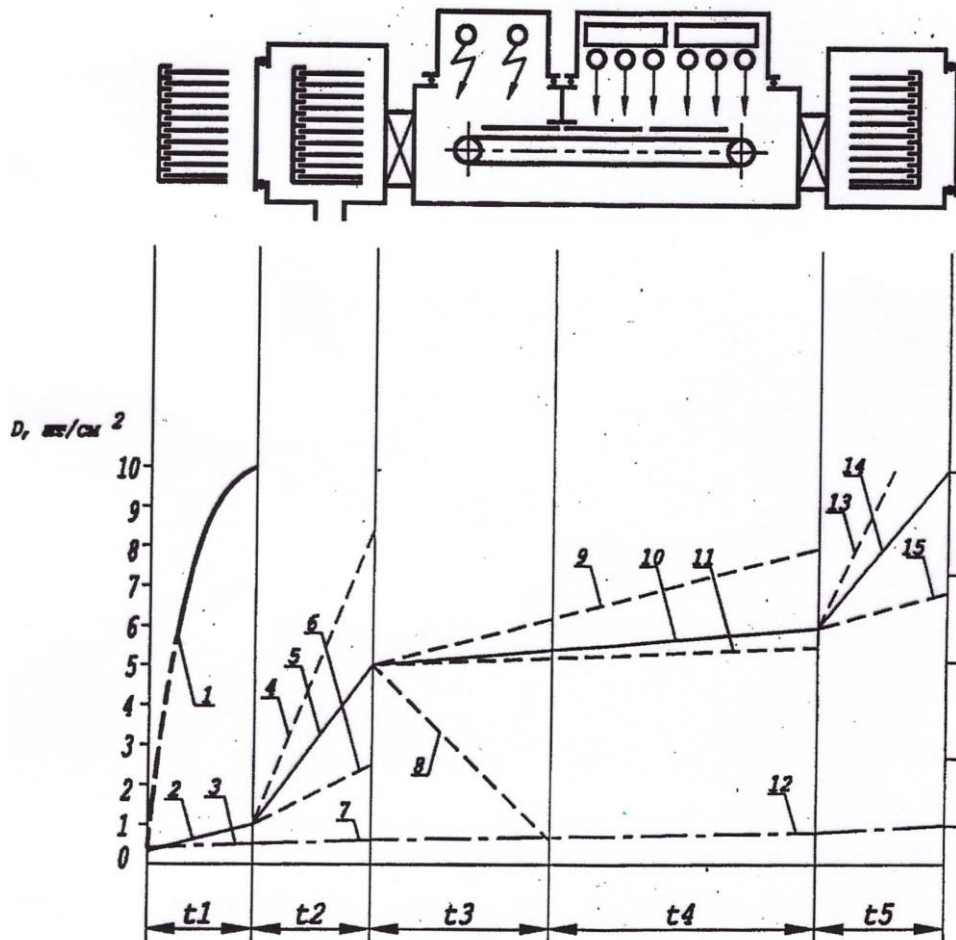


Рис. 2. Схема набора дозы D привносимой дефектности изделий, обрабатываемых на установке 01НИ-7-015: 1 – в чистом производственном помещении (ЧПП) класса 100 (по Федеральному стандарту США FS-209c); 2 – в ЧПП класса 10; 3 – в ЧПП класса 1; 4 – в шлюзовом загрузочном устройстве (ШЗУ) после откачки при доле осаждаемых МДЧ, равной 0,2; 5 – при доле, равной 0,17; 6 – при доле, равной 0,1; 7 – при доле, равной 0 (при использовании вакуумного СМФ-контейнера); 8 – при удалении МДЧ с поверхности пластины; 9 – в рабочей вакуумной камере при потоке МДЧ, равном $1 \cdot 10^{-1}$ шт./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$; 10 – при потоке МДЧ, равном $5 \cdot 10^{-2}$ шт./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$; 11 – при потоке МДЧ, равном $1 \cdot 10^{-2}$ шт./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$; 12 – при потоке МДЧ, равном $1 \cdot 10^{-2}$ шт./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$; 13 – в ШЗУ выгрузки после напуска воздуха при доле осаждаемых МДЧ, равной 0,2; 14 – при доле осаждаемых МДЧ, равной 0,17; 15 – при доле осаждаемых МДЧ, равной 0,1;

В соответствии со стандартом SEMI F21–951 к молекулярным загрязнениям в вакууме можно отнести конденсируемые соединения (МС) и следы металлов (ММ). ГОСТ Р ИСО 14644-9-2013 характеризует классы чистоты поверхности по концентрации частиц, которые определяют максимально допустимую концентрацию частиц определенных размеров на поверхности полупроводниковой пластины. Измерение массовой концентрации поверхностных загрязнений основано на определении характерных длин волн основных функциональных групп загрязняющих веществ и мощности сигналов. С помощью современных методов можно проводить мониторинг загрязнений на уровне 0,1 нг/ см^2 [3].

Следы металлов на поверхности полупроводниковых пластин в вакууме теоретически могут появиться в результате сублимации атомов металлической арматуры. Сублимация – многостадийный процесс, для проведения которого необходима дополнительная тепловая энергия. При ее подводе частицы материала твердого тела мигрируют на поверхности твердой фазы из состояния с наибольшей прочностью связей в состояние с их меньшей прочностью, а затем в газовую фазу. Одновременно из нее происходит десублимация частиц. Максимальную скорость процессов сублимации и десублимации в вакууме можно рассчитать по уравнению Герца-Кнудсена:

$$\frac{dN_u}{dt \cdot A} = \frac{p_{нас} \alpha_u}{\sqrt{2\pi m k T_u}} \frac{атом}{м^2 с},$$

где N_u - количество испаренных (сублимированных) атомов или молекул; t - время, с; A - площадь испарения (сублимации), $м^2$; α_u - коэффициент испарения (для чистых материалов $\alpha_u=1$); m - масса испаренного (сублимированного) атома или молекулы, кг; T_u - температура испарения, К.

Давление насыщенного пара над поверхностью твердого тела, описывается уравнением Клапейрона-Клаузиуса:

$$\frac{dp_{нас}}{dT} = \frac{H_z - H_{ж}}{T(V_z - V_{ж})} = \frac{\Delta H}{TV_z},$$

где $p_{нас}$ – давление насыщенного пара испаряемого материала, Па; T - температура материала, К; H - энтальпия газа (z) и жидкости ($ж$), ккал/кмоль; V - объем газа (z) и жидкости ($ж$), $м^3$ ($V_z \gg V_{ж}$); ΔH - теплота испарения, ккал/кмоль.

Однако, давление насыщенного пара при температуре ниже температуры испарения очень мало. Так, давление насыщенного пара металла, например, нептуния, при комнатной температуре в вакууме равно [6]:

$$\lg p_{нас} = 5,1 - 2,06 \cdot 10^4 / T,$$

где T – абсолютная температура, К.

При $T=1000$ К давление насыщенного пара составляет $p_{нас}=10^{-15}$ Па, а при комнатной температуре 293 К давление насыщенного пара составляет всего $p_{нас}=10^{-65}$ Па. При таких величинах давлений скорость процессов сублимации приблизительно составляет, соответственно, 10^7 и 10^{-39} атом/($м^2с$). Из этого следует, что при комнатной температуре загрязнения микро и наноструктур атомами и молекулами конструкционными материалами вакуумного технологического оборудования можно не учитывать.

Привносимая дефектность в виде атомов и молекул конструкционных материалов может иметь заметное влияние на характеристики наноструктур, вплоть до брака, в результате трибодесорбции [4] из пар трения внутрикамерных механизмов.

Как показал опыт проектирования и эксплуатации вакуумных транспортных и загрузочных модулей, основными источниками загрязнений в виде химически активных газов и мелкодисперсных частиц являются пары трения механизмов, направляющих, вводов движения, расположенных в высоком и сверхвысоком вакууме [7]. Накоплена информация по трибодесорбции в вакууме из различных сталей, полимерных материалов, минералов, твердосмазочных материалов, мягких металлов (серебро, свинец), причем трибодесорбция имеет как термический, так и атермический (при малых нагрузках и скоростях трения) характер. При трении синтетических каучуков выделяются композиции полипропиленового, этиленпропиленового, хлорбутилового и фторкаучуков. В спектре масс обнаружены низкомолекулярные соединения: метан, моно и диоксид углерода, неполимеризованные мономеры и летучие компоненты примесей.

Явления трибоэмиссии включают в себя различные физические и химические процессы, происходящие внутри и вокруг зоны контакта трущихся тел и приводящие к эмиссии атомов и молекул самих тел, окклюдируемых газов и наночастиц [5]. Эти

свойства трибоэмиссионных явлений были положены в основу целого ряда разработок принципиально новых технологических процессов, материалов и методов с заданными свойствами, в том числе

- специальные трибологические покрытия, обладающие способностью к самовосстановлению и адаптирующихся к условиям эксплуатации,
- новые смазочные материалы для оборудования вакуумных и космических систем и особо чистой среды,
- новый метод анализа содержания и распределения газов в материалах и покрытиях.

Для использования в СВВ оборудовании НИТИ г. Рязань в 80-е годы прошлого столетия были разработаны два типа твердосмазочных покрытий на основе дисульфида молибдена: химико-термическое покрытие «Димолит-4» разработки ВНИИОФИ и ионно-плазменное покрытие «ИПН MoS₂» разработки ИМАШ РАН. Однако, в спектре газовой выделений из пары трения с «Димолит-4» присутствовали следы серы и ее соединений, что оказалось не приемлемо для процессов молекулярно-лучевой эпитаксии, т.к. приводило к перелегированию гетероструктур на основе GaAs. Поэтому, в эксплуатацию были приняты узлы трения манипуляторов и направляющих скольжения с покрытием «ИПН MoS₂», в спектре газовой выделений которых даже при температуре 773 К следов серы и ее соединений обнаружено не было (рис. 3).

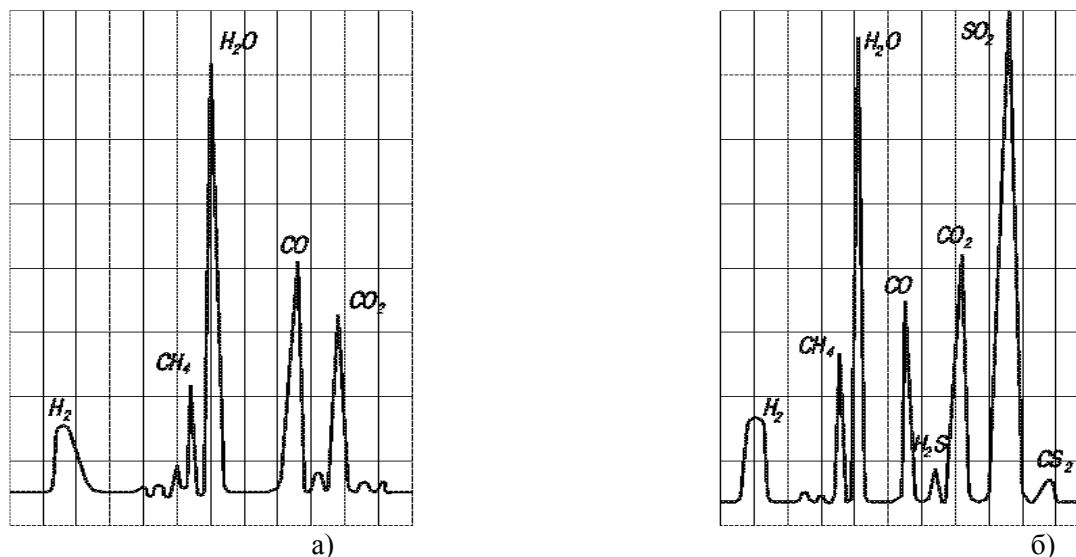


Рис. 3. Спектры газовой выделений покрытий на основе MoS₂: а) ИПН MoS₂, T=773 К, t=1 час; б) Димолит-4, T=623 К, t=1 час.

При исследовании привносимой дефектности от узлов и механизмов в вакуумных камерах технологического оборудования, с частости, от подшипников скольжения с ТСП на основе дисульфида молибдена, нанесенным вакуумным ионно-плазменным методом, были обнаружены следы металлов и серы на поверхности контрольных пластин, которые были размещены в непосредственной близости от подшипника скольжения (рис. 4). Причем, количество и состав этих следов изменялось с наработкой, выраженной в суммарном количестве оборотов вала подшипника.

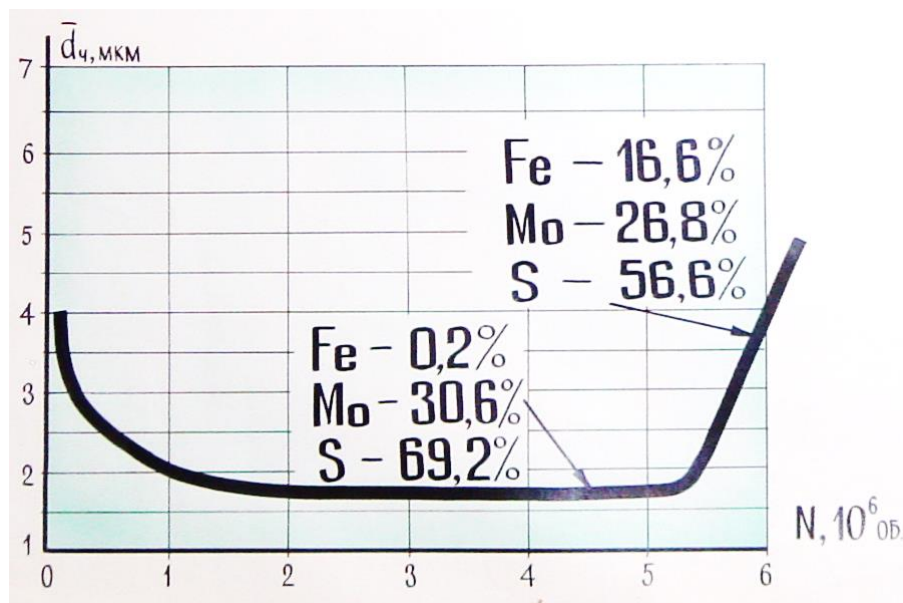


Рис. 4. Средний диаметр МДЧ и их химический состав в зависимости от наработки N подшипника скольжения с ТСП на основе MoS_2 .

Таким образом, анализ причин и источников привносимой дефектности изделий микро и нанoeлектроники, а также появления и распространения молекулярных загрязнений в вакуумном технологическом оборудовании кластерного типа показывает, что:

1. Для микроструктур с размерами порядка 1 мкм основными причинами брака из-за привносимой дефектности являются мелкодисперсные частицы, попадающие в вакуумные камеры с потоками технологического газа, отрывающиеся от стенок и оснастки частицы наносимых и стравливаемых пленок и слоев, в также частицы, генерируемые механизмами, работающими в вакууме;

2. Для наноструктур с размерами менее 100 нм (вплоть до 5 – 10 нм) критическими становятся молекулярные загрязнения в виде продуктов распада полимерных конструкционных материалов и органических соединений, продуктов газовой выделений резиновых смесей и т.п.;

3. Атомы и молекулы химически активных газов, таких например, как кислород, метан, моно и диоксид углерода, а также соединения серы, следы металлов и оксидов, отрицательно влияющих на характеристики формируемых наноструктур, появляются на полупроводниковых пластинах в результате высокотемпературного и фрикционного воздействия (трибодесорбции) на материалы внутрикамерных устройств и механизмов. а также их износа;

4. Причиной появления брака обрабатываемых в оборудовании кластерного типа наноструктур является атомы и молекулы газообразных реагентов и продуктов плазмохимических реакций, диффундирующих из одних технологических модулей в другие через транспортно-загрузочные и промежуточные модули.

ЛИТЕРАТУРА

1. Чистые помещения. Под ред. И. Хаякавы /Пер. с японск. М.: Мир, 1990, 456 с.
2. Панфилов Ю.В. Проектирование вакуумного технологического оборудования для производства СБИС по критерию минимума привносимой дефектности // Электронная техника. Сер.3. Микроэлектроника. Вып. 1 (135), 1990, С. 51 – 59.

3. Севрюкова Е.А. Теория ростового процесса молекулярных загрязнений и научные основы контроля чистоты поверхностей изделий индустрии высоких технологий / Автореферат дисс. д.т.н., М., МИЭТ (ТУ), 2016. – 40 с.

4. Невшупа Р.А. Научные основы управления процессами трибодесорбции газов в узлах трения механизмов сверхвысоковакуумного оборудования электронной техники и нанотехнологий / Автореферат дисс. д.т.н., М., МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2010. – 32с.

5. Машиностроение. Энциклопедия / Ред. Совет: К.В. Фролов (пред.) и др. – М.: Машиностроение. Технология, оборудование и системы управления в электронном машиностроении. Т. III-8 / Ю.В. Панфилов, Л.К. Ковалев, В.Г. Блохин и др.; Под общ. ред. Ю.В. Панфилова. 2000. 744 с.

6. Физические величины: Справочник / А.П. Бабичев, Н.А. Бабушкина, А.М. Братковский и др.; Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.

7. E.A. Deulin, V. P. Mikhailov, Y.V. Panfilov, R.A. Nevshupa Mechanics and physics of precise vacuum mechanisms / Springer, 2010, 234 pp

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

ПРОВОДИМОСТЬ КАНАЛОВ РОТОРНОГО МЕХАНИЗМА ДВУХРОТОРНОГО ВАКУУМНОГО НАСОСА ТИПА РУТС ПРИ МОЛЕКУЛЯРНОМ РЕЖИМЕ ТЕЧЕНИЯ ГАЗА

CHANNELS CONDUCTIVITY OF ROOTS TYPE VACUUM PUMP ROTOR MECHANISM IN MOLECULAR REGIME

А.А.Исаев^{1,2}, / isaevaa050391@yandex.ru,
А.А.Райков², (ORCID: 0000-0001-5495-7834) / alraykov@kstu.ru
А.В.Бурмистров², (ORCID: 0000-0001-8612-540X) / burm@kstu.ru
С.И.Саликеев², (ORCID: 0000-0002-2007-4635) / salikeev_s@mail.ru

А.А.Isaev, А.А.Raykov, А.В.Burmistov, С.И.Salikeev,

¹АО «Вакууммаш»

²Казанский национальный исследовательский технологический университет

С помощью метода угловых коэффициентов, реализованного в пакете COMSOL Multiphysics, рассчитана суммарная проводимость щелевых каналов роторного механизма двухроторного вакуумного насоса типа Рутс. Проведено сравнение полученных расчетных данных с экспериментальными значениями, полученными путем продувки насоса ДВН-50 при различных углах поворота роторов. Отмечается достаточно хорошая сходимость результатов расчета и эксперимента.

Using the method of the angular coefficients implemented in COMSOL Multiphysics total conductivity of the slotted channels by rotary mechanism of Roots type vacuum pump is calculated. The calculated data are compared with the experimental values obtained by blowing the DVN-50 pump at different rotor rotation angles. The good convergence of calculated and experimental results is observed.

Ключевые слова: двухроторный насос, перетекания газа, проводимость каналов, молекулярный режим.

Keywords: roots pump, gas flow, channels conductivity, molecular regime.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время сложно представить себе откачную систему, обеспечивающую получение среднего и высокого вакуума, без бустерных вакуумных насосов, существенно сокращающих время откачки и снижающих остаточное давление в рабочей камере. В качестве таких насосов чаще всего используются двухроторные вакуумные насосы типа Рутс, которые с учетом получаемого с их помощью безмасляного вакуума практически незаменимы.

Как известно, рабочий процесс в ДВН (рис. 1) складывается из двух составляющих: переноса роторами отсеченных объемов со входа на выход и обратных перетеканий с выхода на вход за счет перепада давлений и температур через щелевые каналы роторного механизма. Соответственно эффективность ДВН определяется именно соотношением этих двух процессов.

Величины объемов, переносимых роторами за один оборот, и величина обратных перетеканий через щелевые каналы зависят от профиля ротора. При выборе типа профиля и его геометрических параметров нужно стремиться к увеличению отсеченного объема,

переносимого роторами, т.е. к увеличению геометрической быстроты действия и снижению обратных перетеканий (проводимости) щелевых каналов.

Геометрическая быстрота НВД определяется по формуле

$$S_{\Gamma} = 2\pi R^2 L n \chi, \quad (1)$$

где R и L – радиус и длина ротора; n – частота вращения роторов; χ – коэффициент использования рабочего объема, определяемый из соотношения

$$\chi = 1 - f_p / \pi R^2, \quad (2)$$

где f_p – площадь поперечного сечения ротора.

Таким образом, при заданных R и L , необходимо стремиться к увеличению коэффициента χ .

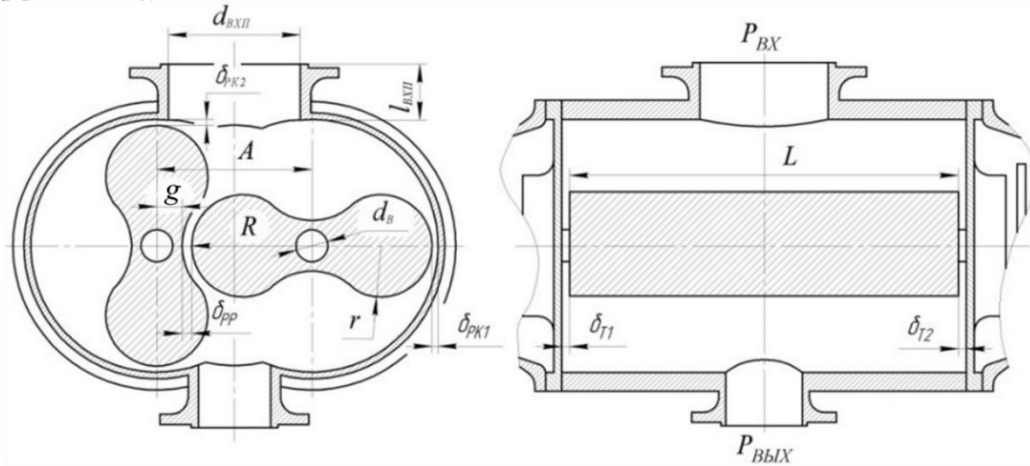


Рис.1. Схема роторного механизма ДВН.

Обратный поток через щелевые каналы характеризуется их проводимостью. Поскольку щелевые каналы ДВН включены параллельно, то суммарная проводимость определяется в виде [1, 2]

$$U_{\Sigma} = U_{PK1} + U_{PK2} + U_{PP} + U_{T1} + U_{T2}, \quad (3)$$

где $U_{PK1}; U_{PK2}$ – проводимости радиальных каналов (между головкой ротора и цилиндрическим корпусом); U_{PP} – проводимости межроторного канала; $U_{T1}; U_{T2}$ – проводимости торцевых каналов.

С точки зрения минимизации перетеканий оптимальным для ДВН является молекулярный режим течения в щелевых каналах, поскольку здесь проводимость минимальна. Известно, что проводимость канала произвольной формы рассчитывается по формуле [1-3]

$$U = \frac{c}{4} L \delta K_3, \quad (4)$$

где c – среднеарифметическая скорость молекул газа; K_3 – коэффициент проводимости для соответствующего канала.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для нахождения проводимости каналов при молекулярном режиме чаще всего используются метод Монте-Карло (ММК) или метод угловых коэффициентов (МУК). В работах [3, 4] разработан метод расчета проводимости каналов, имеющих в некотором сечении минимальный зазор. Именно таковыми являются радиальный и межроторный каналы ДВН. Для таких каналов сопротивление определяется участком в месте минимального зазора и стенки могут быть заменены дугами окружности с радиусами R_1 и R_2 . В работе [2] проведены продувки двухроторного насоса ДВН-50 производства АО «Вакууммаш» [5] при различных углах поворота роторов. Полученные значения проводимости по воздуху и соответствующие значения зазоров представлены в табл. Замеры осуществлялись через 15° . Зазоры измерялись с помощью щупов. В этой же

таблице представлены результаты расчета по методике работ [3, 4]. Проводимость торцевых каналов рассчитывалась с использованием формулы для длинной плоской щели [6]. Торцевые зазоры с двух сторон были одинаковы и составляли по 0,11мм. Среднее по углу поворота отклонение результатов расчета по методике работ [3, 4] от эксперимента составляет 13,8%.

В настоящей работе суммарная проводимость каналов ДВН рассчитывалась с помощью пакета COMSOL Multiphysics [7], в котором реализованы методы ММК и МУК. Несмотря на то, что ММК является, пожалуй, более универсальным методом, в настоящей работе расчет проводимости выполним с помощью МУК. Такой выбор объясняется спецификой исследуемых каналов – их значительной протяженностью и малой вероятностью прохождения молекул, что требует значительных затрат машинного времени.

Как известно, МУК основан на аналогии между течением газа в каналах с диффузным отражением от стенок и лучистого теплообмена в диатермических замкнутых средах. Стенки канала и поверхности входа и выхода разбиваются на элементарные площадки. От качества разбиения поверхности зависит точность учета кривизны стенок канала. Для каждой площадки рассчитывается угловой коэффициент, который представляет собой долю потока молекул, исходящего от одной элементарной поверхности и падающего на другую. Итоговая величина коэффициента проводимости определяется интегрированием потоков от всех элементарных площадок относительно входной и выходной поверхности. Наилучшую сходимость эксперимента с расчетом показал метод интегрирования Nemicube с разрешением 1024.

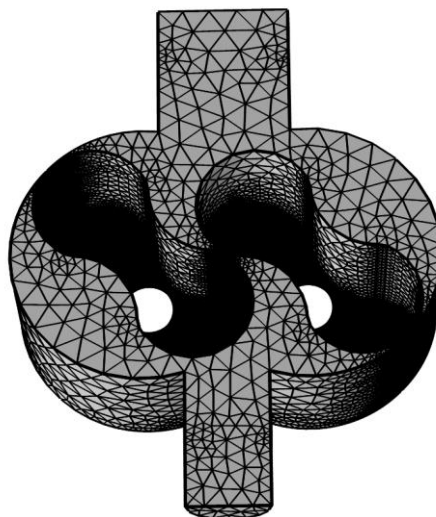


Рис.2. Расчетная область с построенной сеткой.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОСУЖДЕНИЕ

Данные таблицы показывают, что отклонение результатов расчета в COMSOL Multiphysics имеют в два раза меньшее отклонение от эксперимента. Это связано с заменой реальной геометрии стенок канала на дуги окружности, используемой в работах [3, 4]. Само отклонение расчетов от эксперимента вызвано невозможностью точного определения зазоров в роторном механизме.

Таблица.

Суммарная проводимость каналов ДВН типа Рутс

Угол поворота роторов	Расчет по методике работ [3, 4]	Эксперимент работы [2]	Расчет COMSOL Multiphysics	Отклонение в расчета COMSOL Multiphysics от эксперимента	Отклонение по методике работ [3, 4] от эксперимента
0	0.352	0.297	0.315	-5.71%	-18.52%
15	0.587	0.45	0.501	-10.18%	-30.33%
30	1.067	1.088	1.09	-0.18%	1.93%
45	0.958	0.991	0.96	3.23%	3.33%
60	0.85	1	0.96	4.17%	15.00%
75	0.562	0.442	0.49	-9.80%	-27.15%
90	0.373	0.31	0.35	-11.43%	-20.32%
105	0.524	0.484	0.49	-1.22%	-8.26%
120	1.04	1.2	1.11	8.11%	13.33%
135	1.008	1.065	1.068	-0.28%	5.35%
150	0.903	1.18	1.11	6.31%	23.47%
165	0.644	0.6	0.621	-3.38%	-7.33%
180	0.335	0.326	0.33	-1.21%	-2.76%
195	0.718	0.678	0.69	-1.74%	-5.90%
210	1.205	1.52	1.33	14.29%	20.72%
225	1.045	1.49	1.31	13.74%	29.87%
240	1.096	1.51	1.25	20.80%	27.42%
255	0.684	0.7	0.69	1.45%	2.29%
270	0.378	0.335	0.355	-5.63%	-12.84%
285	0.577	0.458	0.491	-6.72%	-25.98%
300	1.076	1.1	1.066	3.19%	2.18%
315	1.113	1.187	1.155	2.77%	6.23%
330	1.112	1.385	1.255	10.36%	19.71%
345	0.714	0.71	0.712	-0.28%	-0.56%
Среднее	0.788	0.854	0.821	4.10%	7.73%
Среднее по модулю				6.09%	13.78%

ВЫВОДЫ

Проведенные расчеты показали перспективность использования пакета COMSOL Multiphysics для расчетов течения газа в криволинейных каналах вакуумных насосов при молекулярном режиме. Стоит отметить, что расчеты проводились не для каждого канала в отдельности, а для всего роторного механизма ДВН в сборе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кузнецов, В. И. Объемный КПД двухроторных вакуумных насосов / В. И. Кузнецов // Физика и техника вакуума. – Казань, 1974. – С. 177-185.
2. Бурмистров А.В. Создание и исследование бесконтактных вакуумных насосов: дис...докт.техн.наук / А. В. Бурмистров; МГТУ им. Н.Э. Баумана. – Москва, 2006. - 363с.

3. Прямые и обратные потоки в бесконтактных вакуумных насосах: монография / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, М.Д. Бронштейн. – Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009. -232 с.

4. Бурмистров А.В., Караблинов Д.Г., Бронштейн М.Д. Уравнения для расчета проводимости различных видов щелевых каналов в молекулярном режиме течения // Вакуумная техника и технология. – 2004. – Т. 14, № 1. - С. 9-13.

5. НВД-200 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://vacma.ru/products/roots_pump/nvd/382/, свободный

6. 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.

7. COMSOL Multiphysics. License file for Kazan National Research Technology University c/n 9601045.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ДВУХКАМЕРНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМ ДЛЯ ОЦЕНКИ СТЕПЕНИ НЕГЕРМЕТИЧНОСТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА РЕДУКЦИИ ДАВЛЕНИЯ

USE OF PARALLEL TWO-CHAMBER MEASURING SYSTEMS FOR ESTIMATING THE DEGREE OF TIGHTNESS BY THE PRESSURE REDUCTION METHOD

С.А.Бушин, / vniia4@vniia.ru, 2009-01-07@mail.ru

S.A.Bushin,

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

На основе метода редукции с принятой параллельной двухпоточной измерительной схемой представлены математические модели (уравнения измерения), описывающие при реализации разрушающего метода контроля разнесенные во времени процессы, ответственные за формирование измеряемой газовой среды при молекулярном режиме течения в объеме вскрытия, в зонах измерения и анализа для оценки ее общего и парциального давлений, с последующей оценкой общей степени негерметичности в объемах ЭВП, имеющих течи. Обозначены источники дополнительных погрешностей измерений с указанием методических неточностей, вызывающих в свою очередь появление остаточных погрешностей, учет которых нашел свое отражение в виде поправочных коэффициентов в уравнении(ях) измерения при определении величины давления пробного газа в исследуемом приборе, измеряемого с погрешностью не более $\pm 8\%$. Предложено апробированное методическое решение построения измерительных схем, позволяющее избежать потери чувствительности измерений, что исключает возможность пропуска малых течей при их наличии.

On the basis of the reduction method with the adopted parallel two-flow measuring circuit, mathematical models (measurement equations) are presented which describe, during the implementation of the destructive control method, the time-spaced processes responsible for the formation of the measured gaseous medium in the molecular flow regime in the total and partial pressures, with the subsequent assessment of the general degree of leakage in the volumes of the EEC which have leaks. Sources of additional measurement errors are shown with an indication of methodological inaccuracies, which, in turn, cause the appearance of residual errors, the

account of which is reflected in the form of correction factors in the measurement equation (s) when determining the value of the test gas pressure in the instrument under study, measured with an error of no more than $\pm 8\%$. A proven methodological solution for measuring circuits construction is proposed, allowing to avoid the loss of measurement sensitivity, which excludes the possibility of missing small leaks in their presence.

Ключевые слова: манометрический преобразователь, газоанализатор, метод редукации, разрушающий контроль, массообмен, уравнение измерения, степень негерметичности, поток натекания(утечки), погрешность, поправка.

Keywords: gauge transducer, gas analyzer, reduction method, destructive testing, mass transfer, measurement equation, degree of leakage, leakage flow (leakage), error, correction.

ВВЕДЕНИЕ

Необходимость в осведомленности в отношении процессов, протекающих в объемах ЭВП, начиная с момента их изготовления и в дальнейшем на протяжении всего срока хранения, исчисляемого не одним годом, вместе с контролем герметичности данных оболочек являются, одними из приоритетных проблем. Изученность кинетики формирования газовой остаточной среды, ее качественный и количественный анализ является залогом надежности и безотказности работы ЭВП в условиях эксплуатации. Поэтому решение задач по созданию методик и инструментария, позволяющих измерять и анализировать параметры остаточной газовой среды при заданных значениях погрешностей совместно с проводимыми испытаниями на герметичность, ориентированных в первую очередь на специзделия, послужили отправной точкой для разработки и создания аналитических систем для реализации данных задач.

В настоящей работе представлено детальное рассмотрение применяемого метода редукации для оценки контроля герметичности на примере исследований, проведенных на масс-спектрометрической установке измерения давления (УИД-2) [1].

МЕТОД РЕДУКАЦИИ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ПРИ КОНТРОЛЕ ГЕРМЕТИЧНОСТИ

При создании установки УИД-2 был использован опыт разработок абсолютных методов для измерения высокого и сверхвысокого вакуума на основе метода редукации [2-12]. Надо отметить, что на практике данный метод нашел свое отражение в целом ряде стандартов по передаче размера единицы давления соподчиненным измерительным средствам из области сравнительно высокого давления в область высокого и сверхвысокого вакуума [13,14].

Применимость этого метода к разработкам по контролю давления и степени негерметичности с использованием метода накопления можно изложить, основываясь на следующих положениях. Если через диафрагмы протекает не постоянный поток, а изменяемый во времени, а это обеспечивается, если в камере вскрытия (накопления) будет заключена лишь порция газа, например, баллон ЭВП с течью, который при открытом штенгеле/либо с надрезанным диффузионным спаем можно герметично пристыковать к вышеуказанной камере и произвести кратковременную опрессовку контрольным газом, то при наличии последовательно установленных пар диафрагм может сняться часть проблем, возникающих во многих случаях при измерениях:

– во-первых, подбором величин проводимостей, возможно, обеспечить рабочий диапазон измерений при величинах давлений накопленного газа, выходящих за пределы рабочего давления датчика газоанализатора (в меньшей степени это относится к широкодиапазонным преобразователям общего давления);

– во-вторых, при наличии элементов малой проводимости сравнительно просто добиться снижения эффекта селективности откачки (при наличии такового);

– в-третьих, за счет подбора постоянной времени можно добиться эффективного использования образца, т.е. регламентированной длительности откачки исследуемого газа из камеры, где находится контролируемый газ (вскрытия/накопления).

Указанный метод и вместе с тем принцип разделения исследуемого газа в двух изолированных объемах, был предложен на установке УИД-2, где использована двухпоточная схема измерения на базе метода редукции. Существо нововведения заключалось в том, что если запараллелить две измерительные ветки, в каждой из которых разместить манометрический и масс-спектрометрический датчики, используя при этом единую откачную систему, то тем самым можно существенно уменьшить взаимное влияния преобразователей друг на друга и в то же время снизить их влияние на исходный состав в камере вскрытия/накопления [15].

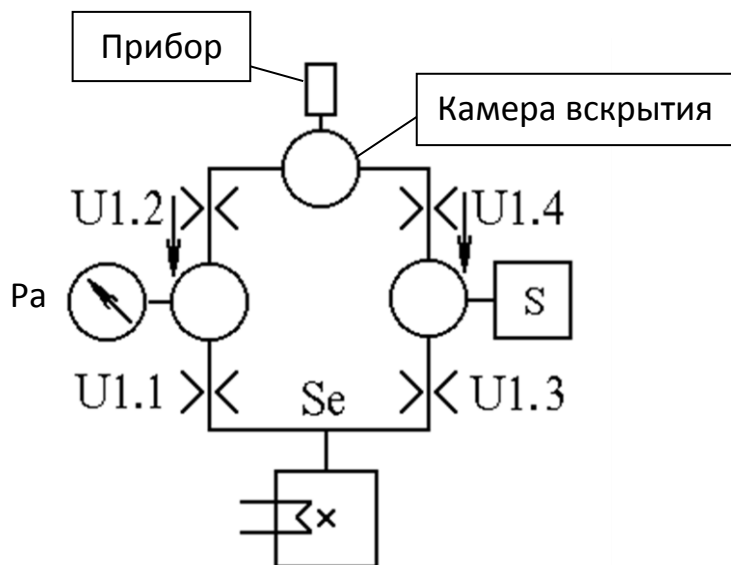


Рис.1. Схема с параллельными редукционными измерительными линиями.

Проработка вопросов, связанных с массообменом с использованием метода Монте-Карло [16], позволила выяснить ряд важных моментов: во-первых, в условиях молекулярного режима, как наиболее вероятного, вероятность обратной миграции молекул, уже побывавших в измерительных камерах, а также факт их присутствия в камерах, где они прежде не были сравнительно мал – не более 5 %; здесь принимаются во внимание случаи взаимопроникновения молекул, как со стороны входных, так и выходных диафрагм; во-вторых, вероятности прямого пролета молекул со стороны отверстий входных диафрагм на сторону выходных и в обратных направлениях при разнице в значениях проводимостей в 2-3 десятичных порядка не превышают 1 %.

Следует отметить, что выбранная схема измерения позволяет одновременно проводить измерения общего и парциальных давлений, а, следовательно, и степени негерметичности без существенного искажения исследуемой среды в реципиенте. При этом в отсутствии каких-либо видимых препятствий на пути распространения газа из камеры вскрытия до входных диафрагм процесс начала регистрации считается обоюдно равновероятным как для манометрического, так и масс-спектрометрического преобразователей.

Для того чтобы процесс измерения не сводился к эмпирическим или полумэмпирическим зависимостям и его можно было уверенно "чувствовать" и в определенной мере научиться "управлять" его ходом, применяя выработанную к использованию принципиальную схему, проведена разработка теоретической модели в условиях динамики разворачиваемых во времени процессов. Кроме того рассмотрены возможные факторы, влияющие на точность измерений, присущих методу редукции.

УРАВНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ

В результате проведенной аналитической проработки схемы динамической вакуумной системы, представленной на рис. 1, получены выражения описывающие изменения давления в ее разных объемах $P=f(t)$. Данные модели адекватно отражают процессы, происходящие в камерах вскрытия, измерения и анализа, поскольку описывают динамику изменения давления в обозначенных объемах измерительной системы, учитывая, в частности, такое явление как возникновение побочного газового потока, вызываемого из-за разрушения оболочки штенгеля объекта исследования (разрушающий контроль) [17,18], а также возникновение его откачки в зависимости от сорбционной емкости геттера прибора к моменту вскрытия совместно с фоновой составляющей. Кроме того, учитывается и время, требуемое для установления нового равновесного состояния в объединенных объемах, в результате экспансии высвобождаемого газа, поскольку связано с субъективным фактором – оперативностью и правильностью действий со стороны лица, производящего вскрытие прибора, так как отмеченные особенности зависят в значительной степени от геометрии тракта (19), связывающего полость реципиента с объемом камеры перепуска (вскрытия).

Функция измерения общего давления $P_{pa}(t)$ в камере с размещенным в ней манометрическим преобразователем, имеет следующий вид:

$$P_{pa}(t) = \left\{ \begin{array}{l} P_{opa} + \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{A1.5}} \cdot \left[\frac{Q_{A1.5}}{(U_{1.2} + U_{1.4})} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_1}{V_{A1.5}}}) \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_1}{V_{pa}}}) \right] + \dots \\ \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{A1.5}} \cdot P_{rez} \cdot e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_2}{V_{A1.5}}} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_2}{V_{pa}}}) \end{array} \right. \quad (1, a)$$

• при $0 \leq \Delta t_1 < \Delta t'_1$;
• при $0 \leq \Delta t_2 < \Delta t'_2$;

$$P_{pa}(t) = \left\{ \begin{array}{l} P_{opa} + \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{kvs}} \cdot \left[\frac{Q_{kvs}}{(U_{1.2} + U_{1.4})} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4} + s_g) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_1}{V_{kvs}}}) \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_1}{V_{pa}}}) \right] + \dots \\ \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{kvs}} \cdot P_{rez} \cdot e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4} + s_g) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_2}{V_{kvs}}} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_2}{V_{pa}}}) + \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{kvs}} \cdot \dots \\ \Delta P \cdot e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_3}{V_{kvs}}} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \sqrt{\frac{28}{M}} \Delta t_3}{V_{pa}}}) \end{array} \right. \quad (1, б)$$

• при $\Delta t'_1 \leq \Delta t_1 < \infty$;
• при $\Delta t'_2 \leq \Delta t_2 < \infty$;
• при $0 \leq \Delta t_3 < \infty$.

Аналогичные уравнение измерения строятся и в отношении масс-спектрометрического датчика $P_{mx}(t)$ (соответствующее выражение здесь не представлено).

ПОПРАВКИ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИЕ ТОЧНОСТЬ ПРИ ИЗМЕРЕНИЯХ

Функции $P_{pa}(t)$, $P_{mx}(t)$, описывающие изменения давления в объемах коллекторов с датчиками общего и парциального давления, могут быть преобразованы в выражения:

$$P_{pa} = P_{0pa} + \frac{U_{1.2}}{U_{1.1}} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{kvs}} \cdot \Delta P \cdot \frac{1}{(1 + \delta_{Spa})} \cdot \left(\delta'_{Q_{kvs}} + \delta'_{rez} + \delta'_c \right); \quad (2)$$

$$P_{mx} = P_{0mx} + \frac{U_{1.4}}{U_{1.3}} \cdot \frac{T_{mx}}{T_{kvs}} \cdot \Delta P \cdot \frac{1}{(1 + \delta_{Smx})} \cdot \left(\delta''_{Q_{kvs}} + \delta''_{rez} + \delta''_c \right), \quad (3)$$

где $\delta'_{Q_{kvs}}, \delta''_{Q_{kvs}}$ – поправка на сорбционно-десорбционные процессы и натекание (улетку), $\delta'_{Rez}, \delta''_{Rez}$ – поправка на составляющую от трибологического фактора при вскрытии прибора; δ'_c, δ''_c – поправка на неустановившийся режим течения; $\delta'_{Spa}, \delta''_{Smx}$ – поправка на откачивающее действие манометрического и масс-спектрометрического преобразователей.

Приводя решение выражений (2) и (3) к каноническому виду относительно постоянной величины ΔP , вывод уравнений измерения давления в камере вскрытия можно считать практически законченным:

$$\Delta P = \left\{ \begin{array}{l} \left(\delta'_c \right)^{-1} \cdot \frac{(P_{pai} - P_{opa})}{\frac{U_{1.2}}{U_{1.1}} \cdot \frac{1}{(1 + \delta'_{Spa})} \left(\frac{T_{pa}}{T_{kvs}} \right)} \cdot \left[1 - \left(\frac{\delta'_{Q_{kvs}}}{(P_{pai} - P_{opa})} + \frac{\delta'_{Rez}}{(P_{pai} - P_{opa})} \right) \right] \end{array} \right. \quad (4)$$

для манометра

$$\Delta P = \left\{ \begin{array}{l} \left(\delta''_c \right)^{-1} \cdot \frac{(P_{pai} - P_{opa})}{\frac{U_{1.4}}{U_{1.3}} \cdot \frac{1}{(1 + \delta''_{Smx})} \left(\frac{T_{mx}}{T_{kvs}} \right)} \cdot \left[1 - \left(\frac{\delta''_{Q_{kvs}}}{(P_{pai} - P_{opa})} + \frac{\delta''_{Rez}}{(P_{pai} - P_{opa})} \right) \right] \end{array} \right. \quad (5)$$

для масс - анализа тора

С тем, чтобы оценить потенциально-возможный вред от указанных побочных эффектов, целесообразно обратиться к методу редукции в его базовом варианте [20], т.е. при установившемся течении потока (предполагается, что количество исходной порции постоянно). Соответствующее общее выражение с учетом упомянутых процессов в виде поправок описывается следующей зависимостью:

$$P_{pa} = \frac{U_{1.2}}{U_{1.1}} \cdot \Delta P \cdot (1 + \sum \delta). \quad (6)$$

При выводе уравнения (6) для вводимых поправок накладывалось условие их достаточной малости.

Анализ вновь полученной модели (модификации) уравнения измерения (1а, 1б) показывает, что именно в силу допущенных ограничений при решении системы дифференциальных уравнений часть поправок из уравнения (6) отсутствует. Однако это не исключает их влияния как таковых на процессы в действительности и, следовательно, поэтому они должны быть учтены совместно с ранее отмеченными поправками, особенно поправка, учитывающая влияние обратного потока из насоса δ_e .

Большинство из указанных процессов не поддается точному расчету или экспериментальному определению из чего следует, что наиболее целесообразно осуществление таких конструктивных и методических мер, посредством которых можно свести значения их влияния к минимуму.

В методике измерения давления предусмотрен ряд мер, направленных на устранение влияния, оказываемого со стороны потоков сорбции и десорбции, а также за счет трибологического фактора. Однако в полной мере устранить отмеченные эффекты не представляется возможным.

Ввиду необходимости разрешения проблемы, связанной с учетом выше отмеченных поправок, следует обратить особое внимание на основные положения методики в той ее части, где речь идет о вакуумметрических характеристиках. Необходимый акцент должен быть сделан в отношении выполняемой по методике операции, связанной с вычитанием из получаемой экспериментально основной характеристики сигнала предварительно записанного фонового сигнала в предположении о воспроизводимости последнего. Однако фоновый сигнал все же претерпевает изменения, которые возникают уже непосредственно в процессе вскрытия изделия. Из сказанного следует, что существует методическая неточность, допускаемая в данной процедуре: во-первых, за счет дополнительно подключаемого к камере вскрытия объема прибора и, во-вторых, из-за откачивающего действия геттера, о чем ранее уже упоминалось, что в итоге влечет к возникновению остаточной погрешности Δq_{kvs} . Остаточная погрешность Δp_{rez} также возникает и при учете дополнительной газовой составляющей при резании штенгеля, которая в полной мере не может быть реально воспроизведена как в и случае с фоном. Поэтому с учетом отмеченного и в предположении о пренебрежимой малости в отношении всех остальных дискриминационных эффектов, значение ΔP из выражения (1) подлежит корректировке, т.е. $\Delta P = \Delta P_D \cdot (1 - \sum \delta_{pa})$, где ΔP_D – действительное (искомое) приращение давления в объеме камеры вскрытия; $\sum \delta_{pa} = \Delta q'_{kvs} + \Delta p'_{rez}$ – суммарная поправка на остаточные погрешности от побочных процессов.

Отсюда

$$\Delta P_D = \frac{\Delta P}{(1 - \sum \delta_{pa})}. \quad (7)$$

Поскольку величина давления ΔP относится к объему, образуемому от объединения объемов камеры вскрытия ($V_{A1.5}$) и исследуемого прибора V_{pr} с объемами $V_{D1.2}$, $V_{D1.4}$, характеризующими величины полостей от клапанов, ограничивающих объем камеры вскрытия (накопления), до входных отверстий малых диафрагм, уравнение измерения общего давления в полости прибора приобретет следующий вид:

$$P_{pr} = \frac{(V_{A1.5} + V_{D1.2} + V_{D1.4} + V_{pr}) \cdot \Delta P_D}{V_{pr}}. \quad (8)$$

Учитывая, что $\Delta P = \frac{\Delta I}{S_{N2}} \cdot q_{см}$,

где ΔI – ток положительных ионов с коллектора манометрического преобразователя; S_{N2} – абсолютный коэффициент чувствительности (N2) вакуумметра, а также с учетом возможного присутствия в приборе газов с общим числом более одного ($q_{см}$ – коэффициент относительной чувствительности вакуумметра к данной смеси газов) выражение (8) в окончательном виде можно записать:

$$P_{pr} = \frac{(V_{A1.5} + V_{D1.2} + V_{D1.4} + V_{pr})}{V_{pr}} \cdot \frac{\Delta I}{S_{N2}} \cdot \frac{q_{см}}{(1 - \sum \delta_{pa})}, \quad (9)$$

и, соответственно, выражение для величины потока (в случае с ограниченным опрессовкой контрольным газом и накоплением) примет следующий вид

$$Q = P_{pr} \cdot V_{pr} / t_n, \quad (10)$$

где V_{pr} – вместимость прибора; t_n – время накопления.

Аналогичное выражение для i -го газового (контрольного) компонента для масс-спектрометрической камеры P_i имеет следующий вид:

$$P_i = \frac{(V_{A1.5} + V_{D1.2} + V_{D1.4} + V_{pr}) \cdot \Delta I_i}{V_{pr} S_i (1 - \sum \delta_{mx})}, \quad (11)$$

где ΔI_i – ток положительных ионов с коллектора масс-спектрометрического преобразователя, S_i – абсолютный коэффициент чувствительности масс-спектрометра по i -му газу, $\sum \delta_{mx} = \Delta q_i + \Delta p_i$ – суммарная поправка на остаточные погрешности от побочных процессов.

Значение потока контрольного газа Q_i в камере анализатора запишется в виде выражения аналогичного (10)

$$Q_i = P_i \cdot V_{pr} / t_n. \quad (12)$$

При детальном рассмотрении "статуса" параметров (отдельных переменных), входящих в уравнения измерения (2), (3) будет не лишним напомнить о значении массового потока газа Q_{kvs} ($Q_{A1.5}$), который характеризует количество, вещества поступающего в(из) объем(а) в единицу времени, вследствие, сорбции газовых компонентов на стенках и их десорбции с поверхностями камеры вскрытия(накопления), а также, что несомненно важно при контроле герметичности, за счет существующего интегрального потока натекания в данном объеме из-за неплотностей, включая объем прибора, значение которого является количественной характеристикой, по которой судят об общей герметичности объекта контроля.

Для случая определения давления с последующей оценкой степени негерметичности откачиваемого баллона ЭВП, имеющего течь, внешняя поверхность которого подвергается опрессовке контрольным газом, а внутренняя полость имеет свободное сообщение с объемом камеры вскрытия/накопления ($V_{\Sigma} = V_{kvs} + V_{pr}$), аналитическое(ие) выражение(я) для определения искомого значения давления из уравнений (1,б) можно преобразовать к виду:

$$P_{pa}(t) = P_{opa} + \frac{U_{1.2}}{(U_{1.1} + s_{pa})} \cdot \frac{T_{pa}}{T_{A1.5}} \cdot \left[\frac{Q_{kvs} + pr}{(U_{1.2} + U_{1.4})} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4}) \cdot \sqrt{\frac{28}{M}} \cdot \Delta t_1}{(V_{kvs} + V_{pr})}}) \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.1} + s_{pa}) \cdot \sqrt{\frac{28}{M}} \cdot \Delta t_1}{V_{pa}}}) \right]. \quad (13)$$

при $0 \leq \Delta t_1 < \infty$

Соответственно для датчика газоанализатора выражение (13) будет иметь аналогичный вид

$$P_{mx}(t) = P_{omx} + \frac{U_{1.4}}{(U_{1.3} + s_{mx})} \cdot \frac{T_{mx}}{T_{A1.5}} \cdot \left[\frac{Q_{kvs} + pr}{(U_{1.2} + U_{1.4})} \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.2} + U_{1.4}) \cdot \sqrt{\frac{28}{M}} \cdot \Delta t_1}{(V_{kvs} + V_{pr})}}) \cdot (1 - e^{-\frac{(U_{1.3} + s_{mx}) \cdot \sqrt{\frac{28}{M}} \cdot \Delta t_1}{V_{mx}}}) \right]. \quad (14)$$

при $0 \leq \Delta t_1 < \infty$

Расчетные уравнения величин потоков натекания Q (10) для манометрического метода измерения, а также – Q_i (12) для масс-спектрометрического метода остаются без изменений.

Необходимо отметить, что при контроле герметичности с использованием метода редукции применительно к ЭВП штенгельной конструкции, разрабатываемых и производимых во ФГУП ВНИИА, в число возможных мест течей, конструктивно исключенных из области рассмотрения, попадает диффузионный спай штенгеля, поскольку в первом случае при реализации разрушающего метода хвостовик штенгеля со спаем подвергается резанию, а во втором – участок смятия (в области хвостовика) и вовсе отсутствует. Однако это, пожалуй, единственный основной недостаток. Все остальные неразъемные сочленения узла прибора надежно контролируются, благодаря разработанному устройству, обеспечивающему герметичное подсоединение изделия к измерительному объему [21].

Здесь также может возникнуть вопрос о возможности применения локального поиска течи(течей) вместо процедуры по выявлению общей негерметичности. Можно с уверенностью отметить, что реализация испытаний на герметичность с заменой способа накопления на способ, например, обдува уместна. При этом, однако, имеется ряд ограничений накладываемых 1) за счет влияния неустановившегося режима течения, и 2) использования малых диафрагм, проводимости которых незначительны, что вызывает снижение порога чувствительности в диапазоне малых натеканий (утечек).

Все что касается неустановившегося режима течения, то здесь следует отметить, что в газодинамических системах процессы стационарного и нестационарного течений газов находятся в постоянной конкуренции друг с другом. Картина такого соперничества налицо: как только с целью получения заданного давления в объемы системы начинает поступать пробный газ, в них сразу же возникают переходные процессы [22]. При относительно малом количестве газа установление равновесного состояния в принципе невозможно. При неограниченном количестве подаваемого газа продолжительность этих процессов для каждой отдельно взятой камеры определяется своим временным интервалом.

Поправку на неустановившийся режим течения газа можно свести к минимуму, определив первую производную по времени $\partial \delta'_c / \partial t_3 = 0$, и соответственно необходимый для установления в камере измерения(анализа) равновесного состояния промежуток времени $\Delta t_3 = t_3 - t_{03}$:

$$t_3 = \frac{V_{pa}}{U_{1.1} \cdot (1 + \delta_s) \cdot \sqrt{\frac{28}{M}}} \cdot \text{Ln} \left(1 + \frac{U_{1.1} \cdot (1 + \delta_s) V_{kvs}}{(U_{1.2} + U_{1.4}) \cdot V_{\delta}} \right) \quad (15)$$

Аналогичный вид имеет выражение для времени установления равновесия в камере масс-спектрометра.

Из этого следует, что с момента поступления пробного газа в объединенный объем камеры вскрытия с контролируемым прибором с истечением промежутка времени, длительность которого определяется из уравнения (15), между потоками подаваемого и удаляемого газа в объеме измерения (анализа) наступает состояние равновесия. Это в свою очередь означает, что можно приступать непосредственно к проведению измерений.

Выбор величины t_3 , как следует из уравнения (15), зависит от соотношения проводимостей входных-выходных диафрагм, эффективной скорости откачки манометрического преобразователя (датчика масс-спектрометра), а также значений объемов камер вскрытия и измерения (анализа). При этом анализ предыдущего уравнения показывает, что равновесное состояние в камерах преобразователей устанавливается тем быстрее, чем больше отношение $\frac{U_{1.1} + s_{pa}}{V_{pa}} \left(\frac{U_{1.3} + s_{mx}}{V_{mx}} \right)$. Вместе с этим и убыль газа в камере

вскрытия тем меньше, чем больше отношение $U_{1.2} + U_{1.4} / V_{kvs}$.

На практике редко удается создать вакуумную камеру с объемом $V_i < 2 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3$. В качестве разумных пределов постоянной времени откачки камер измерения (анализа), по-видимому, следует считать значения в интервале между (3–5)...(10–20) с в зависимости от рода газа. Если считать, что по условию $U_{1.1}(U_{1.3}) \ll Se$ (Se – эффективная скорость откачки в сечении за выходной диафрагмой) максимально возможное значение выходной диафрагмы $U_{1.1}$ ограничено значением $< 1 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с}$ то, задавшись приемлемо малым значением поправки на откачивающее действие преобразователя $[\delta_s] = 0,01-0,001$ можно получить оценочные величины входных диафрагм $U_{1.2}, U_{1.4}$:

$$U_{1.2}, U_{1.4} \leq 1 \cdot 10^{-7} - 1 \cdot 10^{-8} \frac{\text{м}^3}{\text{с}}$$

Если пренебречь всеми поправками в уравнениях измерения (2), (3), кроме δ'_c , δ''_c , и, допустив $T_{kvs}=T_{pa}$, $P_{opa}\approx 0$, то:

$$P_{i_{pa}} = \frac{U_{1.2}}{U_{1.1}} \cdot P_o \cdot \delta'_c; \quad (2,a)$$

$$P_{i_{mx}} = \frac{U_{1.4}}{U_{1.3}} \cdot P_o \cdot \delta''_c; \quad (2,б)$$

На графике (рис.2) приведены иллюстрации изменения динамики в камере измерения (анализа) от значения объема камеры вскрытия V_{kvs} с порцией контролируемого газа.

Из графика следует, что давление контролируемого газа $P_{i_{pa}}$ достигает равновесного значения быстрее при повышении его, чем при понижении [23]. Поэтому целесообразно начинать эксперименты с предельно низких давлений [8].

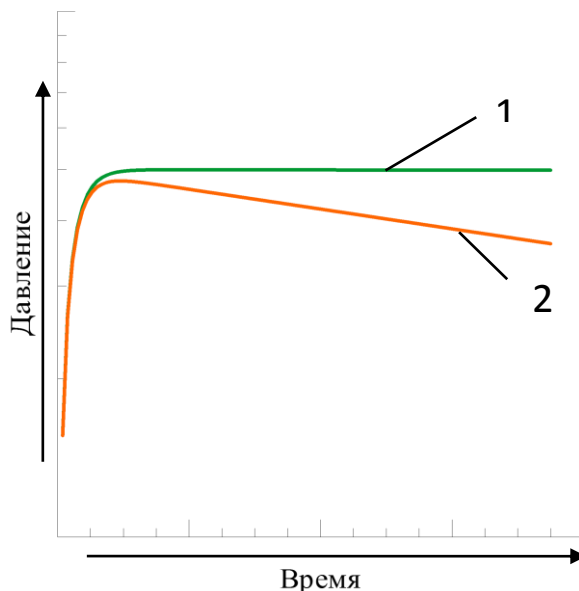


Рис.2. Зависимости $P=f(t)$ 1 – в случае с соотношением величин ($V_{kvs}=Varia$) у показателя первой экспоненты в уравнении (1, а) соответствующем величине 100:1 и 2 – в случае – 1:1 для порции.

Отсюда следует вывод, что при проведении контроля герметичности (также как и при градуировке) необходимо дождаться окончания переходных процессов в камерах измерения и анализа и только по достижению стационарного течения газа начинать измерения. Также необходимо учитывать, что при обдуве гелием мест наличия возможных течей, нужно стремиться, чтобы время перемещение обдувателя из одной позиции в другую было бы равно или больше утроенного значения постоянной времени откачки прибора ($\geq 3 \cdot V_{pr}/U_{1.3}$; $3 \cdot V_{pr}/U_{1.4}$).

Внесение поправок при определении давления опорного(пробного) газа обеспечивает при оценке степени негерметичности достижение значения погрешности не превышающей $\pm 8\%$.

Что касается снижения порога чувствительности из-за значений проводимости малых входных диафрагм, то данные ограничения могут быть устранены методически и, в частности, если изменить тракт, по которому течет газ, исключив из маршрута его

прохождения входные диафрагмы, используя вместо них элементы вакуумной коммутации [запорно-регулирующие клапаны $U_{1,2}, U_{1,4} \approx 1 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/\text{с}$ (по N_2)], предусмотренные в конструкции измерительной системы с параллельными двухкамерными измерительными системами (УИД-2), т.е. за счет замены одного схемного решения на другое. Это позволит избежать потери чувствительности измерений и соответственно исключит возможность пропусков малых течей при их наличии.

ВЫВОДЫ

Таким образом, использование двухпоточной схемы измерения дает возможность для проведения измерения как общего и парциального давлений, так и определения степени негерметичности приборов по контрольному газу со сравнительно высокой точностью.

Применение метода редукиции с так называемой ограниченной аналитической навеской и неограниченной навеской имеют свои положительные стороны, а также некоторые недостатки, часть из которых можно методически исключить, применив возможность перехода на другие конструктивные схемотехнические решения без отхода от использования редуцирования давления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ерюхин А.А., Кузьмин В.В. Образцовая установка для воспроизведения единицы давления в диапазоне 10^{-3} - 10^{-6} Н/м² / А. А. Ерюхин, В. В. Кузьмин // Измерит. техн.. 1969. № 4. – С.22–26
2. Florescu, N. A. Reproducible low pressures and their application to gauge calibration / N. A. Florescu // Transactions of 8-th., Nat. Vac. Symp., New York., Macmillan. 1961. – Vol. 1. – P. 504–510.
3. Кузьмин, В. В. Абсолютный метод динамического воспроизведения малых давлений / В. В. Кузьмин // Измерительная техника. 1967. – № 1. – С. 29–33.
4. Кузьмин, В. В. Абсолютный метод измерения давлений в области ниже 10^{-5} тор // Физика и техника сверхвысокого вакуума: сб. науч. тр. / Под общ. ред. Г. Л. Саксаганского. Ленинград: Изд-во Машиностроение, 1968. – С. 177–183.
5. Ерюхин, А. А. Образцовая установка для воспроизведения единицы давления в диапазоне 10^{-3} - 10^{-6} Н/м² / А. А. Ерюхин, В. В. Кузьмин // Измерительная техника. 1969. – № 4. – С. 22–26.
6. Davis, W. D. Gauge calibration in the ultra-high vacuum range / W. D. Davis // Transactions of 10-th., Nat. Vac. Symp., New York, 1963. – P. 253–256.
7. Fletcher, B. Erfahrungen an einem system für das genaue und absolute kalibrieren von vakuum-messgeräten / B. Fletcher, J. F. Watts // Vakuum-Technick, 1968. – № 6. – С. 145–148.
8. Кузьмин, В. В. Абсолютный метод и образцовая аппаратура для воспроизведения единицы давления в области 10^{-3} - 10^{-6} Н/м² / Кузьмин Валерий Васильевич; дис. ... канд. техн. наук : 05.04.06 : ДК70-5/745. – Ленинград, 1970.
9. Кузьмин, В. В. Образцовая манометрическая установка с областью измерения 10^{-4} - 10^{-7} мм рт.ст. / В. В. Кузьмин, В. А. Рыжков // Уникальные приборы. 1973. – № 13. – С. 59–64.
10. Кузьмин, В. В. Аппаратура для определения метрологических характеристик и поверки вакуумметров / В. В. Кузьмин, В. Х. Набиулин // Химическое и нефтяное машиностроение. 1979. – № 2. – С. 34–35.
11. Poulter, K. F. An apparatus for calibrating vacuum gauges in the UHV region / K. F. Poulter // J.Phys.E.: Sci.Instr.1974. – Vol.7, № 1. – P. 39–44.
12. Кузьмин, В. В. Градуировка абсолютным методом панорамного анализатора парциальных давлений / В. В. Кузьмин, Е. К. Фролов // Вопросы атомной науки и техники. 1973. Сер. Физ. и техн. высок. вакуум, Вып.1. – С.40.

13. Ерюхин, А.В. Точность воспроизведения единицы давления в области высокого и сверхвысокого вакуума абсолютным методом редукции давления / А. В. Ерюхин, В. В. Кузьмин // Измерит. техника, 1970. – № 5. – С.41–44.
14. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления за пределами от 10^{-8} до 10^3 Па: ГОСТ 8.107-74. Официальное издание. – Москва: Изд-во стандартов, 1974. – 7 с.
15. Бушин С.А., Нестеров С.Б. Теоретические и экспериментальные исследования молекулярного (атомного) обмена на установке измерения и анализа остаточной газовой среды УИД-2// XXVII научно-технической конференции "Вакуумная техника и технологии - 2020", г. Санкт-Петербург, 2020. - с. 68.
16. Пипко, А. И. Конструирование и расчет вакуумных систем / А. И. Пипко, В. Я. Пенчко, Е. А. Плясковский. – 3-е изд., перераб. и доп. – Москва: Энергия, 1979. – 509 с.
17. Jamison, W.E. Introduction to tribology / W. E. Jamison // J. Vac. Sci. and Technol., 1976. – Vol.13, №1. – P.76–81.
18. Gorodetsky, I.G. Mass-spectrometric observation of gas evolution in some devices for transmission of rotational motion into a vacuum / I. G. Gorodetsky, V. E. Skurat // Vacuum, 1975. – Vol.25, № 9-10. – P.427–430.
19. Бушин, С. А. К расчету о пропускной способности щелевого канала штенгеля ЭВП / С. А. Бушин // XX Юбилейная научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» : сб. док-ов. – Москва : МИЭМ НИУ ВШЭ, 2013. – С.66–78
20. Кузьмин, В. В. Образцовая манометрическая установка с областью измерений $10^{-4} \div 10^{-7}$ мм рт. ст. / В. В. Кузьмин, В. А. Рыжов // Уникальные приборы, 1973. – № 13. – С. 59–63.
21. Патент № 2164018 на изобретение РФ, МПК G 01 N 1/22. Устройство вскрытия электровакуумных приборов / С.А. Бушин, В.М. Папко. Заявка 97110409/12; Заявл.19.06.1997; Оpubл. 10.03.2001, Бюл. №7.
22. Будников, С. Ф. Динамика вакуумной откачки как совокупность переходных процессов / С. Ф. Будников : сб. науч. труд. Саратов, политехнический ин-т, 1975. – Вып. 76. – С.12–17.
23. Кузьмин, В. В. Градуировка манометров в области высокого и сверхвысокого вакуума: сб. «Науч. приборы», Москва.1977. – № 13. – С.15–18.

НОВЫЙ ПОДХОД К ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕЖПОВЕРОЧНЫХ И МЕЖКАЛИБРОВОЧНЫХ ИНТЕРВАЛОВ ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ АБСОЛЮТНОГО ДАВЛЕНИЯ

A NEW APPROACH TO DETERMINING INTERCALIBRATION INTERVALS FOR ABSOLUTE PRESSURE MEASUREMENTS

Р.А.Тетерук / r.a.teteruk@vniim.ru

R.A.Teteruk

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

В данной статье рассматриваются основные проблемы, возникающие при определении межповерочных и межкалибровочных интервалов, а также новые подходы для их решения.

The main problems of establishing the calibration intervals are reviewed in the article. Some new approaches are proposed.

Ключевые слова: межкалибровочные интервалы, измерение абсолютного давления

Keywords: intercalibration intervals, absolute pressure measurement

В 2019 году вышел приказ Росстандарта №1502 от 02.07.2019 г., определяющий максимальные рекомендуемые интервалы между поверками (МПИ) средств измерений (СИ). Основной предпосылкой для появления этого приказа явилось наличие множества аккредитованных организаций, необоснованно устанавливающих завышенный МПИ для различных СИ при испытаниях в целях утверждения типа.

Таким образом, в настоящее время актуальны следующие нормативные документы, регламентирующие порядок назначения и изменения МПИ.

1. Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008 №102-ФЗ.
2. Приказ Минпромторга России №2907 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств измерений».
3. Приказ Минпромторга России №2905 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».
4. Приказ Росстандарта от 02.07.2019 №1502 «Об утверждении рекомендуемых предельных значений интервалов между поверками средств измерений».
5. РМГ 74-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений.

Тем не менее существует ряд проблем, которые не могут быть решены с применением этих документов. Проблемы эти могут быть разделены на несколько групп:

- нормативно-правового характера;
- технического характера;

– методического характера.

Среди группы проблем нормативно-правового характера необходимо выделить следующие основные проблемы.

1. Утвержденные ранее типы СИ имеют МПИ существенно больше, чем утверждаемые после появления приказа №1502. Это приводит к тому, что отечественные разработчики новых перспективных СИ заведомо проигрывают конкурентную борьбу иностранным производителям, так как МПИ на новые типы СИ существенно меньше уже утвержденных.

2. Расчеты по РМГ 74-2004 могут противоречить Приказу №1502, вследствие чего расчет МПИ, произведенный по РМГ 74-2004, не является основанием для определения МПИ, так как Росстандарт руководствуется МПИ, указанными в приказе №1502.

3. Определение МПИ для СИ, используемых в необслуживаемых системах. Возникает противоречие: датчики, используемые на опасных промышленных объектах, в обязательном порядке относятся к сфере государственного регулирования, и должны быть утвержденного типа и иметь свидетельство о поверке, но поверить их в период эксплуатации зачастую невозможно.

4. Отсутствие нормативных документов по порядку проведения ресурсных испытаний на метрологическую надежность (за исключением интеллектуальных датчиков) приводит к тому, что производители проводят ресурсные испытания в соответствии только со своими внутренними документами. Как следствие, органам госрегулирования сложно объективно рассматривать данные, предоставляемые производителями и импортерами СИ.

5. Приказ Минпромторга России №2907 от 28 августа 2020 года устанавливает порядок изменения МПИ, но не уточняет, какими критериями, кроме точности СИ, должны руководствоваться ГНМЦ и ЦСМ при установлении МПИ. В то же время отсутствие рекомендаций, разъясняющих применение РМГ 74-2004 и Приказа №1502 в рамках порядка, предусмотренного в Приказе №2907, приводит к существенному ограничению применения РМГ 74-2004.

Среди группы проблем методического характера необходимо выделить следующие основные проблемы.

1. Данные, используемые для расчета МПИ с применением РМГ 74-2004, могут быть сфабрикованы, и часто являются необъективными. Статистические данные о прохождении поверки каким-либо типом СИ также не являются объективными исходными данными для расчета МПИ ввиду того, что зачастую перед проведением периодической поверки владелец СИ или аккредитованная лаборатория проводят сервисное обслуживание, в которое входит юстировка и подготовка к поверке этого СИ. В результате информация о том, что СИ данного типа успешно проходят периодическую поверку, не может быть использована для объективного уточняющего расчета МПИ по РМГ 74-2004.

2. Приказ №1502 не учитывает никакой «предыстории» типа СИ. Проверенные годами конструктивные решения находятся в одном ряду с новыми непроверенными.

3. Производители практически никогда не проводят ресурсные испытания на метрологический отказ, только общие ресурсные испытания и испытания на надежность.

4. Методики расчета МПИ и межкалибровочных интервалов (МКИ), приведенные в РМГ, невозможно применить к сложным и дорогостоящим СИ (таким, как калибраторы давления). В РМГ установлено, что количество образцов СИ для проведения испытаний на метрологическую надежность должно быть не менее 30. Когда речь идет о высокоточных СИ, количество продаж в год которых исчисляется единицами, а стоимость составляет несколько миллионов рублей, ни один производитель не сможет представить на испытания такое количество образцов.

5. При проведении ресурсных испытаний на метрологическую надежность достаточно большие значения МПИ можно получить только за счет использования эталонов наивысшей точности (ГЭТ или сравнимых с ГЭТ) ввиду того, что вклад

неопределенности измерений в расчет неопределенности измерений СИ при использовании менее точных эталонов оказывается значительным.

Основной проблемой технического характера является отличие проведения испытаний на метрологический отказ от классических испытаний на отказ. Согласно [1] отказ – событие, заключающееся в нарушении работоспособного состояния объекта. Согласно [2] метрологический отказ – выход метрологических характеристик СИ за установленные пределы. Таким образом, основное отличие ресурсных испытаний на отказ от ресурсных испытаний на метрологический отказ – разные критерии отказа.

Кроме того, отличаются и задачи, решаемые при определении межповерочного и межкалибровочного интервалов. Задача, решаемая при расчете межкалибровочного интервала: найти такой интервал между калибровками, чтобы минимизировать суммарную функцию риска финансовых и иных потерь от ухода метрологических характеристик (МХ) СИ за заданные пределы и риска финансовых потерь от избыточных работ по калибровке СИ. Основная цель при этом – оптимизация затрат. Основным критерий оптимизации – экономический. Задача, решаемая при расчете межповерочного интервала: найти такой интервал между поверками, при котором МХ СИ не превысят нормированные значения с заданной доверительной вероятностью. Основная цель при этом – гарантировать метрологическую исправность СИ на временном промежутке, равном МПИ.

Для решения проблемы определения МПИ и МКИ, а также для повышения обоснованности принятия решений о назначении МПИ в ходе проведения испытаний в целях утверждения типа предлагается применить новые подходы, основанные на более широком ряде прогнозирования метрологического отказа. В основе всех этих подходов лежат испытания СИ на метрологический отказ и последующий анализ получаемых в ходе этих испытаний данных с целью прогнозирования метрологического ресурса и срока службы СИ.

В настоящее время при расчетах МПИ и МКИ используются только статистические методы прогнозирования метрологического отказа, хорошо описанные в [2]. Между тем, применение статистических методов имеет как ряд преимуществ, так и ряд недостатков. Из преимуществ следует выделить в первую очередь простоту процедуры сбора исходных данных и развитый математический аппарат. Среди недостатков необходимо отметить следующие:

- точность статистических методов в значительной мере зависит от объема выборки;
- статистическая выборка должна быть однородной, т.е. объекты лидирующей группы должны эксплуатироваться в идентичных условиях эксплуатации и режимах применения, это требование соблюдается редко;
- статистические методы неприменимы для малосерийных и уникальных СИ.

Для нивелирования недостатков статистических методов при прогнозировании метрологического отказа предлагается использовать также и ряд других методов (рис. 1), а именно:

- параметрические методы, подразумевающие отказ от представления о СИ как о «черном ящике», и прогнозирование на основе измерений и анализа ряда характерных для этого СИ параметров;
- структурные методы, подразумевающие использование структурной схемы надежности СИ.

В свою очередь из параметрических методов можно выделить физико-статистические и методы стохастической экстраполяции. В ходе применения физико-статистических методов проводится анализ физических процессов, приводящих к изменению каких-либо значимых параметров СИ.

Применение указанных методов при прогнозировании метрологического отказа дает следующие преимущества:

- возможность уменьшения выборки для испытаний за счет проведения «виртуальных испытаний» (создания и использования цифровых двойников);
- возможность моделирования функционирования и расчета МПИ и МКИ для разрабатываемых СИ;
- возможность постоянного оценивания метрологической исправности неизвлекаемых СИ за счет экстраполяции результатов испытаний контрольной выборки из партии СИ и использования цифровых двойников.

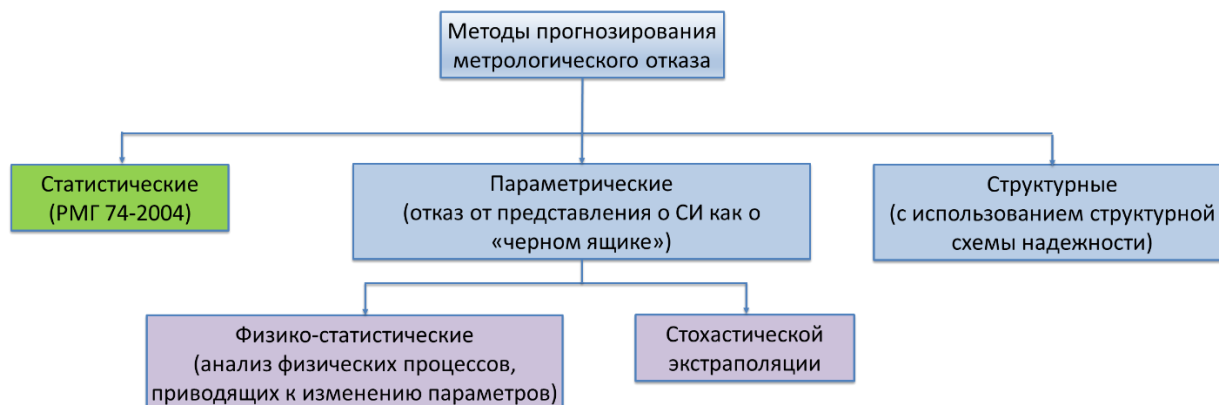


Рис. 1. Методы прогнозирования метрологического отказа.

В настоящее время в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» ведутся работы по созданию нового методического аппарата для проведения ресурсных испытаний на метрологическую надежность и анализа получаемых в ходе них данных. Одновременно проходят испытания 15 датчиков давления. Новые методики будут опробованы при анализе данных, который будет проводиться как статистическими, так и параметрическими методами.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 27.002-2015 Надежность в технике (ССНТ). Термины и определения.
2. РМГ 74-2004 ГСИ. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений.

КАЛИБРОВКА ТЕЧЕЙСКАТЕЛЕЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ГЕЛИЕВЫХ

CALIBRATION OF MASS SPECTROMETRIC HELIUM LEAK DETECTORS

Д.М.Фомин (ORCID: 0000-0002-0264-2491)/D.M.Fomin@vniim.ru,

А.А.Пименова (ORCID: 0000-0003-2016-9607) /A.A.Pimenova@vniim.ru

D.M.Fomin(ORCID: 0000-0002-0264-2491)

A.A.Pimenova(ORCID: 0000-0003-2016-9607)

ВНИИ метрологии им. Д.И.Менделеева. г.Санкт-Петербург

В статье рассматриваются причины, методы и основные этапы проведения калибровки течеискателей масс-спектрометрических гелиевых. Приведены результаты калибровки течеискателя масс-спектрометрического гелиевого.

The article discusses the reasons, methods and main stages of calibration of mass spectrometric helium leak detectors. The results of the calibration of the mass spectrometric helium leak detectors are presented.

Ключевые слова: калибровка, масс-спектрометрические гелиевые течеискатели.

Keywords: calibration, mass spectrometric helium leak detectors.

ВВЕДЕНИЕ

При проведении испытаний на герметичность с применением течеискателей масс-спектрометрических гелиевых часто предприятиями предъявляются требования по измерению натекания гелия от объектов контроля с заданной точностью. В определенных случаях, для метрологического обеспечения течеискателей масс-спектрометрических гелиевых, достаточно проведения процедуры калибровки. При отсутствии метрологического контроля и надзора за течеискателями велика вероятность ошибочного принятия нормы герметичности, что влечет за собой увеличения вероятности возникновения ошибочных решений, как первого, так и второго рода. Ценой ошибки первого рода станут финансовые потери предприятия от признания бракованных изделий бракованными. Цена ошибки второго рода значительно существеннее – человеческая жизнь, человеческое здоровье, потеря дорогостоящего комплекса, составной частью которого оказалось бракованной изделие и т.д. [1].

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Калибровка средств измерений - операция, в ходе которой при заданных условиях на первом этапе устанавливаются соотношения между значениями величин с неопределенностями измерений, которые обеспечивают эталоны, и соответствующими показаниями с присущими неопределенностями, а на втором этапе на основе этой информации устанавливаются соотношения, позволяющие получать результат измерения исходя из показания (Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM 3, 2008), термин 2.39).

Основным отличием калибровки от поверки является то, что при проведении процедуры поверки выполняется подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям (данные требования подтверждены в ходе проведения процедуры утверждения типа средства измерения), в процессе процедуры калибровки выполняется определение действительных значений метрологических характеристик средств измерений

Течеискатели масс-спектрометрические гелиевые не предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, могут в добровольном порядке подвергаться калибровке. Калибровка выполняется с использованием эталонов единиц величин, прослеживаемых к государственным первичным эталонам соответствующих единиц величин, а при отсутствии соответствующих государственных первичных эталонов единиц величин - к национальным эталонам единиц величин иностранных государств [2].

Основные требования к проведению калибровки регламентируется межгосударственным стандартом ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий». Стандарт регламентирует требования к организационной структуре калибровочных лабораторий, ресурсам (обеспечение помещениями, эталонной базы и персоналу), к непосредственно процессу калибровки, в том числе к оцениванию неопределенности результатов измерений, к системе менеджмента калибровочной лаборатории.

В каких случаях может потребоваться калибровка течеискателей:

- при эксплуатации технических средств не являющиеся средствами измерений, например, течеискателей масс-спектрометрических гелиевых советского производства, например, ПТИ-6, ПТИ-7, ПТИ-10 и др.;
- при эксплуатации течеискателей масс-спектрометрических гелиевых импортного производства не утвержденных в установленном порядке качестве средств измерений;
- калибровка может потребоваться течеискателям утвержденного типа средств измерений для построения калибровочной кривой или таблицы калибровки, в некоторых случаях возможно определение аддитивной или мультипликативной поправки к показаниям с соответствующей неопределённостью.

Результаты калибровки средства измерений, могут быть интерпретированы, при необходимости делаются выводы о соответствии результатов калибровки установленным на калибруемое средство измерений требованиям.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработан, утвержден и применяется документ на методику калибровки средств измерений единицы потока газа в вакууме в диапазоне значений от $1 \cdot 10^{-13}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$.

Калибровка течеискателей масс-спектрометрических гелиевых, согласно этой методике, выполняется с применением государственного вторичного (рабочего) эталона потока газа в вакууме в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВЭТ 49-2-2006) прослеживаемого к ГПСЭ единицы давления для области низких абсолютных давлений в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-6}$ до $1,0 \cdot 10^3 \text{ Па}$ (ГЭТ 49-2016), ГПЭ единицы длины – метра (ГЭТ 2-2010), ГПЭ единицы массы – килограмма (ГЭТ 3-2020), ГПЭ единиц времени, частоты и национальной шкалы времени (ГЭТ 1-2018).

Эталон ГВЭТ 49-2-2006 принимал участие в международных сличениях по теме КООМЕТ 295/RU/2002, в данных сличениях ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» являлся пилотной лабораторией, а также в ключевых международных сличениях эталонов единицы потока газа в вакууме по теме ССМ.Р-К12 в которых принимало участие 11 ведущих стран в данной области измерений (Германия, США, Япония, Франция, Китай и др.). На основе полученных результатов эталон ГВЭТ 49-2-2006 подтвердил заявленные метрологические характеристики. Результаты ключевых международных сличений ССМ.Р-К12 опубликованы на сайте Международного бюро мер и весов (BIPM), а также в статье [3]. Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006 приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006.

Наименование основной метрологической характеристики	Значение
Диапазон воспроизведений (измерений) единицы потока газа в вакууме	от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$
Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением ($S_{\Sigma 0}$) результата измерений	не более $S_{\Sigma 0}=(0,1 \div 0,015)$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$; не более $S_{\Sigma 0}=0,015$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$

При проведении калибровки в соответствии с методикой калибровки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр;
- опробование;
- процедура калибровки;
- обработка результатов измерений;
- определение расширенной неопределенности воспроизводимого потока;
- оформление результатов калибровки.

При выполнении операции опробование производится проверка минимального потока гелия, регистрируемого течеискателем (чувствительность). При выполнении операции процедура калибровки определяются основные метрологические характеристики течеискателей. Для определения основных метрологических характеристик применяют эталонные меры потока из состава ГВЭТ 49-2-2006. Количество и необходимые значения потоков эталонных мер потока определяется требованиями заказчика. Допускается использование от 1 до 5 меры потока на каждую декаду измерений в соответствии с требованием заказчика. Минимальное количество применяемых мер потока при выполнении калибровки – три. Обработка результатов измерений включает в себя расчет расширенной неопределенности, полученной путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, соответствующего уровню доверия приблизительно равному 95 % при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности производится в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений» (GUM). Также в качестве дополнительной информации производится расчет абсолютной и относительной погрешности течеискателей.

Результаты калибровки оформляют выдачей сертификата калибровки установленной формы. В сертификате о калибровке должны быть приведены:

- заводской номер калибруемого средства измерений;
- наименование предприятия-изготовителя калибруемого средства измерений;
- условия проведения калибровки;
- использованные при калибровке эталоны и/или средства измерений, вспомогательное оборудование;
- значение расширенной неопределенности;
- ФИО лица, проводившего измерения и утвердившего результаты калибровки.

При необходимости делаются выводы о соответствии результатов калибровки течеискателя установленным на средство измерений требованиям. Заключение о соответствии включается в сертификат калибровки при наличии соответствующего запроса в заявке на калибровку, при этом правило принятия решений устанавливается заказчиком по согласованию с калибровочной лабораторией. Правило принятия решения должно быть задокументировано.

В том случае, когда правило принятия решения установлено в нормативной документации, заключение о соответствии в сертификате калибровки приводится со ссылкой на документ, устанавливающий правило принятия решения. Например, если правило принятия решения установлено в методике калибровки, в таком случае, с

заказчиком должно быть согласовано применение конкретной методики калибровки, которая содержит правило принятия решения.

Для примера калибровки течеискателя масс-спектрометрического гелиевого приводится сводная таблица значений, полученных в ходе проведения процедуры калибровки (Таблица 2).

В результате проведения процедуры калибровки должно получиться три измерения для каждой установленной меры потока. Все результаты измерений заносятся в протокол.

Таблица 2.

Определение основных метрологических характеристик						
№		$Q_{ЭТ}$	$Q_{изм}$	U_{ϕ}	Q	Δ_{rel}
Измерение 1						
i_1		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,2 \cdot 10^{-10}$	$4,2 \cdot 10^{-11}$	$1,8 \cdot 10^{-10}$	-5,8 %
i_2		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	$4,1 \cdot 10^{-11}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	-0,8 %
i_3		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$7,0 \cdot 10^{-11}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	6,4 %
Измерение 2						
i_1		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,0 \cdot 10^{-10}$	$3,3 \cdot 10^{-11}$	$1,7 \cdot 10^{-10}$	-11,6 %
i_2		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	$4,0 \cdot 10^{-11}$	$2,8 \cdot 10^{-9}$	-0,7 %
i_3		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$4,8 \cdot 10^{-11}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	6,4 %
Измерение 3						
i_1		$1,9 \cdot 10^{-10}$	$2,4 \cdot 10^{-10}$	$3,8 \cdot 10^{-11}$	$2,0 \cdot 10^{-10}$	6,9 %
i_2		$2,8 \cdot 10^{-9}$	$2,9 \cdot 10^{-9}$	$3,7 \cdot 10^{-11}$	$2,9 \cdot 10^{-9}$	3,0 %
i_3		$2,8 \cdot 10^{-7}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$	$7,2 \cdot 10^{-11}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$	9,9 %
Примечание: $Q_{ЭТ}$ – значение потока воспроизводимое i -ой эталонной мерой потока, Па·м ³ /с; $Q_{изм.}$ – показания течеискателя при открытом клапане с установленной эталонной мерой потока, Па·м ³ /с; U_{ϕ} – фоновый сигнал течеискателя при закрытом клапане с установленной эталонной мерой потока, Па·м ³ /с; Q – измеренное калибруемым течеискателем значение потока, Па·м ³ /с; Δ_{rel} – относительная погрешность измерений потока, %.						

В таблице 3 представлен пример определения расширенной неопределенности результатов измерений, полученных в процессе процедуры калибровки.

Таблица 3.

Определение расширенной неопределенности измерений.						
Значение эталонной меры потока $Q_{ЭТi}$	Среднее значение относит. погреш. $\bar{\Delta}_{rel(i)}$	Неопределенность типа А $u_A(\bar{Q}_{rel(i)})$	Неопределенность типа В $u_B(Q_{ЭТ(i)})$		Относительная суммарная стандартная неопределенность $u_{rel,c}(\bar{\Delta}_{rel(i)})$	Относительная расширенная неопределенность $U_{rel(0,95)}(\bar{\Delta}_{rel(i)}) (k=2)$
$1,9 \cdot 10^{-10}$	-3,5 %	$1,03 \cdot 10^{-11}$	$4,73 \cdot 10^{-12}$		$1,136 \cdot 10^{-11}$	6,01 %
$2,8 \cdot 10^{-9}$	0,5 %	$3,45 \cdot 10^{-11}$	$4,17 \cdot 10^{-11}$		$5,412 \cdot 10^{-11}$	1,95 %
$2,8 \cdot 10^{-7}$	7,5 %	$3,33 \cdot 10^{-9}$	$4,23 \cdot 10^{-9}$		$5,383 \cdot 10^{-9}$	1,91 %

ВЫВОДЫ

Разработанная методика опробована и утверждена в установленном порядке, успешно применяется в подразделении ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для калибровки течеискателей масс-спектрометрических гелиевых.

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» выполняет разработку методик калибровки под конкретные задачи заказчика, или проводит согласование разработанной методики. В

зависимости от потребностей заказчика процедура калибровки может быть проведена как с применением государственного вторичного (рабочего) эталона потока газа в вакууме в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВЭТ 49-2-2006), так и с применением средств измерений заказчика, прослеживаемых к ГВЭТ 49-2-2006.

Калибровка течеискателей масс-спектрометрических гелиевых позволяет осуществить метрологическое обеспечение приборов, находящихся вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, но применяемых на предприятиях. Точность и достоверность показаний приборов, подтвержденная в ходе процесса калибровки, позволяет не допустить ошибочного принятия решения о годности или негодности испытываемых изделий на предприятиях.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д.М. Фомин, Н.Р. Николаева, Н.И. Козлов. Проведение испытаний течеискателей масс-спектрометрических гелиевых МС-4 с целью утверждения типа средства измерений. Вакуумная техника и технология, 2015, №2 (25), стр. 97-99.

2. Федеральный закон Российской Федерации от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

3. K. Jousten, K. Arai, U. Becker, O. Bodnar, F. Boineau, J. A. Fedchak, V. Gorobey, Wu Jian, D. Mari, P. Mohan, J. Setina, M. Vicar, Yu Hong Yan. Draft B report Results and evaluation of key comparison CCM.P-K12 for very low helium flow rates (leak rates), Metrologia, 2013, p. 50.

ЛУЧШИЕ ИННОВАЦИОННЫЕ ПРОДУКТЫ ВЫСТАВКИ «VacuumTechExpo 2020»

THE BEST INNOVATIVE PRODUCTS FROM «VacuumTechExpo 2020»

С. Б. Нестеров, (ORCID: 0000-0002-7457-4213)/ sb.nesterov@vacuum.org.ru

S.B.Nesterov (ORCID : 0000-0002-7457-4213)

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

Приведено краткое описание лучших инновационных продуктов выставки вакуумного и криогенного оборудования «ВакуумТехЭкспо 2020».

The best innovative products presented in the «VacuumTechExpo 2020» are described here.

27 – 29 октября 2020 года в Москве, в МВЦ «Крокус Экспо» проходила очередная XV международная выставка вакуумного и криогенного оборудования «VacuumTechExpo 2020». Организатор выставки - Международная выставочная компания. Выставка проводилась при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского.

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».

Победителями конкурса стали 7 инновационных продуктов, которые были отмечены памятными призами. Эти 7 продуктов отражают современный уровень и тенденции развития мировой и отечественной вакуумной техники и технологии.



Рис.1. Призы победителям конкурса.

ООО «ОКБМ-ТО», г. Калининград. Установка для герметизации электродов ЛБКЯ.442352.015-02

Установка предназначена для проведения процесса электростатической сварки оптических деталей в вакууме, который обеспечивает герметизацию металлических электродов и штенгеля в диэлектрическом корпусе оптического изделия (например, лазерного гироскопа).

Технологические операции откачки колпака и нагрева изделий по заданной циклограмме выполняются в автоматическом режиме.

Конструкция установки обеспечивает ее эксплуатацию в особой производственной зоне.



Рис.2

Основные отличия установки:

1. Выполнение технологического процесса герметизации электродов в полуавтоматическом режиме работы установки позволяет повысить производительность и выход годных оптических изделий.
2. Минимальные размеры и моноблочное конструктивное исполнение установки, позволяют разместить установку на меньшей площади и снизить затраты на ежедневное техобслуживание в особо чистой производственной зоне.

В этом году ООО «ОКБМ-ТО» изготовлено 6 установок герметизации электродов для предприятия квантовой электроники, изготавливающего отечественные навигационные системы, в том числе для нового пассажирского самолета МС-21.

ООО «ЮЭйч Вакуум», г. Москва. Турбомолекулярный насос российского производства UHVacuumRST 80



Рис.3

Турбомолекулярный насос российского производства UHVacuumRST 80 обладает характеристиками:

- Быстрота действия по азоту – 75 л/с
- Предельное давление – $3.2 \cdot 10^{-9}$ мбар
- Давление запуска – 100 мбар
- Скорость вращения ротора ТМН – 81000 об/мин
- Время старта – менее 2-х минут
- Масса – 3 кг
- Возможность адаптации под контроллер стороннего производителя
- Использование керамических подшипников с консистентной смазкой
- Устойчивость к прорыву атмосферы
- Устойчивость к вибра нагрузкам
- Отсутствие магнитного поля
- Фланец ISO63, CF63 или KF40 на выбор Заказчика

Насосы эффективно используются как в качестве самостоятельных единиц, так и в составе откачных постов на их основе такими организациями, как НИЦ «Курчатовский институт», ФТИ «Иоффе», МГТУ им. Н. Э. Баумана, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН и другие.

**Закрытое акционерное общество «Микроэлектронные нормализаторы и системы»,
г.Ульяновск. Датчики давления для вакуумной техники**

С 2019 г. в ПГ МИДА выпускаются эталонные датчики абсолютного, избыточного давления, разрежения, давления-разрежения класса 0,05 %. Для применения в вакуумной технике разработан эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцевым присоединением KF25.

В эталонных датчиках используются тензопреобразователи на основе гетероэпитаксиальных структур «кремний на сапфире», что обеспечивает высокую точность, стабильность и надежность приборов. Эти датчики обеспечивают суммарную погрешность <0,05% в диапазоне температур от +10 °С до +40 °С. Коррекция нелинейности и температурной погрешности выполняется в электронном блоке датчика, при этом термочувствительным элементом является мостовая измерительная схема ТП, что позволяет снять вопрос о равенстве температуры преобразователя и термочувствительного элемента. Настройка и последующее считывание результатов измерений осуществляется посредством интерфейсов RS-485. Для взаимодействия с датчиками используется протокол Modbus. Следует отметить высокое быстродействие таких датчиков, достигаемое за счет применения производительного микроконтроллера и высокоскоростного АЦП. Так, минимальное время измерения (с момента получения команды датчиком и до момента выдачи сообщения с результатом) для датчиков МИДА-15 равно 25 мс. Максимальное время ответа зависит от таких настроек, как количество точек усреднения, использование аппаратного фильтра, интервал проведения измерений. Разрешающую способность удалось улучшить до 0,3 Па за счёт использования 24-х битных АЦП в сравнение с разрешением порядка 2 Па у приборов на 16-ти битных АЦП.

Эти датчики внесены в реестр средств измерений РФ. В конце 2019 года произошло расширение аккредитации метрологической службы ЗАО МИДАУС, и теперь предприятие имеет право на самостоятельную периодическую поверку приборов давления класса 0,05 %.

В научно-исследовательской лаборатории ПГ МИДА было проведено сличение эталона 1-го разряда (манометр абсолютного давления МПА-15) с датчиками МИДА-ДА-15-Э на давление 100 кПа.

На сегодняшний день датчики МИДА-ДА-15-Э уже успешно прошли предварительную проверку в термобарокамере и эксплуатируются в ООО «СТиКС».



Рис.4. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с хомутом для присоединения к вакуумной системе.



Рис.5 Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцем KF25.

ООО «НПП «НИТТИН», г. Белгород. Высоковакуумная автоматическая установка для нанесения пленок тугоплавких металлов платиновой группы (Os, Ir, Re и другие) и их сплавов на рабочую поверхность металлопористых катодов методом ионно-плазменного напыления

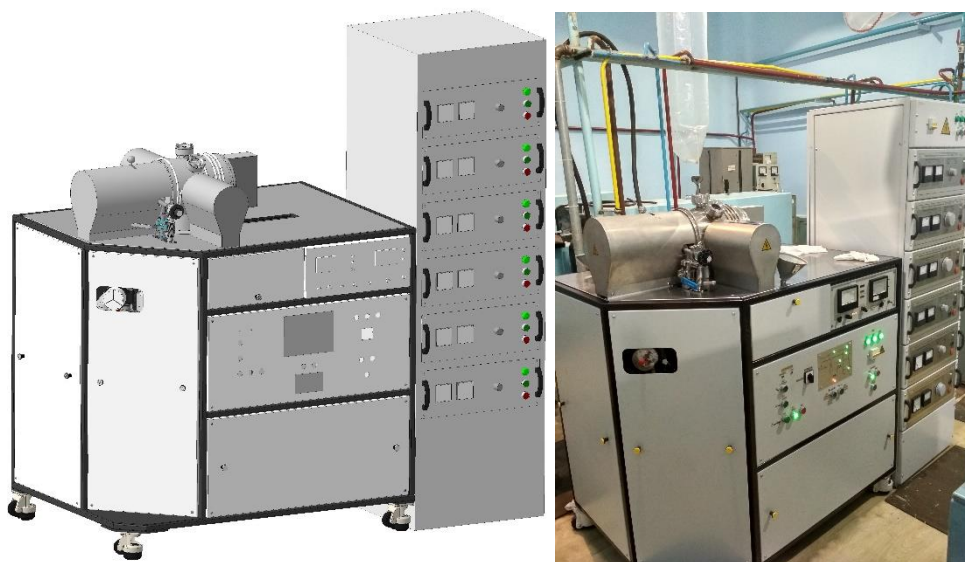


Рис.6

Установка включает в себя вакуумную электрическую установку камерного типа, установленную на монтажной раме, и стойку с блоками электропитания и управления.

Установка в автоматическом режиме в одном цикле обеспечивает воспроизводимые технологические процессы травления поверхности спеченных металлопористых катодов и последующего нанесения на их поверхность тонких пленок из тугоплавких металлов с максимальным диаметром обрабатываемых объектов — до 100 мм.

Балтийский федеральный университет им. И. Канта, г. Калининград. Система импульсно-лазерного осаждения

Установка включает в себя прямоугольную вакуумную камеру, с установленными под различными углами вакуумными портами. Камера оснащена передней дверцей, установленной на регулируемых петлях. Уплотнение крышки осуществляется при помощи резинового шнура. В крышке расположен патрубок, на котором установлено смотровое окно, позволяющее осуществлять визуальный контроль процесса лазерной абляции. В правой стенке камеры расположены три

порта CF63, в том числе, один, установленный под углом к стенке, служащий для установки пирометра и контроля температуры подложки. На верхней стенке установлен порт подачи газа, для установки регулятора расхода газа в составе газовой линии, а также ввод вращения. Ввод вращения позволяет осуществлять смену мишеней, установленных в держателе мишеней на несколько позиций. На задней стенке предусмотрен порт CF100 для установки откачной системы. Нижняя стенка оснащена фланцем CF150, на который установлен адаптер для двух портов CF35, служащих для установки ввода вращения, электрического и термодарного ввода. Внутри камеры смонтирована колонна, несущая на себе несколько кронштейнов, на которых установлена система инфракрасного нагрева образца до 800 °С. Образец, в процессе синтеза тонкой пленки, способен вращаться вокруг своей оси. Вращение образца осуществляется при помощи ввода вращения и системы шестерен. Нагрев образца осуществляется при помощи инфракрасного нагревателя, установленного в вакууме и водоохлаждаемого фокусирующего эллиптического рефлектора. Имеется возможность регулирования расстояния между подложкой и мишенью, за счет установки кронштейнов на разной высоте. Вакуумная камера смонтирована на раме из алюминиевого конструкционного профиля, на которой также установлен электропривод ввода вращения.



Рис 7

**АО «Интек Аналитика», г. Санкт-Петербург. Насос вакуумный криогенный
HSR VELCO 2000 Xe**



Рис.8

В 2020 году компания HSR AG (Лихтенштейн, Бальцерс, FL-9496) завершила разработку, изготовление и испытание уникального вакуумного криогенного насоса VELCO 2000 Xe для использования в камере испытания ксеноновых плазменных подруливающих двигателей с ультравысокими характеристиками: 300 мг/с при давлении 10^{-4} мбар. При создании насоса компания использовала много запатентованных технологий, созданных за двадцать лет своей работы и смогла выполнить высочайшие технические требования заказчика по откачке ксенона. Достижение откачных характеристик обеспечивается сочетанием криорефрижераторов различного типа. Насос спроектирован с возможностью обслуживания без демонтажа с вакуумной камеры, что обеспечивает многолетнюю работу насоса. Технические параметры насоса, указанные ниже, хорошо иллюстрируют высокий уровень инноваций.

Параметры камеры:

- Вакуумная камера: диаметр 2 м, длина 6 м
- Насос VELCO 2000 Xe, установленный в торце камеры
- Насосы VELCO 1250 Xe (6 шт.), установленные на корпусе камеры
- Общая быстрота действия насосов для откачки Xe: 560 000 л/с

Комплектация VELCO 2000 Xe

- Количество криорефрижераторов: 15 шт.
- Количество компрессоров: 15 шт.
- Количество температурных сенсоров: 8 шт.
- Длина гибких гелиевых шлангов: 40 м
- Масса: 2 200 кг
- Габариты: Диаметр 2260 x 771 мм
- Контроллер крионасоса НСС 200 с ЭКО режимом энергопотребления
- Дополнительный дисплей НСЕ 200

АО «ВАКУУМ.РУ», г. Москва, Зеленоград. Высокопроизводительный форвакуумный безмасляный насос с воздушным охлаждением компании Edwards



Рис.9

Насос специально разработан для проектов, где возможно только воздушное охлаждение оборудования. Мощный винтовой вакуумный насос с быстротой действия 300 куб.м/ч и предельным остаточным давлением меньше 0,01 мбар.

Насос EDS подходит для применения в различных отраслях, в том числе:

- литий-ионные аккумуляторы
- сублимационная сушка
- производство солнечной энергии
- чистые химикаты
- напыление тонкопленочных покрытий
- фармацевтическая промышленность
- автомобильные покрытия
- покрытие промышленного стекла
- термическая обработка
- твердая пайка
- экструзия пластика



Рис.10

Не вызывает сомнений, что выставка VacuumTechExpo будет и дальше содействовать развитию инноваций в России.

ВАКУУМНЫЕ ПУЛЬСИРУЮЩИЕ ТЕЧИ

VACUUM PULSATING LEAKS

В.В.Алымов, Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, И.А.Сунгатуллин, С.И.Саликеев /
zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

V.V.Alymov, Y.O.Zhelonkin, A.A.Biktashev, I.A.Sungatullin, S.I.Salikeev

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Казань

Представлены методы диагностики параметров технологического процесса нанесения покрытия такие как, гелиевое течеискание, оптически-эмиссионная спектроскопия и анализ остаточных газов. Установлены причины брака декоративных покрытий. Обнаружен эффект «пульсирующей течи» - течи с непредсказуемой периодичностью.

Methods for diagnostics of the technological process parameters of coating deposition, such as helium leak detection, optical emission spectroscopy and analysis of residual gases, are presented. The reasons for the defect in decorative coatings are established. The effect of "pulsating leak" was detected - leaks with an unpredictable frequency.

Ключевые слова: вакуумные течи, течеискание, пульсирующие течи.

Key words: vacuum leaks, leak detection, pulsating leaks.

ВВЕДЕНИЕ

Технологии нанесения покрытий в вакууме, в частности PVD (англ. Physical vapor deposition – физическое осаждение из газовой фазы) покрытия, находят широкое применение в различных сферах промышленности. Вакуумное напыление используют для нанесения проводящих, диэлектрических, защитных, оптических покрытий различного назначения и др., для металлизации поверхности пластмассовых и стеклянных изделий, тонировании стекол автомобилей и т.д.

Одной из популярных областей применения методов PVD напыления является нанесение декоративных покрытий. Преимуществом PVD относительно других методов является возможность получения высоких защитных свойств при значительно меньших толщинах и возможность изменения цветового тона за счет регулирования таких параметров техпроцесса, как соотношение и состав напускаемых газов и рабочих электрических параметров технологических источников.

Основным требованием, предъявляемым к декоративным покрытиям, является однородность и цвет покрытия, которые, зачастую могут быть получены только при высокой чистоте и стехиометрии состава получаемого покрытия. Также важной задачей при разработке вакуумного оборудования по нанесению декоративных покрытий является обеспечение повторяемости характеристик, в том числе цветовых, наносимых покрытий.

При заводских испытаниях нового оборудования и отработке технологии нанесения декоративных покрытий на установке магнетронного распыления ВАТТ 700-М2-И1-С периодически, не системно, получалось некачественное, с точки зрения эстетического восприятия цвета, покрытие из нитрида титана (TiN), или «грязный нитрид», чередующееся с хорошим покрытием. В настоящей статье представлено описание работ, направленных на диагностирование причин, вызывающих отсутствие повторяемости качества покрытий, анализ полученных результатов диагностики, описание причин возникшей проблемы и физических эффектов ее сопровождавших.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Установка вакуумная ВАТТ 700-М2-И1-С является однокамерной установкой периодического действия. Установка предназначена для нанесения декоративных покрытий из циркония, хрома, нихрома, титана, латуни и других материалов на различную фурнитуру методом магнетронного распыления.

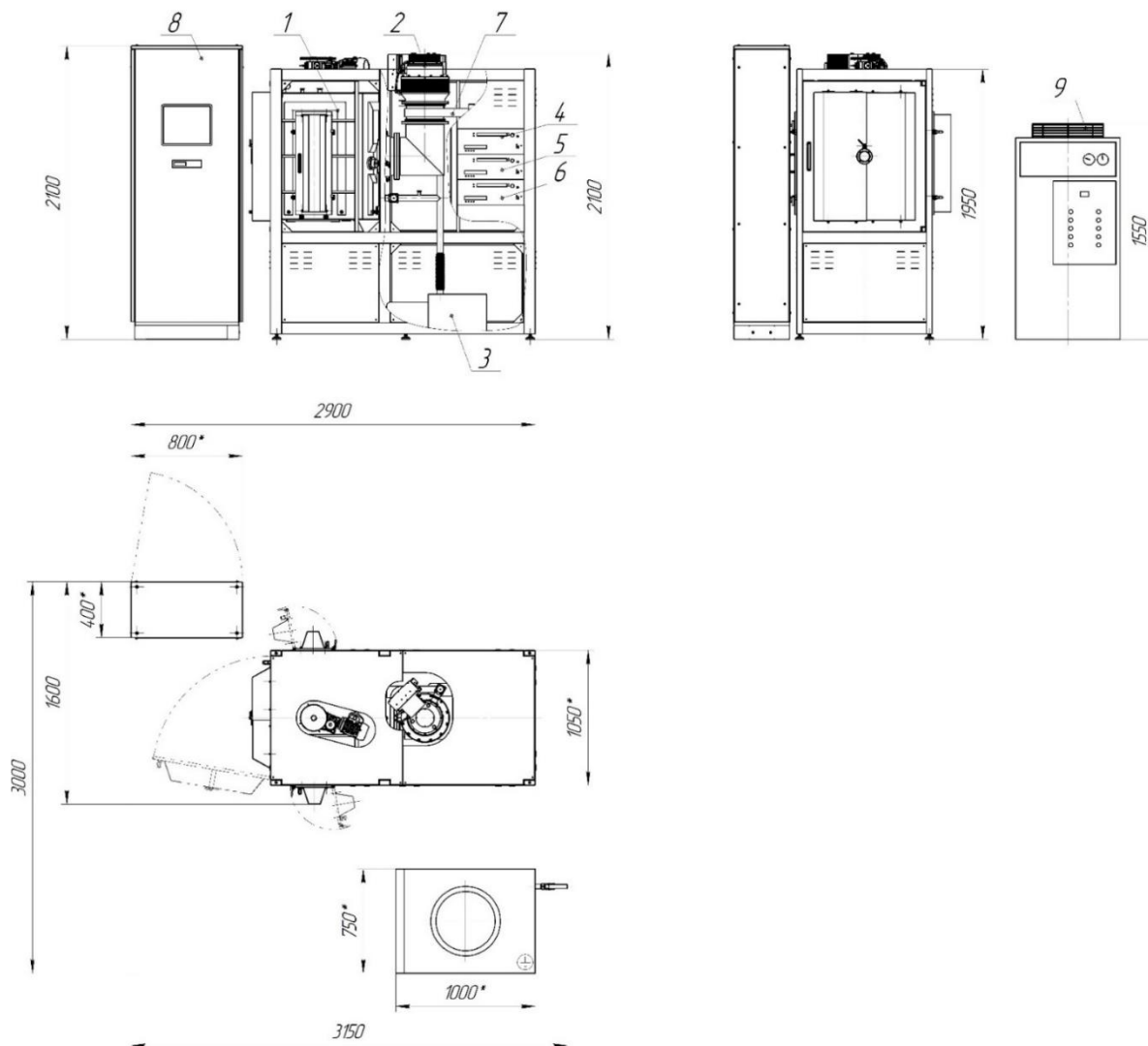


Рис. 1. Установка вакуумная «ВАТТ 700-М2-И1-С»:

1 – камера вакуумная; 2 – насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP; 3 – насос Leybold Trivac D60 T; 4 – источник электропитания магнетрона ELM-2*15/650S; 5 – источник электропитания питания ионного источника LI-1,3/3000(-R).; 6 – комплект электропитания потенциала электрического смещения ELB-10/900; 7 – затвор пневматический DN 250; 8 – пульт управления; 9 – холодильная машина ВМТ-8

Установка ВАТТ 700-М2-И1-С (рис. 1) состоит из следующих основных частей:
– Системы вакуумной (включает в себя турбомолекулярный насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP, насос пластинчато-роторный Leybold Trivac D60 T, тепловой датчик давления Leybold THERMOVAC TTR-91 N, комбинированный датчик давления Leybold IONIVAC ITR-90 и емкостной датчик давления Leybold CERAVAC CTR 101 N).

- Системы магнетронного распыления (включает в себя разбалансированный планарный магнетронный распылитель ВАТТ Маг-600/80, сбалансированный планарный магнетронный распылитель ВАТТ Маг-600/100, ионный источник ВАТТ ИИ-600 и инверторы питания магнетронных распылителей и ионного источника производства компании «Эсто-Эл»).
- Вакуумной камеры с внутрикамерной оснасткой (представляет из себя систему перемещения подложек – планетарный механизм с регулировкой скорости вращения в пределах 5 – 30 об/мин, и оснастку для одностороннего напыления изделий длиной до 500 мм).
- Системы пневматической (клапаны и пневмораспределители фирмы SMC).
- Системы охлаждения (на базе холодильной машины ВМТ-8 и датчиков измерения расхода воды и температуры фирмы SMC).
- Системы газовой (аргон, азот, кислород и др. газы, подаваемые через регуляторы расхода газа РРГ-10).
- Системы автоматизированного управления.

Физическая сущность процесса нанесения покрытия заключается в распылении материала мишени ионами аргона, образующимися в плазме аномального тлеющего разряда над поверхностью мишени в зоне магнитной ловушки, которая создается магнитной системой магнетрона. Распыленные атомы металла осаждаются на подложке и образуют покрытие. При добавлении в камеру реакционноспособного газа, атомы металла реагируют с ионами и атомами газа. При напуске в рабочий объем реактивных газов образуются соединения металлов (оксиды, нитриды и т.д.).

Свойства покрытия зависят от условий нанесения (давления в вакуумной камере, парциального давления реактивного газа, величины потоков натекания и газовой выделения, тока разряда, температуры изделий, материала изделий, состояния покрываемой поверхности) и могут изменяться в широких пределах. В вакуумной камере, перед нанесением покрытия, поверхность изделий подвергается очистке нагревом и ионной очистке, что способствует улучшению адгезии покрытия.

Процесс нанесения покрытия происходит при давлении в вакуумной камере от 4×10^{-1} до 9×10^{-2} Па (3×10^{-3} – 7×10^{-4} мм рт. ст.). При осаждении чистого металла процесс производится в среде аргона. При осаждении соединений металлов в вакуумную камеру дополнительно подается реактивный газ (кислород, азот и др.).

МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ

Контроль герметичности вакуумной камеры проводился с помощью гелиевого течеискателя VIC Leak Detection MS 40 U DCE по ОСТ 11-0808-92. Порог чувствительности средства контроля 1×10^{-10} мм рт. ст.

Контроль химического состава остаточной газовой среды в вакуумной камере проводился методами оптической-эмиссионной спектроскопии (OES, от англ. Optical Emission Spectroscopy) и анализом остаточных газов (RGA, от англ. Residual Gas Analysis) при помощи квадрупольного масс-спектрометра.

Схема измерения спектров методом OES представлена на рис. 2. Излучение плазмы (магнетронного разряда или тлеющего разряда смещения подложек) через коллиматорную оптику фокусируется и передается в оптическую систему спектрометра. Разложенный по длинам волн спектр преобразовывается в цифровой сигнал, который передается на ПК и обрабатывается при помощи специального ПО OceanView. В исследованиях используется спектрометр Ocean Optics USB4000-VIS-NIR с коллиматорной оптикой, спектральный диапазон измерений которой составляет 345-1041 нм с разрешающей способностью 1,5 нм.

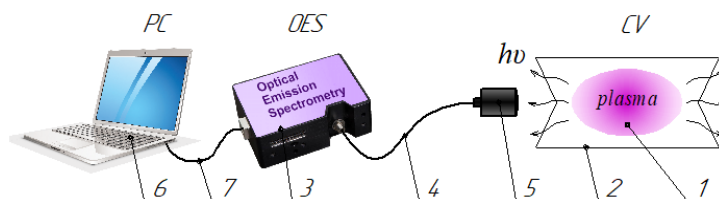


Рис. 2. Схема измерений спектров оптического эмиссионного излучения:
1 – плазменный источник излучения; 2 – вакуумная камера; 3 – спектрометр оптический; 4 – оптоволокно; 5 – оптика коллиматорная; 6 – ноутбук;
7 – USB-кабель.

На рис. 3 представлен применяемый анализатор остаточных газов Vision 2000-P производства компании MKS. В основе его работы лежит квадрупольный масс-анализатор MKS Microvision 2, который служит для разделения ионов по их соотношению массы к заряду (m/e), которое в свою очередь определяется траекториями движения ионов, задаваемыми переменным электрическим полем. Его диапазон измерений лежит в промежутке 1-100 а.е.м. с разрешающей способностью 10 %.



Рис. 3. Анализатор остаточных газов MKS Vision 2000-P.

Когда анализатор остаточных газов работает, поток пробы газа из анализируемой камеры входит в квадрупольный масс-анализатор в источнике ионов (слева на рис. 4). Для ионизации образца запускается процесс ионной очистки или непосредственно напыления изделий в установке. Электроны, испускаемые горячей нитью накала, сбивают электроны с входящих молекул и атомов с образованием положительных ионов. Ионы разделяются в соответствии с их отношением m/e квадрупольным фильтром масс и обнаруживаются пластиной Фарадея или вторичным электронным умножителем. Все компоненты газа анализируются за одно сканирование, и результаты анализа отображаются в виде масс-спектра (график зависимости m/e от интенсивности пика). В процессе ионизации образуются как родительские ионы (исходная молекула с положительным зарядом), так и ионизированные фрагменты исходных нейтральных молекул; картина фрагментации действует как отпечаток пальца, который идентифицирует различные нейтральные частицы, которые присутствовали в пробе газового потока. [3].

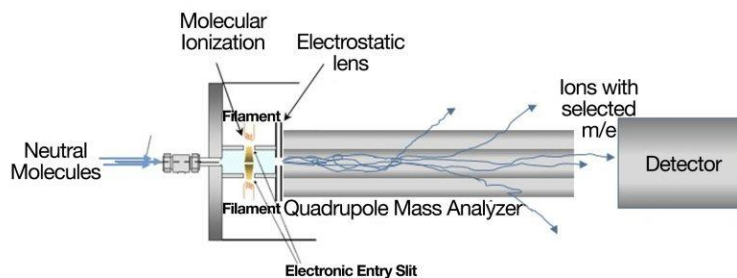


Рис. 4. Схема принципа работы квадрупольного масс-спектрометра в составе MKS Vision 2000-P.

РЕЗУЛЬТАТЫ ДИАГНОСТИКИ

При измерении и анализе оптических спектров свечения плазмы магнетронного разряда или тлеющего разряда при очистке или ассистировании процесса напыления, в большинстве случаев, установлены спектральные линии только тех химических элементов, присутствие которых прогнозируется заданными условиями технологического процесса. Другими словами, кроме линий элементов состава мишеней (Ti, Zr, Cr) и рабочих газов (Ar, N₂), в большем числе спектров не обнаружено. Однако, получены спектры (рис. 5) во время 2-х различных технологических процессов, в результате которых получены бракованные партии покрытий с отклонениями цвета от ранее полученного эталона при аналогичном режиме технологического процесса – спектр магнетронного разряда Zr и Ti. Оба процесса, соответственно оба спектра, получены при следующих равных параметрах технологического процесса: давление в камере $3,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., рабочий газ - Аргон, ток магнетрона 14,5 А (DC режим), напряжение смещения 50 В. Спектры измерены в области послесвечения магнетронного разряда через смотровое окно вакуумной камеры.

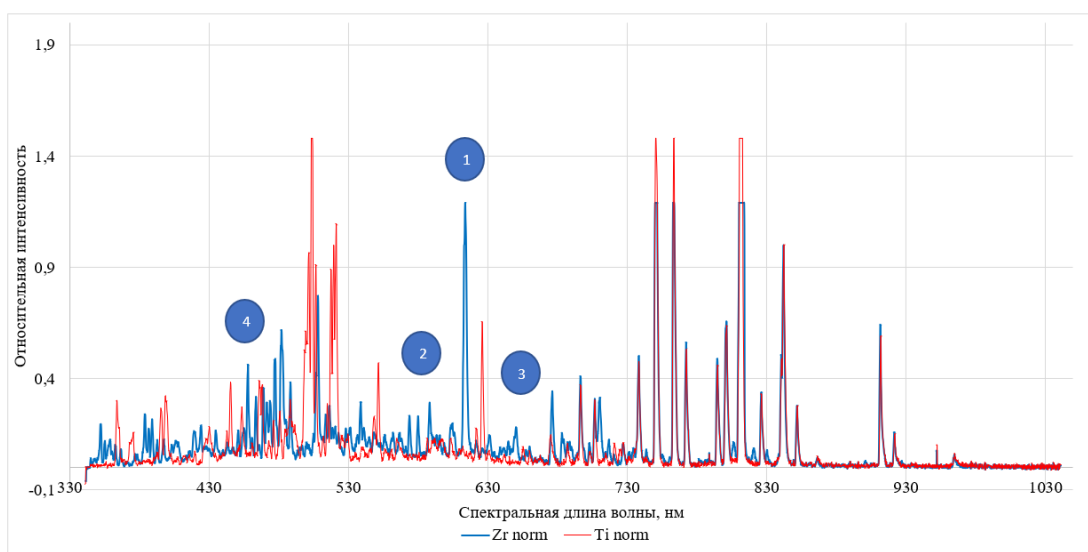


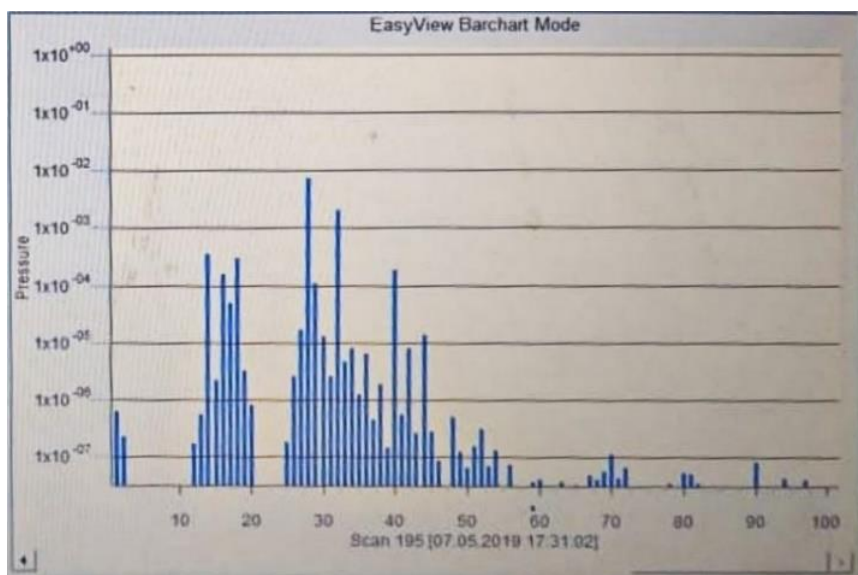
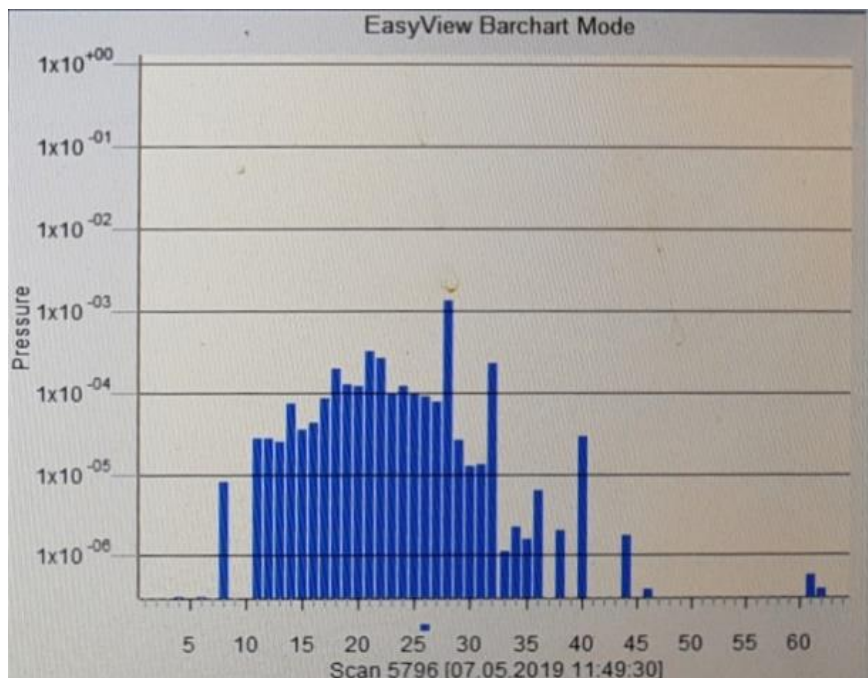
Рис. 5. Нормированные оптические спектры магнетронного разряда Zr и Ti при следующих равных параметрах технологического процесса: давление в камере $3,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., рабочий газ - Аргон, ток магнетрона 14,5 А (DC режим), напряжение смещения 50 В.

Анализ оптических спектров произведен при помощи программного обеспечения PLASUS SpecLine, который позволяет определять длины волн спектральных линий, и автоматически выводит данные о вероятных электронных переходах соответствующих химических элементов. По результатам сравнения двух спектров, с высокой вероятностью, установлено:

- Оба спектра имеют совпадения спектральных линий свечения атомов Ar.
- Линия 1 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит 4p-9d электронному переходу однократно ионизованного иона (Si I, римской цифрой здесь и далее представлена степень ионизации иона) на длине волны 613,8515 нм.
- Группа линий 2 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит следующим переходам Si III (573.973 нм, 4s-4p), Si II (580,047 нм, 4s'-4p').
- Линия 3 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит O V (650,024 нм, 3p'-3d').
- Линия 4 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит Si III (481,333 нм, 4f-5g).

При измерении масс-спектров рабочих газов (рис. 6) в вакуумной камере установлена пульсирующая закономерность изменения картины спектральных линий – большую часть времени (рис. 6а) состав остаточных газов включает молекулы, с

преимущественным, M (отношением массы молекулы к заряду m/z) до 40 единиц, с определенной периодичностью в составе остаточных газов возникают молекулы с M более 50 единиц (рисунок 6б), которые со временем уносятся в систему вакуумной откачки и картина масс-спектра возвращается к первоначальному распределению.



б

Рис. 6 - Масс-спектры рабочих газов.

В таблице 1 представлены химические соединения, соответствующие полученным линиям тяжелых ($M > 50$) масс-спектров. Анализ проведен с использованием масс-спектральной базы данных «NIST Chemistry WebBook, SRD 69» веществ Национального института стандартов и технологий США (NIST) [4].

Таблица 1.

Химические соединения, соответствующие линиям масс-спектра

М	Химическое соединение
52	Cr, C ₂ Si, H ₄ Ti, C ₃ O, CH ₂ F ₂ , C ₃ H ₂ N ⁺ , C ₄ H ₄ , H ₁₀ N ₃ ⁻ , соединения Cl, D (Дейтерия)
53	CrH, C ₂ HSi, C ₃ HO, C ₂ HN ₂ ⁻ , C ₄ H ₅ ⁻ соединения Cl, D (Дейтерия)
54	CrH ₂ , CNSi, F ₂ O, C ₂ H ₂ Si, ¹⁸ O ₃ , C ₂ NO, C ₃ H ₂ O, C ₂ H ₂ N ₂ , C ₃ H ₄ N, C ₄ H ₆
56	Fe, Si ₂ , ArO ⁻ , CrH ₄ , COSi, N ₂ Si, CN ₂ O, C ₂ H ₄ Si, N ₄ , C ₃ H ₄ O
67	FTi, CH ₃ Cr, C ₃ HNO, C ₅ H ₇ , C ₄ H ₅ N
70	Cl ₂ , CrH ₂ O, ArNO ⁻ , CHF ₃ , C ₃ H ₂ O ₂ , CH ₂ N ₄
74	NiO, CH ₄ Ni, C ₃ F ₂ , N ₃ O ₂ , C ₂ H ₂ O ₃ , C ₅ N, C ₂ H ₆ OSi, C ₂ H ₄ NO ₂ , C ₃ H ₆ O ₂ , C ₃ H ₁₀ N ₂
82	CrNO, H ₂ O ₂ Ti, F ₂ N ₂ O, C ₄ H ₂ O ₂
91	C ₇ H ₇ , C ₂ H ₅ NO ₃
95	C ₃ H ₂ F ₃ , C ₂ HN ₅ , C ₆ H ₄ F, C ₅ H ₅ NO, C ₄ H ₅ N ₃ , C ₄ H ₉ F ₂
>100	Олигомерные соединения на основе C, Si, O, H, N, F и различных радикалов

АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Отсутствие течей камеры, в ходе проверок гелиевым течеискателем, позволяют считать камеру герметичной – внешних течей не установлено, но возможно присутствие скрытых (кажущихся) течей из замкнутых объемов камеры.

Результаты OES диагностики разрядов указывают на периодическое наличие в вакуумной камере соединений, содержащих кремний и кислород, спектральное обнаружение которых не часто повторяется даже в процессах с выходом бракованных покрытий в части цвета.

Результаты RGA диагностики газовой среды указывает на периодический (пульсирующий) характер наличия в камере органических или кремне-органических соединений.

Химический элементный анализ бракованных покрытий (в части цвета) методом рентген-флуоресцентной спектроскопии (РФА-анализ) на приборе Rigaku Primus II не установил наличия углерода или кремния, что говорит об их отсутствии или интегрально низком процентном содержании в покрытии – глубина проникновения рентген излучения составляет десятки мкм, при толщине покрытия не более 5 мкм, а также метод имеет низкую чувствительность по отношению к рассматриваемым элементам.

Таким образом, установлено наличие «пульсирующей течи», возникновение которой связано с некими механизмами циклического действия внутри камеры, которые содержат органическую или кремнийорганическое вещество. В последствии, обнаружена не прямая корреляция вращения заслонки смотрового окна на базе ввода вращения сальников типа, а именно обнаружился малый скачок давления с большой задержкой по времени, который дополнительно нивелировался алгоритмами поддержания давления системы управления, что дополнительно усложняло поиск и устранение места течи.

После анализа примененных в сборке материалов было обнаружено, что смазка DOWSIL High Vacuum Grease, применяемая для смазывания уплотнений и контактов запорных арматур, имеет похожий состав.

ОПИСАНИЕ ЭФФЕКТА ПУЛЬСИРУЮЩЕЙ ТЕЧИ

При диагностике обнаружено прослабленное по диаметру отверстие на 0,3 мм в корпусе ввода вращения заслонки, конструкция которого представлена на рисунке 7. Благодаря наличию трех сальников (поз. 4), между ними образовывалась скрытая течь с периодическим выбросом смазки в зону плазмы. Наличие вязкой высоковакуумной смазки усугубляло ситуацию, поскольку низкое давление насыщенных паров и высокая вязкость повышали мгновенную герметичность соединения.

Устранение нештатного зора в соединении и удаление смазки из соединения привело к устранению проблемы.

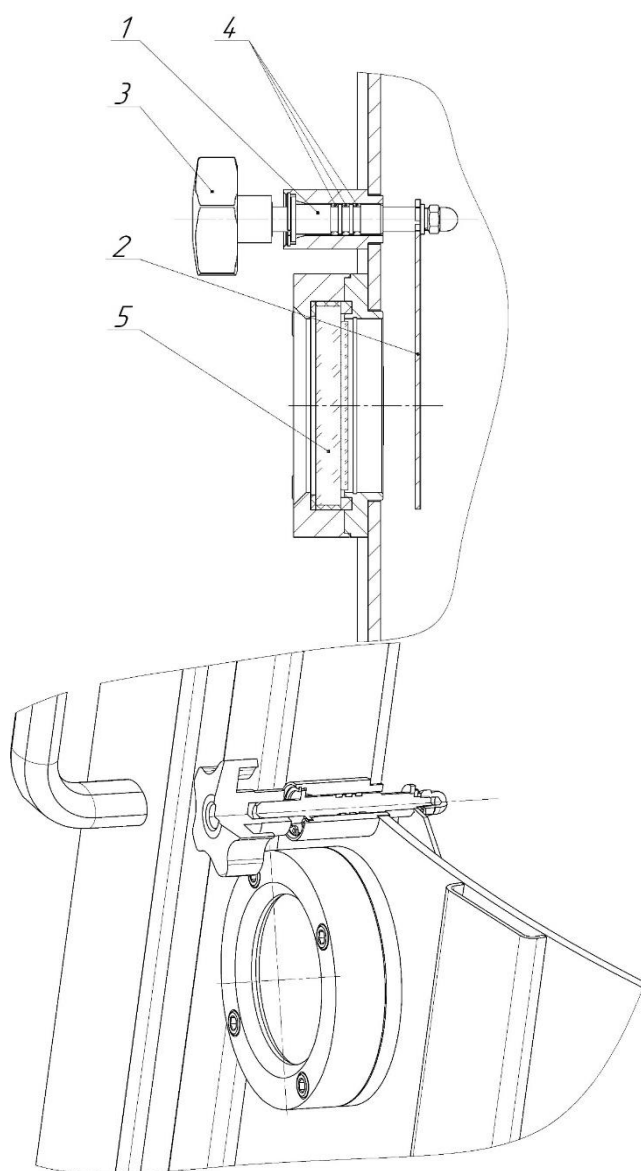


Рис. 7. Конструкция узла заслонки: 1 – вал; 2 – заслонка; 3 – рукоятка; 4 – уплотнение; 5 – смотровое окно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Мы пересмотрели подход к контролю качества изготавливаемых нами изделий. Мелочи важны, даже в такой простой, с точки зрения требований к покрытию, технологии нанесения декоративных покрытий.

Владение методами диагностики параметров технологического процесса позволяет оперативно установить причины и устранить их на этапе отработки технологии на вновь разрабатываемом оборудовании. Данные методы диагностики могут применяться при решении различных технологических задач.

Эффект и термин «пульсирующая вакуумная течь», по мнению авторов настоящей статьи, не встречается в открытых публикациях. Наиболее близкими аналогами к рассматриваемому в статье типу вакуумной течи являются скрытые течи, однако, если скрытые течи работают постоянно, то в случае «пульсирующих течей» присуща непредсказуемая периодичность с большой задержкой по времени, что затрудняет их поиск и устранение.

ЛИТЕРАТУРА

1. Розанов Л.Н. 1990, *Вакуумная техника: Учеб. Для вузов по спец. «Вакуумная техника»*. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высш. шк. – 320 с.: ил.
2. 2009, *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, 590 с., ил.
3. <https://www.mksinst.com/n/residual-gas-analysis>
4. <https://webbook.nist.gov/chemistry/mw-ser/>

СИСТЕМА ДИАГНОСТИКИ СВВ МЕХАНИЗМОВ

UHV MECHANISM DIAGNOSTICS SYSTEM

Р.О.Емельяненко¹ / novator90@yandex.ru, Д.В.Копытов¹ / dima.sds@mail.ru.,
Е.А.Деулин² / deulin@bmstu.ru

R.O.Emelianenko, D.V.Kopytov, E.A.Deulin

¹ООО Ю Эйч Вакуум

²МГТУ им. Н.Э Баумана,

Разработанная в МГТУ система диагностики вакуумных механизмов позволяет заблаговременно предсказывать отказы. Зная регрессионную зависимость вероятности отказа от значения контролируемого параметра, мы составляем вероятностный прогноз остаточного ресурса работы механизма. В качестве информационного сигнала могут использоваться колебания давления в вакуумной камере, и этот метод удобно использовать в высоко- и сверхвысоковакуумном оборудовании, когда информационный сигнал не подавляется шумовыми сигналами.

The system for diagnostics of vacuum mechanisms developed at MSTU makes it possible to predict failures in advance. Knowing the regression dependence of the probability of failure on the value of the controlled parameter, we make a probabilistic forecast of the residual life of the mechanism. Pressure fluctuations in a vacuum chamber can be used as an information signal, and this method is convenient to use in high- and ultra-high-vacuum equipment, when the information signal is not suppressed by noise signals

Ключевые слова: диагностика отказов, трение, пьезонатекатель, частотный анализ, СВВ механизмы, газовыделение, физика трения

Keywords: failure diagnostics, friction, piezoelectric valve, frequency analysis, UHV mechanisms, outgassing, physics of friction

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время существует целое семейство методов диагностики механизмов, использующие в качестве информационного источника различные параметры. К ним относятся вибродиагностика, акустическая диагностика, диагностика по тепловому потоку, по моменту сопротивления вращению и др., но применение этих методов в вакуумной технике невозможно из-за сложности и герметичности конструкции, а, с другой стороны, вакуумные механизмы обычно работают с малыми скоростями и при малых нагрузках, так что выше перечисленные информационные сигналы о приближающемся

разрушении становятся заметными только тогда, когда разрушение уже произошло. Используемый в машиностроении метод плано-предупредительного ремонта (ППР) не позволяет полностью избежать аварийных отказов, поскольку остается γ -процентная вероятность возникновения отказа, и выходом из трудностей может послужить система диагностики, которая собирает информацию о реальном состоянии механизма и дает прогноз на будущее о его работоспособности. В этом случае аварийные ремонты удалось бы перевести в разряд предупредительных и тем самым сократить ущерб от потери ценных материалов и рабочего времени. Основой такой системы являются: 1- информация о текущих параметрах диагностируемых вакуумных механизмов, 2- знание физико-технических законов потери работоспособности механическими элементами. В качестве контролируемых параметров могут выступать: степень вакуума, поток газовой выделений, уровень вибрации механизмов, температура нагрева элементов механизмов, величина собственных сил сопротивления механизма, и др.

МЕТОД ДИАГНОСТИКИ

Представленный ниже метод относится к системе ранней диагностики отказов механических элементов вакуумного оборудования [1], которая основана на частотном анализе потока газовой выделений. Однако при использовании частотного анализа мы сталкиваемся с трудностью обнаружения потоков газовой выделений в рабочей камере из различных элементов механизма, что объясняется несколькими факторами: 1. Слишком малые потоки газовой выделений из механизмов заметны лишь в СВВ; 2. Явление уменьшения амплитуды и изменение формы сигнала потока вследствие откачки; 3. Влияние характеристик средств измерения давления и оцифровки сигнала; 4. Колебания базового давления в вакуумной камере.

Реальный Пример случайного суммирования сигналов потоков газовой выделений из работающих в вакууме механизмов приведён на рис. 1, где сложность расшифровки сигнала рабочего давления в вакуумной камере понятна. На самом деле эта связь сложна тем, что сигнал «момент сопротивления» является косвенным показателем процесса трения в вакууме, а основной причиной колебания давления являются всплески потоков газовой выделений из элементов механизмов, циклически вступающих в процесс трения, при этом колебания сигнала «момент сопротивления» отражает лишь силовую картину взаимодействия элементов вакуумного механизма..

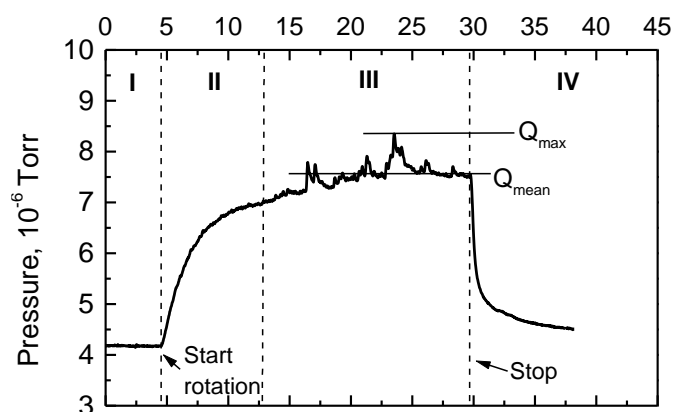


Рис. 1. Диаграмма изменения рабочего давления в вакуумной камере как функция процесса «пуска – остановки» работающего вакуумного механизма.

Трудность применения частотного анализа для расшифровки сигнала давления в вакуумной камере связана с трудностью выделения спектров потоков газовой выделений из различных элементов механизма, что заметно лишь в сверхвысоком вакууме (СВВ). Это объясняется несколькими факторами:

1. Имеет место явление «смазывания» сигнала т.е. явление уменьшения амплитуды и изменения формы сигнала давления под влиянием одновременно работающих в вакууме элементов [2]

2. Влияние объёма камеры и процесса откачки на форму сигнала давления [3]

3. Влияние характеристики вакуумметров-средств измерения вакуума.

Решение задачи диагностирования «вакуумного» сигнала возможно в том случае, если у создателей системы диагностики есть инструмент, позволяющий точно генерировать импульсы потока газов, поступающего в вакуумную камеру, где измеряется рабочее давление. Решение описанной задачи моделирования процесса газовой выделенной из механизмов с переменными циклическими или случайными параметрами потока решается нами с помощью пьезо-накателя, позволяющего электронными методами решать задачу заданного регулирования параметров потоков поступающего в вакуумную камеру в широком диапазоне частот и амплитуд импульсов. Используемый авторами пьезокерамический накататель, способен генерировать и регулировать импульсы потока натекающего газа в диапазоне частот до 10^4 Гц (с амплитудой до 10^2 м³Па/с).

Задачами создания системы вакуумной диагностики является использование диаграмм изменения давления, получаемого в вакуумной установке, насыщенной механизмами для определения частот газовых потоков, генерируемых механизмами и для оценки состояния механизмов.

На рис.2 мы видим упрощённые примеры влияния параметров вакуумной системы на получаемый в этой системе сигнал давления Р (от исходного сигнала потока натекающего газа Q. Для изучения влияния средств измерения и оцифровки сигнала на обнаружение сигнала потока из элемента механизма было учтено, что чувствительность АЦП определяется его разрядностью т.е. максимально возможной цифрой в двоичном коде, а также то, что для каждого поддиапазона вакуумметра эта величина будет разной. Например при давлении в вакуумной камере $2 \cdot 10^{-5}$ Па (диапазон 10^{-5} - 10^{-4} Па) и дополнительным изменением давления от механизма вакуумметра ВИМ-2, величина дискретности составляет:

$$\Delta = \frac{10^{-4}}{2^{12}} = \frac{10^{-4}}{4096} = 2,44 \cdot 10^{-8} \text{ , Па} \quad (1)$$

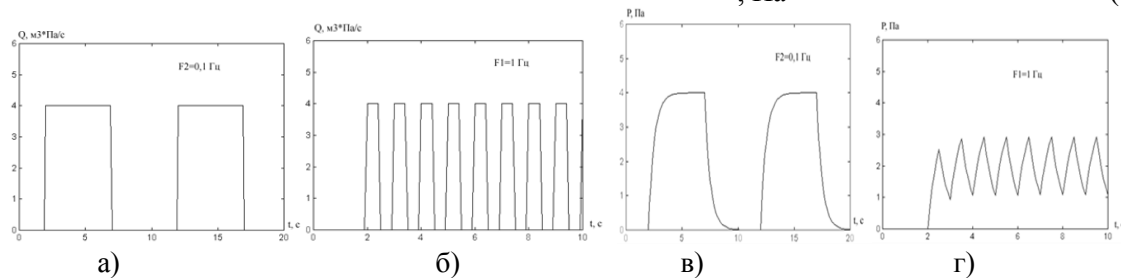


Рис. 2. Примеры исследуемых сигналов: а) Исходный сигнал при частоте F1=1 Гц, б) Исходный сигнал при частоте F2=0,1 Гц, в) Полученный сигнал при частоте F1=1 Гц, г) Полученный сигнал при частоте F2=0,1 Гц.

На верхней диаграмме рис. 3 показан генерируемый входной синусоидальный сигнал Q с частотами от 1 до F=0,05 Гц имитирующими поток из кинематического элемента вакуумного механизма и измеряемый на выходе системы выходной сигнал давления Р являющийся сигналом отклика на входное воздействие. Как видно из представленных кривых амплитуда сигнала потока при увеличении частоты в 5 раз (средняя кривая) и в 20 раз (низ) не уменьшается, также как и форма сигнала, в то время как амплитуда сигнала давления от исходного значения 2 усл. ед. уменьшается до значений 0,5 и 0,1 усл. ед.

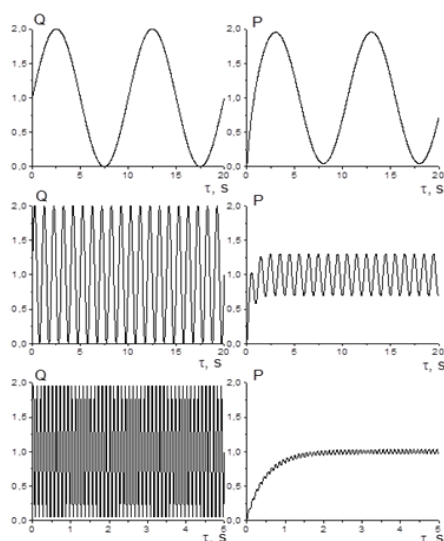


Рис.3. Вид входных синусоидальных сигналов Q с частотами $F= 1, 0,2, 0,05$ Гц имитирующими поток из вакуумного механизма и измеряемых на выходе системы выходных сигналов давления P.

Сложность применения частотного анализа для расшифровки сигнала потока в вакуумной камере связана с трудностью выделения спектров потоков газовой выделению из различных элементов механизма, заметны лишь в сверхвысоком вакууме (СВВ). Это объясняется несколькими факторами: 1. имеет место явление «смазывания» сигнала; 2. характеристики вакуумметров и цифровых приборов давления и др. Рассмотрим подробнее влияние первого фактора, для чего рассмотрим влияние параметров S_0 (быстрота откачки) и V (объем вакуумной камеры) системы на характер изменения давления внутри вакуумной камеры. Поток газовой выделению Q из работающего вакуумного механизма поступает в вакуумную камеру объемом V , которая откачивается высоковакуумным насосом со скоростью S_0 . Результирующее давление P в вакуумной камере измеряется с помощью вакуумметра. Поскольку уравнение газового баланса в вакуумной камере описывается формулой:

$$Q = pS_0 + V(dp/dt) \quad (2)$$

Q - суммарный поток в вакуумной камере; P - давление в вакуумной камере; V - объем вакуумной камеры; S_0 - скорость откачки;

Мы преобразуем его в уравнение апериодического звена

$$T(dx_2/dt) + x_2 = kx_1 \quad (3)$$

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

Для вакуумной системы входным воздействием будет поток газовой выделению из элемента механизма Q , а выходным сигналом (откликом системы на входное воздействие) - давление P в вакуумной камере. Разделив обе части уравнения газового баланса (2) на S_0 получим коэффициенты уравнения: $T=V/S_0$ - постоянная времени вакуумной системы, $K=1/S_0$ - коэффициент усиления вакуумной системы. Амплитудно-частотная характеристика апериодического звена определяется с помощью формулы

$$H(\omega) = 1/(T^2\omega^2 + 1)^{1/2} \quad (4)$$

где ω - частота.

Построенная по этой формуле зависимость отношения амплитуд входного сигнала $A_{вх}$ (потока Q) и выходного сигнала $A_{вых}$ (давления P) от частоты для параметров $S_0=1$, $V=0,5$ и амплитуды сигнала равной двум условным единицам показана на рис.4. В системе диагностики выходного используется программа, реализованная в среде

программирования Mat Lab основанная на коррелограммном варианте Фурье анализа [3,4]. С другой стороны сигнала давления может иметь различную форму, значительно отличающуюся от синусоидальной, поэтому уровень распознаваемого программой сигнала может быть различным. Из теории управления [1] известно, что передаточная функция апериодического звена, каким является рассматриваемая нами вакуумная система имеет вид

$$W=K/(TS+1) \quad (5)$$

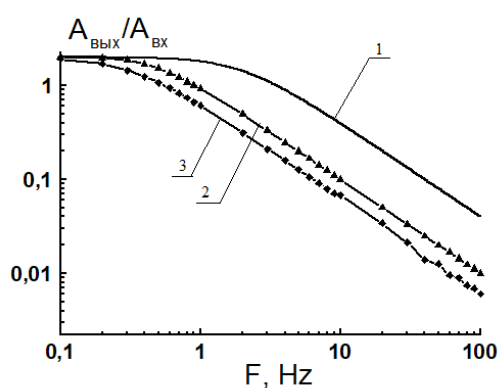


Рис.4 Амплитудно-частотные характеристики изменения амплитуды колебания давления в откачиваемой вакуумной камере, рассматриваемой как апериодическое звено: $A_{Вх}$ - амплитуда входного сигнала (потока Q), $A_{Вых}$ - амплитуда выходного сигнала (давления P); 1 - расчетная АЧХ; 2 - АЧХ при сигнале потока Q в форме меандра; 3 - АЧХ при сигнале потока Q .

Таким образом, рассматриваемая нами структурная схема моделирует влияние параметров вакуумной системы на проходящий через неё исследуемый сигнал потока газа. Работами [2,3,4] показано сигнал газовыделения из элементов вакуумного механизма носит пульсирующий характер. Из теории газообмена [4,5] известно также, что процесс механически стимулированной десорбции происходит при выходе поверхностей из контакта, поэтому, для системы диагностики важно учитывать, что выделение газа из пар трения происходит в такт процессу контактирования поверхностей вакуумных механизмов, и поэтому, для моделирования потоков газовыделения из работающих кинематических пар вакуумных механизмов наиболее близким сигналом является сигнал в форме меандра.

ВЫВОДЫ

Представлен метод оценки кинетических параметров газовыделения в виде экспоненциальных пиков по измеренной зависимости давления в вакуумной камере от времени. Разработан универсальный критерий Z , позволяющий моделировать периодические негармонические импульсы газовыделения различной формы в зависимости от параметров процесса газовыделения. Экспериментально получены зависимости изменения амплитуды давления от пульсирующего потока газовыделения при различных частотах пульсации потока и при заданных параметрах V и S_0 вакуумной системы. Полученные зависимости амплитуды спектра от частоты при известных параметрах V и S_0 вакуумной системы можно использовать в качестве поправочных коэффициентов при расчёте исходных потоков газовыделения из исследуемых механизмов. Определены области значений параметров вакуумной системы и процесса газовыделения, позволяющие определить заранее заданную форму импульса, что представляет большой практический интерес для исследования потоков газовыделения из

пар трения и механизмов, а также для других видов динамического прерывистого газовыделения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Солодовников В.В., Плотников В.Н., Яковлев А.В. Теория автоматического управления техническими системами - М.: Изд-во МГТУ, 1993. - 492с., ил
2. Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms/ Deulin E.A., Michailov V.P., Panfilov Y.V., Nevshupa R.A. / Springer edition.- 2012, 234pp.
- 3 Коновалов П.И., Меньшиков И.П., Невшупа Р.А. Студенческий вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004. С. 49-53.
4. Nevshupa R.A., J.L. de Segovia, Peresadko A.G., Deulin E.A. Vacuum **69** (2003) pp. 477-487.
5. Марпл.-мл. С.Л. Цифровой спектральный анализ и его приложения. Пер. с англ.- М.: Мир, 1990.-584 с., ил

МАГНИТОДЕФОРМАЦИОННЫЙ ЭФФЕКТ И ВАКУУМНОЕ УПЛОТНЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ МАГНИТОАКТИВНОГО ЭЛАСТОМЕРА

MAGNETO-DEFORMATION EFFECT AND VACUUM SEALING WITH A MAGNETOACTIVE ELASTOMER

Г.В.Степанов¹(ORCID: 0000-0003-0053-1883)

Е.Ю.Крамаренко²,

П.А.Стороженко¹/gstepanov@mail.ru

G.V.Stepanov¹(ORCID: 0000-0003-0053-1883),

E.Yu. Kramarenko², P.A.Storozhenko¹, / gstepanov@mail.ru

¹ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС» Москва

²Физический факультет МГУ им М.В.Ломоносова, Москва

Обсуждается возможность применения магнитоактивных эластомеров (МАЭ) в вакуумных уплотнениях по неровной поверхности. Материал характеризуется высоким магнитодеформационным и магнитострикционным эффектами и обладает высокой эластичностью. Данный материал под действием магнитного поля способен притягиваться к уплотняемой неровной поверхности и выполнять роль эффективного уплотнителя.

This article is dedicated to the possibility to apply magnetoactive elastomeric materials to uneven surfaces for the purpose of providing vacuum sealing. Simultaneously possessing a high degree of elasticity, materials of this kind are characterized by strong magneto-striction and high magneto-deformational effects. Under the influence of a magnetic field they are capable of providing good contact with the surface thus playing the role of an efficient sealant.

Ключевые слова: магнитоактивные эластомеры, магнитодеформационный и магнитострикционный эффект, эффективные уплотнители.

Keywords: magneto-active elastomeric materials, magneto-striction and magneto-deformational effect, efficient sealant.

ВВЕДЕНИЕ

Создан и исследуется новый тип магнитного эластомера способного деформироваться под действием неоднородных и однородных магнитных полей. Первичные исследования показали, что под действием неоднородных магнитных полей материал способен растягиваться на сотни процентов [1, 2, 3], а под действием однородного магнитного поля удлиняться на 10% [3]. Кроме того, в однородных магнитных полях он способен проявлять магнитный эффект памяти, т.е. в однородном магнитном поле он становится пластичным как пластилин, способен принимать различные формы и сохранять их в магнитном поле. После выключения магнитного поля исходная форма образца восстанавливается [4]. Наиболее полно основные свойства представлены в обзорной статье [3], в том числе и с магнитотвёрдым наполнителем [5]. Поскольку магнитодеформационный эффект представляет значительный практический интерес составы и способы его применения защищены рядом патентов [6, 7], применение в виде клапана регулировки расхода [8] или управление движением эластичного червя [9].

Одним из эффективных областей применения магнитодеформационного эффекта МАЭ может быть создание уплотнителей по большим поверхностям, а также в вакуумной технике. Стандартное уплотнение заключается в прижатии одной поверхности к другой.

Если прижатие идет по большой поверхности, то для создания заданного удельного давления одной поверхности на другую необходимо прикладывать значительное усилие. В созданном макете уплотнительного устройства мы попытались выяснить, насколько эффективно возможно уплотнять с помощью МАЭ грубую рельефную поверхность. В нашем модельном случае мы попытались посмотреть, как магнитоупругая резина втягивается в зазоры магнитным полем и как при этом происходит уплотнение зазора между двумя поверхностями.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для измерения магнитодеформационного эффекта использовался электромагнит на определенном расстоянии от которого закреплялся исследуемый образец. Один полюс электромагнита создавал неоднородное магнитное поле к которому притягивался магнитоактивный эластомер. Для исследования магнестрикционного эффекта цилиндрический образец МАЭ помещался между полюсов электромагнита или в середине катушки соленоида и фиксировалась напряжение которое создавал материал в магнитном поле.

Для измерения свойств уплотнения которое создаётся с помощью МАЭ была создана оригинальная установка схема которой представлена на рис. 1.

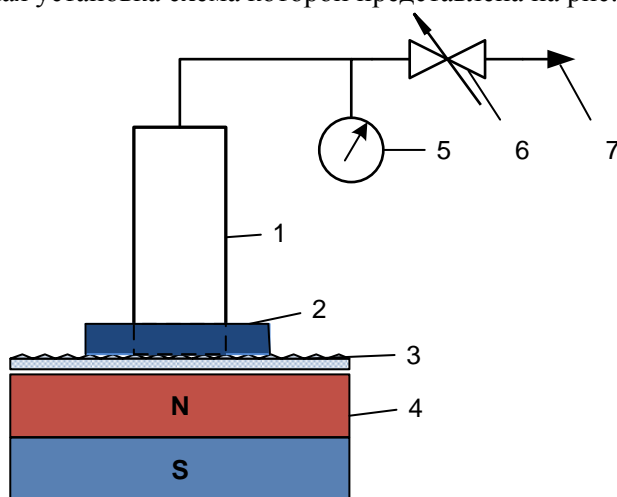


Рис. 1. Схема экспериментальной установке по исследованию уплотнительных свойств МУЭ.

Схема эксперимента состоит в следующем. Вакуумируемая трубка (1), по боковой поверхности которой в торцевой части приклеен МУЭ (2), приставляется к грубой уплотняемой поверхности (3). Снизу от уплотняемой поверхности подводится магнит (4) на расстояние, необходимое для создания заданного поля. Трубка (1) вакуумируется от вакуумного насоса (7), кран (6) перекрывается, и по манометру (5) наблюдаем за скоростью изменения вакуума в системе. Диаметр уплотняемой части трубы 1 – 15 мм, ширина кольца магнитоактивного эластомера (2) - 5 мм. Объем вакуумируемого пространства около 40 мл.

Для исследования синтезирован МАЭ который представляет собой композит из силиконовой матрицы наполненной магнитными частицами карбонильного железа с размером 5 мкм и с концентрацией 30% об.

Измерение вязкоупругих и магнестрикционных свойств проводили на разрывной машине И1158М-0,5 -01-1 (ООО «ТОЧПРИБОР-КБ»), с датчиком силы на 10Н, в режиме растяжения и сжатия. Датчик силы с номинальным значением 10 Н имеет дискретность 0,0001Н и относительную погрешность 1 % в диапазоне от 0,2 до 10Н.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследование упругих и магнитоэластических свойств материала проводили на разрывной машине для цилиндрического образца диаметром 14 мм и длиной 35 мм. Исследование показало, что при деформации без магнитного поля свойства материала практически подчиняются закону Гука и измеренная упругость методом растяжения-сжатия составляет 100 кПа как показано на рис 2. (кривая 1). Под действием однородного магнитного поля материал расширяется и создаёт давление на торцы цилиндра, а кривая деформации (растяжение-сжатие) принимает эллипсоидный характер (кривая 2, рис2.), что связано с изменением упругих свойств в магнитном поле, которые одновременно зависят от величины деформации.

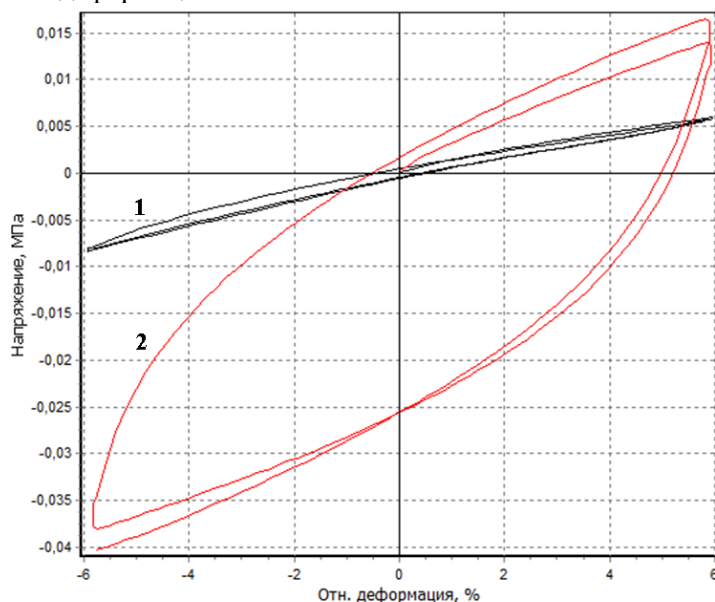


Рис.2. Зависимость напряжения в образце от деформации без магнитного поля (1) и в магнитном поле 240 кПа (2).

Под действием однородного магнитного поля МАЭ проявляет положительный эффект магнитоэластичности, материал расширяется в направлении магнитного поля. На рис 3 показана зависимость давления материала на торцы цилиндра от величины магнитного поля в которое помещён образец.

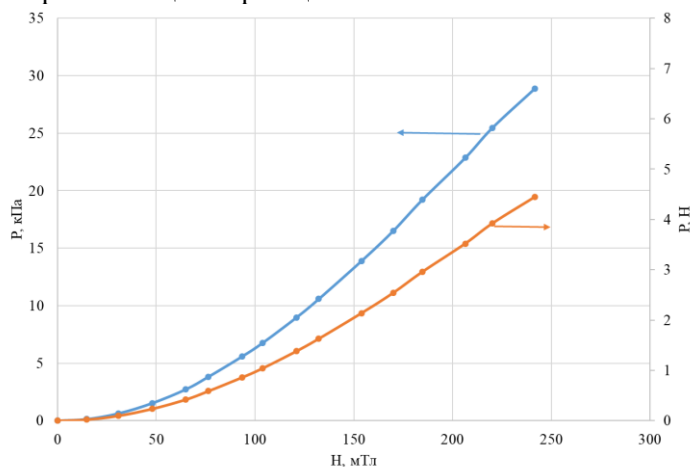


Рис 3. Зависимость величины магнитоэластического давления на торцы цилиндра диаметром 14 мм в паскалях и ньютонах от магнитного поля.

Под действием магнитного поля материал или расширяется, или создаёт давление на торцы цилиндра. При отсутствии сопротивления материал удлиняется в среднем на 10 %.

Как деформируется материал в микрозорах, рассмотрим на примере конструкции уплотнителя неровной, ребристой поверхности. Вид уплотняемой поверхности представлен на рис. 4. Обычно такое уплотнение осуществляют методом вдавливания эластичного уплотняющего материала в неровности поверхности. Иногда уплотняемую поверхность делают ребристой с направлением расположения ребер перпендикулярно направлению движения уплотняемой среды.



Рис. 4. Рельеф уплотняемой поверхности. Пластиковая поверхность с рельефом в 1мм.

В результате исследования, проводимого на установке (рис 1) обнаружено, что скорость изменения вакуума в системе зависит от величины магнитного поля.

На рис. 5 показано как зависит скорость изменения вакуума от величины приложенного магнитного поля.

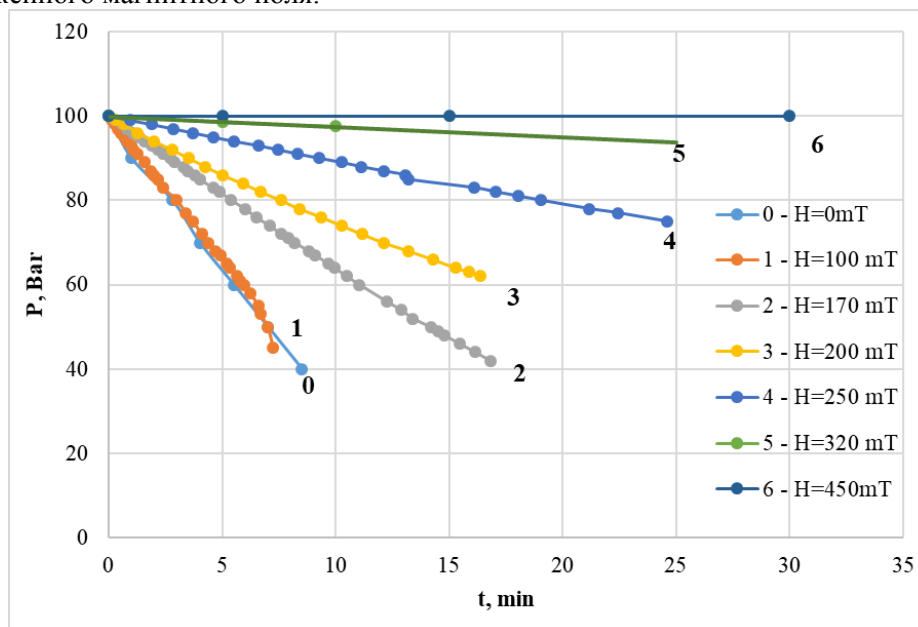


Рис. 5. Зависимость изменения вакуума в системе от времени при различной величине магнитного поля на уплотняемой поверхности.

Систему откачивали до неглубокого вакуума в 5 кПа что принималось за 100 ед. Далее измеряли, как во времени изменяется вакуум в системе. Как видно из рисунка 5,

скорость изменения вакуума в системе сильно зависит от величины приложенного магнитного поля. При некоей величине поля, в данном случае около 450 мТл, вакуум в системе не изменялся в течение нескольких часов (линия б). В данном случае, это довольно большое поле, поскольку исходная уплотняемая поверхность имела высокий искусственно созданный рельеф в направлении прохождения воздуха. Данный эксперимент показывает принципиальную возможность создания уплотнителей нового типа с использованием магнитоактивных эластомеров.

На рис. 6 представлена обобщенная зависимость изменения скорости натекания воздуха в систему от величины магнитного поля.

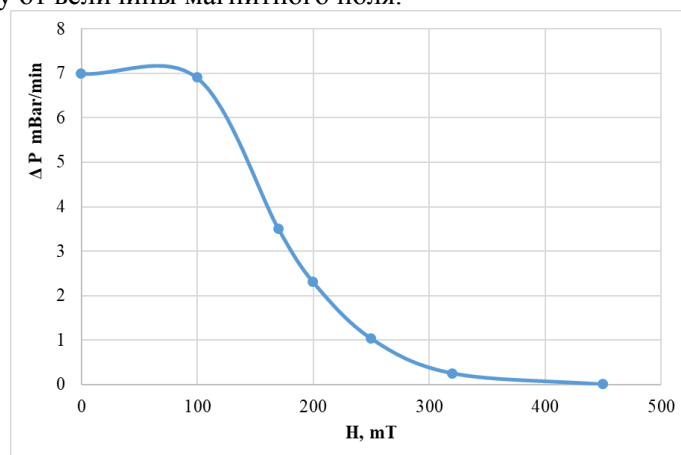


Рис. 6. Зависимость скорости изменения вакуума в системе от величины магнитного поля на уплотняемой поверхности.

Видно, что с увеличением магнитного поля скорость натекания в ёмкость через уплотнитель замедляется и при какой-то величине останавливается.

ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные результаты могут быть объяснены особыми, уникальными свойствами МАЭ, который обладает высокой эластичностью и способностью деформироваться в магнитном поле. Схематично принцип действия уплотнителя можно представить как показано на рис 7 а,б.

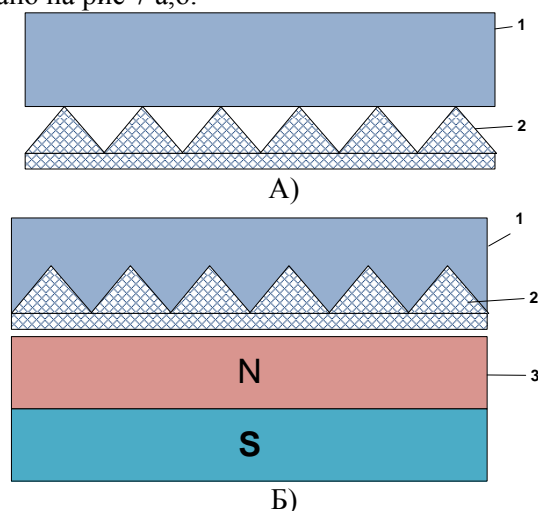


Рис.7. Принцип работы уплотнителя. А) уплотнение без магнита; б) уплотнение с магнитом.

При организации уплотнения, МАЭ (1) несильно прижимается к уплотняемой неровной поверхности (2) при этом между эластомером и неровной уплотняемой

поверхностью остаётся значительный зазор за счёт рельефа поверхности. При подведении к такой системе неоднородного магнитного поля от электромагнита или от постоянного магнита, МАЭ втягивается в неоднородное магнитное поле, одновременно прижимаясь к ней и заполняет все неровности. Степень уплотнения зависит как от величины неровностей, так и от величины магнитного поля. При искусственно созданной величине неровности в 1 мм магнитного поля в 450 мТл было достаточно для полной герметизации системы. Следует отметить, что данные параметры являются предельными. Для создания магнитного поля в 450 мТл был взят довольно мощный NdFeB магнит с размером 40x40x40 мм.

ВЫВОДЫ

Таким образом, МАЭ, который характеризуется значительным магнитоэластичным эффектом можно использовать для организации вакуумного уплотнения при неглубоком вакууме, когда уплотняемая поверхность имеет значительный рельеф.

Благодарности: Работа представлена при поддержке Гранта РФФИ 19-53-12039, и программы НАТО «Наука для мира» SfP 977998.

ЛИТЕРАТУРА

1. Nikitin L. V., Mironova L. S., Stepanov G. V., Samus A. N. The Influence of a Magnetic Field on the Elastic and Viscous Properties of Magnetoelastics // *Polymer Science, Ser. A.* – 2001 - Vol. 43, No. 4 - P. 443–450.

2. Nikitin L.V., Stepanov G.V., Mironova L.S., Gorbunov A.I. Magnetodeformational effect and effect of shape memory in magnetoelastics. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2004. – V. 272-276. - P. 2072-2073. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2003.12.838>

3. Abramchuk S., Kramarenko E., Stepanov G., Nikitin L.V., Filipcsei G., Khokhlov A.R., Zrinyi M. Novel highly elastic magnetic materials for dampers and seals I: Preparation and characterization of the elastic materials // *Polymers for Advanced Technologies.* - 2007. - V.18, №11. - P. 883-890.

4. Nikitin L.V., Stepanov G.V., Mironova L.S., Gorbunov A.I. Magnetodeformational effect and effect of shape memory in magnetoelastics. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2004. – V. 272-276. - P. 2072-2073. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2003.12.838>

5. D. Borin and G. Stepanov. Magneto-mechanical properties of elastic hybrid composites // *Phys. Sci. Rev.*, 2020, doi: 10.1515/psr-2019-0126.

6. Пат. 2157013 РФ, МПК⁵ H01F1/113; H01F1/117. Магнитоуправляемый эластичный композиционный материал / Степанов Г.В., Никитин Л.В., Левина Е.Ф., Миронова Л.С.- № 98123222/02; заявлено 24.12.1998; опубл. 27.09.2000.

7. Pat WO 2012026332 A1 20120301 By Hojo, Tsukasa; Yamamoto, Ken; Mitsumata, Tetsu Magnetic response-type elastic device.

8. Пат. 2320912 РФ, МПК⁷ F16K31/02, F16K31/06. Клапан дозированной подачи рабочей среды / Степанов Г.В., Семиренко Д.А. - № 2006108237/06; заявлено 16.03.2006; опубл. 27.03.2008.

9. Пат. DE 102006 059 537 B3, Int Cl⁸ B25J 11/00 Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung einer apedalen translatorischen Bewegung / Zimmermann K., Naletova V.A., Zeidis I., Turkov V.A., Bayburtskiy F.S., Stepanov G.V., - заявлено 13.12.2006, опубл. 13.12.2007

**РАЗРАБОТКА МЕТОДА РАСЧЕТА ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ
МАЛОГАБАРИТНОГО КРИОАДСОРБЦИОННОГО ВАКУУМНОГО НАСОСА**

**DEVELOPMENT OF A CALCULATION METHOD OF THE MAIN PARAMETERS OF
A SMALL SIZE CRYOADSORPTION VACUUM PUMP**

У.С.Гордеева(ORCID: 0000-0000-0000-0000) /tests.ibmes@gmail.com

U.S.Gordeeva

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

Определена принципиальная схема малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса (КАВН). Предложен алгоритм определения основных параметров малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса т.к. сорбционную емкость адсорбента, объем хладагента, время непрерывной работы до насыщения адсорбента. На основе предложенного алгоритма разработан метод расчета основных параметров малогабаритных КАВН. Разработанный метод расчета будет применен для оптимизации массогабаритных характеристик КАВН, что позволит значительно расширить область их применения.

The schematic diagram of a small cryoadsorption vacuum pump (CAVP) is defined. An algorithm for determining the basic parameters of a small cryoadsorption vacuum pump is proposed because the sorption capacity of the adsorbent, the volume of refrigerant, the time of continuous operation until the saturation of the adsorbent. The developed calculation method will be used to optimize the mass and size characteristics of CAVP, which will significantly expand the scope of their application.

Ключевые слова: малогабаритный криоадсорбционный вакуумный насос, алгоритм определения параметров, метод расчета, массогабаритные характеристики.

Keywords: small cryoadsorption vacuum pump, algorithm for determining the basic parameters, calculation method, mass and size characteristics.

ВВЕДЕНИЕ

Принцип действия криоадсорбционного насоса основан на температурной обратимости физической адсорбции, т.е. поглощении газа твердым адсорбентом при снижении температуры и выделении его адсорбентом при повышении температуры. Соответственно, основная задача при технологическом проектировании криоадсорбционного вакуумного насоса - увеличить быстроту действия S_{00} с учетом других основных параметров, обеспечивающих откачку газа как температуры адсорбционного слоя $\bar{T}_{ад}$, экрана $T_э$, хладагента T , площади поверхности экрана $F_э$ и свойств откачиваемого газа [1].

Таким образом, выбор конструктивной схемы высоковакуумного криоадсорбционного насоса обусловлен необходимостью обеспечения откачки заданного потока газа при нормальных температурах, ограничении максимального рабочего давления и обеспечении заданного времени автономной работы [2,3]. Разрабатываемый КАВН предполагается для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре, поэтому предложена горизонтальная схема проточной части (рис.1) с возможным отклонением от заданной ориентации не более чем на 15^0 .

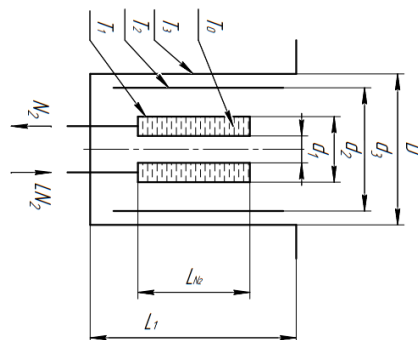


Рис.1. Расчетная схема КАВН для определения метода расчета основных его параметров.

Таким образом, проточная часть выполнена по схеме слоя адсорбента, размещенного на емкости с жидки азотом. С внешней стороны адсорбент закрыт пористым медным экраном.

МЕТОД РАСЧЕТА ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ МАЛОГАБАРИТНОГО КАВН

Допущения:

1. Основная рабочая часть – внутренняя поверхность цилиндра, покрытая адсорентом.
2. Внешняя часть цилиндра – обеспечивает дополнительную откачку, снижает тепловую нагрузку.
3. Размеры экрана определяются проводимостью.

Расчет проводится итеративным путем [4]:

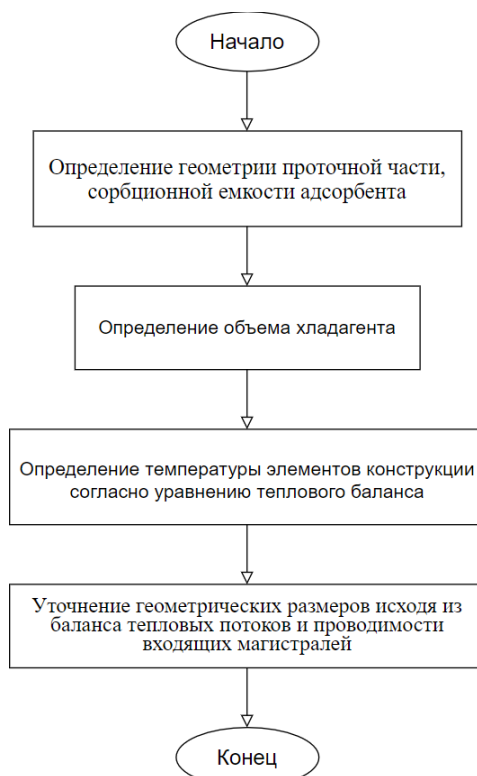


Рис.2. Алгоритм определения основных параметров малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса.

На основе предложенного алгоритма разработан метод расчета основных параметров КАВН.

1. Определение размеров криопанели.

Криосорбционные насосы содержат криопанели в качестве откачивающих поверхностей. Откачивающие поверхности - криопанели расположены по периметру камеры.

Скорость откачки на поверхности $S_{\text{отк.пов-ти}}$ рассчитывается по зависимости

$$S_{\text{отк.пов-ти}} = \sqrt{\frac{R * T_{\text{г}}}{2 * \pi * M}}$$

где $T_{\text{г}}$ - температура газа в К, M - молярная масса (для воздуха 28,96 г / моль)

Размер криопанели будет определяться с помощью уравнения:

$$S_{\text{отк}} = A_{\text{крио}} * S_{\text{отк.пов-ти}} * \alpha * \left(1 - \frac{P}{P_{\text{кам}}}\right)$$

где $S_{\text{отк}}$ - скорость откачки,

$A_{\text{крио}}$ - размер криопанелей,

α - вероятность конденсации (откачки),

$S_{\text{отк.пов-ти}}$ - скорость откачки на поверхности,

P - предельное остаточное давление,

$P_{\text{кам}}$ - давление в вакуумной камере.

2. Расчет тепловой нагрузки

Криооткачка представляет собой создание и поддержание вакуума при сверхнизких температурах. Корпус криогенного насоса обычно находится при температуре окружающей среды, тогда как криопанель должна быть охлаждена. Таким образом, на криопанель всегда будет действовать тепловая нагрузка. Полная тепловая нагрузка Q , передаваемая к криоповерхности, состоит из суммы тепловых потоков, создаваемых теплопроводностью твердых тел, газовой теплопроводностью и тепловым излучением. Для рабочих криопотоков необходимо добавить тепловые нагрузки из-за криосорбции и/или криоконденсации. Эти результаты связаны с изменением энтальпии между температурой частиц и температурой фазового перехода ΔH_{cool} и самой энтальпией изменения фазы ΔH_p . Таким образом, общая тепловая нагрузка на панели рассчитывается по зависимости:

$$Q = Q_s + Q_g + Q_r + \Delta H_{\text{cool}} + \Delta H_p$$

где,

Q - Общая тепловая нагрузка,

Q_s - сплошная теплопроводность,

Q_g - газовая теплопроводность,

Q_r - Радиационный теплообмен,

ΔH_{cool} - изменение энтальпии фазового перехода.

Температуры и температуры фазового перехода,

ΔH_p - энтальпия изменения фазы.

Далее определяются тепловые нагрузки.

- Тепловая нагрузка в следствие теплопроводности

- Тепловая нагрузка, обусловленная газовой проводимостью для свободного молекулярного состояния

$$Q_g = G P A_1 (T_2 - T_1)$$

- Определяются площади внутреннего и внешнего цилиндров для уточнения газовой проводимости.
- Теперь газовая проводимость определяется следующим образом:

$$Q_g = G P A_1 (T_2 - T_1)$$

- Радиационная теплопередача.

В условиях молекулярного потока лучистое тепло со стороны процесса в вакуумной камере и корпусе насоса является основной тепловой нагрузкой на панели. Для нагревания насоса радиацией существует два требования. Во-первых, тепло должно выделяться из камеры, а, во-вторых, насос должен поглощать падающее излучение. Обе возможности должны быть сведены к минимуму с помощью конструкции. Радиационный теплообмен между двумя поверхностями A1 и A2 определяется,

$$Q_r = F_e F_{12} \sigma A_1 (T_2^4 - T_1^4)$$

- Передача энтальпии.

При откачке криопанель должна поглощать энергию входящих частиц, т. е. разность энтальпий для охлаждения между температурой перегородки и температурой панели и энергией, связанной с изменением фазы на последующей стадии иммобилизации. В данном случае изменение энтальпии и энтальпия изменения фазы довольно малы и они незначительны. Следовательно,

$$\Delta H_{cool} + \Delta H_{ph} = 0$$

- Тепловой поток определяется,

$$q = \frac{Q}{A_1}$$

3. Массовый расход хладагента

Для создания и поддержания требуемого давления, необходимо постоянно поддерживать температуру криопанели на протяжении всего времени работы насоса. Необходимо определить непрерывный массовый расход хладагента.

$$Q = m * l$$

где

m - массовый расход хладагента, кг/с;

l – длина теплового моста, м.

Использование данной методики позволяет получить насос, обеспечивающий непрерывную работу аналитического оборудования в течение заданного времени.

ВЫВОДЫ

В данной статье разработан метод расчета основных параметров криоадсорбционного вакуумного насоса для портативного хромато-масс-спектрометра, а также приведен алгоритм расчета и выбрана конструктивная схема. Использование данного метода позволяет получить насос, обеспечивающий непрерывную работу аналитического оборудования в течение заданного времени. Насос не требует

подключения к электросети, что делает его портативным, а также насос имеет достаточно маленький вес и удобен при транспортировке. Поскольку насос не имеет подвижных частей, его можно использовать в качестве безвибрационного вакуумного насоса. Аппарат прост в использовании и экономичен.

ЛИТЕРАТУРА

1. Вакуумная техника: Справочник. Демихов К.Е., Панфилов Ю.В., ред. Москва, Машиностроение, 2009. 590 с.

2. Очков А. А., Исаев А. В., Прудников С. Н. «Ресурс работы высоковакуумных цилиндрических криоадсорбционных насосов», Научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана «Наука и образование», 2013

3. Исаев А.В., Куприянов В.И., Лунчев В.П., Чопов С.М. Малогабаритный криосорбционный насос // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Общая и ядерная физика. 1979. Вып. 1 (7). С. 32-35.

4. Гордеева У.С. Концептуальное проектирование малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре: обзор существующих решений и выбор конструктивной схемы // Труды 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2021», С.49

СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

ОСОБЕННОСТИ СОЗДАНИЯ И ЭКСПЛУАТАЦИИ ВАКУУМНОГО ОБОРУДОВАНИЯ КЛАСТЕРНОГО ТИПА

FEATURES OF THE CREATION AND OPERATION OF CLUSTER-TYPE VACUUM EQUIPMENT

В.В.Одиноков / vodinokov@niitm.ru

V.V.Odinokov

ОАО «Научно-исследовательский институт точного машиностроения», Москва,
Зеленоград

Проанализированы специфические требования к вакуумному технологическому оборудованию кластерного типа для производства интегральных схем (ИС) с уровнем интеграции 250-65 нм. Особое внимание обращено к вакуумно-плазменным процессам, плазмохимическому травлению, осаждению пленок из газовой фазы и процессам нанесения плёнок физическим распылением мишеней.

The specific requirements for cluster-type vacuum processing equipment for the production of integrated circuits (IC) with an integration level of 250-65 nm are analyzed. Special attention is paid to vacuum-plasma processes, plasma-chemical etching, deposition of films from the gas phase and the processes of applying films to physical spraying of targets.

Ключевые слова: вакуумное технологическое оборудование кластерного типа, вакуумно-плазменные процессы, физическое распыление мишеней.

Key words: cluster-type vacuum processing equipment, vacuum-plasma processes, physical spraying of targets.

С повышением сложности ИС, т.е. с уменьшением топологических размеров схем от микронов до нанометров значительно выросли требования к технологическим процессам их реализации, а это кардинально изменило подходы и методы проектирования технологического оборудования для нанометровых технологий.

Главным параметром, определяющим и обеспечивающим качественное проведение технологических процессов в вакууме это чистота вакуумной среды в технологической камере, т.е. отсутствие остаточных газов, которые могут повлиять на техпроцесс, а также воспроизводимость этой среды от процесса к процессу. Очень высокие требования к чистоте рабочих газов, подаваемых в технологическую камеру. Особо необходимо отметить, что на поверхность ИС не должны попадать мелкодисперсные частицы, которые фактически приводят к браку схемы.

Современные технологические процессы производства ИС нанометровыми размерами базируются на индивидуальной обработке пластин большого диаметра, так как при этом обеспечивается обработка несколько сотен или тысяч схем (рис.1).

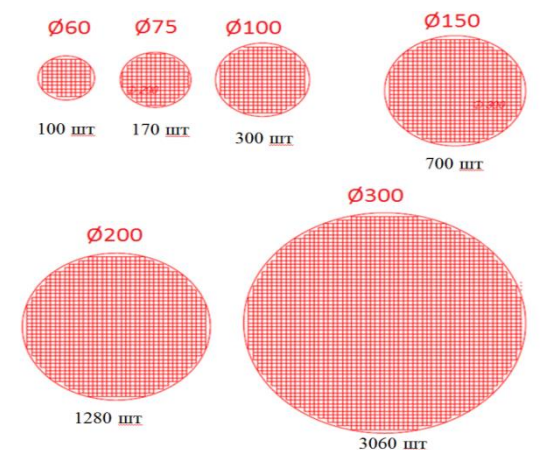


Рис.1. Пластины разного диаметра и количества схем.

Производительность оборудования в этом случае будет определяться диаметром одной пластины и количеством схем на этих пластинах.

Производительность такого вакуумного оборудования зависит так же и от других факторов таких как время бесперебойной работы, надежности функционирования кинематических и технологических узлов, времени технического использования, привносимой дефектности и т.д. [1].

Определяющим в производительности вакуумного оборудования является количество обрабатываемых пластин в единицу времени – это цикловая производительность $Q_{ц}$ и фактическая производительность $Q_{ф}$ в которой главным показателем является коэффициент выхода годных схем $\Pi_{г}$.

$$Q_{ф} = Q_{ц} \times \Pi_{ф} \times \Pi_{г} \times \Pi_{з}; \quad Q_{ц} = \frac{P \times p^1}{t_p + t_x}$$

Где: P - количество одновременно обрабатываемых пластин в разных рабочих камерах;

p^1 - количество схем кристаллов на одной пластине;

t_p - рабочее время обработки пластины;

t_x - холостое время работы установки (потери);

$\Pi_{ф}$ - коэффициент функционирования установок;

$\Pi_{з}$ - коэффициент загрузки установки;

$\Pi_{г}$ - коэффициент выхода годных схем.

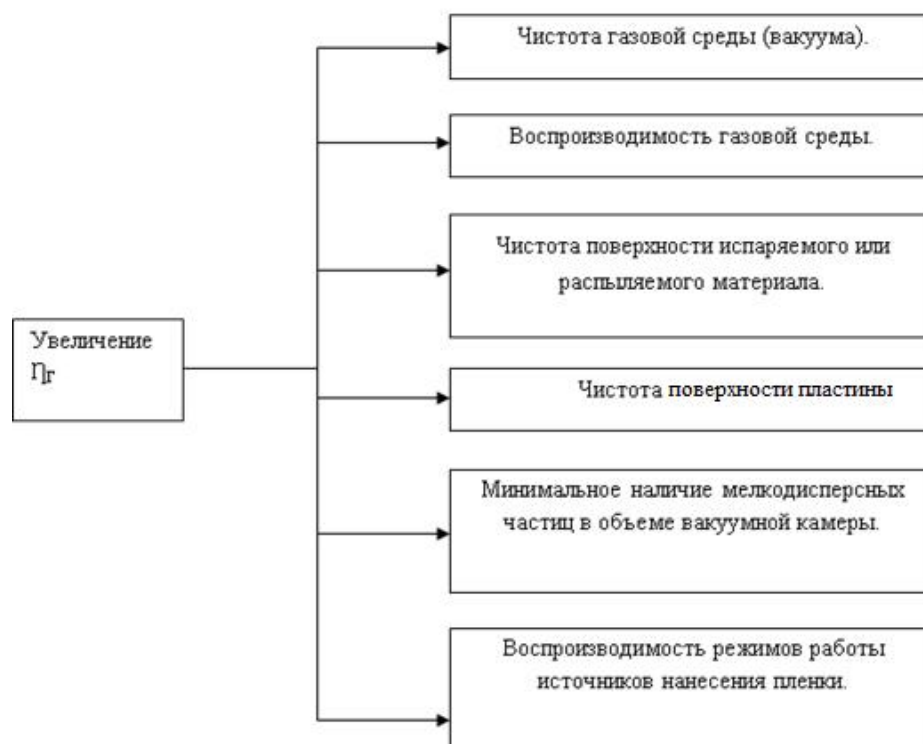


Рис.2. Основные факторы увеличения выхода годных.

Увеличение коэффициента выхода годных схем Γ_g нанометрового уровня может быть обеспечено только в технологическом оборудовании кластерного типа.

Современная компоновка такого оборудования решается путем расположения рабочих (технологических) камер вокруг высоковакуумной транспортной камеры. Этот вид вакуумных установок называется «кластерным» оборудованием [2].

Особенностью такого вида оборудования является разветвленная компоновка однотипных, но с разными технологическими процессами рабочих камер и шлюзовых камер вокруг круглой высоковакуумной транспортной камеры в любой последовательности. Таким образом, в оборудовании реализуется гибкий технологический процесс.

Загрузка, транспортирование, обработка в рабочих камерах и выгрузка пластин осуществляется одновременно. Шлюзовые и рабочие камеры кроме наличия фильтров для улавливания МДЧ, снабжены средствами «мягкой» откачки через клапаны малой проводимости и регуляторами расхода газа для контролируемого (плавного) напуска аргона или азота перед разгерметизацией [3].

Для того чтобы получить высокий выход годных кристаллов ИС на пластинах большого диаметра 200-300 мм к технологическому оборудованию предъявляются очень высокие требования и подходы к структурному и техническому решению всех функциональных узлов (рис.3):

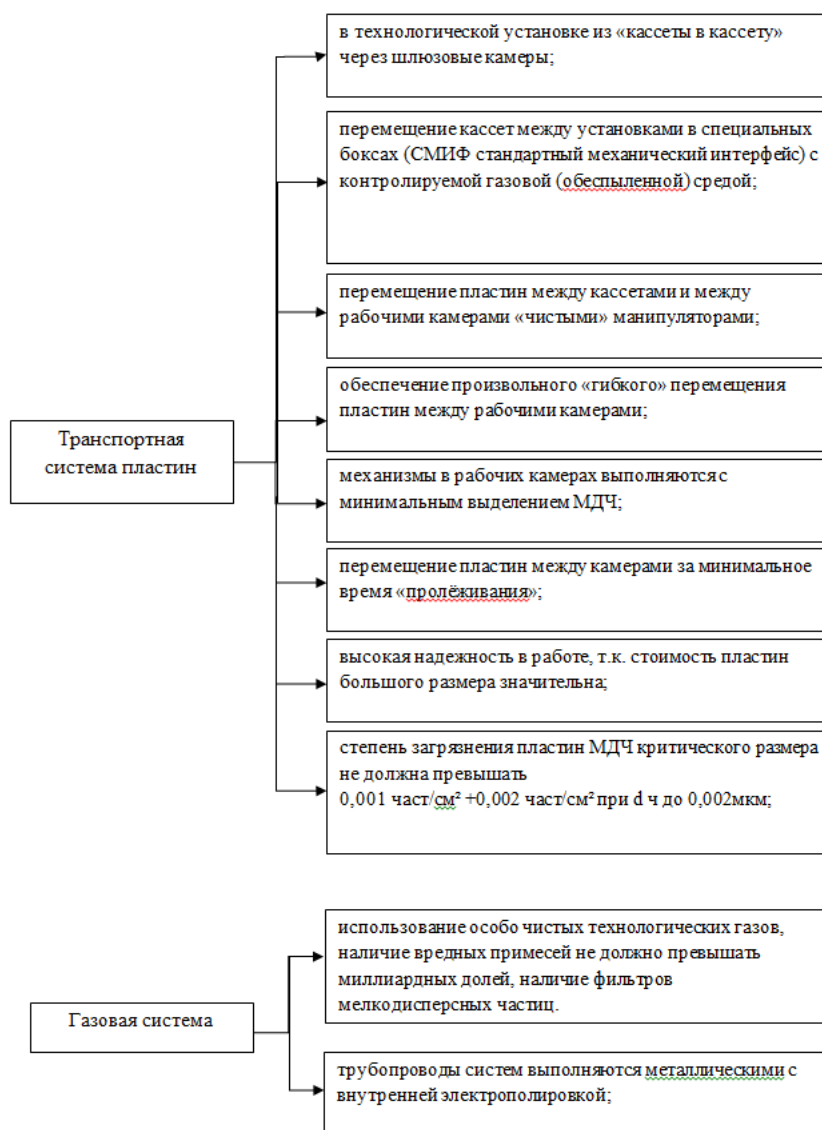


Рис.3. Требования к транспортной системе пластин и газовой системе.

С учетом этих требований в АО НИИТМ разработан транспортно-технологический кластерный комплекс Кластер ТМ-200 (рис.4).

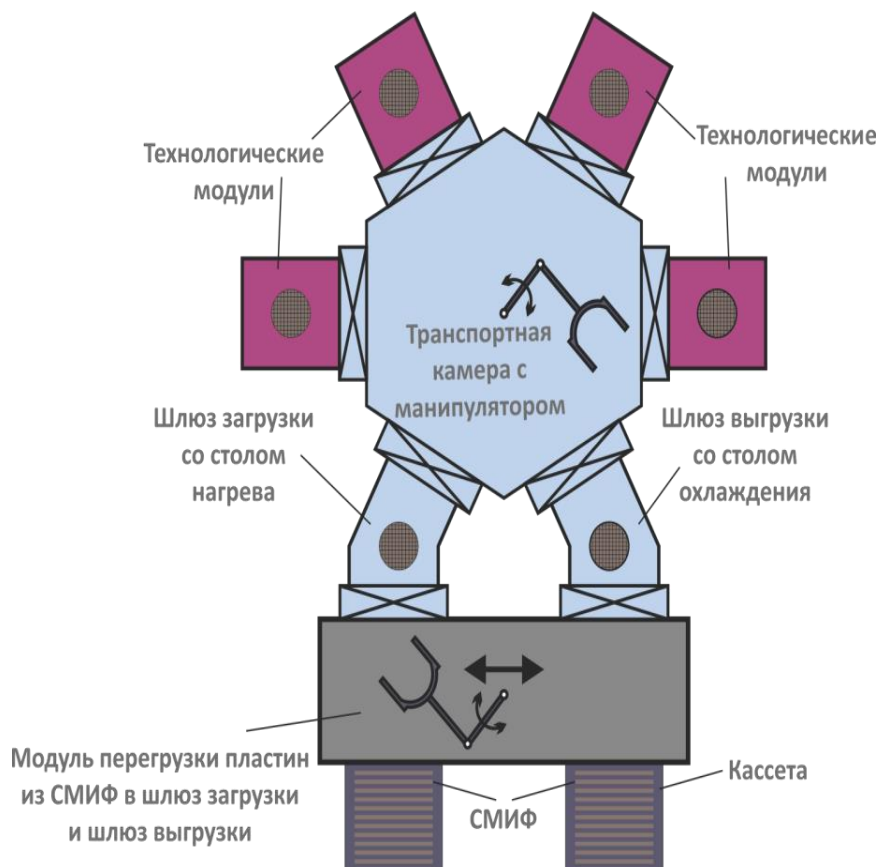


Рис.4. Схема комплекса.

Особенности компоновки комплекса:

- 1.Транспортная камера с шестью портами;
- 2.Четыре порта для технологических (процессорных) камер;
- 3.Два порта для шлюзовых камер с поштучной загрузкой и выгрузкой пластин;
- 4.Возможность размещения в шлюзе загрузки системы предварительного нагрева и ионной очистки пластин;
- 5.Возможность размещения в шлюзе выгрузки системы охлаждения пластин;
- 6.Наличие вакуумного манипулятора в транспортной камере;
- 7.Наличие атмосферного манипулятора в обеспыленном модуле перегрузки пластин;
- 8.Два СМИФ контейнера с кассетами для пластин;
- 9.Обеспыленный модуль перегрузки пластин между СМИФ контейнерами и шлюзовыми камерами;
- 10.Возможность дополнительного встраивания в чистую зону комплекса только СМИФ контейнерами;

На базе разработанного кластерного комплекса созданы три специализированных кластерных установки:

- Для плазмохимического травления Кластер ТМ-200 ПХТ;



Рис.5 Фото комплекса Кластер ТМ-200 ПХТ.

Особенности:

- Химстойкие откачные средства;
- Химстойкие вакуумные датчики давления;
- Химстойкие опоры качения;
- Химстойкая запорная арматура;
- Химстойкие покрытия стенок;
- Химстойкие элементы газовых систем;
- Керамическая и кварцевая технологическая оснастка;
- Средства утилизации продуктов реакции (скруббера).

Кластер ТМ-200 ПХТ оснащен следующими технологическими модулями:

- 1) Технологический модуль плазмохимического травления поликристаллического кремния и нитрида кремния Плазма ТМ 200-01;
- 2) Технологический модуль глубокого плазмохимического анизотропного травления кремния в производстве на базе Bosch-процесса Плазма ТМ 200-02;
- 3) Технологический модуль плазмохимического удаления фоторезистивной маски и травления органических полимеров Плазма ТМ 200-03;
- 4) Технологический модуль атомно-слоевого травления сверхтонких пленок Плазма ТМ 200-04

- Для осаждения пленок из газовой среды Кластер ТМ-200 CVD;



Рис.6. Фото комплекса Кластер ТМ-200 CVD.

Особенности:

- Химстойкие безмасляные откачные средства;
- Наличие высокого вакуума в транспортной камере;
- Оснастка керамическая и кварцевая;
- Система утилизации газов (скрубберы)
- Газовые системы в химически стойком исполнении.

Кластер ТМ-200 CVD оснащен следующими технологическими (процессными) модулями:

- 1) Технологический модуль атомно-слоевого осаждения с удаленным ИСР источником плазмы с цилиндрическим индуктором Изофаз ТМ 200-01;
- 2) Технологический модуль плазмохимического осаждения с ИСР источником плазмы Изофаз ТМ 200-02

- Для нанесения пленок магнетронным методом Кластер ТМ-200 PVD.

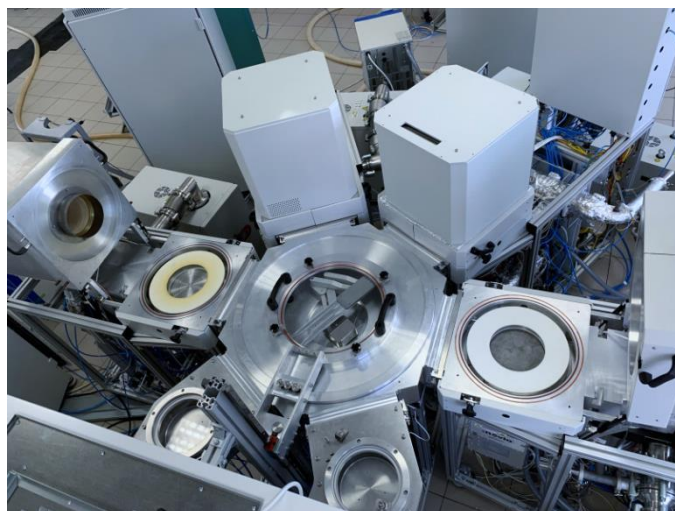


Рис.7 Фото комплекса Кластер ТМ-200 PVD.

Особенности:

- Высоковакуумные безмасляные откачные средства;
- Высоковакуумная транспортная камера;
- Фильтры на газовых системах для улавливания мелкодисперсных частиц.

Кластер ТМ-200 PVD оснащен следующими технологическими (процессными) модулями:

- 1) Технологический модуль нанесения многокомпонентных и многослойных пленок методом магнетронного распыления Магна ТМ200-01;
- 2) Технологический модуль нанесения металлизации методом магнетронного распыления Магна ТМ200-04;
- 3) Технологический модуль быстрого термического отжига слоёв БТО ТМ200-01

ВЫВОДЫ

Кластерное вакуумное оборудование для технологических процессов ИС с уровнем интеграции 250-65 нм содержит совокупность самых современных научных и технических решений в области вакуумной техники и в области высокотехнологичных процессов микроэлектроники и нанoeлектроники.

Выполнение специфичных и очень жестких требований к стабильности чистоты вакуумных характеристик, к системам транспортирования пластин и наличию мелкодисперсных частиц обеспечивает значительную производительность оборудования за счет высокого выхода годных кристаллов на пластинах большого диаметра.

ЛИТЕРАТУРА

1. Одинокоев В.В., Панфилов Ю.В. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности. «Наноинженерия», 2013, № 11, с.7-18.
2. Мальгин С.Н., Панфилов Ю.В. Кластерное оборудование в микроэлектронике. Обзоры по электронной технике. Серия 7, выпуск 1 (1701). Издательство ЦНИИ «Электроника», М. 1994, 120 с.
3. Одинокоев В.В. Пути повышения производительности вакуумного технологического оборудования в микроэлектронике. Материалы 23-й научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника", 2016, с.119-130

НЕЙТРАЛИЗАЦИЯ ВЫБРОСОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ В МИКРОЭЛЕКТРОННОМ И ВАКУУМНОМ ПРОИЗВОДСТВАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЖИДКОСТНОГО СКРУББЕРА

NEUTRALIZATION OF PROCESS EQUIPMENT EMISSIONS IN MICROELECTRONIC AND VACUUM INDUSTRIES USING A LIQUID SCRUBBER

С.В.Сажнев /sazhnev@eltochpribor.ru

А.А.Дорофеев / gas@eltochpribor.ru

S.V.Sazhnev, A.A.Dorofeev

ООО «ЭЛТОЧПРИБОР», г. Москва, г. Зеленоград

Работа посвящена исследованию разработанного жидкостного скруббера для нейтрализации вредных газов, используемых в технологических процессах. Теоретически определено максимальное количество хлора, поглощаемое скруббером. Проведены экспериментальные исследования по поглощению скруббером основных реагентов до уровня предельно допустимых концентраций.

The work is devoted to the study of the developed liquid scrubber for neutralizing harmful gases used in technological processes. The maximum amount of chlorine absorbed by the scrubber is theoretically determined. Experimental studies were carried out on the absorption of the main reagents by the scrubber to the level of maximum permissible concentrations

Ключевые слова: скруббер, нейтрализация, предельно допустимая концентрация, технологические газы

Key words: scrubber, neutralization, maximum permissible concentration, process gases.

Во многих технологических процессах создания микроэлектронных приборов используются токсичные, взрывоопасные, агрессивные, азоноразрушающие газы и газовые смеси. В соответствии с требованиями природоохранного законодательства производственные выбросы в атмосферу не должны превышать установленных предельно допустимых концентраций (ПДК).

Очистке должны подвергаться как подаваемые в оборудование газы (как правило, приблизительно половина из них не участвует в реакции и выбрасывается в первичном состоянии) так и газы, образующиеся в результате реакций в технологических реакторах оборудования [1].

Расходы газов, подлежащих нейтрализации, в микроэлектронном и вакуумном производстве небольшие и составляют несколько десятков литров в час.

В качестве устройств, нейтрализующих вредные выбросы, используют скрубберы. Скрубберы можно разделить на следующие типы:

- сухие картриджного типа;
- жидкостные;
- термические;
- смешанные.

В зависимости от применяемых в технологии газов выбирают соответствующий тип скруббера (рис. 1). Подбор скруббера сопровождается специальным расчетом, проводимым производителем или поставщиком оборудования.

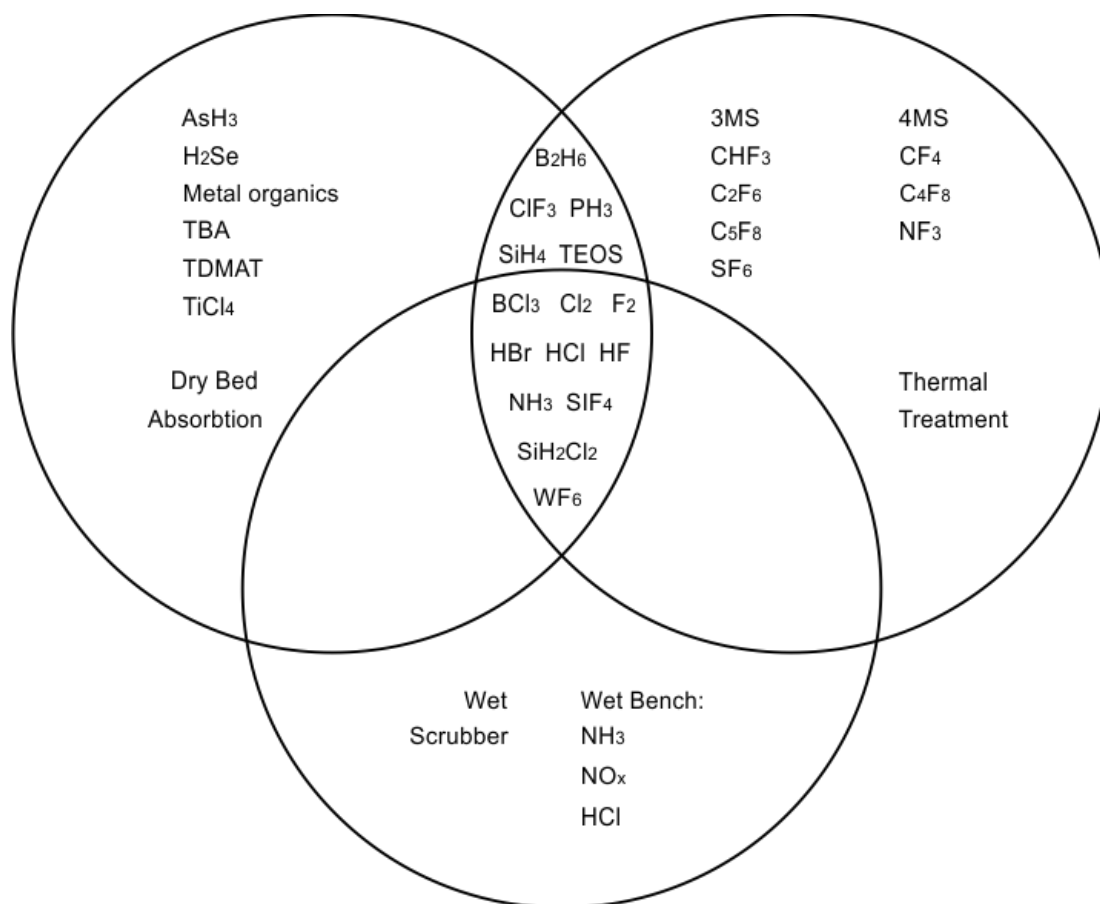


Рис. 1. Применение различных типов скрубберов в зависимости от используемых газов.

Целью работы являлась разработка жидкостного скруббера (рис. 2) и исследование его характеристик [2].

Газы на нейтрализацию подаются через впускной коллектор, который может содержать несколько впускных отверстий для предотвращения смешивания несовместимых газов. Здесь же происходит смешение с газом-носителем N₂, и дальше разбавленная смесь проходит через колонну, в которой происходит распыл нейтрализующей жидкости. Далее газовлажная среда, пройдя через резервуар с рециркуляционной жидкостью, попадает в сорбционную камеру. Нейтрализующий газ осаждается на насадку, которая постоянно смачивается широкоугольной полноконусной форсункой. Влажный очищенный газ подается в каплеуловитель, где происходит освобождение воздушной среды от влаги. Очищенный и осушенный газ выходит из скруббера и подается в вентиляцию.

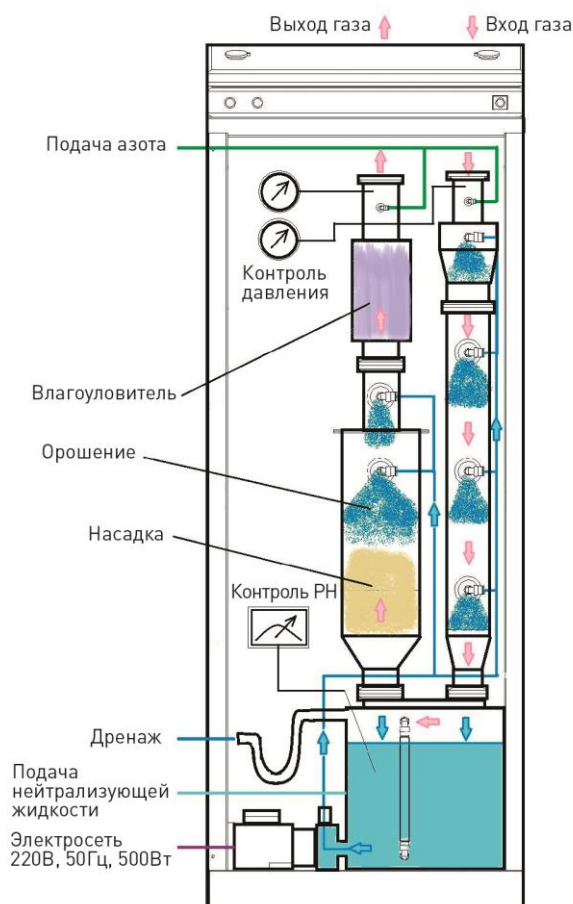


Рис. 2. Схема жидкостного скруббера.

Одним из наиболее часто применяемых, и в то же время чрезвычайно опасным газом является хлор.

Была поставлена задача рассчитать насадочный абсорбер для поглощения хлора из газовых выбросов при следующих условиях:

- количество очищаемого Cl_2 -360 л/час;
- концентрация Cl_2 -3 г/м³;
- температура газов - 30°C;
- газ-носитель – воздух;
- давление в скруббере – 441 Па;
- улавливание Cl_2 осуществлялось двухпроцентным водным раствором NaOH.

Расход абсорбера определялся по формуле

$$L=l_0 \cdot Q=g \cdot (C_{\text{гн}} - C_{\text{гк}}) \cdot (V_0 - V_{\text{к}}) \cdot Q,$$

где l_0 – удельный расход абсорбента;

Q – расход очищаемого газа;

$C_{\text{гн}}$ и $C_{\text{гк}}$ – концентрация газа на входе и выходе из абсорбера;

V_0 и $V_{\text{к}}$ – концентрация активного вещества в абсорбенте.

Теоретический расход абсорбента $L=0,55$ м³/час. В таблице 1 приведены расчетные значения параметров жидкостного скруббера.

Таблица 1

№ п/п	Наименование параметра	Теоретическое значение величины параметра
1	Расход абсорбента	0,55 м ³ /ч
2	Скорость газа в абсорбере	4,03 м/с
3	Диаметр абсорбера	0,1 м
4	Плотность орошения	0,006 м/с
5	Объем активной части абсорбера	0,055 м ³

В соответствии с проведенными расчетами был разработан скруббер.

Скруббер работает в автоматическом режиме, при этом контролируются следующие параметры работоспособности, представленные в таблице 2.

Таблица 2

Параметры автоматического контроля скруббера

Параметр	Визуальный контроль	Автоматический контроль. Вывод информации на экран ОВЕН
Подача газа-носителя. Расход, давление	Ротаметры (3 шт.) Контроль расхода. Давление не контролируется (контроль косвенный: при повышении давления увеличивается расход)	Датчик давления всасывания (расход не контролируется, а лишь фиксируется) Электродвигатель НЗ
Подача сорбента Расход, давление	Через смотровое окно на прозрачные трубки. Расход и давление не контролируются (заданы параметрами насоса)	Емкостный датчик подачи жидкости. Расход и давление не контролируются (заданы параметрами насоса)
Электроэнергия	Индикаторная лампа	Автомат
Герметичность	Через смотровое окно. Дифференциальный манометр	Емкостный датчик на утечку жидкости. Датчик давления выхлопа
Аварийная система	Ротаметр (1 шт.) Контроль расхода	Электродвигатель НЗ
Температура	Дисплей контроллера	Контроллер
Концентрация щелочи	Дисплей контроллера	Контроллер

Важнейшим параметром работоспособности скруббера является эффективность очистки поступающих газов. В качестве нейтразуемого газа был выбран Cl₂ как наиболее опасный, ПДК= 0,3 мг/м³.

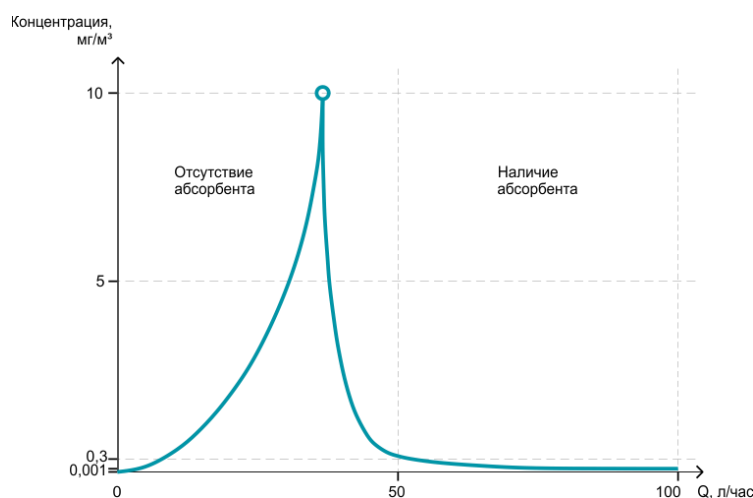


Рис. 3. График поглощения хлора.

На рис.3 показан экспериментальный график нейтрализации хлора в скруббере. Эксперимент проводился в два этапа. На первом этапе абсорбент в скруббер не подавался, и происходила адсорбция газа на поверхности колец Рашига. Приблизительно через 2 минуты процесс адсорбции переходил в насыщение, и весь хлор уходил на выброс. На втором этапе подавали абсорбент, и в течение приблизительно такого же времени концентрация хлора падала до $0,001 \text{ мг/м}^3$ при ПДК = $0,1 \text{ мг/м}^3$.

ВЫВОДЫ

1. Продемонстрирована нейтрализация хлора до уровня значительно меньшего, чем установленное значение ПДК при расходе подаваемого хлора до 360 л/час.
2. Установлено, что при улучшении смачиваемости колец Рашига расход нейтрализуемого газа может быть увеличен.
3. Показано, что разработанный скруббер обладает малым гидравлическим сопротивлением.

ЛИТЕРАТУРА

- 1.Тимонин А.С. Основы конструирования и расчета технологического и природоохранного оборудования. – Калуга: Издательство Н. Бочкаревой, 2001.
2. Мокрые скрубберы. [Электронный ресурс] URL:
http://www.cesolutions.ru/production/gazoochistka/mokrye_skrubery/.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВАКУУМНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАГНИТОРЕОЛОГИЧЕСКОГО ЭЛАСТОМЕРА

RESEARCH OF VACUUM CHARACTERISTICS OF MAGNETORHEOLOGICAL ELASTOMER

Д.А.Иванова¹, А.М.Базиненков¹, А.В.Глушченков²

D.A.Ivanova, A.M.Bazinenkov, A.V.Glushchenkov,

¹Московский государственный технический университет им. Н.Э.Баумана

²Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук

Большинство испытаний и исследований, проводимых в вакууме, требуют соответствия чистоты вакуума предъявляемым требованиям, а также минимизации внешних вибрационных и ударных воздействий, которые могут исказить получаемые экспериментальные данные. С целью защиты оборудования от вибраций на сегодняшний день уже применяются различные методы вибрационной защиты, наиболее перспективный из которых – виброизоляция. Рассматривается возможность реализации защиты от вибраций объекта, расположенного непосредственно в вакуумной камере, для чего необходима система, способная выдерживать пониженное давление и высокие температуры. Интеллектуальный композитный материал, магнитоареологический эластомер – полимерный материал, реологические свойства которого способны изменяться под действием направленного магнитного поля. Данное свойство позволяет использовать материал в качестве рабочего элемента системы активной виброизоляции, но наиболее широко изучены его механические свойства при атмосферном давлении и комнатной температуре. Таким образом, в работе представлены исследования вакуумных характеристик магнитоареологического эластомера. Испытания МРЭ в вакууме без повышения температуры говорят о незначительном влиянии создаваемого потока газов на суммарное давление в вакуумном объеме.

Most testing and research carried out in vacuum requires that the purity of the vacuum meets the requirements, as well as minimization of external vibration and shock effects that can distort the obtained experimental data. In order to protect equipment from vibrations, various methods of vibration protection are already being used today, the most promising of which is vibration isolation. The possibility of implementing vibration protection for an object located directly in a vacuum chamber is being considered, which requires a system that can withstand low pressure and high temperatures. Intelligent composite material, magnetorheological elastomer is a polymer material, the rheological properties of which can change under the influence of a directed magnetic field. This property allows the material to be used as a working element of an active vibration isolation system, but its mechanical properties are most widely studied at atmospheric pressure and room temperature. Thus, the study of the vacuum characteristics of the magnetorheological elastomer is presented. Tests of the MRE in vacuum without increasing the temperature indicate an insignificant effect of the generated gas flow on the total pressure in the vacuum volume.

Ключевые слова: виброизоляция, магнитоареологический эластомер, полимер, вакуум, газовыделение.

Key words: vibration isolation, magnetorheological elastomer, polymer, vacuum, gas release.

ВВЕДЕНИЕ

Вакуумное технологическое оборудование и исследовательские установки подвергаются целому ряду внешних вибрационных и ударных возмущений и перегрузок, которые могут негативно сказываться на технологическом процессе и непосредственно влиять на качество продукции или точность проводимых исследований. Для защиты оборудования от вибраций применяются различные методы вибрационной защиты, наиболее эффективным из которых считается виброизоляция.

Виброизолирующее устройство представляет важную часть вибрационной системы, его назначение состоит в создании такого режима движения, инициируемого заданными возмущениями, при котором реализуется цель защиты объекта [1]. Перспективным является применение в качестве элемента систем виброизоляции интеллектуальных материалов, в том числе и магнито- и электроуправляемых жидкостей, и эластомеров.

В сфере точных технологий на сегодняшний момент распространены лабораторные системы активной виброизоляции настольного типа. Они применяются для атомно-силовой, сканирующей зондовой, оптической микроскопии, для высокоточного масштабирования и метрологии. Различные компании-производители предлагают широкий выбор систем виброизоляции, способных гасить частоты в активном режиме до 10 Гц [2, 3, 4]. Однако возникает необходимость защиты от вибраций исследуемого и испытываемого объекта, находящегося непосредственно в вакуумной камере.

Перспективны системы виброизоляции, рабочими телами которых является магнитореологический эластомер (МРЭ) – полимерный материал, реологические свойства которого могут изменяться под действием направленного внешнего магнитного поля. Он состоит из ферромагнитных частиц (мелкодисперсный порошок карбонильного железа) и полимерной матрицы. Проведены испытания механических характеристик МРЭ различных составов, оптимальная концентрация частиц наполнителя составляет от 30 до 40% - частицы способны выстраиваться в цепочки при этом сохраняется малое время отклика [5, 6].

Несмотря на изученность состава и механических свойств МРЭ, возможно введение дополнительных модифицирующих компонентов в смесь и изменение этапов изготовления, что приводит к образованию дефектов – крупные агломераты, расслоение структуры, которые влияют на его характеристики. Для предотвращения осаждения частиц, в работе было предложено использование полимера – поли-пара-ксилилена, наносимого на поверхность порошка из газовой фазы при низком давлении (1..10 Па) и в широком диапазоне температур. Наносимый полимер обладает химической инертностью и стойкостью к растворителям, термостойкостью, что может способствовать предотвращению образования агломератов.

Для использования МРЭ в качестве рабочего тела в системах виброизоляции в вакууме, необходимо изучение вакуумных характеристик МРЭ – характер газовой выделений, влияние вакуума на механические параметры, однако данные характеристики материала остаются неизученными.

С целью исследования вакуумных характеристик МРЭ после вакуума было изготовлено шесть образцов, в соответствии с ГОСТ 33519-2015 о композитных полимерах, различного состава – 30% частиц; 30% частиц с тонким слоем поли-пара-ксилилена (1г на 170 г порошка); 30% частиц с толстым слоем поли-пара-ксилилена (10г на 170 г порошка); 40% частиц; 40% частиц с тонким слоем поли-пара-ксилилена; 40% частиц с толстым слоем поли-пара-ксилилена.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

С целью изучения потока газов, выделяемых с поверхности и толщи образца проводится эксперимент в лаборатории кафедры МТ11 (МГТУ им. Н.Э. Баумана), на установке «ЛУНТИК» (рис.1).

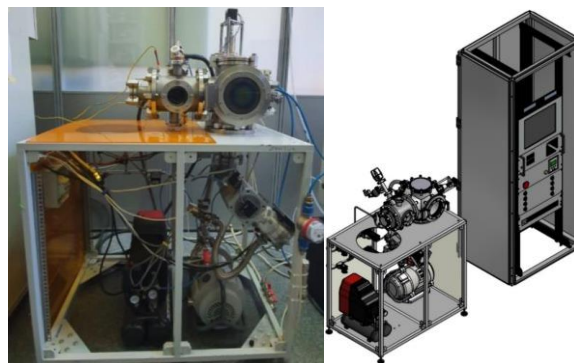


Рис.1. Внешний вид установки «ЛУНТИК».

Испытания проводятся при комнатной температуре, без нагрева. Давление в вакуумной камере измеряется с помощью широкодиапазонного датчика Edwards WRG. Изменения давления фиксируются каждые 30 с. Перед началом испытаний образцов откачивается пустая камера до давления $5 \cdot 10^{-3}$ мбар, после чего откачная система изолируется от откачиваемого объема и в течение 15 минут фиксируется изменение – повышение давления в результате натекания и газовыделения с внутренних поверхностей камеры.

После получения кривой откачки пустой камеры проводится исследование последовательно 6 образцов, каждого экспериментального состава. Условия проведения те же, что и для пустой камеры – откачка до давления $5 \cdot 10^{-3}$ мбар, отсекаание откачной системы и выдержка 15 минут, с фиксацией изменения давления каждые 30 с.

Проведены повторные испытания с один из образцов, с целью определения зависимости изменения давления от времени при длительной откачке. Проведена откачка вакуумной камеры в течение 1,5 часов. После чего, в вакуумном объеме размещен испытуемый образец и проведен аналогичный цикл откачки длительностью 1,5 часа. Данные, получаемые с широкодиапазонного датчика, фиксируются через каждый 5 с

РЕЗУЛЬТАТЫ

По полученным экспериментальным значениям давления через равные промежутки времени равные 30 с построен график кривой откачки пустой камеры и камеры с экспериментальным образцом (рис.2).

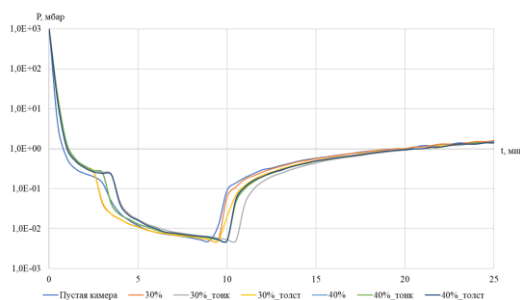


Рис.2. Графики зависимости давления от времени при испытаниях образцов МРЭ в вакууме.

При оценке полученных значений давления установлено, что за наиболее короткое время – 9 мин, откачивается пустая камера, откачка камеры с образцами достигает 10,5 мин. Для сравнения процессов откачки от атмосферы до требуемого давления $5 \cdot 10^{-3}$ мбар, графики перестроены в графики зависимости давления от времени, на промежутке от 0 до 9 мин. На рис.3 на промежутке времени от 0,5 до 1,0 мин график давлений пустой камеры проходит ниже кривых откачки экспериментальных образцов, что

говорит о дополнительном потоке газов, который создают вносимые образцы. Далее графики откачки образцов и камеры схожи.

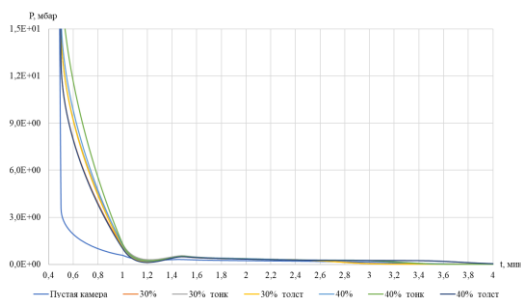


Рис.3. Графики зависимости изменения давления от времени при откачке экспериментальных образцов на характерном участке.

По достижении требуемого давления, откачная система отсекается от откачиваемого объема с экспериментальными образцами. Далее наблюдается процесс газовыделения с внутренних поверхностей камеры, возможно натекание, а также газовыделение из толщи и поверхности испытываемых образцов. На рис.4 представлены графики зависимости изменения давления от времени выдержки – 15 минут. Видно, что для пустой камеры и камеры с образцами характер изменения давления идентичен, по графикам не удастся установить зависимость изменения давления от наличия образца в откачиваемом объеме.

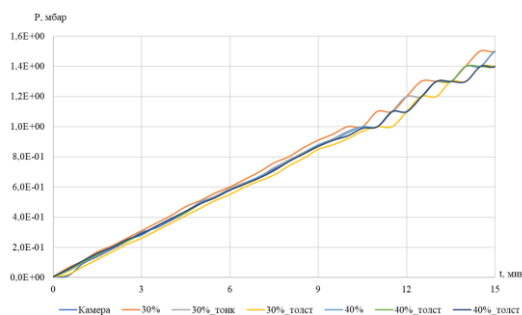


Рис.4. Графики зависимости изменения давления от времени откачки на интервале времени после остановки откачки камеры.

По полученным экспериментальным данным второго эксперимента также построены графики зависимости давления от времени на участке после достижения одинакового значения давления (рис.5).

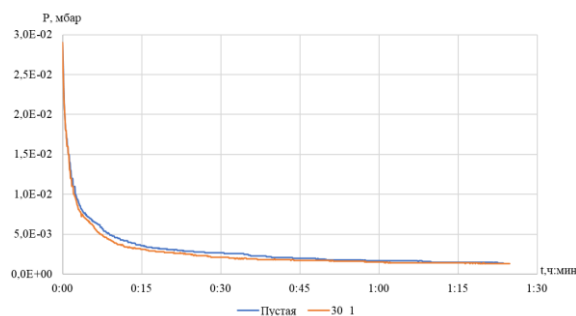


Рис.5. Графики зависимости давления от времени по достижении схожего значения давления.

ОБСУЖДЕНИЕ

Графики кривых откачки после проведения первого цикла экспериментов не продемонстрировали зависимости степени газовой выделенности от состава – от нанесенного на частицы карбонильного железа слоя поли-пара-ксилилена, однако видно, что при внесении в вакуумный объем испытуемого материала, давление в камере возрастает. Данное изменение незначительно и допустимо.

Экспериментальные кривые второго цикла экспериментов являются неудовлетворительными, но объяснимыми, необходимо проведения более длительных рандомизированных циклов откачки.

ВЫВОДЫ

Таким образом, проведя исследования газовой выделенности МРЭ можно сделать следующие выводы:

1. Кривые откачки пустой камеры и камеры с образцами имеют типичный и идентичный характер зависимости давления от времени, что говорит о незначительности газовой выделенности образцов;

2. При откачке камеры с экспериментальным образцом удалось достигнуть требуемого давления $5 \cdot 10^{-3}$ мбар, но за время на 1,5 минуты большее, что говорит о дополнительно выделяемых газах с поверхности и толщи образца;

3. На этапе откачки видна значительная разница давлений на небольшом участке времени (от 0 до 1 мин), что может говорить о дополнительных парах воды или иных газах, легко удаляемых с поверхности и толщи образца;

4. После завершения процесса откачки камеры с образцами, и начала интервала выдержки значительного различия в графиках не выявлено, для точного определения зависимости давления от времени необходимо более частое снятие показаний и большее время откачки;

5. Длительный эксперимент с целью определения зависимости давления от времени в процессе цикла откачки, говорит о наличии в первоначальном объеме камеры большого количества загрязнений и газов, которые были удалены в процессе откачки пустого объема и при обезгаживании образца МРЭ данные компоненты уже не влияли на суммарное давление в камере.

ЛИТЕРАТУРА

1. Челомей В.Н. Вибрации в технике: Справочник. В 6 – ти т./ Защита от вибраций и ударов/ под. Ред. К.В.Фролова. М.: Машиностроение, 1981. 456 с.

2. CZL лабораторное оборудование: [Электронный ресурс] // Лабораторное оборудование и приборы. Аналитическое, лабораторное, промышленное оборудование. Комплексные и индивидуальные решения. URL: <https://www.czl.ru> (05.01.2019).

3. Active vibration isolation. Benchtop Vibration Isolation Units – Micro Series. [Электронный ресурс]. URL: <http://www.autoscan.com> (01.03.2019).

4. Acoustic, Vibration, And EMI Isolation Specialists. AVI – 200 Series: [Электронный ресурс]. URL: <https://www.herzan.com> (01.03.2019).

5. Rozaina Ismail. A review of magnetorheological elastomers: properties and applications. 12с.

6. Макарова Л.А. Исследование магнитных и электрических свойств композитных реологических материалов на основе ферромагнитных и сегнетоэлектрических наполнителей: дис. на соискание канд. Физ.-мат. Наук. – М., 2018. С. 183.

МОДЕРНИЗАЦИЯ ПРОЕКТА МАЛОГАБАРИТНОЙ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

DESIGN REVISION OF COMPACT MAGNETRON SPUTTERING FACILITY

И.Д.Шоничев / shonichevid@student.bmstu.ru

С.С.Серопян / seropyanss@student.bmstu.ru

Л.Л.Колесник / kolesnik@bmstu.ru

I.D.Shonichev, S.S.Seropyan, L.L.Kolesnik

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

В статье представлен проект малогабаритной установки магнетронного распыления. Приводятся конструкторские решения, внесенные в проект с целью повышения эргономичности эксплуатации и обслуживания установки. Описано применение системы автоматизированного проектирования.

The paper presents the design of compact magnetron sputtering facility. Improvements in ergonomics in design of facility are described. Experience with the application of automation design tools is given.

Ключевые слова: магнетронное распыление, малогабаритная установка

Keywords: magnetron sputtering, compact sputtering system

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для исследования тонкопленочных покрытий разработано множество методов микроскопического анализа: оптический, рентгеновский, электронный и т.д. Особую ценность в исследовании тонкопленочных микроструктур представляют сканирующие методы микроскопии, так как данные методы позволяют получить топографию поверхности. Для исследования диэлектрических образцов методом сканирующей туннельной микроскопии необходим поверхностный проводящий слой, обеспечивающий протекание туннельного тока. Кроме того, проводящий слой должен вносить минимальную погрешность в топологию поверхности. Ввиду требований к проводящему слою, как правило, исследуемый образец покрывается слоем золота толщиной порядка 100 нм. В данной статье описано проектирование малогабаритной установки металлизации диэлектрических образцов для лаборатории кафедры МТ11 МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Основные этапы разработки проекта были выполнены в рамках выпускной квалификационной работы бакалавра Э.С. Якуповым в 2020 году [1]. В рамках ВКР был произведен анализ существующих малогабаритных установок, сформированы требования к проектируемой установке и выполнено оформление конструкторской документации. Дальнейшие работы с проектом были выполнены авторами в рамках НИР на кафедре МТ11 МГТУ им. Н.Э. Баумана.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Анализ компоновки вакуумной установки.

Установка состоит из (рис. 1):

- 1) вакуумной камеры
- 2) стола, на котором размещается камера, в каркас стола устанавливается блок питания магнетрона, вакуумметры, блоки управления клапанами
- 3) внешнего оборудования: вакуумные насосы, газовое оборудование.

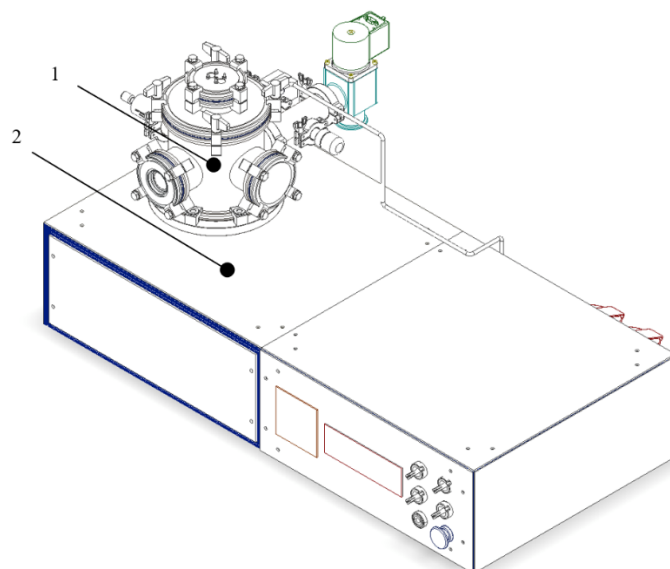


Рис.1. Модель установки магнетронного распыления.

Каркас установки выполнен из конструкционного профиля 30x15 мм и 15x15 мм, соединения выполнены уголками, которые фиксируются к поверхности профиля резьбовым соединением винта М3 ISO 7380-1 и гайки М3 DIN 934. Уголок фиксируется двумя винтами к каждому профилю, для данного размера профиля данное соединение является стандартным и обеспечивает высокую жесткость и прочность соединения. Пространство каркаса разделено на два отсека: отсек под установку блока питания магнетрона и отсек под установку электрики (см схему каркаса рис. 2).

Для считывания показания вакуумных датчиков и отображения давления используется МЕРАДАТ ВИТ. Вакуумные датчики тепловой и ионизационный. Вакуумные клапаны электромагнитные.

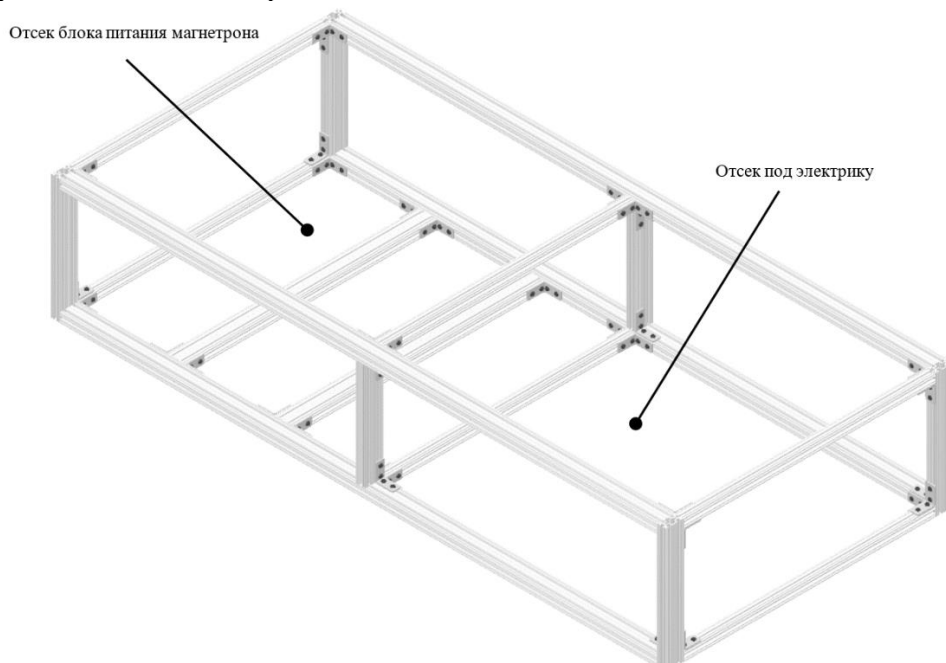


Рис.2. Модель каркаса установки.

Модернизация проекта.

Были предложены следующие изменения проекта:

1. Изменение размеров камеры

С целью ускорения откачки камеры и уменьшения габаритов камеры было принято решение изменить высоту цилиндра камеры с 150 мм до 125 мм. При данной высоте объем камеры составляет:

$$V = \frac{\pi d^2 h}{4} = \frac{\pi \cdot 0,153^2 \cdot 0,125}{4} = 0,002297 \text{ м}^3 = 2,3 \text{ л.}$$

Исходный объем:

$$V_{\text{исх}} = 2,7 \text{ л.}$$

2. Изменение расположения магнетрона

Изначально магнетрон подключался к камере через верхний фланец ISO160-K через нестандартный переходник, состоящий из заглушки ISO160-K с отверстием, соединенной через патрубков с фланцем ISO63-K. Кроме того, через фланец ISO160-K, к которому осуществлялось подключение магнетрона выполнялась загрузка подложек в камеру. Для загрузки подложек магнетрон с переходником необходимо отсоединять от камеры, что является нежелательным ввиду риска повреждения коммуникаций, подключенных к магнетрону, а именно патрубков системы охлаждения, электрического ввода.

Для устранения данных недостатков изменили способ подключения магнетрона. Предложено следующее решение: подключить магнетрон к боковому фланцу ISO63-K камеры, ось которого перпендикулярна оси ввода вращения.

Вместо нестандартного переходника с магнетроном верхний фланец герметизируем стандартной заглушкой ISO160-K.

3. Изменение расположения ввода газа и фланца байпасной магистрали.

Из-за уменьшения высоты камеры расположение фланцев ISO40-KF байпасной магистрали и ISO16-KF ввода газа на одной образующей цилиндра камеры невозможно, поэтому принято решение перенести фланец под ввод газа на нижнюю заглушку ISO160-K, а фланец байпасной магистрали расположить на равном удалении от оснований цилиндра. Кроме того, перенос ввода газа на нижнюю заглушку позволит скрыть магистраль ввода газа и расположить регулятор расхода газа внутри каркаса установки.

4. Изменение расположения вакуумной камеры.

Ввиду изменения положения ввода газа расположение блока питания под камерой невозможно, поэтому принято решение расположить камеру над отсеком под электрику.

5. Изменение диаметра форвакуумной магистрали.

В процессе закупки вакуумной арматуры было принято решение изменить диаметр форвакуумной магистрали с DN40 на DN25, ввиду отсутствия рентабельного коммерческого предложения на электромагнитные клапаны ISO40-KF. Выбран клапан ISO25-KF, соответствующие диаметры подключаемой арматуры (крест, фланец камеры) изменены на DN25. Для подключения к форвакуумному насосу был выбран конический адаптер KF40-KF25.

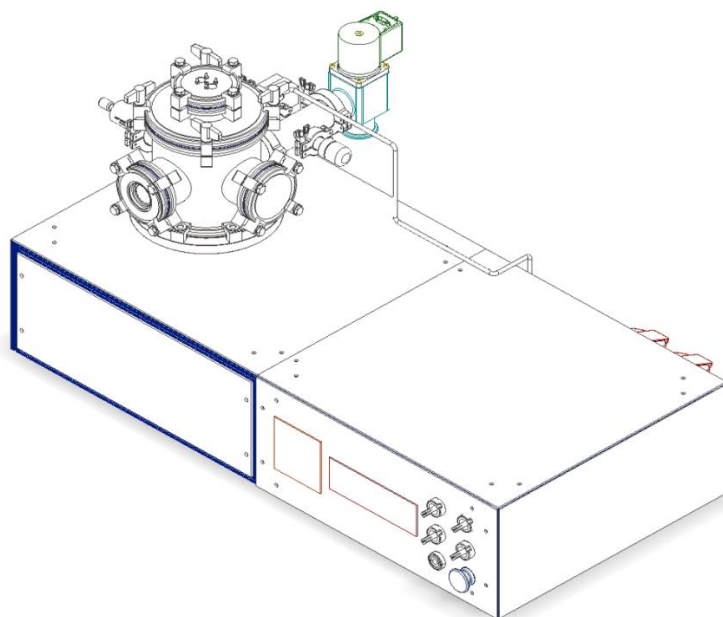


Рис. 3. Исходная 3d модель установки.

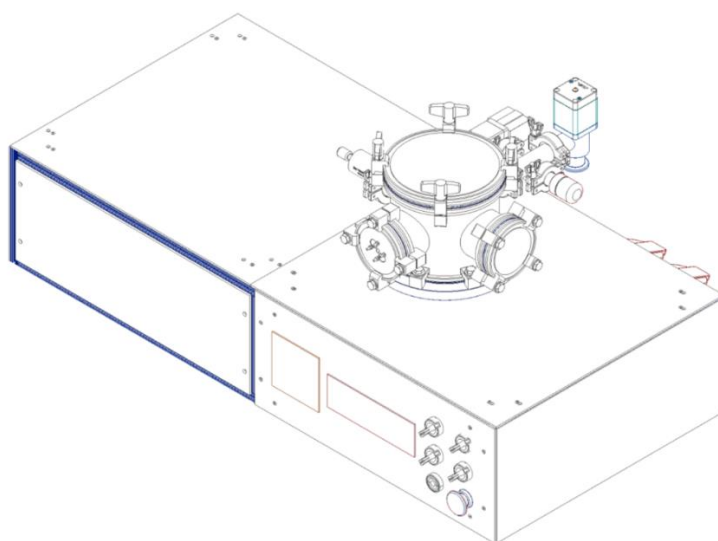


Рис. 4. 3d модель усовершенствованной установки.

Опыт работы с Autodesk Inventor Professional 2020.

1. Автоматизация проектирования

Для упрощения и ускорения проектирования, а именно подбора оптимальной высоты камеры, была использована среда автоматизации проектирования iLogic программы Autodesk Inventor Professional 2020.

Для определения оптимального размера камеры высоте цилиндра камеры присвоен параметр. Для изменения параметра разработана форма в корневой сборке. Данное решение позволяет подобрать оптимальную высоту камеры, обеспечивающие поставленные требования и удобство сборки. Пример использования формы (рис. 5):

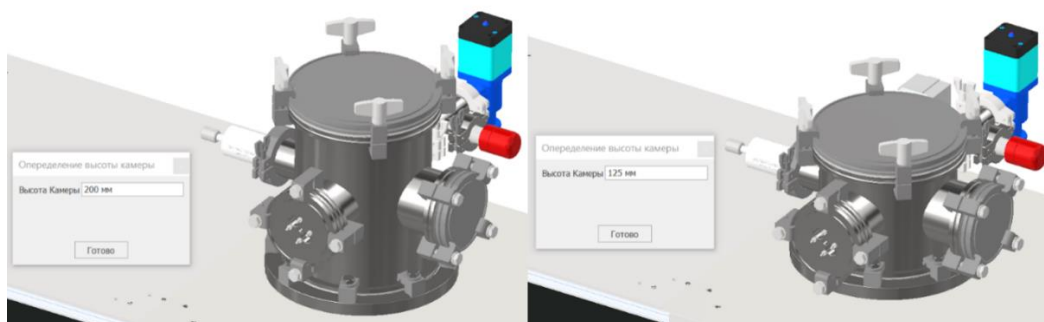


Рис. 5. Использование формы среды iLogic.

2. Восстановление утерянных при передаче CAD-файлов компонентов.

В программе Autodesk Inventor реализованы встроенные библиотеки стандартных компонентов (например: болты, винты, гайки, детали валов и т.д.). Использование моделей компонентов реализуется с помощью вставки моделей в сборку (файл расширения .aim). Возможна вставка библиотечного элемента как пользовательского элемента или как стандартного. При вставке элемента как пользовательского программа предлагает сохранить файл модели в любой папке, при этом сохраняется связь модели с параметрами библиотеки. При вставке элемента как стандартного файл модели сохраняется в папку программы по умолчанию, которая не совпадает с местом расположения файла пользовательской сборки и ее компонентов, поэтому при копировании и перемещении пользовательских файлов на другое устройство происходит потеря моделей стандартных компонентов. Возможно копирование моделей стандартных компонентов из папки по умолчанию, но при перемещении файлов необходимо восстановить ссылки на стандартные файлы в файле сборки. Для исключения потери моделей стандартных компонентов при перемещении файлов на другое устройство рекомендуется использовать пользовательскую вставку стандартных компонентов с сохранением их в каталоге с корневой сборкой (файл всей установки в сборе).

В полученных моделях отсутствовали модели стандартных компонентов ввиду описанных выше причин (рис. 6). Произведена замена компонентов и сохранение их моделей в каталоге файла корневой сборки.

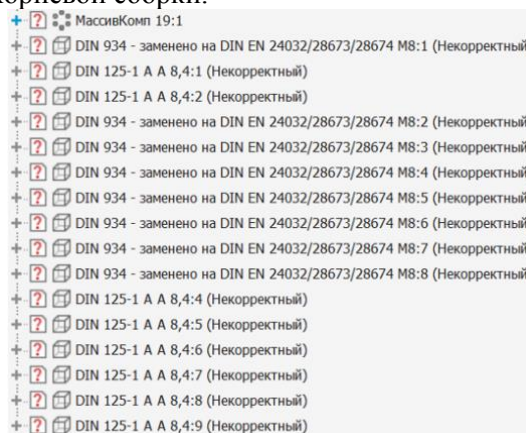


Рис. 6. Ошибки в дереве корневой сборки.

3. Организация компонентов корневой сборки.

Для повышения удобства работы с файлами и анализа конструкции выполнено разделение элементов корневой сборки на узлы, каждый из которых находится на соответствующем уровне вхождения в корневую сборку. Ниже представлены элементы первого и второго уровня, для сокращения дальнейшие уровни не представлены:

1. Установка в сборе (корневая сборка)
 - 1.1. Стол в сборе
 - 1.1.1. Каркас
 - 1.1.2. Оборудование
 - 1.2. MPC «Малютка»
 - 1.2.1. Нижний фланец ISO160-K
 - 1.2.2. Ввод газа
 - 1.2.3. Фланец ISO63-K
 - 1.2.4. Ввод вращения
 - 1.2.5. Магнетрон
 - 1.2.6. Камера в сборе
 - 1.2.7. Вакуумная арматура
 - 1.2.8. Нижний фланец ISO160-K

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При проектировании вакуумного технологического оборудования наравне с требованиями к работоспособности должны также предъявляться требования эргономичности и эстетичности. В результате работы с проектом малогабаритной установки в конструкцию внесены изменения, повышающие удобство обслуживания и эксплуатации оборудования. Также для проектирования использованы современные средства автоматизации, упрощающие и ускоряющие разработку проекта.

ЛИТЕРАТУРА

1. Якупов Э.С. Расчетно-пояснительная записка к выпускной квалификационной работе на тему: «Малогабаритная лабораторная установка для подготовки образцов к исследованию», МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2020 г, 150 с.
2. 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.
3. Технология тонких пленок (справочник). Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко, «Сов. радио», 1977, 664 с.

ВАКУУМНЫЙ ДВУХКООРДИНАТНЫЙ МЕХАНИЗМ ПЕРЕМЕЩЕНИЙ С ЭЛЕКТРОРЕОЛОГИЧЕСКОЙ РЕГУЛИРОВКОЙ СКОРОСТИ

VACUUM TWO-COORDINATE MOVEMENT MECHANISM WITH ELECTRORHEOLOGICAL SPEED CONTROL

Д.С.Шахов, В.П.Михайлов, А.М.Базиненков, М.Е.Жуков, /shakhovds@student.bmstu.ru

D.S.Shakhov, V.P.Mikhailov, A.M.Bazinenkov, M.E.Zhukov

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

Во многих областях современных нанотехнологий, осуществляемых в вакууме, требуется перемещение объектов с высокой точностью. В работе рассмотрен вакуумный двухкоординатный пневмогидравлический привод, способный осуществлять точные перемещения. Высокая точность механизма достигается за счет применения в качестве рабочей жидкости гидравлической части интеллектуального материала, электрореологической жидкости, способной мгновенно изменять свои реологические свойства под действием внешнего электрического поля.

В работе экспериментально установлено, что наиболее эффективная регулировка скорости перемещения штока привода осуществляется на низких давлениях в пневмоцилиндре с концентрацией дисперсной фазы рабочей жидкости 25 %.

In many areas of modern nanotechnological processes, taking place in vacuum it is required to move objects with high precision. The paper considers a two-axis vacuum pneumohydraulic drive capable of performing precise movements. High precision of the mechanism is achieved due to the use of intelligent material as a working fluid of the hydraulic part, an electrorheological fluid that can instantly change its rheological properties under the action of an external electric field. It has been experimentally established that the most effective adjustment of the movement speed of the drive rod is carried out at low pressures in the pneumatic cylinder with a concentration of the dispersed phase of the working fluid of 25%.

Ключевые слова: вакуум, двухкоординатный привод, пневматика, гидравлика, электрореологическая жидкость, скорость перемещения.

Keywords: vacuum, two-axis drive, pneumatics, hydraulics, electrical rheological fluid, movement speed.

ВВЕДЕНИЕ

Преобладающая часть современных нанотехнологий осуществляется в вакуумной технологической среде. Например, тонкие пленки, нанесенные в вакууме, используются в качестве антифрикционных покрытий режущего инструмента и машиностроительных пар трения. Для обеспечения равномерности нанесенной пленки часто необходимо осуществлять перемещение с высокой точностью позиционирования и равномерностью скорости. Наиболее эффективное управление скоростью движения осуществляется в пневматических и гидравлических приводах. Для повышения точности перемещений гидравлического привода, в качестве рабочей жидкости, может быть использован интеллектуальный материал, электрореологическая жидкость (ЭРЖ) [4,5]. ЭРЖ представляют собой суспензии частиц поляризующихся материалов, распределенных в диэлектрической жидкости. В отсутствие электрического поля ЭРЖ ведут себя как большинство обычных суспензий, проявляя при течении ньютоновские свойства. Однако, при приложении электрического поля в них практически мгновенно происходит резкое (вплоть до 100000) увеличение вязкости за счет образования цепочечных структур,

направленных параллельно силовым линиям электрического поля. Помимо вязкости будут меняться упругость и пластичность жидкости.

В мире существует ряд исследований, связанных с электрореологическими жидкостями. Работы по исследованию ЭРЖ, в основном, направлены на подбор дисперсной фазы, которая обеспечит максимальный электрореологический эффект суспензии. Использование в качестве дисперсной фазы титаната бария позволяет получить напряжение деформации сдвига 400 Па при напряженности электрического поля 800 В/мм [1]. В случае использования в качестве твердой фазы суспензии литиевые соли сополимера полистирол-блок-полиизопрена, достигается напряжение деформации сдвига 50 Па при 560 В/мм [2]. Если же использовать в качестве наполнителя диоксид церия, можно достичь напряжение деформации сдвига 4000 Па при 3000 В/мм [3].

В качестве бюджетного аналога твердой фазы ЭРЖ может быть использован крахмал.

Вакуумный двухкоординатный механизм перемещений с электрореологической регулировкой скорости (рис. 1) работает следующим образом.

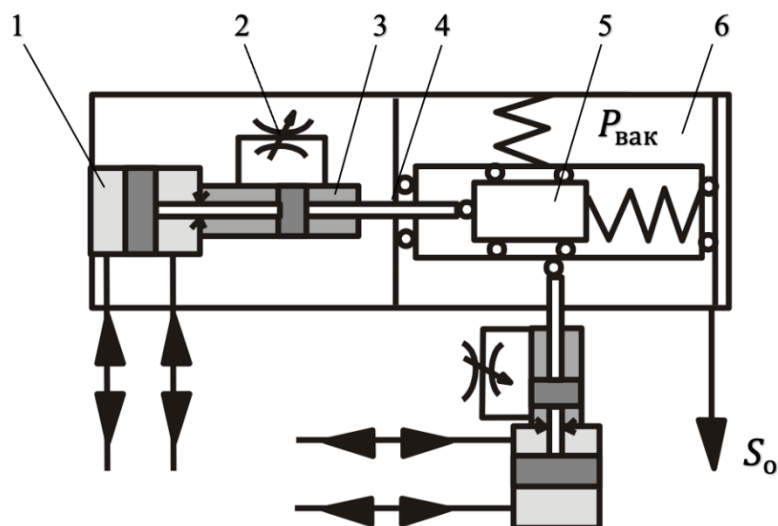


Рис.1. Схема вакуумного двухкоординатного механизма перемещений с ЭР регулировкой скорости. 1 - пневматический цилиндр; 2 - гидравлический цилиндр; 3 - управляемый дроссель; 4 – каретка; 5 - вакуумная камера; 6 - ввод движения в вакуум

Каретка 4 приводится в движение пневматическим цилиндром 1, соединенными с гидравлическим цилиндром 2 общим штоком. Ввод движения 6 обеспечивает герметизацию штока в вакуумной камере. Шток жестко закреплен к каретке 4, перемещающейся по направляющим внутри вакуумной камеры 5. Управление скоростью перемещения осуществляется с помощью управляемого дросселя, электрореологического дросселя (ЭРД) 3 в гидроцилиндре 2.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводились на однокоординатном пневмогидравлическом приводе с ЭР управлением (рис. 2), имитирующим вакуумный двухкоординатный механизм перемещений с электрореологической регулировкой скорости.

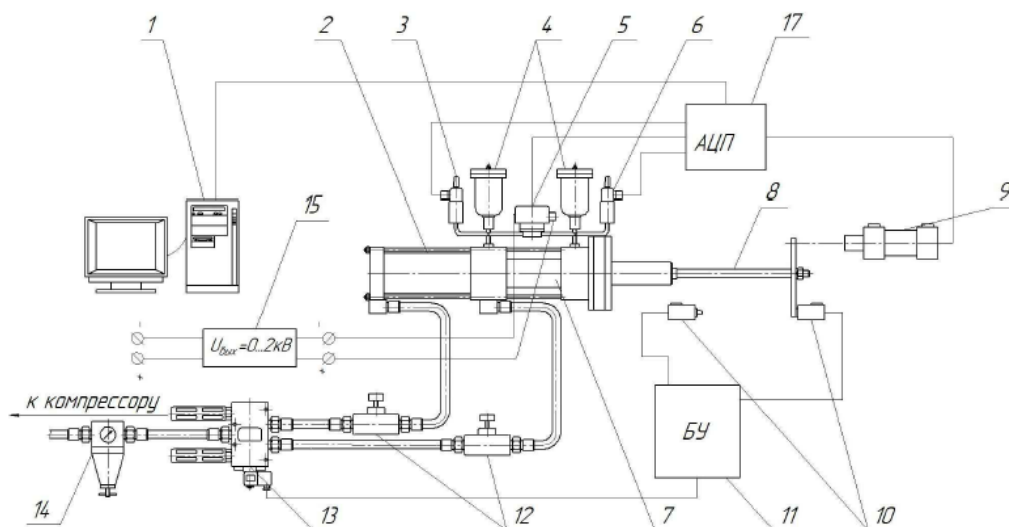


Рис.2. Схема однокоординатного пневмогидравлического привода с ЭР управлением. 1 – компьютер; 2 – пневмоцилиндр; 3, 6 – датчики давления; 4 – емкости с ЭРЖ; 5 – ЭРД; 7 – гидроцилиндр; 8 – шток; 9 – датчик положения; 10 – конечные выключатели; 11 – блок управления; 12 – дроссели; 13 – пневмораспределитель; 14 – газовый редуктор; 15 – высоковольтный блок питания.

Привод является комбинированным и состоит из пневмоцилиндра 2 и гидроцилиндра 7, имеющих общий шток 8, который совершает возвратно-поступательное движение. Рабочей жидкостью в гидроцилиндре является ЭРЖ. При движении штока привода ЭРЖ перетекает из одной полости гидроцилиндра в другую через зазор управляемого дросселя 5. За счёт ЭР эффекта происходит уменьшение объемного расхода ЭРЖ через дроссель и, соответственно, замедление штока.

Целью эксперимента по исследованию реологических характеристик ЭРЖ на основе крахмала являлось определение эффективности регулирования скорости штока пневмогидравлического привода.

При различных давлениях в пневмоцилиндре и различных напряжениях на обкладках дросселя проводилось измерение положения штока и разности давлений.

В работе представлены исследования образцов с концентрацией дисперсной фазы крахмала 15, 25, 40 %. Дисперсионной средой послужила кремнийорганическая жидкость ПМС-20. Активатор - вода.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Полученные значения координат были пересчитаны в скорость перемещения штока. В результате обработки экспериментальных данных получены зависимости скорости перемещения штока от напряжения на обкладках ЭРД для образцов ЭРЖ с концентрацией дисперсной фазы крахмала 15, 25 и 40 %. Указанные графики для давления в пневмоцилиндре 0,4 атм и 0,5 атм представлены на рис. 3, 4 соответственно.

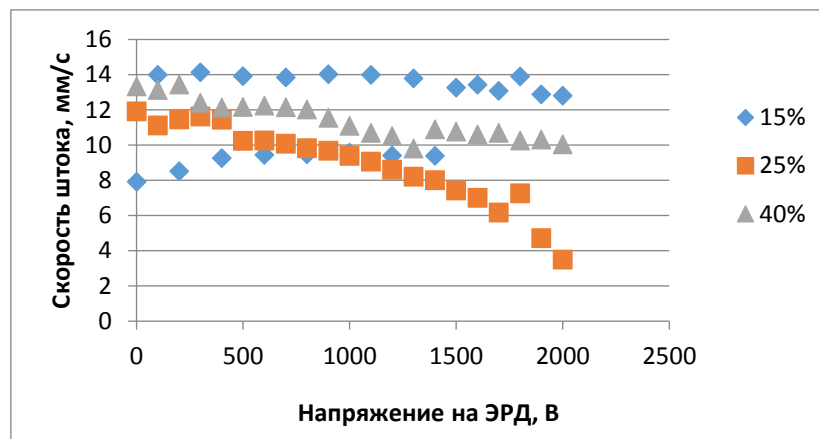


Рис.3. График зависимости скорости от напряжения для давления 0,4 атм.

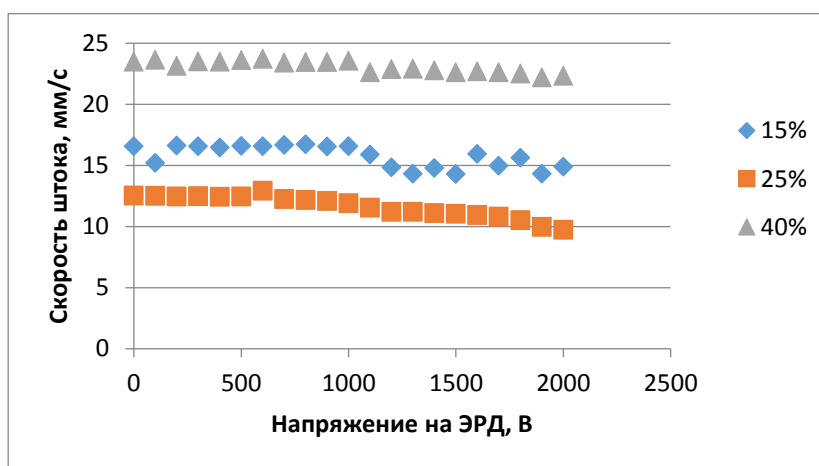


Рис.4. График зависимости скорости от напряжения для давления 0,5 атм.

Обнаружено, что с ростом напряжения на обкладках ЭРД происходит снижение скорости движения штока. Для давления 0,4 атм и концентрации дисперсной фазы 25% изменение скорости наиболее выражено, для концентраций 15 и 40 %, изменение скорости не существенно. При давлении в пневмоцилиндре 0,5 атм обнаружено монотонное снижение скорости для всех образцов.

ОБСУЖДЕНИЕ

Изменение скорости связано с элекроологическим эффектом, происходящим в рабочем зазоре ЭРД. Формирование цепочных структур между обкладками дросселя обеспечивает локальное увеличение эквивалентной вязкости жидкости в зазоре, приводящее к снижению расхода рабочей жидкости и уменьшению скорости движения штока.

При высоком давлении 0,5 атм расход жидкости относительно большой, в результате чего наблюдается малая эффективность регулировки скорости штока. Цепочные структуры не успевают сформироваться и быстро вымываются большим потоком жидкости.

Наиболее эффективное управление скоростью движения штока наблюдается при низком давлении 0,4 атм. При этом, с ростом напряжения до 2 кВ, скорость снижается на 75 %.

ВЫВОДЫ

1. Обнаружено, что при использовании в качестве рабочей жидкости гидравлической части привода ЭРЖ можно эффективно управлять скоростью вакуумного двухкоординатного механизма перемещений за счет воздействия на электрореологическую жидкость электрическим полем.
2. Эффективней всего регулировка скоростью перемещения штока вакуумного привода может быть осуществлена на низком давлении 0,4 атм в пневмоцилиндре привода.
3. Скорость штока привода изменяется от 12 до 3 мм/с при росте управляющего напряжения на обкладках ЭРД от 0 до 2000 В при использовании ЭРЖ с концентрацией дисперсной фазы 25 %.

ЛИТЕРАТУРА

1. Lan Y.C., Huang S.K., Men S.Q., Lu K.Q. Experimental investigation of the frequency dependence of the electrorheological effect. *Physical Review E*. 2004. 70:021507.
2. Yavuz M., Unal H.I., Yildirim Y. Electrorheological Properties of Suspensions Prepared from Polystyrene-Block- Polyisoprene Copolymer. *Turkish Journal of Chemistry*, 2001, 25(1), 19-32.
3. Agafonov A.V., Kraev A.S., Gerasimova T.V., Evdokimova O.L., Shekunova T.O., Baranchikov A.E., Borilo L.P., Ivanova O.S. Kozik V.V., Ivanov V.K. Properties of Electrorheological Fluids Based on Nanocrystalline Cerium Dioxide // *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2017, 62(5), 625-632.
4. Шахов Д. С., Вольнец В. В. Исследование зависимости скорости перемещений пневматического привода с электрореологическим регулятором скорости от величины управляющего напряжения. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 6 – 9 апреля, 2021, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2021.– URL: studvesna.ru/go=articles&id=3262 (дата обращения: 31.07.2021)
5. Николаев М.А., Базиненков А.М., Михайлов В.П. Обеспечение заданного закона перемещения вакуумных механизмов за счет применения электрореологического регулятора скорости // *Материалы XIX научно-технической В14 конференции. «Вакуумная наука и техника»*. г. Судак. 2012. С. 349.

**РАЗРАБОТКА ВАКУУМНОГО ТРИБОМЕТРИЧЕСКОГО СТЕНДА ДЛЯ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ИСПЫТАНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ
ТВЕРДОСМАЗОЧНЫХ MoS₂-ПОКРЫТИЙ**

**DEVELOPMENT OF A VACUUM TRIBOMETRIC STAND FOR HIGH-
TEMPERATURE TESTING AND RESEARCH OF SOLID-LUBRICATING MoS₂
COATINGS**

А.И.Беликов¹, Л.Л.Колесник², О.Э.Алиханов¹, В.Е.Бражников¹

A.I.Belikov, L.L.Kolesnik, O.E.Alikhanov, V.E.Brazhnikov

¹ МГТУ имени Н.Э.Баумана, Москва

² ООО «Электровакуумные технологии», Москва

Представлены результаты разработки вакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных трибологических испытаний материалов и покрытий в условиях высокого вакуума при температурах до 300 °С. В стенде реализован стандартный метод трибологических испытаний при возвратно-поступательном скольжении шара по плоскости (ASTM G133-05). Приведены результаты ресурсных испытаний твердосмазочных покрытий на основе дисульфида молибдена, осажденных методом магнетронного распыления MoS₂-мишени при различных режимах.

The development results of a vacuum tribometric stand for high-temperature tribological tests of materials and coatings under high vacuum conditions at temperatures up to 300 °C are presented. The stand implements the standard method of tribological tests for reciprocating sliding of the ball along the plane (ASTM G133-05). The molybdenum disulfide solid-lubricant coatings deposited by magnetron sputtering of a MoS₂ target at a various modes resource tests results are presented.

Ключевые слова: трибометрический стенд, высокотемпературные испытания, вакуумные механизмы, твердосмазочные покрытия, антифрикционные покрытия, MoS₂, дисульфид молибдена, коэффициент трения, износостойкость.

Keywords: tribometric stand, high-temperature tests, solid-lubricant coatings, molybdenum disulfide, wear resistance.

ВВЕДЕНИЕ

Решения задач разработки твердосмазочных материалов и покрытий для экстремальных условий эксплуатации (в условиях вакуума и высоких температур) связаны с отработкой технологических процессов, в ходе которых необходимо проводить трибологические испытания образцов в соответствующих условиях. Для узлов трения вакуумного оборудования, функционирующих в условиях вакуума, повышенных температур и радиации недопустимо использование традиционных жидких и консистентных смазок, применяются твердосмазочные материалы и покрытия, среди которых наиболее распространены покрытия на основе дисульфида молибдена (MoS₂). В этой связи, в рамках поставленных задач, специалистами ООО «Электровакуумные технологии» проводилась разработка и изготовление специализированного высоковакуумного трибометрического стенда для высокотемпературных испытаний, а также разработка и исследование тонкопленочных твердосмазочных MoS₂-покрытий, формируемых методом магнетронного нанесения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

При разработке стенда в основу конструкции была заложена схема, обеспечивающая реализацию стандартного метода трибологических испытаний при возвратно-поступательном скольжении шара по плоскости (ASTM G133-05).

Трибометрический стенд (рис. 1) собран на каркасной раме (4) и включает цилиндрическую вакуумную камеру (1), с расположенным внутри испытательным блоком трибометрической системы для испытания образцов. К фланцам камеры присоединены патрубки и угловой клапан-затвор (7) вакуумной системы, а также вакуумный ввод с механизмом передачи возвратно-поступательного движения (2) на предметный столик испытательного блока с помощью привода на основе шагового двигателя и редуктора (3) с кривошипно-шатунным механизмом. Камера содержит две двери: на фронтальной стороне стенда (со смотровым окном) и на тыльной – для обеспечения доступа к испытательному блоку при монтаже исследуемых образцов, а также проведения операции тарировки измерительной системы. Вакуумная система стенда собрана на базе спирального насоса (5) НВСП-35 (АО «Вакууммаш») и турбомолекулярного насоса (6) ВГТН-150 (ВЦМО). Для коммутации магистралей вакуумной системы использованы электропневматические клапаны (7,8). Для контроля давления в вакуумной системе используются вакуумметры с манометрическими преобразователями (10-12) отечественного производства.

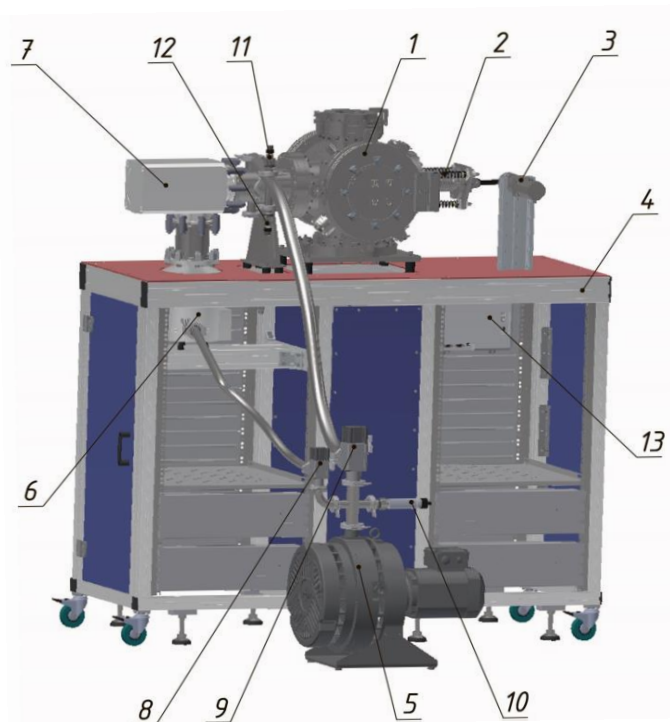


Рис. 1. Общий вид трибометрического стенда. 1 – вакуумная камера; 2 – механизм возвратно-поступательного движения с вводом в вакуум; 3 – двигатель и редуктор привода кривошипно-шатунного механизма; 4 – рама; 5 – форвакуумный спиральный насос; 6 – высоковакуумный турбомолекулярный насос; 7, 8, 9 – клапаны вакуумной системы; 10, 11, 12 – вакуумметрические преобразователи; 13 – блок управления.

Для передачи возвратно-поступательного движения на предметный столик, расположенный внутри вакуумной камеры, был разработан вакуумный ввод движения на основе сифона (рис. 2). Сифон (1) соединяется с вакуумной камерой при помощи фланца (2). Возвратно-поступательное перемещение обеспечивается приводом на основе

шагового двигателя с редуктором и кривошипно-шатунного механизма, шток которого присоединяется к подвижному фланцу (3), который на подшипниках скольжения (5) перемещается по направляющим (4), которые закреплены в фиксаторах (6).

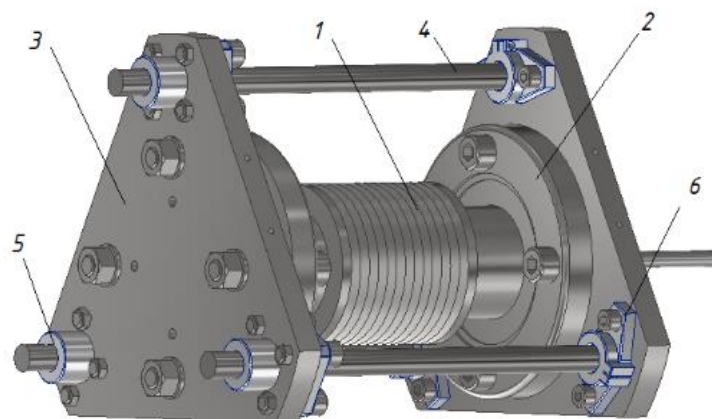


Рис. 2. Механизм линейного перемещения с вводом в вакуум. 1 – сильфон; 2 – фланец крепления к вакуумной камере; 3 – фланец крепления привода кривошипно-шатунного механизма; 4 – направляющие; 5 – подшипники скольжения; 6 – фиксаторы крепления направляющих.

Трибومترическая система стенда (рисунок 3) располагается в центре вакуумной камеры на постаменте, закрепленном на нижнем фланце. Предметный столик (1) с закрепленным на нем исследуемым образцом (2), установлен на подвижной платформе (3), которая опирается на корпус с втулками (13), скользящими по цилиндрическим направляющим (12). Измерительная система включает измерительную стойку (4). На конце измерительной балки (5) крепится стержень (6), в его отверстие вставляется контртело, которое приводится в контакт с исследуемым образцом. На стержень нанизывается груз (9) для создания нормальной силы и необходимых контактных напряжений в контакте «шар-плоскость». Равновесие ненагруженной балки обеспечивается грузами-противовесами (7), закрепленными на противоположной от стержня стороне. Сила трения, возникающая на контакте при перемещении столика с образцом относительно неподвижного контртела направлена перпендикулярно балке и вызывает деформацию присоединенных к балке тензопластин (8) с приваренными к ним высокотемпературными тензорезисторами, соединенными в мостовую схему. Измерительный тензомост подключается к измерительному контроллеру ZET 058 (ООО «ЭТМС»). Подогрев предметного столика осуществляется патронными нагревателями, размещенными в отверстиях (10) столика. Тепловая развязка между столиком (1) и подвижной платформой (3) обеспечивается керамическими брусками (11). К платформе (3) крепится размещенный в опоре (14) шток (15) для передачи возвратно-поступательного движения от вакуумного ввода движения. В конструкции стенда предусмотрены тепловые развязки и элементы виброизоляции, снижающие величину проходящих внешних колебаний к столику и измерительным стойкам.

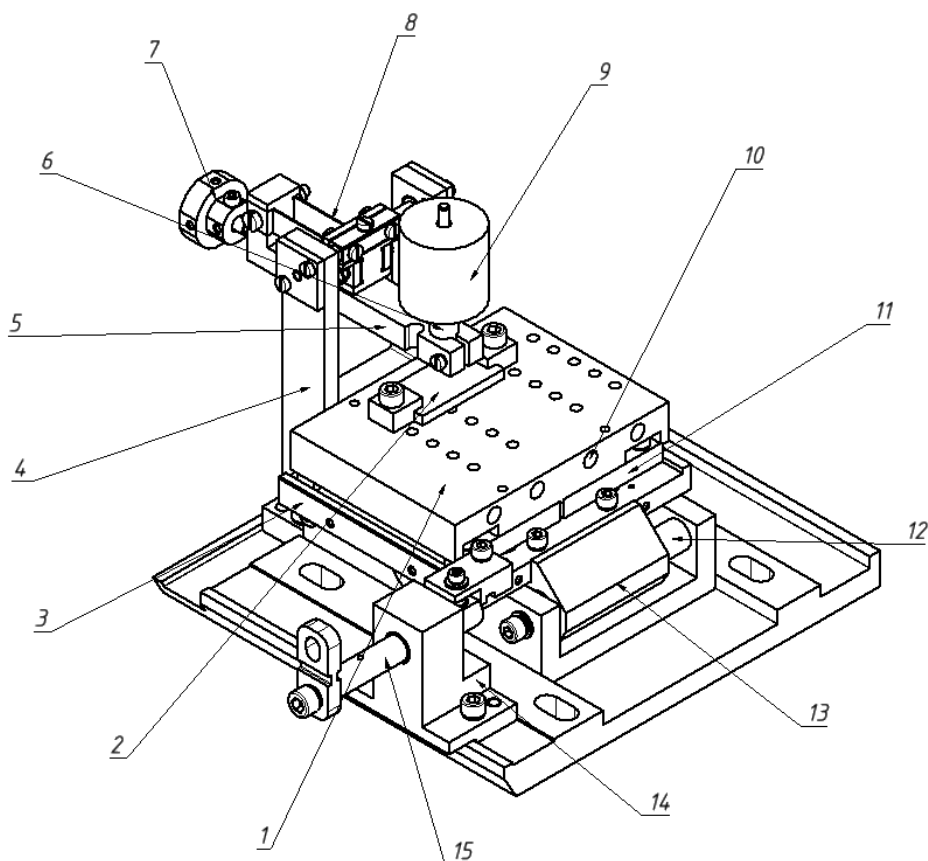


Рис. 3. Конструкция трибометрической системы станда. 1 – предметный столик; 2 – исследуемый образец; 3 – подвижная платформа; 4 – измерительная стойка; 5 – балка для крепления контртела; 6 – стержень, 7 – грузы-противовесы, 8 – тензопластины, 9 – груз для создания нормальной силы, 10 – патронные нагреватели, 11 – керамические бруски, 12 – направляющие, 13 – корпус с втулками, 14 – опора штока, 15 – шток.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для нанесения твердосмазочных MoS_2 -покрытий использовалась вакуумная технологическая установка, обеспечивающая откачку рабочей камеры до остаточного давления 10^{-3} Па. Покрытия наносили методом магнетронного распыления MoS_2 -мишени диаметром 75 мм и чистотой 99.72%, в режиме постоянного тока. В качестве рабочего газа использовался аргон 99.9995% чистоты. В качестве подложек использовали бронзовые пластины для трибологических испытаний и кремниевые пластины-свидетели с шероховатостью поверхности около 3 нм для измерения толщины полученных покрытий по профилю ступеньки с использованием профилометра-измерителя шероховатости TR220 (Фирма TIME GROUP INC., КНР). Для подготовки ступеньки на поверхность кремниевых пластин накладывалась маска, после нанесения покрытия маска удалялась.

Перед нанесением MoS_2 -покрытий предварительно выполнялась подготовка поверхности подложек методами жидкостной очистки в щелочных растворах в ультразвуковой ванне, с промывкой и осушкой. Непосредственно перед нанесением покрытия поверхности образцов обрабатывались ионным пучком с помощью автономного источника ионов. Были получены образцы покрытий с использованием подогрева (250°C) и без подогрева (температура подложки составляла около 50°C). Расстояние между мишенью и подложкой составляло 95 мм. Режимы осаждения покрытий для подготовленных образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Режимы магнетронного нанесения твердосмазочных покрытий MoS₂

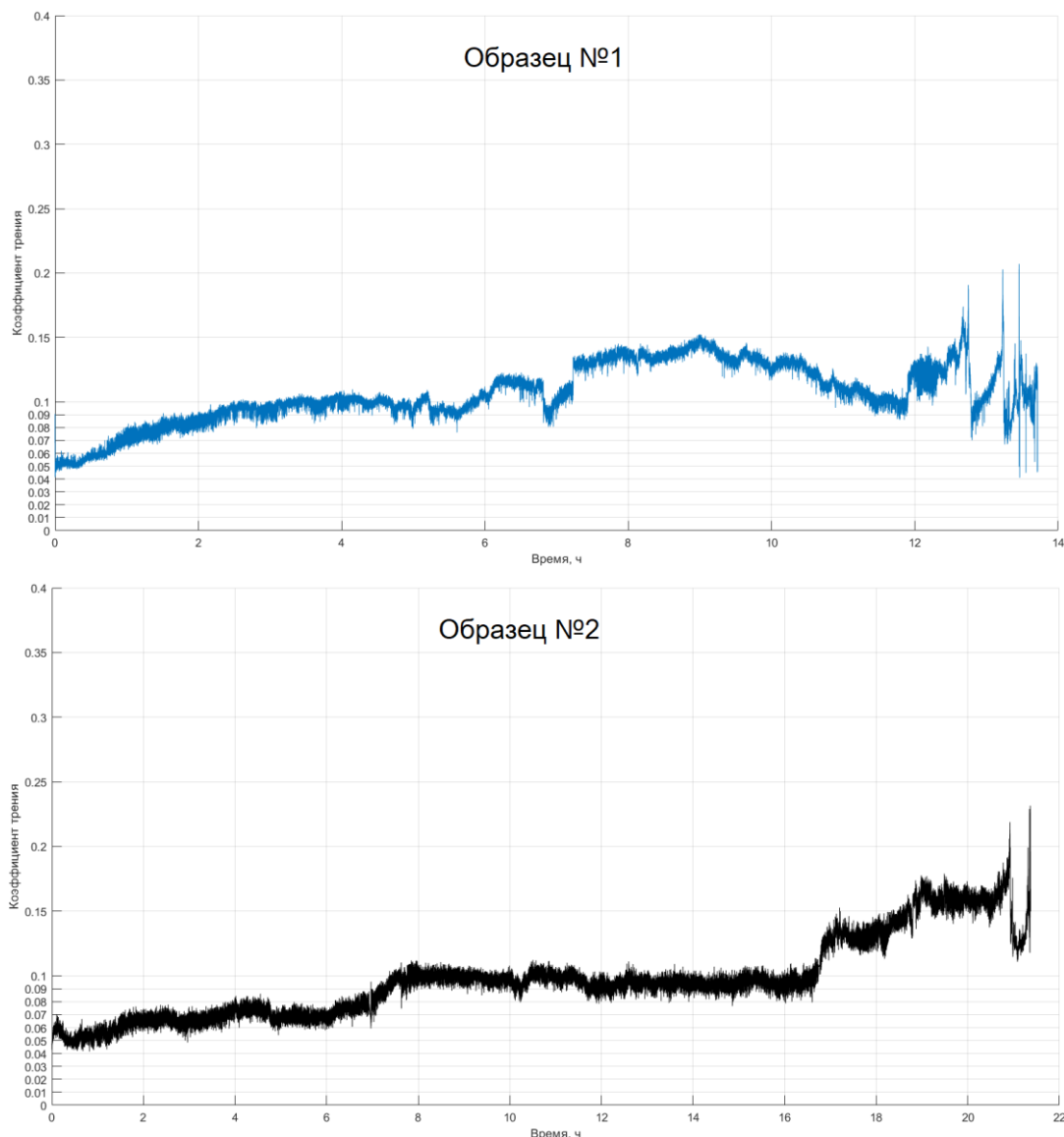
№ образца	Время осаждения, мин	Температура подложки, °С	Ток разряда, А	Напряжение, В	Давление аргона, Па	Толщина покрытия, мкм
1	360	250	0.06	430	5.82×10^{-1}	4.45
2	360	50	0.05	439	7.34×10^{-1}	4.48

Трибологические испытания проводили при нагреве бронзовых образцов с покрытиями до 250 °С. На протяжении испытаний значение температуры находилось в диапазоне 247 - 255 °С. Датчик температуры (Pt100) крепился непосредственно на исследуемой поверхности образца. Давление в камере поддерживалось на уровне ниже 10^{-2} Па. Возвратно-поступательное перемещение столика осуществлялось на частоте 0.5 Гц, средняя скорость линейного перемещения образца относительно контртела – 5 мм/с. В качестве материала контртела выступали стержни из стали 316L с полусферой диаметром 3 мм на конце. Нагрузка на контртело обеспечивала максимальную величину напряжений по Герцу на контакте около 1.04 ГПа (расчетное значение, расчеты проводили по формулам, приведенным в [1]). В расчетах использовали модули упругости материалов для температуры 250 °С.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные образцы с покрытиями испытывали на указанных выше режимах до полного износа, который определяли по росту коэффициента трения до значений, характерных для бронзы без покрытия. После испытаний на дорожках трения была видна бронза. Испытания каждого образца проводили в течение трех рабочих дней (6-8 часов в день – время испытания), с остановками, при этом до следующего испытания образцы оставались в камере, в условиях вакуума. На рисунке 4 приведены сводные графики изменения коэффициента трения MoS₂-покрытий на образцах №№ 1 и 2 на протяжении полного цикла испытаний.

Результаты свидетельствуют о более высоких трибологических характеристиках образца №2 с MoS₂-покрытием, нанесенным без подогрева подложки. На протяжении 7 часов для образца №2 коэффициент трения не превышал значения 0.08, а далее, в течение еще 10 часов его значение составляло около 0.1, время до полного износа – более 20 часов. В отношении образца №1 можно отметить более низкую стабильность трения, коэффициент трения в течение 3-х часов вырос до 0.1, с ростом от 0.1 до 0.15 на участке с 6-го по 12-й час. Ресурс покрытия на образце №1 составил менее 13 часов.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, результаты проведенных исследований свидетельствуют о работоспособности принятых при проектировании стенда решений. Вакуумная система стенда обеспечивает вакуум в камере до 10^{-5} Па. Существующая система нагрева образцов обеспечивает их подогрев до 300 °С в условиях вакуума, и это ограничение связано с конструкцией используемых патронных нагревателей малого диаметра (6 мм). При замене нагревателей на более высокотемпературные возможно обеспечить нагрев образцов до 450 °С.

Результаты трибологических исследований образцов с покрытиями свидетельствуют о более высоких характеристиках и ресурсе покрытия №2, нанесенного без подогрева подложки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Peter J. Blau. Friction Science And Technology From Concepts To Applications. - CRC Press, 2008, 420 с.

ВАКУУМНЫЕ МЕТОДЫ СИНТЕЗА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЕВ ПРОЗРАЧНОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ

VACUUM METHODS FOR THE DEPOSITION OF FUNCTIONAL LAYERS FOR TRANSPARENT ELECTRONICS

А.Х.Абдуев¹ / a_abduev@mail.ru, А.К.Ахмедов², А.Ш.Асваров², Д.В.Генералов¹,
Д.Тирадо¹

A.Kh.Abduev, A.K.Akhmedov, A.Sh.Asvarov, D.V.Generalov, D.V.Nikolaeva, J.Tirado

¹Российский университет дружбы народов, г. Москва

²Институт физики, Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН,
г.Махачкала

Рассмотрены основные тенденции развития вакуумных технологий синтеза функциональных слоев для прозрачной электроники. Особое внимание в статье уделено возрастающим потребностям индустрии в разработке низкотемпературных технологий синтеза функциональных слоев на органических носителях. Выполненный анализ показывает, что создание низкотемпературных технологий синтеза слоев без потери их качества требует реализации принципиально новых решений. На основании выполненных исследований сделаны прогнозы развития данного направления.

The main trends in the development of vacuum technologies for the deposition of functional layers for transparent electronics are considered. Particular attention is paid to the growing needs of the industry in the development of technologies for the low-temperature deposition of functional layers on organic substrates. The performed review of the current state shows that fundamentally new solutions are required for low-temperature technologies of obtaining functional layers with the same quality. Based on the studies performed, forecasts of the further development of technologies in this area are made.

Ключевые слова: прозрачная электроника, магнетронное распыление, прозрачные проводящие слои, прозрачные проводящие оксиды, активно-матричные структуры.

Keywords: transparent electronics, magnetron sputtering, transparent conducting films, transparent conducting oxides, active matrix structures.

ВВЕДЕНИЕ

Согласно широко известному закону Мура стоимость производства чипа снижается вдвое каждые полтора года [1]. Соблюдение этой тенденции является необходимым условием коммерческой привлекательности электроники. В полной мере это относится и к современному этапу развития нанотехнологий [2]. Столь стремительное развитие отрасли ставит перед исследователями и технологами возрастающие требования к характеристикам формируемых слоев.

Развитие прозрачной электроники [3] знаменуется новыми сопутствующими ключевыми словами: «низкотемпературная», «гибкая», «оксидная». В совокупности низкотемпературная гибкая оксидная прозрачная электроника нацелена на создание нового поколения электронных приборов на легких гибких полимерных подложках. Важно отметить и наметившуюся тенденцию к постепенному вытеснению кремния из ряда устройств прозрачной электроники.

Очевидно, что переход к полимерным носителям должен повлечь за собой существенное снижение температур всех задействованных технологических процессов

вплоть до 100°C. При этом разработчики приборов будут заинтересованы, по крайней мере, в сохранении основных характеристик слоев, достигнутых ранее, при более высокотемпературном осаждении на неорганические подложки. Например, для слоев TCF (*transparent conducting films*), синтезированных на органических носителях при температурах близких к комнатным, потребуется достижение удельных сопротивлений на уровне 3×10^{-4} Ом·см, при оптическом пропускании в видимой области спектра не ниже 90%. Таким образом, новая прозрачная электроника с исчерпывающим громоздким названием «прозрачная, низкотемпературная, гибкая, оксидная электроника» потребует разработки и реализации принципиально новых подходов и технологических решений. В настоящей работе сделана попытка проанализировать возможные пути поиска новых технологий синтеза данных структур и перспективы развития названного направления. Рассмотрим их далее.

ПРОЗРАЧНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА И ДОСТУПНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Базовые материалы для формирования функциональных слоев прозрачной электроники широко известны - это широкозонные оксиды для формирования прозрачных электродов и диэлектриков, а также слои, используемые в качестве компонентов активно-матричных транзисторных структур (*TFT, thin film transistor*) [4]. Среди перспективных альтернативных материалов заметное место занимают также слои графена [5].

В ряду функциональных слоев прозрачной электроники наиболее остро стоит вопрос формирования прозрачных проводящих слоев TCF. Индустрия производства прозрачных электродов в прозрачной электронике занимает исключительно важное место. Так, согласно обзору рынка TCF, [6] ее суммарный годовой мировой объем составляет около 5 млрд. Здесь основную долю рынка занимает ИТО, твердый раствор оксидов индия и олова. Однако, стремительно развивающаяся индустрия ЖК дисплеев остро нуждается в разработке альтернативных прозрачных электродов с приемлемыми эксплуатационными характеристиками и доступностью материалов (см. напр., [7]). Интенсивные поиски путей создания альтернативных слоев TCF для ЖК индустрии пока не привели к очевидным успехам. Большие надежды в этом направлении связаны с возможностью реализации слоев TCF на основе графена и других аллотропных модификаций углерода [5,8,9]. Следует, однако принять во внимание, что и резервы поиска альтернативных оксидных материалов для формирования прозрачных электродов также далеко не исчерпаны [10].

Другим успешным направлением развития прозрачной электроники явилось вытеснение кремния из TFT активно-матричных структур ЖК (OLED) дисплеев [11]. В частности, успешная реализация каналов TFT на основе слоев IGZO (In-Ga-Zn-O) способствовала получению полностью оксидных прозрачных тонкопленочных транзисторов с улучшенными характеристиками и их широкому внедрению в различных приложениях.

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА. ПУТИ СНИЖЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ СИНТЕЗА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЕВ

Основным направлением снижения стоимости технологий и расширения функционала продукции прозрачной электроники представляется тотальный переход к использованию рулонных полимерных материалов в качестве носителей, что в свою очередь, требует разработки низкотемпературных технологий синтеза функциональных слоев с высокими оптическими, электрофизическими и эксплуатационными характеристиками. Ранее было показано, что одним из путей синтеза совершенных оксидных слоев при относительно низких температурах является формирование на поверхности роста легкоплавкой нестехиометричной фазы ZnO_{1-x} , обеспечивающей увеличение длины миграции осаждаемых атомов на поверхности роста и, как следствие, подавление процесса формирования столбчатых структур [12]. (см. рис. 1).

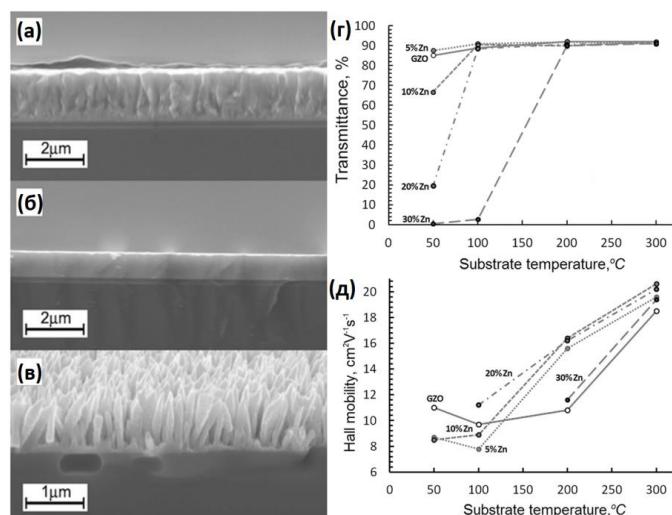


Рис. 1. Поперечные сколы слоев ZnO, синтезированных методом магнетронного распыления из потока реагентов, содержащих избыточный Zn, при температурах 50 (а), 450 (б) и 750°C (в); Средний коэффициент оптического пропускания в видимой области (г) и холловская подвижность свободных носителей заряда (д) пленок ZnO, осаждаемых при распылении композитной ZnO:Ga–Zn мишеней.

Использование атомно-слоевого метода синтеза слоев из металлоорганических соединений позволило синтезировать слои TCF на основе ZnO с относительно высокими характеристиками при относительно низких температурах [13]. При синтезе слоев ZnO из паров диметилцинка было обнаружено «окно ALD» при 150°C (см. рис. 2а).

В работе [14] аналогичное «окно» с максимумом в окрестности 150°C было обнаружено при реактивном магнетронном распылении Zn в среде Ag–H₂ (рис. 2б). Авторами выдвинута модель формирования слоев по механизму Ленгмюра-Хиншельвуда в процессе взаимодействия атомов цинка с монослоем воды, адсорбированным на поверхности роста.

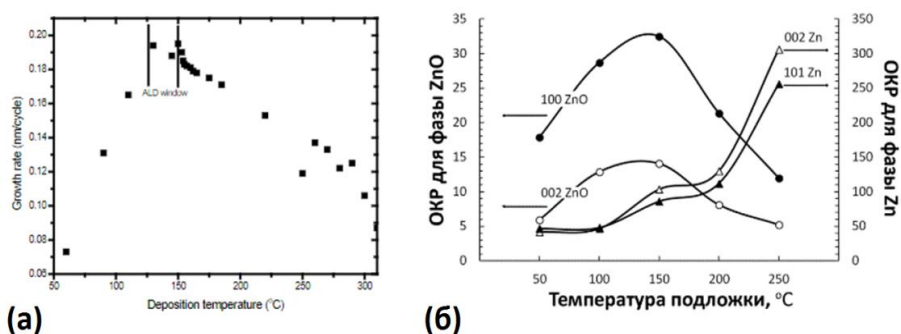


Рис. 2. а – температурная зависимость скорости синтеза слоев ZnO методом от температуры при ALD синтезе [Ошибка! Закладка не определена.]; б – зависимость размеров зерен ZnO и Zn от температуры синтеза в композитных слоях, полученных при магнетронном распылении цинковой мишени в присутствии паров воды [Ошибка! Закладка не определена.].

Эти работы показывают, что реальные надежды на создание новой перспективной технологической базы прозрачной электроники следует связывать не только с поиском новых уникальных материалов, но и с глубоким пониманием механизмов протекания поверхностных реакций при различных методах синтеза слоев.

РЕЗЕРВЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СТРУКТУРЫ СЛОЕВ

Одним из серьезных резервов в совершенствовании структуры и улучшении эксплуатационных характеристик функциональных слоев является оптимизация процессов зарождения и коалесценции зародышей слоев при относительно низких температурах.

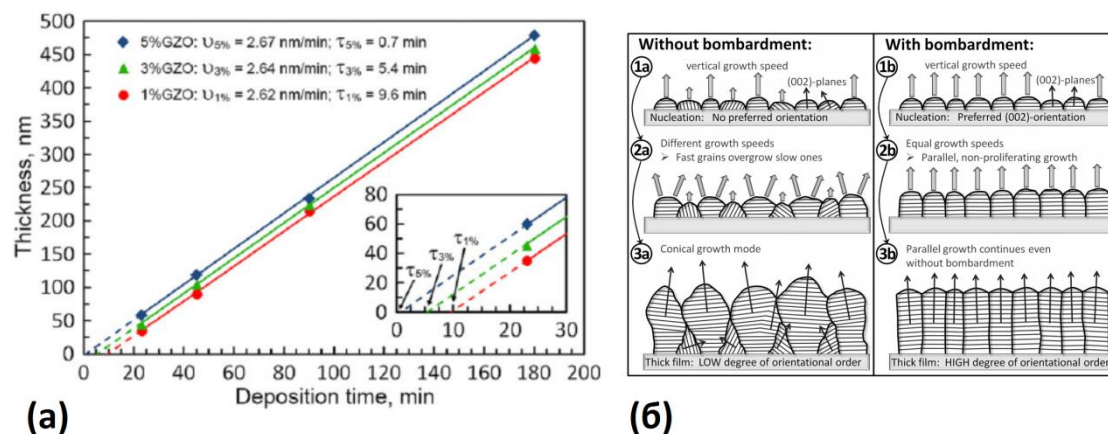


Рис. 2. а – зависимость толщины слоев ZnO:Ga от времени напыления для различных уровней легирования ZnO галлием [Ошибка! Закладка не определена.]; б – модель, объясняющая влияние ионного ассистирования на степень упорядоченности в низкотемпературных тонких пленках на основе ZnO, предложенная в работе [Ошибка! Закладка не определена.].

На рис. 3 показано, что формирование нестехиометричных оксидных фаз с избытком легкоплавкого металла на поверхности роста позволяет достичь ранней коалесценции зародышей и, как следствие, существенного совершенствования структуры и снижения рельефа поверхности слоев [14]. В работе [15] показано, что структура синтезируемых при магнетронном распылении слоев и геометрия формируемых столбов в значительной степени определяется условиями ионной бомбардировки поверхности роста слоев. В частности, бомбардировка ионами кислорода приводит к формированию разупорядоченных столбов, в то время как использование инертных газов приводит к формированию структур с хорошо упорядоченными столбами.

ВЫВОДЫ

Анализ приведенных материалов позволяет сделать следующие выводы и прогнозы о том, что на сегодняшний день наибольшие перспективы развития прозрачной электроники могут быть связаны со следующими материалами и структурами:

- функциональные слои на основе сложных многокомпонентных композиций широкозонных оксидов;
- гибридные структуры, содержащие в своем составе слои на основе сложных оксидов и аллотропных модификаций углерода.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работы выполнены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (№ 20-07-00760_A, № 19-07-00537_A) с привлечением оборудования Аналитического центра коллективного пользования ДФИЦ.

ЛИТЕРАТУРА

1. C. Toumey. Less is Moore. Nature Nanotech., 2016, V. 11, P. 2–3.

2. J. Wu, Y.-L. Shen, K. Reinhardt, H. Szu, B. Dong. A Nanotechnology Enhancement to Moore's Law. *Appl. Comput. Intell. Soft Comput.* 2013, V. 2013, P. 426962.
3. F.N. Ishikawa, H. Chang, K. Ryu, P.Chen, A. Badmaev, L.G. D. Arco, G. Shen, C. Zhou. Transparent Electronics Based on Transfer Printed Aligned Carbon Nanotubes on Rigid and Flexible Substrates. *ACS Nano*, 2009, V. 3, P. 73–79.
4. T. Riedl. Transparent OLED Displays. In *Transparent Electronics* (eds A. Facchetti and T.J. Marks), 2010.
5. P. Kumar, A.K. Singh, S. Hussain, H.K. Nam, K.S. Hui, J. Eom, J. Jung, J. Singh. Graphene: Synthesis, Properties and Application in Transparent Electronic Devices. *Rev. Adv. Sci. Eng.* 2013, V. 2, P. 238–258.
6. <http://www.insightmedia.info/market-reports/transparent-conductor-markets-2014-2021/transparent-conductor-markets-2014-2021-detail>
7. M. Aleksandrova, N. Kurtev, V. Videkov et al. Material alternative to ITO for transparent conductive electrode in flexible display and photovoltaic devices. *Microelectron. Eng.*, 2015, V. 145, P. 112–116.
8. E.J. López-Naranjo, L. J. González-Ortiz, L. M. Apátiga et al. Transparent Electrodes: Review of the use of carbon-based nanomaterials. *J. Nanomater.*, 2016, V. 2016, P. 4928365.
9. Y. Zhou, R. Azumi. Carbon nanotube based transparent conductive films: progress, challenges, and perspectives. *Sci. Technol. Advanc. Mater.*, 2016, V. 17, P. 493–516.
10. K Ellmer. Resistivity of polycrystalline zinc oxide films: current status and physical limit. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2001, V. 34, P. 3097–3108.
11. M.-Ch. Yu, D.-B. Ruan, P.-T. Liu. High Performance Transparent a-IGZO Thin Film Transistors with ALD-HfO₂ Gate Insulator on Colorless Polyimide Substrate. *EEE Trans. Nanotechnol.*, 2020, V. 19, P. 481–485.
12. A. Abduev, A. Akhmedov, A. Asvarov, V. Belyaev. Improved ZnO based materials for to-date flat panel displays. *SID Symposium Digest of Technical Papers*, 2019, V. 50, P. 977–980.
13. S.-Y. Pung, K.-L. Choy, X. Hou, Ch. Shan. Preferential growth of ZnO thin films by the atomic layer deposition technique. *Nanotechnology*, 2008, V. 19, P. 435609.
14. А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, Р. М. Эмиров. Реактивное магнетронное распыление цинковой мишени в парах воды. *Вакуумная техника, материалы и технология: труды XIV Международной научно-технической конференции (Москва, КВЦ «Сокольники», 16 – 17 апреля 2019 г.)*, 2019. С. 136–140.
15. A. Abduev, A. Akmedov, A. Asvarov, A. Chiolerio A. A Revised Growth Model for Transparent Conducting Ga Doped ZnO Films: Improving Crystallinity by Means of Buffer Layers. *Plasma Process. Polym.*, 2015, V. 12, P. 725–733.
16. D. Köhl, M. Luysberg, M. Wuttig. Structural improvement of zinc oxide films produced by ion beam assisted reactive sputtering. *J. Phys. D Appl. Phys.*, 2010, V. 43, P. 205301.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОВОГО МЭМС-СЕНСОРА МАССОВОГО РАСХОДА ГАЗА

INVESTIGATION OF THERMAL MEMS SENSOR OF GAS MASS FLOW RATE

В.Т.Рябов¹, (ORCID: 0000-0002-4781-3186), **Н.А.Дюжев²** / v_ryabov@mail.ru

V.T.Ryabov¹, (ORCID: 0000-0002-4781-3186), **N.A.Djuzhev²** / v_ryabov@mail.ru

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

По результатам исследований теплового сенсора массового расхода газа показано, что при различных схемах аналоговой обработки его сигнала можно добиться уникально высокой чувствительности и совмещения измерения перепада температур на фронте и спаде и падения температуры нагревателя в одном сигнале.

The results of the studies of the thermal sensor of the mass flow rate of gas have shown that with various analogue signal processing circuits it is possible to achieve uniquely high sensitivity and combining the measurement of the temperature difference at the front and the decline and the temperature drop of the heater in one signal.

Ключевые слова: *массовый расход газа, тепловой МЭМС-сенсор, поток газа, выделение и обработка сигнала.*

Keywords: *mass gas flow rate, thermal MEMS sensor, gas flow, signal extraction and processing.*

ВВЕДЕНИЕ

Датчики массового расхода газа широко используются в вакуумном технологическом и исследовательском оборудовании. В последнее время особенно актуально стало использование таких датчиков в медицинском оборудовании, в частности, в аппаратах искусственной вентиляции легких (ИВЛ).

Использование технологий микроэлектромеханических систем позволяет создавать миниатюрные чувствительные элементы (сенсоры) массового расхода газа на кремниевых кристаллах (ЧИПах). Массовый характер производства большого числа сенсоров с аналогичными параметрами на одной пластине позволит существенно уменьшить их стоимость. Широко известен такой сенсор фирмы Honeywell, измеряющий перепад температур на фронте и спаде «теплового облака», создаваемого нагревателем. Технология производства этого сенсора была даже положена в основу учебного пособия для курса бакалавриата университета Луисвилля [1]. Этот сенсор был создан в начале 80-х годов прошлого века и является основой большинства датчиков потока этой фирмы.

Недостатком тепловых МЭМС-сенсоров являются ограничения на диапазон измерения скоростей потока газа, обусловленные изменением характера его потока: ламинарный или турбулентный. Для измерения расхода в ламинарном потоке используется калориметрический метод, основанный на измерении перепада температур в тепловом облаке, создаваемом нагревателем. Для измерения расхода в турбулентном потоке используется термоанемометрический метод, основанный на отводе тепла от нагревателя.

Цель данного исследования - разработка отечественного теплового МЭМС-сенсора с расширенным диапазоном измерения скорости потока газа и повышенной точностью и чувствительностью. Кроме того, мы стремились создать отечественный аналог датчика AWM720P1 фирмы Honeywell [2] для использования в аппаратах ИВЛ.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Проводились аналитические и экспериментальные исследования образца МЭМС-сенсора из опытной партии. Кремниевый ЧИП имеет размер 3x4 мм, на нем вытравлена мембрана размерами около 0,5x0,75 мм., состоящая из чередующихся слоев Si_3N_4 и SiO_2 . Общая толщина мембраны около 0,6 мкм. (рис.1).

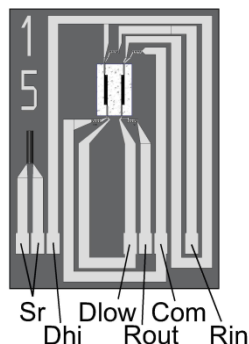


Рис.1. Опытный образец теплового МЭМС-сенсора массового расхода газа.

На кристалле сформированы 5 платиновых терморезисторов. Один резистор расположен на теле кристалла (резистор среды, рис.1 слева). Он предназначен для измерения температуры кремниевого кристалла, выводы этого резистора обозначены на рис. 1 символами Sr. Четыре других терморезистора расположены на мембране и включены в измерительный термомост. Он предназначен для формирования «теплового облака» и измерения его температуры на фронте и спаде по потоку газа. При этом поток газа направлен слева на право, чтобы «тепловое облако» оказывало минимальное воздействие на резистор среды.

Резисторы термомоста расположены в двух секциях, во входной In (слева на мембране на рис. 1) и в выходной Out (справа). Схема термомоста показана на рис. 2, а). Каждая секция содержит по два аналогичных резистора сопротивлениями R_i и R_o , образующих плечо моста. Резисторы R_i расположены во входной секции, а R_o – в выходной. Вывод резистора входной секции подключен к контактной площадке кристалла Rin, а вывод резистора выходной секции подключен к контактной площадке Rout.

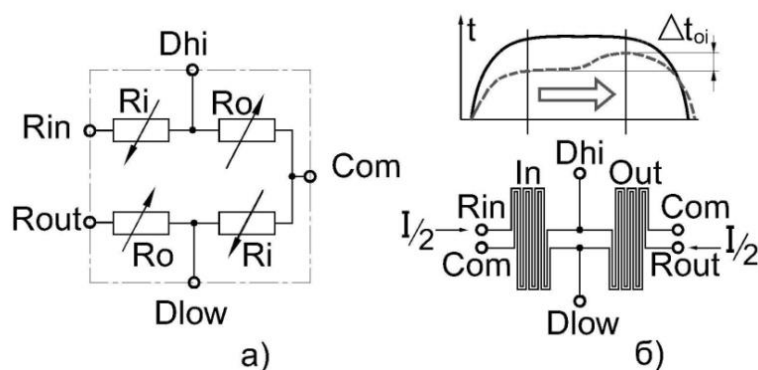


Рис.2. Принцип работы термомоста: а) электрическая схема подключения терморезисторов; б) изотерма теплового облака и схема прохождения токов в плечах термомоста.

На резисторах R_i и R_o изображены стрелки, показывающие увеличивается или уменьшается значение сопротивления соответствующего терморезистора при появлении потока газа, обдувающего мембрану. Между резисторами R_i и R_o сформированы выводы диагонали термомоста Dhi и Dlow, подведенные к соответствующим контактным площадкам (рис. 1). На выводе Dhi напряжение возрастает с увеличением потока газа, а на выводе Dlow – уменьшается.

На рис. 2. б) показана схема прохождения токов по плечам моста и изотерма теплового облака, которое формируется при прохождении тока I через мост. Причем по каждому плечу в силу симметрии протекает половина тока моста.

Экспериментальные исследования чувствительного элемента проводились на автоматизированном стенде [3], оснащённом средствами задания потока газа и средствами измерения, сертифицированными в РФ. Для задания величины потока газа использовались 12-и разрядные цифроаналоговые, а для фиксации результатов 16-и разрядные аналогово-цифровые преобразователи.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Если мост нагружен управляемым источником тока I и поток газа отсутствует, то сопротивление R_t каждого из резисторов термомоста составит:

$$R_t = R_0(1 + \alpha \cdot \Delta t_0).$$

Здесь R_0 – сопротивление терморезистора при нормальной температуре, α – температурный коэффициент сопротивления (ТКС), Δt_0 – повышение температуры терморезистора относительно нормальной.

Сигнал на диагонали $\Delta D = (D_{hi} - D_{low})$ при появлении потока газа, искажающего теплового облака будет равен:

$$\Delta D = \frac{I}{2} R_t \cdot \alpha \cdot \Delta t_{oi}, \dots \dots \dots (1)$$

здесь Δt_{oi} – перепад температуры между выходной и входной секцией термомоста.

При увеличении тока I через мост сигнал ΔD с диагонали возрастает, во первых, из-за того, что ток входит в этот сигнал в качестве множителя, во вторых за счет увеличения значения R_t из-за дополнительного разогрева резисторов. А дополнительный разогрев пропорционален квадрату тока. И в третьих, за счет перераспределения мощности между входной I_n и выходной O_u секциями из-за искажения изотермы теплового облака потоком газа, обдувающего мембрану. В секции, температура которой больше сопротивление возрастает и, при равенстве токов, выделяется большая мощность. Т.е. в физическом процессе формирования сигнала рассматриваемого сенсора, запитанного постоянным током, присутствует механизм положительной обратной связи.

Все это приводит к уникально высокой чувствительности термомоста при питании его источником тока. Такие схемы с повышенной чувствительностью могут быть перспективны для использования в газовых хроматографах.

Сенсор, запитанный источником тока, использовался для создания аналога датчика массового расхода AWM720P1 фирмы Honeywell [2]. Он был вставлен в байпасный канал и смонтирован вместе со схемой обработки сигнала в корпусе этого датчика. Испытания показали, что при токе питания термомоста около 4,5 мА и коэффициенте усиления около 60-и происходило насыщение сигнала напряжением питания. Усиление было слишком велико.

На рис. 3 представлено сравнение стандартного сигнала датчика AWM720P1 и опытного образца МЭМС-сенсора, когда на выходе байпасного канала корпуса был установлен дроссель с диаметром отверстия 0,75 мм. Это заметно снизило величину выходного сигнала.

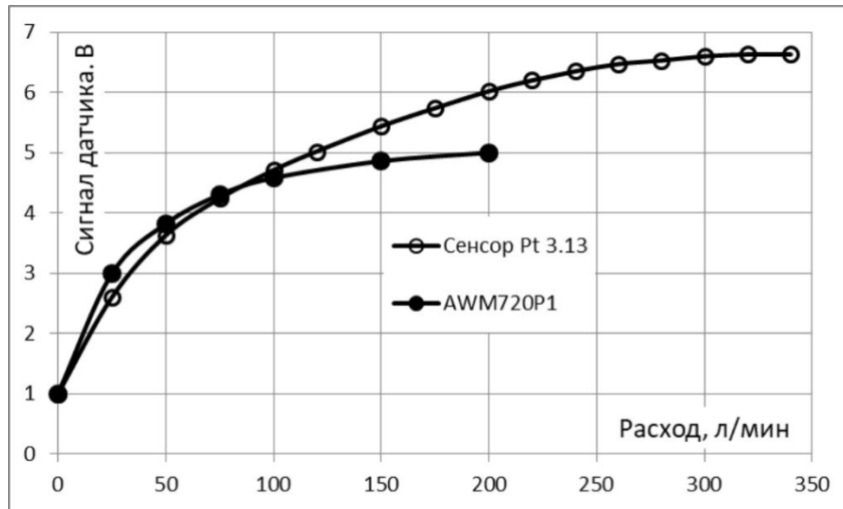


Рис.3. Стандартный сигнал датчика AWM720P1 и датчика с опытным образцом МЭМС-сенсора.

Из рисунка видно, что диапазон измерения потока с новым МЭМС-сенсором стал шире и есть возможность повторить характеристику датчика AWM720P1 за счет подбора тока питания, дросселирования байпасного канала и выбора коэффициента усиления схемы датчика.

Другая схема получения сигнала с измерительного термомоста показана на рис. 4. Такая схема использовалась для обработки сигнала полупроводникового датчика давления [3]. Это два идентичных источника тока, управляемых сигналом U_d . Выходной сигнал U_{tm} этой схемы равен:

$$U_{tm} = U_{out} - U_{in} = U_d \cdot Rt \left(\frac{1}{Ri(t)} + \frac{1}{Ro(t)} \right) \cdot \alpha \cdot \Delta t_{oi} = U_d \cdot Rt \cdot \frac{\rho_{tm}}{2} \cdot \alpha \cdot \Delta t_{oi} \dots \dots \dots (2)$$

Здесь R_t , как и в предыдущем случае, установившееся сопротивление терморезистора моста при отсутствии потока газа; α – ТКС; Δt_{oi} – перепад температуры между выходной и входной секцией термомоста; $R_i(t)$, $R_o(t)$ – сопротивление резистора входной и выходной секции при потоке газа; $\rho_{tm}(t)$ – проводимость термомоста.

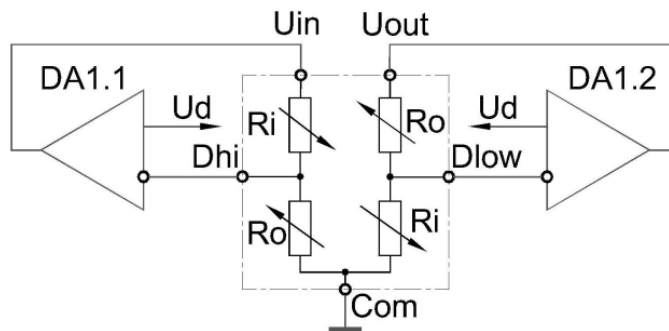


Рис.4. Вариант схемы для получения сигнала с МЭМС-сенсора расхода газа.

Анализ формулы (2) показывает, что выходной сигнал термомоста зависит не только от разности температур входной и выходной секций Δt_{oi} и сопротивления R_t , но от проводимости термомоста. Когда поток из ламинарного становится турбулентным, сигнал разности температур Δt_{oi} перестает увеличиваться с возрастанием расхода. Возрастает только отвод тепла, средняя температура термомоста падает, а его проводимость $\rho_{tm}(t)$ возрастает. Выходной сигнал продолжает расти. Это расширяет диапазон скоростей потока газа, измеряемых МЭМС-сенсором.

На рис. 5 представлены результаты экспериментальных исследований второго варианта схемы (рис. 4). Сенсор был установлен в пристеночной области основного канала датчика диаметром 0,5'.

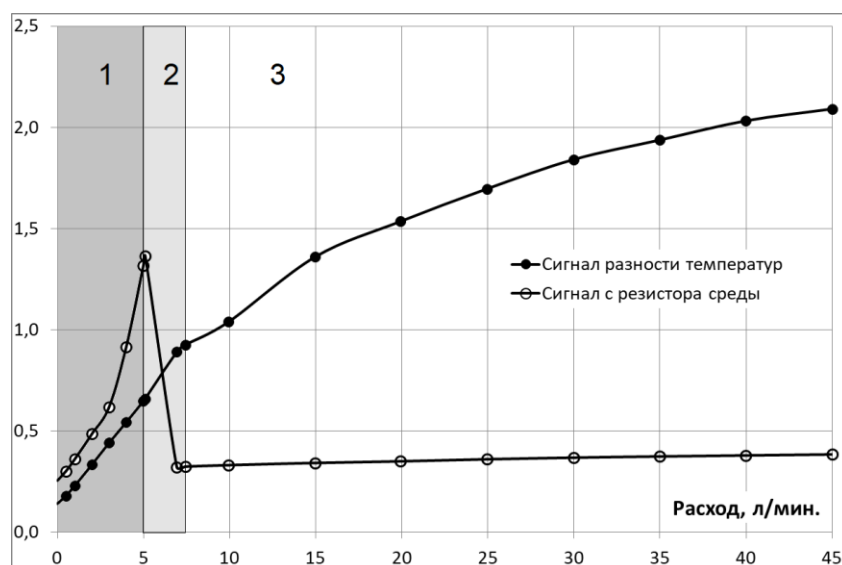


Рис. 5. Экспериментальные зависимости усиленного выходного сигнала термомоста сенсора и сигнала, снимаемого с резистора среды.

График, показанный на рис. 5, четко распадается на три зоны. В зоне 1 поток ламинарный, тепловое облако с увеличением расхода все больше прижимается к поверхности кристалла, его температура и сигнал с резистора среды растут. Сигнал с термомоста практически линеен. В зоне 2 начинается срыв ламинарного потока, температура кристалла падает. Это переходная зона. Поток становится турбулентным в зоне 3. Отвод тепла от термомоста с увеличением скорости потока растет, температура падает. Сигнал с сенсора продолжает расти, так как растет проводимость термомоста $\rho_{tm}(t)$ с понижением его температуры.

ВЫВОДЫ

Рассмотренный термомост МЭМС-сенсора из четырех терморезисторов, расположенных в двух секциях, входной и выходной по потоку газа, позволяет:

- одновременно служить нагревателем, т.е. создавать «тепловое облако» и измерять перепад температур между его фронтом и спадом;
- существенно повысить чувствительность сенсора при питании термомоста источником тока и снизить требования к схеме последующего усиления и нормализации сигнала датчика;
- расширить диапазон измеряемых расходов МЭМС-сенсора и объединить в одном сигнале перепад температур и падение температуры в зависимости от массового расхода газа;
- позволяет вести измерения массового расхода в условиях ламинарного, переходного и турбулентного течения газа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Cole, Jason B. 1971-, "Bulk-micromachined mass airflow sensor fabrication and testing methodology for an undergraduate microfabrication course." (2000). Electronic Theses and Dissertations. Paper 264. <https://doi.org/10.18297/etd/264>.

2. Airflow Sensors AWM700 Series, Compensated/Amplified. 32301627-B-EN IL50 July 2015
© 2015 Honeywell International Inc. URL: <https://sensing.honeywell.com/products/sensing-and-iot>.

3. Дюжев Н.А., Новиков Д.В., Рябов В.Т. Автоматизация процесса измерения параметров чувствительных элементов датчиков расхода газов. // Изв. вузов. Электроника. – 2018. – Т. 23. – № 1. – С. 62–71.

4. Полупроводниковый датчик давления: пат. 2165602 Рос. Федерация : МПК⁷ G01 L 9/04, G01 L 19/04 / Рябов В.Т.; заявл. 10.08.99 ; опубл. 20.04.01, Бюль. №11. – 3 с.: ил.

СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ

ВЛИЯНИЕ ИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И ТОПОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОВЕРХНОСТЕЙ

ION TREATMENT EFFECT ON THE ELECTRICAL AND TOPOLOGICAL SURFACES CHARACTERISTICS

А.Д.Купцов, / alex-kouptsov@yandex.ru
С.В.Сидорова

A.D. Kuptsov, S.V.Sidorova

МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва

Описывается технологический модуль подготовки подложек и материально-техническая база проведения экспериментальных исследований. Изучается сопротивление и шероховатость поверхности проводящей подложки и диэлектрических покрытий с предварительной обработкой источником ионов и без обработки.

The technological module – an ion source (IS) for the preparation of substrates and the technical base of experimental research are described. The resistance and roughness of the surface of the conductive substrate and dielectric coatings are studied with and without preliminary treatment with an IS.

Ключевые слова: технологический модуль, шероховатость поверхности, источник ионов.

Key words: technological module, roughness of the surface, ion source.

ВВЕДЕНИЕ

Развитие современной науки, техники и технологий порождает развитие элементарных единиц и комплексов оборудования и устройств. Изобретаются различные элементы контроля и управления. Например, традиционным элементом датчиков термосопротивления является планарная подложка [1], однако ее форма может быть отлична от плоской [2-4]. Также в последние года большой интерес появляется к наноразмерным системам, микрокластерам и ультратонким пленкам [5-8].

В таком случае влияние наноразмерных вакансий концептуально влияет на качества и свойства получаемых покрытий.

Целью работы является изучение влияния предварительной ионной обработки подложки на свойства и качество диэлектрических покрытий.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В качестве материально-технической базы используется установка МВТУ-11-1МС. Структурно-компоновочная схема установки показана на рис.1.

Энергообеспечение установки происходит через распределительный шкаф 12. Управление кинематикой установки (шаговый двигатель вращения подложкодержателя, сервоприводы вращения заслонки технологических источников и заслонки, дросселирования откачки турбомолекулярного насоса) осуществляется с компьютера 5. Установка предварительно откачивается форвакуумным насосом 9 XDS-10,

расположенным на раме 8 с атмосферы до давления 2,0 Па за 15-20 минут. Контроль давления в форвакуумной магистрали осуществляется с помощью датчика Пирани 2. Далее включается турбомолекулярный насос 10 nEXT-240D, который откачивает камеру 4 до высокого вакуума 0,005 Па. Контроль давления осуществляется с помощью широкодиапазонного датчика WRG 3. На верхний фланец подложкодержатель 11 возможно установить до трех подложек диаметром 76 мм. Подача питания на источник ионов 6 и источник магнетронного распыления 7 производится с блоков питания для соответствующих модулей, расположенных в шкафу 13. С баллонов газа 1 подается поток рабочих газов.

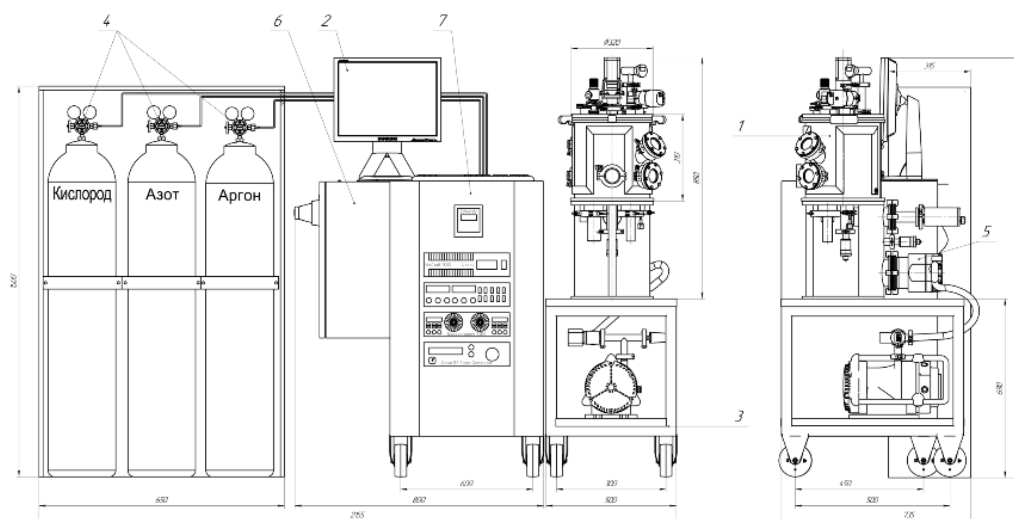
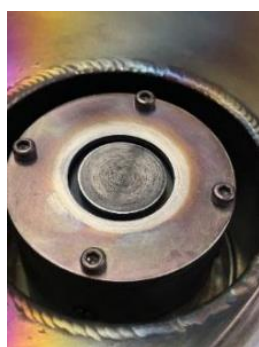


Рис.1.1 Установка MBTU-11-1МС.

Для проведения экспериментальных исследований использовался технологический модуль – источник ионов (ИИ) (рис.2). Использование ИИ позволяет воздействовать на качество покрытий, а именно – на адгезию наносимого покрытия к подложке. ИИ повышает скорости осаждения металлических покрытий при ионном ассистировании [9], увеличивает плотность упаковки осаждаемой пленки [10], очищает и активирует поверхность перед нанесением покрытий [11-14].



а)



б)

Рис.2.2 Источник ионов. а – ИИ в камере; б – ИИ в работе.

ИИ предназначен для получения цилиндрического пучка ионов и использования в вакуумных установках (по типу MBTU-11-1МС) для проведения процессов ионной очистки и ассистирования. ИИ генерирует и испускает пучок ионов в форме цилиндра со слабым расхождением к конической форме. ИИ рассчитан на наружное фланцевое

присоединение к стенкам рабочих камер. Технические характеристики источника: ток разряда до 30 мА, напряжение разряда до 3 кВ, рабочее давление в вакуумной камере 0,1 Па и ниже.

Отработаны режимы работы ИИ. При испускании плазмы ионов снимаются значения выходного напряжения при увеличении выходного тока на блоке питания источника с шагом 1 мА. По полученным данным построена вольт-амперная характеристика (ВАХ) ИИ (рис.3).

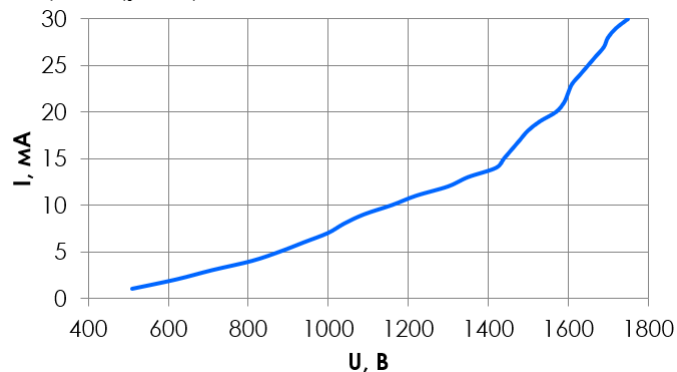


Рис.3. ВАХ системы ИИ.

Расход рабочего газа аргона – 0,12 л/ч. Рабочее давление в камере в процессе работы ИИ – 0,038 Па. При давлении выше, чем 0,1 Па, ИИ не работает – ВАХ имеет ступенчатый характер с 0 до 30 ... 50 мА при напряжении от 350 до 400 В.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИОННОЙ ОБРАБОТКИ ПОДЛОЖКИ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЛЕНОК

Проводится эксперимент по изучению влияния предварительной ионной очистки подложек перед формированием покрытий. В вакуумную камеру устанавливается 4 металлические подложки. Два образца подвергаются предварительной обработке ИИ, два – нет. Процесс очистки ИИ длится 10 минут. После чего в едином вакуумном цикле наносится диэлектрическое покрытие на основе оксида и нитрида кремния методом ионно-плазменного осаждения [15, 16].

Образцы с нанесенным покрытием показаны на рисунке 4.

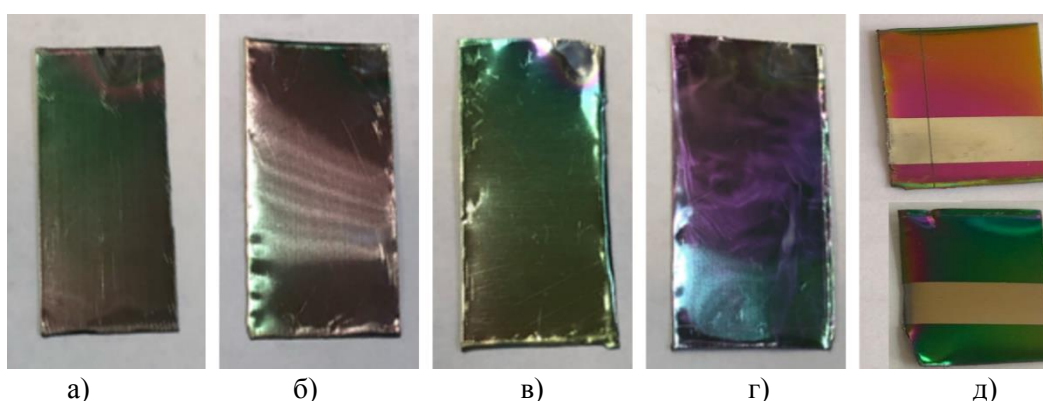


Рис.4. Экспериментальные образцы. а – г – образцы с покрытием Si_xN_y ; д – образец с покрытием SiO_x (сверху до обработки ИИ, снизу – после)

При формировании покрытия нитрида кремния варьируется соотношение компонентов аргона (17,3 и 10,6 см³/мин) и азота (2,4 и 12,0 см³/мин). Формирование происходит из мишени кремния реактивным магнетронным осаждением. Оксид кремния

формируется из цельной мишени при мощности RF блока питания 50 Вт. Толщина диэлектрических пленок 500 ± 15 нм. Измеряется сопротивление покрытия нитрида кремния и оксида кремния. Результаты измерения показаны на рис.5.

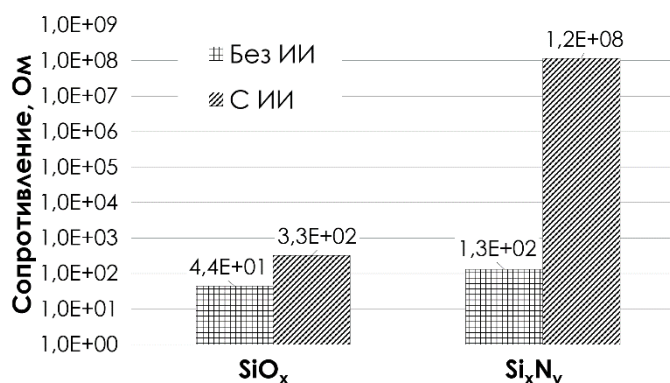


Рис.5. Результаты измерения сопротивления.

Предварительная обработка подложек ИИ позволяет повысить сопротивление диэлектрических покрытий на металлических поверхностях.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ

Методом АСМ измеряется шероховатость поверхности металлических подложек до обработки ионным лучом и после, также исследованы покрытия оксида кремния и нитрида кремния до и после обработки.

В качестве оборудования используется сканирующий зондовый микроскоп Solver Next. Измерения проводятся в полуконтактном режиме. Размер сканирующей области 100x100 мкм. Количество точек сканирования 512x512 рх. В качестве зонда используется кремниевый кантилевер NSG01 с радиусом вершины 6 нм.

Результаты измерения топологий поверхностей до и после обработки ионным лучом показаны в таблице 1.

Таблица 1.

АСМ-изображения топологии подложек и покрытий

Исследуемая поверхность	Подложка (металл)	Оксид кремния	Нитрид кремния
До обработки			
После обработки			

Изображения проходят предварительную обработку, в процессе которой убираются артефакты (наклон поверхности, столбчатые выбросы), изображения сглаживаются.

Измерения шероховатости происходят на области 100x100 мкм, при этом в пяти точках значения шероховатости показываются в области 15x15 мкм для исключения артефактов, которые не удается устранить.

Данные по измерениям представлены в таблице 2.

Таблица 2.

Результаты измерения шероховатости поверхностей

№ измерения	Подложка		Покрытие			
			SiO _x		Si _x N _y	
	До обработки и ИИ	После обработки и ИИ	До обработки и ИИ	После обработки и ИИ	До обработки и ИИ	После обработки и ИИ
Ra ₁ , нм	15,8	17,7	22,7	34,5	38,8	16,1
Ra ₂ , нм	21,0	25,0	48,6	22,1	39,3	13,2
Ra ₃ , нм	14,6	29,3	27,6	51,9	54,6	10,5
Ra ₄ , нм	26,8	35,9	42,4	19,5	33,4	18,3
Ra ₅ , нм	25,1	31,2	21,6	19,6	40,6	21,2
\overline{Ra}, нм	20,66	27,82	32,58	29,52	41,34	15,86

Ионная обработка позволяет увеличить шероховатость подложки за счет удаления нано- и микрочастиц с поверхности заготовки. Среднее значение шероховатости увеличилось на 7,16 нм. Следует отметить, что ионная обработка проводилась под углом 90 градусов к поверхности образца. Для такого расположения системы характерно распыление впадин микрорельефа подложки, что согласуется с полученными результатами об увеличении шероховатости.

Измерение шероховатости покрытия показывает, что влияние работы ИИ уменьшает шероховатость поверхности: на 3,06 нм и 25,46 нм соответственно для оксида и нитрида кремния. Уменьшение шероховатости покрытий связано с процессом полирующего травления покрытия при воздействии плазмы ионов рабочего газа – аргона. В этом случае происходит травление приповерхностного слоя покрытия даже под углом 90 градусов к поверхности образца.

ВЫВОДЫ

Предварительная обработка подложек ионным лучом при ускоряющем напряжении до 2 кВ и токе разряда до 30 мА повышает сопротивление покрытия изоляционного диэлектрического слоя нитрида кремния в 10⁶ раз за счет очистки и активации поверхности подложки. Влияние ионной обработки увеличивает сопротивление пленки оксида кремния почти на порядок до 30 Ом. Малое значение сопротивления может быть вызвано наличием углеродосодержащих компонентов в структуре покрытия.

Ионная обработка позволяет увеличить шероховатость подложки за счет удаления нано- и микрочастиц с поверхности заготовки. Среднее значение шероховатости увеличивается на 7,16 нм. Измерение шероховатости покрытий показывает, что влияние работы ИИ уменьшает шероховатость поверхности: с 32,58 нм до 29,52 нм для оксида кремния и с 41,34 нм до 15,86 нм для нитрида кремния.

ЛИТЕРАТУРА

1. Волохов И. В. Технологические методики повышения стабильности параметров тонкопленочных тензорезистивных датчиков давления: дис. – Волохов ИВ–Пенза, 2008. – 21 с, 2008.
2. Применение тонкопленочных термосопротивлений (Thin Film RTD) для измерения температуры и скорости потока. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [http://efosensor.ru/storage/design/articles/Primeneniye_tonkoplenochnykh_termosoprotivleniy_\(ThinFilmRTD\)_dlya_izmereniya_temperatury_i_skorosti_potoka.pdf](http://efosensor.ru/storage/design/articles/Primeneniye_tonkoplenochnykh_termosoprotivleniy_(ThinFilmRTD)_dlya_izmereniya_temperatury_i_skorosti_potoka.pdf) – Заглавие с экрана. – (дата обращения: 07.12.2019).
3. Kagerer E., Königer M. E. Ion beam sputter deposition of thin film sensors for applications in highly loaded contacts //Thin solid films. – 1989. – Т. 182. – №. 1-2. – С. 333-344.
4. Schmaljohann F. et al. Thin-film sensors with small structure size on flat and curved surfaces //Measurement Science and Technology. – 2012. – Т. 23. – №. 7. – С. 074019.
5. Губин С.П. Химия кластеров. М.: Наука, 1987.
6. Морохов И.Д., Трусов С.П., Чижик С.П. Ультрадисперсные металлические среды. М.: Атомиздат, 1997. 264 с.
7. Козик В.В., Егорова Л.А., Ильин А.П., Борило Л.П. Некоторые свойства металл-оксидных КМ на основе высокодисперсного алюминия: "Физикохимия УДП". Томск: Изд-во ТПИ, 1990. Ч.1.С. 28-36 .
8. Козик В.В., Кашапов Р.Г., Егорова Л.А., Борило Л.П. Исследование процессов формирования оксидного каркаса и окисления дисперсного композиционного материала Al-SiO₂·Y₂O₃ // Журнал прикладной химии, 1991. № 1. С. 75-79.
9. Бобрович О. Г., Ташлыков И. С., Тульев В. В. Влияние параметров ионно-ассистированного осаждения на формирование Me/Si-структур //Труды БГТУ. Серия 3: Физико-математические науки и информатика. – 2014. – №. 6 (170).
10. Терещук О. И. и др. Ионное ассистирование при нанесении вакуумно-плазменных электродуговых покрытий на эндопротезы. – 2016.
11. Kaufman H. R., Harper J. M. E. Ion-assist applications of broad-beam ion sources //Advances in Thin Film Coatings for Optical Applications. – International Society for Optics and Photonics, 2004. – Т. 5527. – С. 50-68.
12. Лучкин А. Г., Лучкин Г. С. Очистка поверхности подложек для нанесения покрытий вакуумно-плазменными методами //Вестник Казанского технологического университета. – 2012. – Т. 15. – №. 15.
13. Галяутдинов Р.Т. Аномальный тлеющий разряд в вакууме в процессе изготовления высокоотражающих стоматологических зеркал / Р.Т. Галяутдинов, М.В. Елхин, Н.Ф. Кашапов // Казань, Вестник КГТУ, № 2, 2010г. - С 335-339.
14. Luchkin G.S., Galyautdinov R.T. and N.F. Kashapov "Formation of protective coatings for aluminium mirrors by magnetron sputtering" Welding International, 2003, 17, (8) 655 - 658.
15. 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.
16. Sidorova S V, Kouptsov A D and Pronin M A, Problems and Solutions of Automation of Magnetron Sputtering Process in Vacuum // Lecture Notes in Electrical Engineering, 2020.

ОСТРОВКОВЫЙ ТОНКОПЛЁНОЧНЫЙ КОНДЕНСАТОР

ISLET THIN FILM CAPACITOR

О.Г.Андреасян/ ovs.andreasyan@gmail.com,

С.В.Сидорова/ sidorova@bmstu.ru

O.G.Andreasyan, S.V.Sidorova

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

Проведен технологический анализ конденсатора, с проводящим слоем островковых тонких плёнок на обкладках. Представлены результаты моделирования электрических характеристик островкового конденсатора в среде ComsolMPH. Построена математическая модель зависимости сопротивления островковых тонких пленок алюминия от входных параметров – скорости осаждения, тока на испарителе и времени формирования.

A technological analysis of a capacitor with a conductive layer of islet thin films on the plates has been carried out. The results of the electrical characteristics modeling of an islet capacitor in the ComsolMPH environment are presented. A mathematical model for the dependence of the resistance of islet thin aluminum films on the input parameters (deposition rate, current on the evaporator and formation time) is constructed.

Ключевые слова: тонкоплёночный конденсатор, островковый конденсатор, тонкая плёнка, наноструктура, островковая тонкая плёнка, островковая наноструктура, электрическая проводимость, туннельный эффект, модель.

Keywords: thin film capacitor, islet capacitor, thin film, nanostructure, islet thin film, islet nanostructure, electrical conductivity, tunneling effect, model.

ВВЕДЕНИЕ

Конденсаторы находят применение почти во всех отраслях электроники, начиная с фильтров и цепей обратной связи, заканчивая электромагнитными ускорителями масс (пушка Гаусса) и элементами памяти [1]. Доказано что, если заменить одну из обкладок плёнкой с полусферическими зёрнами, то можно увеличить эффективную площадь конденсатора более чем в 1,5-2,0 раза [2]. Результаты данного эксперимента заставили задуматься о нанесении на обкладки конденсатора островковых тонких пленок (ОТП). Свойство островковых наноструктур (ОНС) увеличивать площадь поверхности в купе с квантовыми особенностями прогнозируют резкое улучшение характеристик конденсатора.

Суть разработки – создание островкового тонкопленочного конденсатора (ОТК) путем модернизации конструкции тонкопленочного конденсатора, благодаря нанесению дополнительного проводящего островкового слоя на обе обкладки изделия для улучшения характеристик элемента (в частности – ёмкости конденсатора).

РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ ОТК

На рис. 1 изображён тонкопленочный конденсатор. Он имеет трёхслойную основу: нижняя обкладка, слой диэлектрика и верхняя обкладка. На проводящие слои предполагается наносить островковую тонкую пленку алюминия.

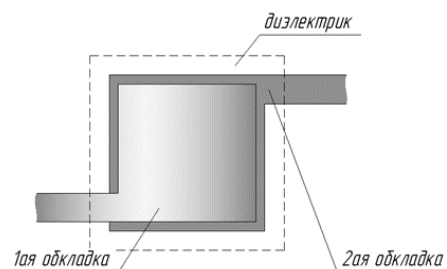


Рис. 1. Структура тонкоплёночного конденсатора.

Эскиз островкового конденсатора разработан с учетом последующего подбора материалов для всех слоев устройства (рис. 2). Существенная часть площади обкладок конденсатора покрыта ОТП.

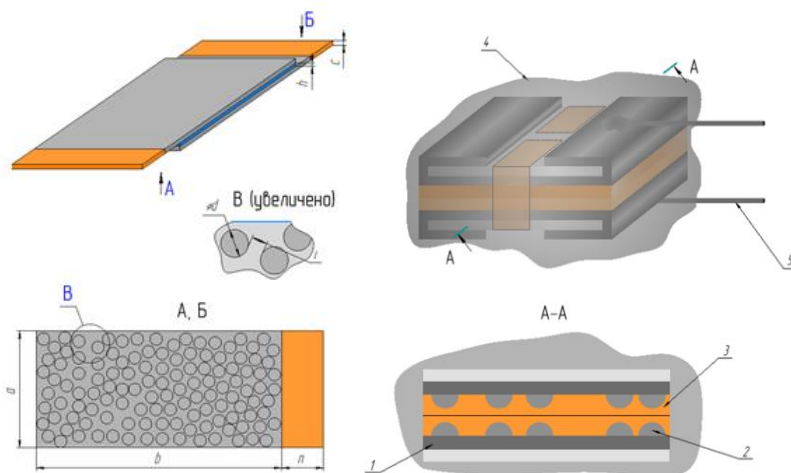


Рис. 2. Конструкция островкового тонкоплёночного конденсатора.

Проведенное в среде ComsolMPH моделирование электрических параметров показало увеличение ёмкости элемента при нанесении островкового слоя в 5,12 раз (рис. 3).

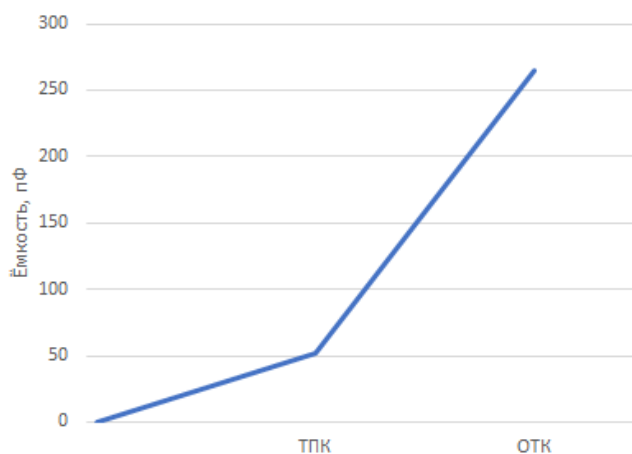


Рис. 3. Сравнение ёмкости тонкоплёночного (ТПК) и островкового (ОТК) конденсаторов.

Конструкция ОТК (см. рис. 2) включает в себя две обкладки 1, на которых сформирован островковый слой 2. Диэлектрик 3 обеспечивает защиту островкового слоя

и предохраняет обкладки от контакта между собой. Корпус 4 предусматривает не только защиту устройства, но и фиксацию обкладок и контактов 5.

ПОСТАНОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

В ходе выполнения исследований научной группой были получены значения туннельного тока через подложку в процессе нанесения алюминия методом термического испарения на диэлектрическую подложку. После обработки этих данных получена серия зависимостей туннельного тока от времени. Параметры процесса: напряжение УБП = 0,1 В, ИТИ=5 А (режим стабилизации по току).

Анализ зависимостей выявил три основные стадии роста тонкой пленки алюминия в соответствии с её сопротивлением:

До нанесения – $R_{max} = \infty$, старт эксперимента, рост островков еще не начался.

Образование, рост и слияние островков – $0,75 \cdot 10^{-3} < I_t < 5 \cdot 10^{-3}$ А. В интервале примерно от 28 до 77 с предполагается уже формирование и рост островковой плёнки.

Образование сплошной пленки – $I_t > 5 \cdot 10^{-3}$ А, $R \rightarrow 0$. Изменился характер роста кривой, угол наклона стал более острым.

На основании анализа зависимости туннельного тока от времени формирования тонкопленочного покрытия алюминия выбран временной интервал образования и роста островковой плёнки – 20..50 с. Нижняя граница временного интервала захватывает стадию активного роста островковой тонкой пленки, а именно самих островковых наноструктур, позволяя не упустить получение их минимально возможных геометрических параметров. Верхняя граница временного интервала обусловлена тем, что в этот временной промежуток происходит активная коалесценция островкового слоя, но не переходящего в лабиринтную пленку.

Для определения зависимости размера островка от параметров процесса было решено провести анализ полученных данных по методу полного факторного анализа (ПФЭ).

Все эксперименты проводятся на установке МВТУ-11-1МС [2], которая была оснащена источником термического осаждения.

Для проведения исследований подготовлены 8 образцов (всего потребуется 4 загрузки/выгрузки). За одну загрузку формируем покрытия для скоростей осаждения $1,92 \cdot 10^{-11}$ кг/м² (расстояние испаритель-подложка – 80 мм) и $7,88 \cdot 10^{-12}$ кг/м² (расстояние испаритель-подложка 100 мм) за счет расположения подложек на луче на расстоянии 60 мм друг от друга.

Ток варьирования был выбран исходя из возможностей блока питания и резистивной проволоки, которая использовалась в качестве испарителя.

Сопротивление каждого из образцов будет измеряться на измерителе сопротивления LCR-816 с диапазоном индикации от 0,00001 до 99999 Ом [4].

Перед непосредственным измерением сопротивления, требуется провести предварительную калибровку прибора, что повысит точность и воспроизводимость полученных данных.

Процесс измерения будет проводится совмещением щупов с образцом.

Показания сопротивления будут сниматься с дисплея устройства.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОТК

Для каждого набора параметров проводилось 5 измерений.

В ходе получения 8 образцов проведено 4 загрузки образцов. За одну загрузку удавалось получить значения для скоростей осаждения $1,92 \cdot 10^{-11}$ кг/м² (расстояние испаритель-подложка – 80 мм) и $7,88 \cdot 10^{-12}$ кг/м² (расстояние испаритель-подложка 100 мм) за счет расположения подложек на луче на расстоянии 60 мм друг от друга.

Полученная математическая модель имеет вид:

$$Y^* = 6,8625 - 0,8875X_1 - 0,6525X_2,$$

где X_1 – время, с; X_2 – ток на испарителе, А; Y^* – сопротивление покрытия в мкОм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложена модернизация конструкции конденсатора путем нанесения островкового слоя на обе обкладки для улучшения электрических характеристик. Показано, что внедрение слоя островков алюминия на обкладки повышает емкость конденсатора более, чем в 5 раз.

Проведены исследования зависимости сопротивления островковой пленки алюминия от параметров процесса. Показано, что сопротивление наносимой термическим испарением пленки алюминия зависит в основном от тока и времени нанесения, а также от взаимодействия факторов времени и тока. Математическая модель показывает, что нельзя исследовать влияние входных факторов на сопротивление тонкой пленки алюминия независимо друг от друга. При повышении значений тока и времени, сокращении расстояния испаритель-подложка сопротивление пленки алюминия снижается. Фактор тока особо значим на выбранном интервале варьирования от 3,5 до 5 А.

Наиболее подходящим режимом формирования островкового слоя необходимой конфигурации (высота около 25 нм, диаметр около 200 нм) выбраны значения: 5 А, 80 мм, 25 с.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ru.Wikipedia.org [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://ru.wikipedia.org/wiki/Электрический_конденсатор#cite_ref-1. – Электрический конденсатор. – (Дата обращения: 8.12.2019).

2. Турцевич А.С., Ануфриев Л.П., Наливайко О.Ю., Лесникова В.П. Пленки поликристаллического кремния с полусферическими зернами // Доклады БГУИР. 2005. №1 (9). URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/plenki-polikristallicheskogo-kremniya-s-polusfericheskimi-zernami> (дата обращения: 08.12.2019).

3. Островковый тонкопленочный конденсатор [Текст] : пат. 200183 Рос. Федерация : МПК H01L 21/00 (2006.01).

4. Sidorova S. V., Andreyanov O. G., Zhuravleva V. S. Modeling and Visualization Electrical Conductivity of Islet Thin Films //Advances in Automation II: Proceedings of the International Russian Automation Conference, RusAutoConf2020, September 6-12, 2020, Sochi, Russia. – Springer International Publishing, 2021. – С. 284-292.

ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЁНОК КАРБИДА БОРА, ОБОГАЩЁННОГО ИЗОТОПОМ ^{10}B , ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

LOW TEMPERATURE FORMATION OF BORON CARBIDE THIN FILMS ENRICHED BY BORON ISOTOPE ^{10}B

А.Г.Колесников¹, / torgcentr2004@mail.ru, Ю.А.Крюков¹, Н.В.Горбунов², А.Х.Абдуев³, А.Ш.Асваров⁴, А.К. Ахмедов⁴, С.А. Куликов², А.В.Чураков², А.В. Шадрин⁵

A. G.Kolesnikov, Yu.A.Kryukov, N.V.Gorbunov, A. Kh. Abduev, A.Sh.Asvarov, A.K.Akhmedov, S.A.Kulikov, A.V.Churakov², A.V. Shadrin,

¹ГБОУ ВО Московской области «Университет «Дубна» (государственный университет "Дубна", Московская обл.)

²Международная межправительственная научно-исследовательская организация Объединенный институт ядерных исследований (ОИЯИ, Московская обл.)

³Российский университет дружбы народов, г. Москва

⁴Институт физики им. Х.И. Амирханова, Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН, Махачкала

⁵Московский физико-технический институт (Национальный исследовательский университет) г. Москва

Тонкоплёночные конвертеры нейтронов на основе карбида бора B_4C , обогащённого изотопом ^{10}B , наносимые на подложки из алюминия, алюминиевой фольги и полимерных плёнок большой площади, являются перспективным материалом для создания новых детекторов нейтронов. Нанесение плёнок B_4C методом магнетронного распыления на такие основания сильно осложняется необходимостью нагрева подложек до температуры 400°C и более, что может приводить к их деформации. В работе показано, что применение ионного ассистирования в процессе магнетронного осаждения B_4C приводит к формированию плёнок нанокристаллической структуры, обладающих высокой прочностью и гибкостью, даже при понижении температуры подложки до 50°C , а использование подслоя алюминия повышает адгезию. Получены тонкие плёнки B_4C на подложках из алюминия $0,5 \times 100 \times 100 \text{ мм}^2$ и $0,5 \times 280 \times 400 \text{ мм}^2$ в атмосфере аргона при температуре 400, 200 и 50°C . Исследованы структура, состав и показатель преломления по плёнкам на пластинах из кремния. Гибкость получаемых плёнок и низкая температура формирования дают возможность нанесения конвертера нейтронов из $^{10}\text{B}_4\text{C}$ на тонкие полимерные основания.

Thin-film neutron converters based on boron carbide B_4C , enriched with the ^{10}B isotope, applied to thin substrates of aluminum, aluminum foil and polymer films of a large area, are a promising material for creating new neutron detectors. The application of B_4C films by magnetron sputtering on such bases is greatly complicated by the need to heat the substrates to a temperature of 400°C or more, which can lead to their deformation. It is shown that the use of ion assistance in the process of magnetron deposition of B_4C leads to the possibility of forming of nano-crystalline structure films with high strength and flexibility, even when the temperature drops to 50°C , and the use of an Al sublayer increases adhesion. B_4C thin films were obtained on $0.5 \times 100 \times 100 \text{ mm}^2$ and $0.5 \times 280 \times 400 \text{ mm}^2$ aluminum substrates in an argon atmosphere at temperatures of 400, 200 and 50°C . The structure, composition and refractive index of films on silicon wafers are studied. The flexibility of the resulting films and the low formation temperature make it possible to create neutron converters from $^{10}\text{B}_4\text{C}$ on thin polymer bases.

Ключевые слова: магнетронная нанесение плёнок, карбид бора, структура пленки, тонкоплёночный конвертер нейтронов, нейтронный детектор.

Keywords: magnetron deposition of films, boron carbide, film structure, thin-film neutron converter, neutron detector.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время нейтронное излучение используется в различных областях науки и техники. В исследовательских целях в биологии, медицине, в изучении структуры вещества в инженерных задачах и в физике конденсированных сред, в ядерной физике и физике высоких энергий, в космических исследованиях, как средство неразрушающего контроля при изучении археологических артефактов, а также в ядерной энергетике и при радиационном контроле грузов с целью обнаружения источников радиоактивного излучения и взрывчатых веществ. Основой приборов для обнаружения нейтронного излучения является детектор нейтронов. Разработка и совершенствование нейтронных детекторов ведется практически во всех крупных научных центрах мира, работающих с нейтронами. Непосредственное обнаружение нейтронного излучения невозможно из-за отсутствия у нейтронов электрического заряда. Регистрация достигается за счет применения особого вещества, способного при взаимодействии с нейтроном произвести ядерные реакции с образованием заряженных частиц и γ -квантов. И уже это вторичное излучение регистрируется стандартными методами обнаружения заряженных частиц. Вещество, используемое в качестве преобразования нейтронного излучения в излучение заряженных частиц, называется конвертером. Таких веществ немного, одним из них является изотоп бора ^{10}B . При захвате нейтрона ядром ^{10}B происходит ядерная реакция распада ядра на альфа-частицу и ядро лития, разлетающиеся в противоположные стороны с большой энергией.

Перспективным направлением развития нейтронных детекторов является использования тонкоплёночных конвертеров нейтронов на основе карбида бора B_4C , обогащённого изотопом ^{10}B , нанесённых на алюминиевую подложку. В ходе конвертации нейтронного излучения в заряженные частицы лишь часть из них выходит из конвертера и может быть зарегистрирована, а другая пропадает в материале конвертера и в подложке. Уменьшение толщины плёнки конвертера увеличивает часть регистрируемых частиц, но уменьшает их общее количество, т.е. уменьшает эффективность. Оптимальная толщина слоя конвертера определяется величинами пробега частиц в конвертере B_4C , и как показано в работах [1, 2], не должна превышать 3 мкм. Для повышения эффективности детектора используется несколько слоев конвертера, либо наклонное расположение слоев. Разработаны и используются различные типы детекторов, использующих тонкоплёночные конвертеры B_4C [3 – 6]. На исследовательских станциях строящегося нейтронного источника ESS (European Spallation Source, ESS), г. Лунд, Швеция, детекторы на основе твердотельных борных конвертеров планируются как основной тип детекторов [7].

К тонкоплёночным покрытиям из карбида бора, используемым в качестве конвертера нейтронов, предъявляется ряд требований: высокая адгезия к подложке, однородность толщины, плотная структура (наименьшее количество пор), минимальное количество примесей. Нанесение плёнок с требуемыми характеристиками, особенно на легкоплавкий алюминий, усложняется особыми свойствами карбида бора – высокой температурой плавления, хрупкостью и нетерпимостью теплового удара. Как пример успешного решения задачи по разработке технологии нанесения пленки можно привести совместную разработку ESS и Линчёпингского Университета, Швеция [8]. В работах [8, 9] приводятся результаты нанесения карбида бора $^{10}\text{B}_4\text{C}$ с использованием магнетронного распыления при нагреве подложки из алюминия толщиной от 100 °С до 500 °С. Данный способ позволяет получать высококачественные пленки B_4C на алюминиевых и других металлических подложках. Уменьшение толщины подложки улучшает характеристики детектора, что особенно важно для многослойных детекторов. Нанесение плёнок B_4C на алюминиевую фольгу и на полимерные плёнки требует обеспечить формирование пленок при низких температурах нагрева камеры и подложки.

В работе описывается способ получения тонких однородных плёнок карбида бора $^{10}\text{B}_4\text{C}$, обладающих высокой адгезией к подложкам большой площади из алюминиевого листа и фольги, магнетронным распылением при понижении температуры подложки от 200°C до 50°C , анализ структуры и химического состава получаемой плёнки.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В основу получения тонкоплёночных покрытий из карбида бора при низких температурах заложено формирование плёнок при магнетронном распылении мишени из карбида бора с применением ионного ассистирования. Работы выполнены на вакуумной установке VSR-300 (сборка компании РОБВАК г.Фрязино), реконструированной под магнетронное напыление сотрудниками Государственного университета «Дубна» совместно с сотрудниками Лаборатории нейтронной физики Объединённого института ядерных исследований (ОИЯИ, г. Дубна). В центре камеры VSR-300 U-образного типа размером 400(Ш)х700(В) мм размещены два сбалансированных магнетрона с косвенным охлаждением мишени B_4C и Al размером 5х100х400мм и ионный источник очистки и ассистирования, размещённый между ними. Напыление плёнки осуществляется на внутреннюю поверхность цилиндрического барабана, где могут закрепляться 4 подложки размером 400х280мм из алюминиевого листа толщиной 0,5 мм либо, размещённая в оправке алюминиевая фольга или высокотемпературные полимерные плёнки – лавсановая или полиимидная в специальных оправках. В центральной части барабана размещены «свидетели», представляющие собой пластинки толщиной 0,2 мм из кремния, полированного в кристаллической плоскости $\langle 100 \rangle$. Магнитная система магнетрона выполнена на основе постоянных магнитов Nd-Fe-B с установкой горизонтального шунта 3х16 мм из стали Ст3 для увеличения ширины эрозионной канавки до 10 мм. Магнитное поле над поверхностью мишени составляет около 0,1 Тл. Расстояние мишень – подложка 80 мм. В верхней части камеры размещён ТЭН для прогрева камеры и подложек до 250°C .

Тестовые распыления природного $^{nat}\text{B}_4\text{C}$ выполнены на модернизированной установке "МАГНЕТРОН" (г. Воткинск) Центра высоких технологий и наноструктур Института физики Дагестанского научного центра (ДНЦ РАН, г. Махачкала). Составная мишень из $^{nat}\text{B}_4\text{C}$ размером 120х65х3мм бондирована на медное основание, установленное в несбалансированном магнетроне второго типа (разбаланс магнитного поля в стороны) с коэффициентом несбалансированности 1,2. Магнитная система магнетрона выполнена из постоянных магнитов Sm-Co. Индукция магнитного поля над поверхностью мишени составляет 700Гс, а на расстоянии 5мм – 350Гс (измерено магнитометром NOVOTEST МФ-1). Расстояние мишень подложка – 120мм. Внутри цилиндрического барабана, на котором размещены подложки установлены элементы для нагрева обратной стороны подложки до 400°C . Подложки: «свидетель» - кремний КЭФ (40 Ом·см) и алюминий 0,5х100х100мм.

Для оценки адгезии применена плёнка с липким слоем, величина адгезии оценивалась по проценту оторванной от подложки плёнки. Для получения микрофотографий плёнки карбида бора, выполненных на сканирующем электронном микроскопе, использованы кремниевые пластины-«свидетели», расколотые по насечке, нанесённой с обратной стороны.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Магнетронное нанесение карбида бора на алюминиевые подложки протестировано на установке «Магнетрон». На подложку алюминия площадью 10х100 мм², нагретую до 400°C , нанесена плёнка из природного карбида бора при двух давлениях рабочего газа аргона – 0,75 и 3,75 мТорр и одинаковой мощности разряда магнетрона 233 Вт ($2 \div 3$ Вт/см²). Ток и напряжение при этом – 370 мА, 630 В и 570 мА, 410В соответственно. За время осаждения слоёв 360 минут получены прозрачные пленки темно коричневого цвета примерно одинаковой толщины (930нм и 900нм соответственно) с хорошей адгезией и однородностью толщины, причём второй светлее. Качество нанесения пленки оценивалось

с помощью «образцов-свидетелей» - небольших кремниевых пластинок, прикрепленных к алюминиевой подложке при напылении. На рис. 1 для обоих образцов на кремниевой подложке приведены микрофотографии плёнок скола под углом 45° , сделанные с помощью сканирующего электронного микроскопа. Если пленка первого образца (рис. 1а) имеет однородную структуру и минимальный рельеф поверхности, то плёнка второго образца (рис. 1б) имеет ярко выраженную столбчатую структуру, вероятно обусловленную кластеризацией потока распыляемого карбида бора из газовой фазы, вследствие чего формируется столбчатая структура, зарождаемая островками при осаждении кластерных потоков, растущими в виде столбцов, которые заканчиваются на поверхности выпуклыми неоднородностями.

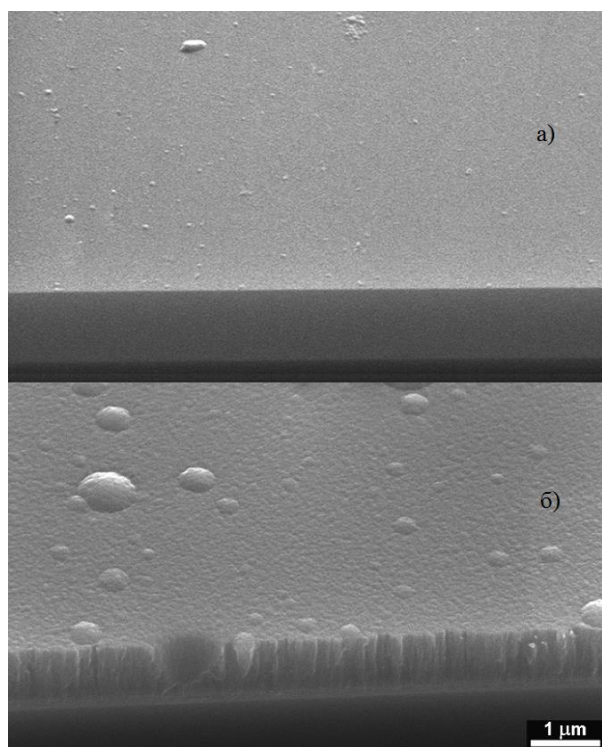


Рис. 1. Микрофотографии под углом 45° плёнки natB_4C , осаждённой при 400°C и давлении 0,75мТорр (а) и 3,75мТорр (б).

Исследование нанесения карбида бора при более низких температурах выполнено на установке VSR-300. Для улучшения адгезии поверхность подложки была активирована пучком ионов рабочего газа, а на подложку нанесён подслоя алюминия. Микрофотографии скола образца №1 под углом 45° и 90° к плоскости поверхности кремниевой пластинки с плёнкой приведены на рис. 2. За время осаждения слоёв алюминия – 7 минут и B_4C – 5 часов при температуре подложки 200°C , давлении аргона 1,4 мТорр и мощности Аl-магнетрона 2 кВт, а B_4C -магнетрона 1,7 кВт получена плёнка темно-коричневого цвета с хорошей адгезией, имеющая слой Al 380 нм и слой B_4C 1030 нм. На фото справа явно видна столбчатая структура с границей между слоями алюминия и карбида бора. Видна слоистая структура нанесения карбида бора, связанная с периодическим прохождением подложки через область распыления при вращении барабана с держателем подложки.

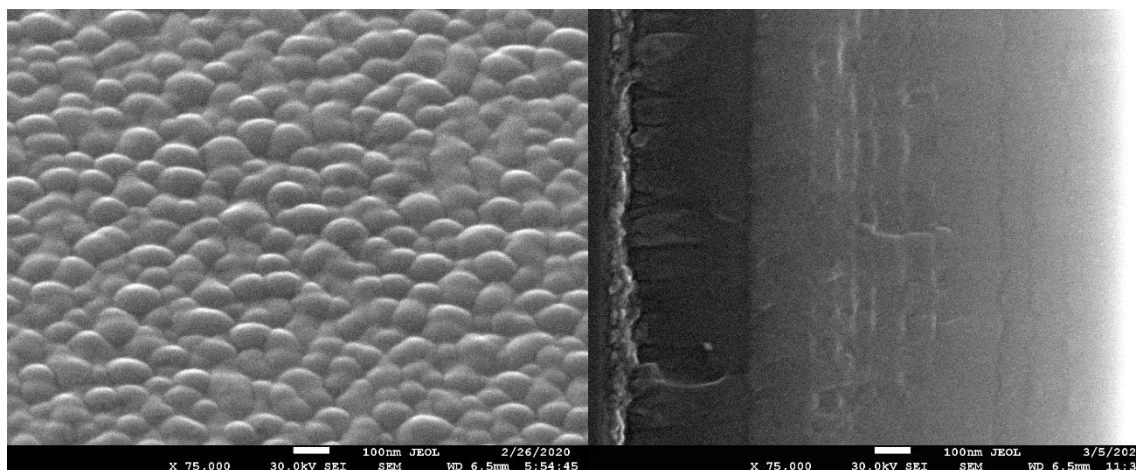


Рис. 2. Микрофотографии плёнки, осаждённой при 200°C, давлении Ar 1,4 мТорр. Слева – поверхность под углом 45°. Фото справа – под углом 90°: слева направо – активированный слой, слой Al (380 нм), слой В₄С (1030 нм). Образец №1.

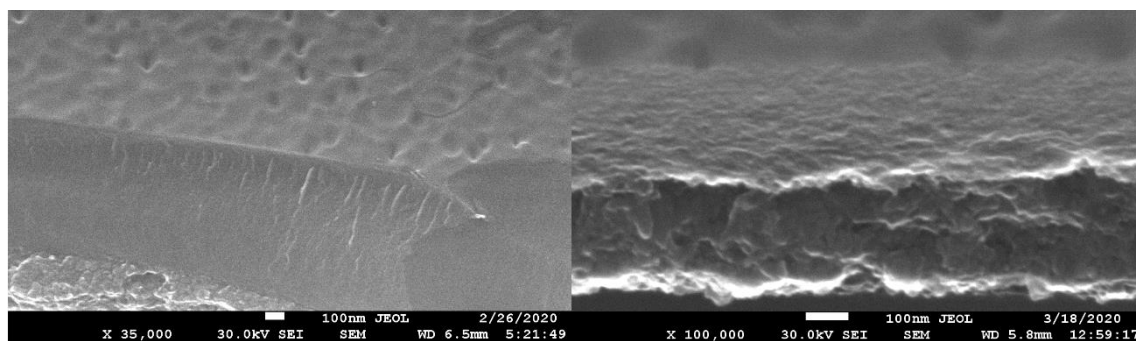


Рис. 3. Микрофотографии под углом 45° плёнки, осаждённой при 200°C, давлении Ar 1,2 Торр с ионным ассистированием. Слой Al (380 нм), слой В₄С (450 нм). Образец №14. Фото слева увеличение x30000, справа - x100000 с другого положения, где видна структура Al-слоя.

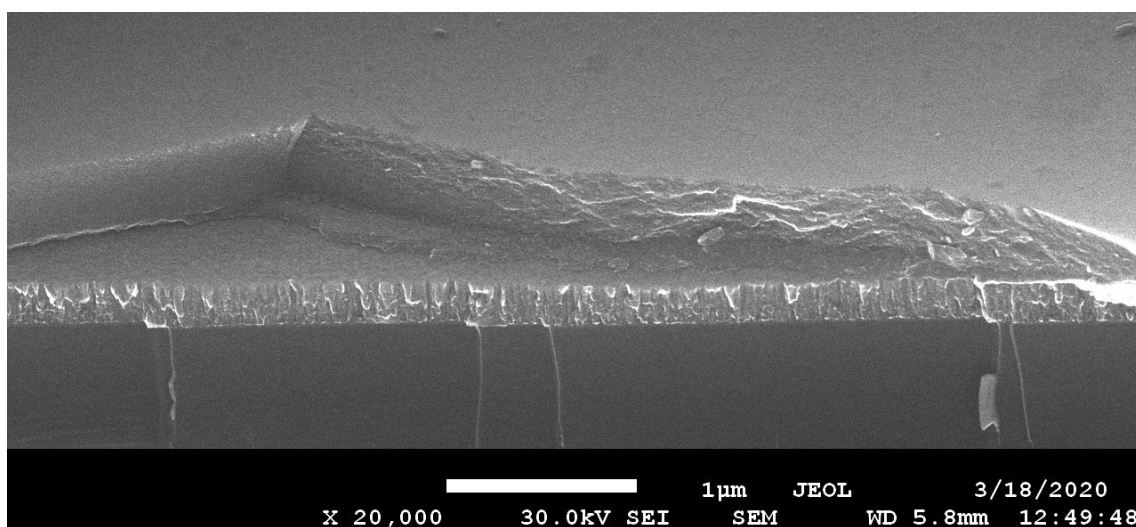


Рис. 4. Микрофотография под углом 45° плёнки образца №16, осаждённой при 50°C, давл. Ar 1,2 Торр с ионным ассистированием.

Применяя облучение осаждаемой на подложку плёнки потоком ионов (ионное ассистирование), удастся не только улучшить адгезию к подложке, но и получить покрытие с другой структурой и свойствами.

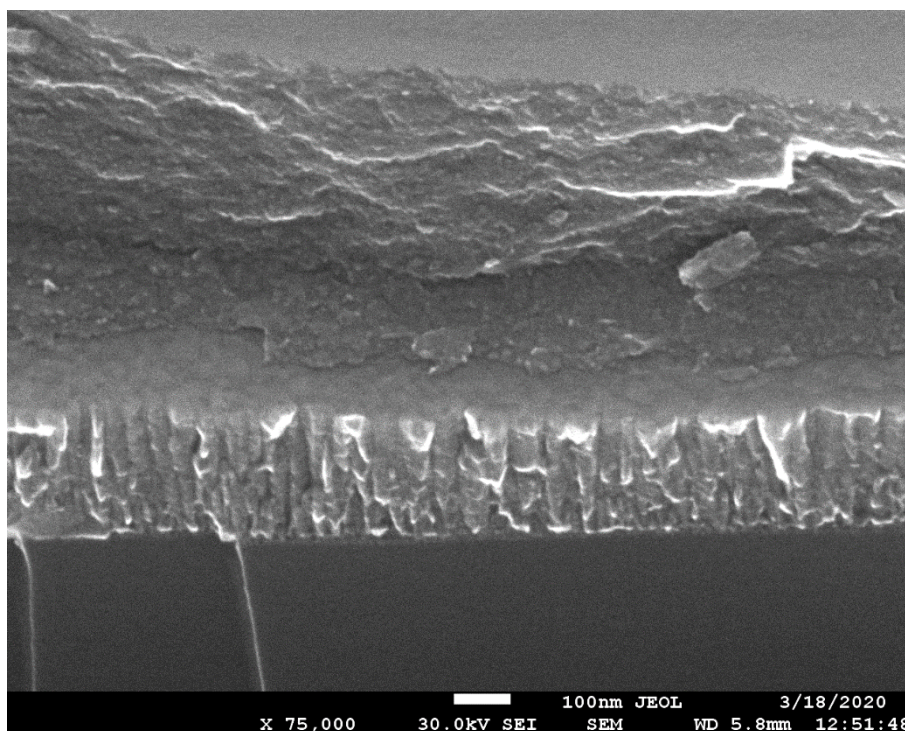


Рис. 5 Микрофотография под углом 45° образца №16. Слой Al (280 нм), переходной слой (Al+ В₄С) 70 нм и слой В₄С (500 нм). Образец №16.

На рис. 3 видна мелкокристаллическая плотноупакованная структура слоя карбида бора образца №14, нанесённого с использованием ионного ассистирования. При этом слой алюминия сформировался тоже в виде мелкокристаллической, но по-другому сложенной структуры. При разломе кремниевой пластины излом слоёв плёнки проходит, по-видимому, по границам зёрен кристаллов, что создаёт сложный рельефный вид каждого слоя, особенно Al-слоя с более крупными кристаллами. При толщине В₄С 450 нм плёнка имеет тёмно-серый цвет с зеленоватым оттенком.

На рис. 4 приведена микрофотография плёнки, полученной с применением ионного ассистирования при 50°C (образец №16). Видно, что при понижении температуры подложки до 50°C характер структуры слоя карбида бора не изменился. При этом адгезия плёнки не ухудшилась. Но Al-слой сформировался в виде столбчатой структуры, т.е. на рост алюминиевого слоя поток ионов не оказывает такого влияния, как при 200°C (см. рис. 3, справа). С большим увеличением, но в этом же положении приведена микрофотография плёнки на рис. 5. Видна мелкокристаллическая плотноупакованная структура слоя В₄С толщиной 500 нм, переходного слоя Al + В₄С 70 нм и столбчатая структура Al-слоя толщиной 280 нм. Цвет плёнки тёмно-серый.

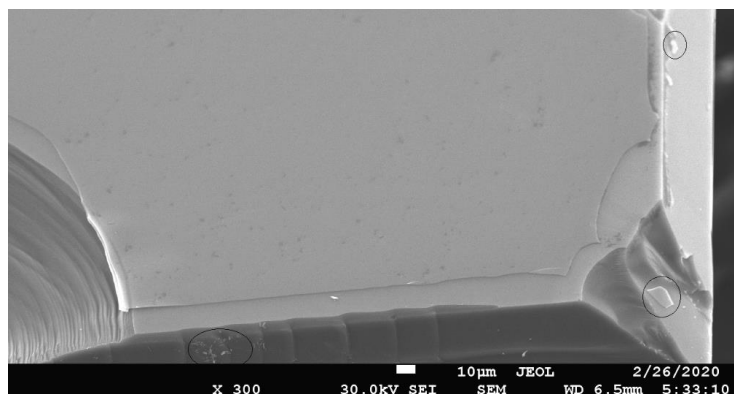


Рис. 6. Микрофотография образца №16. Обведены осколки слоя V_4C .

На рис. 6 приведена микрофотография образца №16 из кремниевой пластины, сколотого с трёх сторон и подготовленного скола плёнки. Видно, что слой V_4C скалывается не по краю скола кремниевой пластины, как это наблюдается с Al-слоем (см. рис. 4), а на некотором расстоянии. При сколе слоя V_4C образуются куски, которые при изломе рассыпаются, по примеру закалённого стекла (на рис. 6 обведены). По-видимому, это связано с прочностью слоя V_4C , превышающей сцепление с Al-слоем.

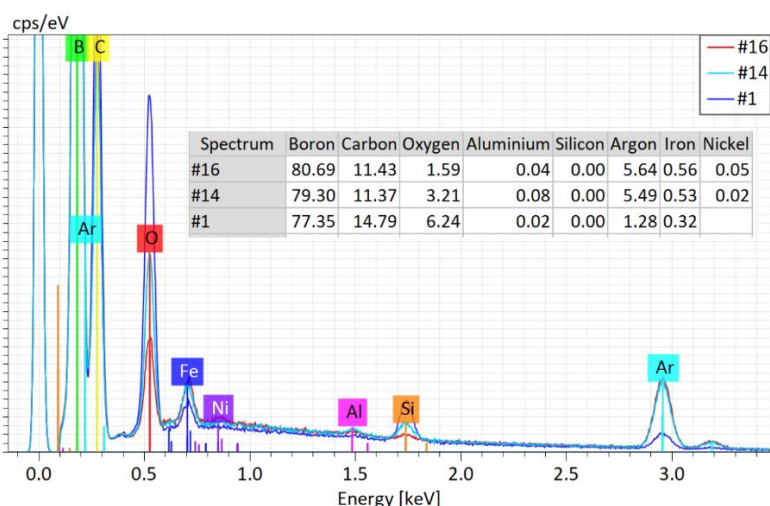


Рис. 7. Энергодисперсионные рентгеновские спектры пленок V_4C , полученных без ионного ассистирования (№1) и с применением ионного ассистирования (№14, №16).

На рис. 7 представлены энергодисперсионные рентгеновские спектры плёнки V_4C образцов №1, №14 и №16. По сравнению с плёнкой образца №1, полученной без ионного ассистирования, в плёнках образцов №14 и №16, где применено ионное ассистирование, содержание кислорода меньше, но увеличено содержание аргона и изменено соотношение бор-углерод.

На рис. 8 приведён результат измерения, показателя преломления и поглощения света для плёнки карбида бора толщиной 850 нм в диапазоне длин волн 300 нм – 1000 нм. Среднее значение показателя преломления для видимой области составляет более 2,5. Поглощение видимого света в материале также велико. При уменьшении длины волны в ультрафиолетовой области показатель преломления уменьшается при стремительном росте поглощения.

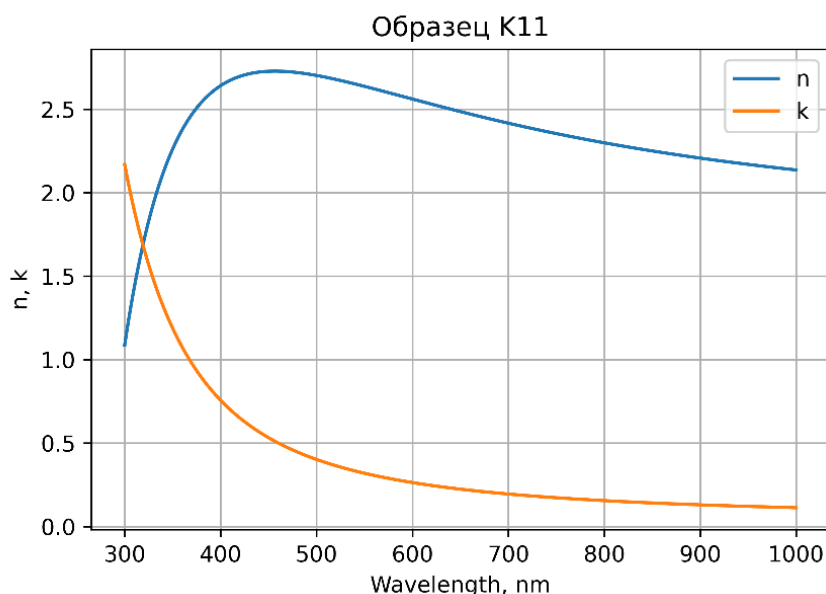


Рис. 8. Показатели преломления (n) и поглощения (k) плёнки V_4C , толщиной 850нм.

ОБСУЖДЕНИЕ

Применение ионного ассистирования существенно меняет структуру плёнки V_4C : столбчатая структура исчезает, и плёнка представляет собой плотную структуру, состоящую, скорее всего, из наноразмерных неориентированных кристаллов. Плёнки, полученные с применением ионного ассистирования, становятся менее прозрачными и их цвет при толщине 500нм становится чёрным, в отличие от коричневого цвета более толстых плёнок (1030нм), полученных без ассистирования. Поверхность плёнки V_4C , осаждаемая при температуре 200°C, покрыта "кратерами" (рис. 3), что, вероятно, связано с распылением разогретой поверхности потоком ионов аргона. Это подтверждается тем, что поверхность плёнки, осаждаемой при температуре 50°C, отличается большей гладкостью и отсутствием "кратеров" (рис. 4, 5). Скорее всего по этой же причине формируется столбчатая структура Al-слоя при 50°C, так как не хватает энергии на разрушение столбчатого роста кристаллитов. Увеличение содержания аргона в составе плёнки, вероятно связано с применением ионного ассистирования при осаждении слоя V_4C . Уменьшение содержания кислорода и изменения в количественных показателях содержания бора и углерода скорее всего можно объяснить увеличением плотности слоя V_4C . На увеличение плотности указывает высокий коэффициент преломления. Стремительное увеличение коэффициента поглощения при уменьшении длины волны в ультрафиолетовой области, вероятно связано со структурой плёнки V_4C , состоящей из плотноупакованных наноразмерных кристаллов.

ВЫВОДЫ

Методом магнетронного распыления при ионном ассистировании получены плотные плёнки V_4C с высокой адгезией к подложкам из кремния и алюминия. Формирование плёнок V_4C при температуре 50°C даёт возможность нанесения на алюминиевую фольгу, органические материалы, на пластмассы и полимеры, в том числе на лавсановые и полиимидные плёнки, которые можно использовать для создания детекторов нейтронов. Получен новый тонкоплёночный функциональный материал на основе V_4C .

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторский коллектив выражает благодарность Горину Анатолию Васильевичу за ценную помощь при конструировании магнетронов и ионного источника и выполнении работ по напылению плёнок В₄С, а также заместителю начальника Центра Прикладной Физики Лаборатории Ядерных Реакций ОИЯИ (ЦПФ ЛЯР ОИЯИ) Апелю Павлу Юрьевичу и начальнику группы №2 ЦПФ ЛЯР ОИЯИ Ореловичу Олегу Леонидовичу за помощь в исследовании поверхности плёнок В₄С.

Для проведения исследований использовалось уникальное научное оборудование Центра коллективного пользования МФТИ, ЦПФ ЛЯР ОИЯИ и АЦКП ДФИЦ РАН.

Работа выполнена в рамках Гранта Министерства по образованию и науке РФ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Stefanescu, I., et al., Nucl. Instr. Meth. A, 2013, vol. 727, p.109–125, doi:10.1016/j.nima.2013.06.003
2. Piscitelli F., et al, JNST.2013.vol.8.p.04020
3. Lacy J.L., et al, IEEE Trans. NS 2013.vol.60.N2.p.1140-1146
4. Kohli M., et al, Nucl. Instr. Meth. A, 2016, vol. 828, p.242-249
5. Anastasopoulos M., et al, JINST, 2017, 12, P04030, doi:10.1088/1748-0221/12/04/P04030
6. Piscitelli F., et al, JNST, 2017.vol.12. p03013, doi:10.1088/1748-0221/12/03/P03013
7. Kirstein O., et al., POS, 2015, vol. 227, p. 029, doi:10.22323/1.227.0029
8. Høglund C., et al., J. Appl Phys, 2012, vol. 111(10), 104908, doi:10.1063/1.4718573
9. S. Schmidt, et al., J. Mater. Sci., 2016, 51:10418–10428, doi:10.1007/s10853-016-0262-4

МАГНЕТРОННЫЙ СИНТЕЗ ТОНКИХ СЛОЕВ ZnO В СРЕДЕ, СОДЕРЖАЩЕЙ ВОДОРОД

ZnO THIN FILMS MAGNETRON DEPOSITION IN THE Ar-H₂ MEDIUM

А.Х.Абдуев¹ / a_abduev@mail.ru, А.К.Ахмедов², Э.К.Мурлиев², А.Ш. Асваров²,

A.Kh.Abduev, A.K. Akhmedov, E.K. Murliev, A.Sh. Asvarov

¹Российский университет дружбы народов, г. Москва

²Институт физики, Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН, г. Махачкала

Исследованы процессы магнетронного осаждения слоев ZnO:Ga в атмосферах Ar и Ar-H₂. Изучено влияние наличия водорода в газовой смеси и температур синтеза на структуру, электропроводность и оптическое пропускание слоев. Обнаружено формирование составного рефлекса (002)ZnO в окрестностях температуры 200°C, обусловленное температурным изменением поверхностных реакций. Показано, что управление содержанием водорода в камере роста позволяет формировать слои с заданной степенью структурного совершенства.

The processes of deposition of ZnO: Ga thin films by the magnetron sputtering in the presence or absence of H₂ in the working gas are investigated. The effects of H₂ and substrate temperature on the microstructure, electrical conductivity, and optical transmission of the thin films have been studied. The studies revealed the presence of a doublet fitted (002) ZnO peak in the XRD spectrum of ZnO:Ga thin film deposited at substrate temperature of 200°C in the presence of H₂ in the working gas. This may be due to some temperature change in surface reactions. It is shown that control of H₂ content in the growth chamber makes it possible to control the crystallinity of the ZnO-based thin films.

Ключевые слова: магнетронное осаждение, температурное изменение, содержание водорода.

Keywords: magnetron sputtering, temperature change, H₂ content.

ВВЕДЕНИЕ

В число широко используемых компонентов газовой смеси при магнетронном распылении входят Ar, O₂. При этом аргон обеспечивает ионное распыление мишени, а кислород используется для реактивного распыления металлических мишеней при формировании оксидных слоев, а также позволяет регулировать стехиометрию формируемых оксидных слоев. Внесение в состав газовой смеси водорода решает иные задачи. Так, в [1] была показана возможность улучшения стабильности электропроводности слоев ZnO:Ga (GZO) путем внесения в газовую среду H₂. Дальнейшие исследования с привлечением квадрупольного масс-спектрометра показали, что внедрение водорода в решетку ZnO [2] показали, что водород адсорбируется на поверхности растущей пленки GZO, предотвращая контакт паров воды с ZnO. Показано также, что водород внедряется в растущие слои ZnO.

Внесение водорода в состав рабочего газа создает перспективы для низкотемпературного формирования слоев на полимерных носителях. Поскольку внедренный в ZnO водород выступает, как мелкий донор, и кроме того позволяет формировать слои с хорошей термостабильностью сопротивления при относительно низких температурах, создается возможность использования данной технологии в низкотемпературной электронике [3].

Особое место занимает влияние водорода на характер распыления мишеней. Известно, что внесение водорода в состав рабочего газа приводит к существенному снижению скорости распыления [4]. Это обусловлено малым атомным весом водорода. Как показано в упомянутой статье, это приводит к формированию газообразного ZnH_2 и снижению содержания цинка.

Весьма привлекательные результаты показаны в [5]: в среде, содержащей водород при температурах в диапазоне 150–250°C синтезированы слои ZnO:H со следующими холловскими параметрами: $\rho = 4 \times 10^{-4}$ Ом·см, $\mu = 40$ см²/V·с, $n = 6 \times 10^{20}$ см⁻³.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Синтез слоев был выполнен методом dc-магнетронного распыления керамической мишени ZnO, легированной галлием на уровне 3ат.%, в атмосферах аргона чистотой 5N и газовой смеси Ar (91%) + H₂ (9%) при давлении в камере 0.5 Па при температурах 50, 100, 200 и 300°C. Скорость вращения барабана с подложками составляла 10 об/мин, а минимальное расстояние от мишени до подложки – 100 мм. Длительность процесса осаждения – 180 минут.

Исследование структуры слоев проводилось методом рентгеновской дифракции с помощью порошкового рентгеновского дифрактометра PANalytical X'PERT PRO MPD с длиной волны излучения $\lambda_{CuK\alpha} = 0.15418$ нм. Электрические и оптические характеристики прозрачных проводящих слоев GZO оценивались с использованием стандартного четырехзондового метода (ИУС-3) и оптической спектроскопии (Shimadzu UV-3600), соответственно.

РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1 представлены дифрактограммы слоев GZO, синтезированные при температурах подложки от 50 до 300 °C при синтезе в различных газовых средах: в Ar (рис. 1а) и в Ar–H₂ (рис. 2б). Согласно представленным на рис. 1 данным все слои были поликристаллическими с преимущественной ориентацией оси *c* нанокристаллитов ZnO со структурой вюрцита по нормали к поверхности роста. Для детализации на соответствующих вставках приведены участки дифрактограмм в окрестностях расположения рефлекса 002 ZnO. Данные обработки дифрактограмм приведены в таблице 1. Наблюдается аномалия в поведении параметров слоев, синтезированных в атмосфере водорода при 200°C. На вставке рис. 1б можно видеть составной рефлекс 002 ZnO для слоя GZO, напыленного при 200°C. Это может быть связано с ролью водорода в реакциях, протекающих на поверхности роста. В частности, наличие водорода может приводить к поверхностной экзотермической реакции:

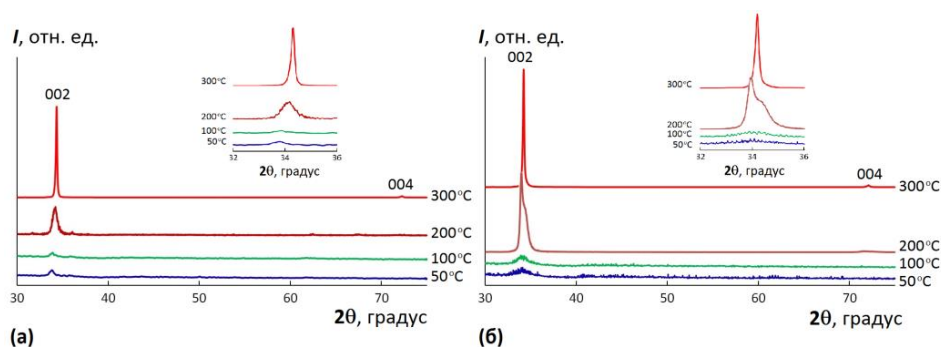
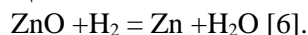


Рис. 1. Дифрактограммы слоев GZO, напыленных в чистом аргене (а) и смеси газов Ar–H₂. На вставках – области дифрактограмм с рефлексом 002 ZnO.

Результатом данной реакции может являться частичное восстановление формируемого слоя ZnO и образование на поверхности роста легкоплавкой фазы ZnO_{1-x}.

Как было показано ранее, это приводит к увеличению длины миграции и росту структурного совершенства формируемого слоя [7]. При дальнейшем росте температуры составной рефлекс (002)ZnO не обнаруживается.

Температурные зависимости параметров рефлекса 002 ZnO можно проанализировать из данных, представленных в таблице 1. Можно видеть, что температурные зависимости значения углового положения рефлекса 002 ZnO существенно различны для слоев, синтезированных в среде Ag и Ag–H₂. При синтезе в среде Ag по мере увеличения температуры подложки происходит монотонное смещение положения рефлекса 002 ZnO от 33,77° до 34,3° во всем исследованном диапазоне температур. Это может быть обусловлено ростом вероятности окисления атомов цинка на поверхности роста кислорода с последующим формированием слоев с низким отклонением от стехиометрии.

Таблица 1.

Данные обработки характеристик рефлекса 002 ZnO (положение рефлекса 2θ , его интенсивность I и интегральная ширина β , а также рассчитанные значения параметра кристаллической решетки c и среднего размера нанокристаллитов D) для слоев GZO, синтезированных в средах Ag и Ag–H₂ при температурах подложки 50, 100, 200 и 300°C.

Состав среды	Температура подложки, °C	2θ , градус	I , имп.	β , градус	c , нм	D , нм
Ag	50	33.77	34	0.75	0.5305	13
	100	33.81	23	0.78	0.5298	13
	200	34.13	535	0.74	0.5250	14
	300	34.3	48435	0.16	0.5224	87
Ag–H ₂	50	34.14	20	3.62	0.5248	2
	100	34.06	30	2.35	0.5261	4
	200	33.93	6742	0.29	0.5279	32
		34.31	5258	0.94	0.5223	11
300	34.19	61505	0.19	0.5241	81	

Составной рефлекс слоев, синтезированных в среде Ag–H₂ при 200°C, состоит из двух фаз (33,93° и 34,31°). Можно предположить, что рефлекс, расположенный на 34,31° соответствует гексагональной фазе ZnO близкой к стехиометрической, а малоугловая компонента составного рефлекса соответствует фазе ZnO с сильным отклонением от стехиометрии в сторону избытка Zn. При температуре синтеза 300°C наблюдается единичный рефлекс 34,19°. Слои, синтезированные в среде Ag–H₂ при 300°C, имеют более высокие интенсивности базовых рефлексов. Размеры зерен в слоях, синтезированных при 50 и 100°C существенно выше у слоев, синтезированных в Ag, а при дальнейшем росте температуры эти различия сглаживаются.

При температурах синтеза до 100°C наличие в атмосфере водорода приводит к существенному смещению рефлекса в область малых углов и уменьшению размеров зерен. Можно полагать, что это обусловлено тем, что на поверхности роста атомы водорода формируют центры кристаллизации, о чем свидетельствует существенное уменьшение размеров зерен. Кроме того, адсорбированный на поверхности водород, оставаясь в решетке ZnO, формирует донорные центры,

На рис. 2 приведены величины сопротивлений слоев, осажденных в различных атмосферах в зависимости от температуры. Характерно, что при температурах до 200°C сопротивления слоев, синтезированных в среде, содержащей водород, остаются практически неизменными. При этом сопротивление слоев, синтезированных в среде чистого Ag, монотонно снижаются во всем диапазоне температур, сохраняя при этом более высокие значения. Неизменность величины сопротивления слоев в диапазоне температур 50–200°C может быть обусловлена, как предложено в [2], пассивированием поверхности

роста водородом. Как показывают данные, приведенные в таблице 2, наличие в среде водорода при температурах до 200°C в процессе синтеза приводит к существенному снижению сопротивления слоев. Это может быть обусловлено также тем, что адсорбированный в процессе формирования водород внедряется в структуру ZnO, формируя мелкие донорные центры [8].

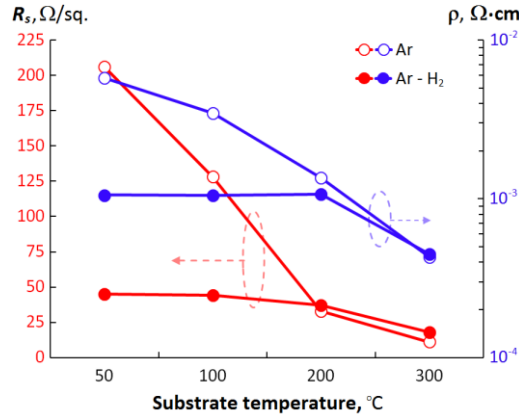


Рис. 2. Зависимости поверхностного сопротивления R_s и удельного сопротивления ρ слоев GZO от температур и газовой среды синтеза.

Величины спектров пропускания слоев, синтезированных в различных средах в зависимости от температуры синтеза, приведены на рис. 3. Соответствующие средние величины пропускания, а также величины ширины запрещенной зоны, показаны в таблице 3. Можно констатировать, что синтез в среде, содержащей водород, приводит к увеличению ширины запрещенной зоны и росту средней величины оптического пропускания T в спектральном диапазоне 400–750 нм.

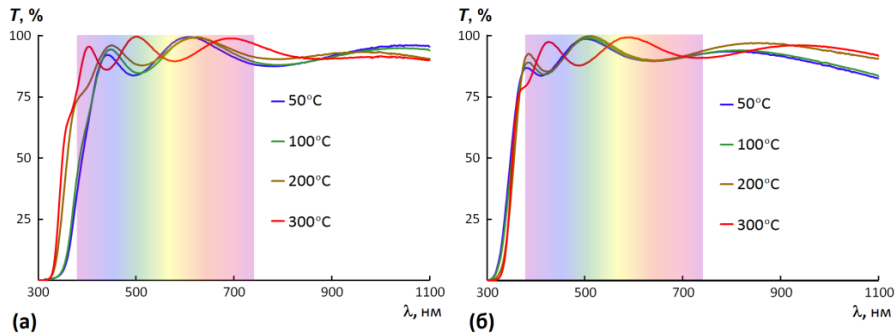


Рис. 3. Спектры оптического пропускания слоев GZO, напыленных в чистом аргоне (а) и смеси газов Ar–H₂.

Средний коэффициент пропускания T_{av} и оптическая ширина запрещенной зоны E_g слоев GZO, синтезированных в средах Ar и Ar–H₂ при температурах подложки 50, 100, 200 и 300°C.

Температура подложки, °C	Состав рабочего газа			
	Ar		Ar–H ₂	
	T_{av} , %	E_g , эВ	T_{av} , %	E_g , эВ
50	88.6	3.40	91.6	3.80
100	89.4	3.43	91.8	3.78
200	92.4	3.68	93.0	3.72
300	93.9	3.71	93.4	3.69

Таблица 2.

ВЫВОДЫ

Проведенные исследования показали:

1. Синтез слоев ZnO при температурах 50 и 100°C в атмосфере Ar–H₂ приводит к существенному уменьшению размеров зерен в результате формирования водородных центров кристаллизации.
2. Слои, синтезированные в температурном створе до 200°C имеют близкие величины удельных сопротивлений, что обусловлено пассивированием поверхности роста водородом, а также формированием в решетке ZnO мелких поверхностных центров.
3. Аморфизация синтезируемых слоев с ростом парциального давления водорода позволяет формировать прозрачные проводящие слои с высокой температурной стабильностью электрических характеристик.
4. Прозрачные электроды GZO, синтезированные при низких температурах в среде Ar–H₂, представляют интерес для формирования функциональных слоев в структурах на полимерных носителях.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работы выполнены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (№ 20-07-00760_A, № 19-07-00537_A) с привлечением оборудования Аналитического центра коллективного пользования ДФИЦ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Handbook of Semiconductor Manufacturing Technology, second edition. Ed. By R. Doering and Y. Nishi. // CRC press, 2008, 1722 pages.
2. P.K. Song, M.Watanabe, M.Kon, A.Mitsui, Y.Shigesato. Electrical and optical properties of gallium-doped zinc oxide films deposited by dc magnetron sputtering. Thin Solid Films, 2002, V. 411, P. 82–86.
3. S.Takeda, M.Fukawa. Characteristic of hydrogenated Ga-doped ZnO films grown by DC magnetron sputtering using H₂/Ar gas. MRS Online Proceedings Library, 2004, V. 813, P. 351–356.
4. M.-C. Li, C.-C. Kuo, S.-H. Peng, S.-H. Chen, C.-C. Lee. Influence of hydrogen on the properties of Al and Ga-doped ZnO films at room temperature. Applied Optics, 2011, V. 50, P. C197-C200.
5. I.S. Edelman, H. Chou, Y.E. Samoshkina, et al. Giant hydrogen effect on the structure and physical properties of ZnO and Co-doped ZnO films fabricated by the RF magnetron sputtering in Ar+H₂ atmosphere. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2019, V. 429, P. 165461.
6. L.-Y. Chen, W.H. Chen, J.-J. Wang, et al. Hydrogen-doped high conductivity ZnO films deposited by radio-frequency magnetron sputtering. Appl. Phys. Lett., 2004, V. 85, P. 5628–5630.
7. A.K. Abduev, A.K. Akhmedov, A.S. Asvarov, A.E. Muslimov, V.M. Kanevsky. Influence of Nucleation Conditions on the Structure of Zinc Oxide Films. Crystallography Reports, 2020, V. 65, P. 491–495.
8. Abduev, A. Akhmedov, A. Asvarov, V. Belyaev. (2019), Improved ZnO based materials for to-date flat panel displays. SID Symposium Digest of Technical Papers, 2019, V. 50, P. 977–980.
9. C.G. Van de Walle. Hydrogen as a Cause of Doping in Zinc Oxide. Phys. Rev. Lett. 2000, V. 85, P. 1012–1015.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ КОЛЛОИДНЫХ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ГЕТЕРОСТРУКТУР НА ИХ СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

STUDY OF THE INFLUENCE OF THE PARAMETERS OF THE PROCESS OF OBTAINING COLLOID PHOTONIC CRYSTAL HETEROSTRUCTURES ON THEIR SPECTRAL CHARACTERISTICS

А.Р.Ибрагимов, А.А.Шатаев, О.М.Медведева, К.Р.Минько, С.С.Серопян,
Е.В.Панфилова(ORCID:0000-0001-7944-2765) / panfilova.e.v@bmstu.ru

A.R.Ibragimov, A.A.Shataev, O.M.Medvedeva, K.R.Minko, S.S.Seropyan, E.V.Panfilova

МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва

Фотонно-кристаллические гетероструктуры являются перспективным для инженерии фотонных запрещенных зон материалом. Технологичный способ их получения основывается на использовании коллоидных пленок, сформированных в процессе самоорганизации сферических коллоидных частиц диаметром в сотни нанометров. Вакуумное осаждение функциональных материалов на такие пленки позволяет сформировать двумерные и трехмерные фотонно-кристаллические слоистые и композитные структуры, а также массивы регулярно расположенных наночастиц. В настоящей работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния параметров магнетронного осаждения металлов на поверхность коллоидных пленок полистирола на характеристики фотонной запрещенной зоны формируемых структур. Выявлено, что варьируя длительностью процесса и мощностью источника, можно управлять длиной волны фотонной запрещенной зоны и существенно изменять спектр отражения гетероструктур. Показано, что выявленные эффекты воспроизводятся одинаковым образом независимо от используемых методов и оборудования для получения коллоидных пленок и оборудования для вакуумного осаждения металлов. В работе представлены результаты атомно-силового и спектрофотометрического исследования сформированных посредством магнетронного осаждения вольфрама и титана на поверхность коллоидных пленок полистирола гетероструктур.

This work presents the results of experimental studies of the influence of the parameters of magnetron deposition of metals on the surface of colloidal polystyrene films on the characteristics of the photonic band gap of the structures being formed.

The paper presents the results of atomic force and spectro-photometric studies of hetero-structures formed by means of magnetron deposition of tungsten and titanium on the surface of colloidal polystyrene films.

Ключевые слова: спектрофотометрические исследования гетероструктур, коллоидные пленки полистирола, спектральные характеристики.

Key words: spectrophotometric studies of heterostructures, colloidal polystyrene films, spectral characteristics.

ВВЕДЕНИЕ

Гетероструктуры, получаемые на основе коллоидных фотонно-кристаллических пленок являются перспективным материалом для использования в оптоэлектронике, сенсорике, медицине и ряде других областей [1]. Вакуумное осаждение материалов на коллоидную пленку позволяет получить как слоистые, так и трехмерные композиции и массивы регулярно расположенных наночастиц [2]. Технология осаждения коллоидных

пленок постоянно совершенствуется [3], технология вакуумного осаждения материалов хорошо отработана, поэтому соответствующие процессы могут быть использованы для получения гетероструктур с воспроизводимыми характеристиками фотонной запрещенной зоны (ФЗЗ). В [2] показано, что при осаждении на коллоидную пленку функциональный материал может образовать пленку на поверхности и / или проникнуть в пустоты между коллоидными частицами. Параметры ФЗЗ определяются толщинами образуемых при этом слоев и их показателями преломления. Величина этих параметров, в свою очередь, зависит от параметров процесса осаждения функционального материала, размера коллоидных частиц и плотности их упаковки в структуру фотонного кристалла. Поскольку состояние ФЗЗ определяется большим количеством параметров, вопрос выявления зависимостей, имеющих место быть в названных процессах, является весьма актуальным. Немногочисленные публикации [4, 5] на эту тему являются результатом теоретических разработок. Однако, представленные в них модели требуют апробации на практике. В настоящей работе представлены обобщение результатов экспериментального исследования процесса получения образцов фотонно-кристаллических гетероструктур методом магнетронного осаждения металлов на поверхность коллоидной пленки полистирольного латекса, выполненного на разном оборудовании.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Исследуемый технологический процесс включал в себя операции очистки подложек, осаждения коллоидных пленок, нанесения на их поверхность пленок функционального материала и последующего контроля. Очистка осуществлялась в ультразвуковой ванне «Skumen JP-010T» последовательно в ацетоне, спирте и деионизированной воде. В эксперименте использовались подложки из ситалла и поликора. Коллоидные пленки осаждались методом центрифугирования на установке «ELMI CM-6MT» с последовательно увеличиваемой частотой вращения 200 об/мин (60 с), затем 1000 об/мин (120 с) далее 2000 об/мин (10 с) и вертикального вытягивания из коллоидной суспензии на универсальном экспериментальном стенде [6] со скоростью движения подложки 0.4 мм/мин. В процессах использовались стандартные образцы полистирольного монодисперсного латекса PS в карбоксильной группе -COOH с начальной концентрацией суспензии 10% и диаметром частиц 300 нм. Данный раствор в ходе проведения экспериментов доводился до концентрации 1% при вертикальном вытягивании и 5% при центрифугировании добавлением 95% раствора этилового спирта. Высушивание пленок происходило при нормальных условиях в атмосфере. Перечисленные режимы были признаны ранее [6] наиболее эффективными для получения фотонно-кристаллических структур используемыми в работе методами. Магнетронное осаждение функционального материала осуществлялось на лабораторных установках «ЛУНТИК» и УВН-1 одновременно на две подложки (одна из которых была с коллоидной пленкой, другая являлась свидетелем). Параметры осаждения на установке УВН-1 были следующими: ток 75 мА, напряжение 4 В, давление $2 \cdot 10^{-2}$ мбар, расстояние от мишени до подложки 50 мм, время нанесения изменялось от 8 до 10 мин. На установке «ЛУНТИК» мощность варьировалась в диапазоне от 150 Вт до 200 Вт, время осаждения изменялось от 5 мин до 10 мин. Спектры отражения были получены на спектрофотометре *Epsilon*. Исследование морфологии пленок осуществлялось с помощью сканирующего зондового микроскопа *SolverNEXT* методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в режиме прерывистого контакта. Измерение толщины пленок осуществлялось на профилометре «TR200». В результате на образцах-свидетелях, полученных на установке УВН-1, средняя толщина пленки Ti составила 83 нм для времени осаждения 8 мин и 125 нм для времени осаждения 10 мин. Средняя толщина пленки Ni, осажденной на установке «ЛУНТИК» составила 85 нм для времени осаждения 5 мин и мощности магнетрона 150 Вт, 183 нм для времени осаждения 5 мин и мощности магнетрона 200 Вт, 271 нм для времени осаждения 10 мин и мощности магнетрона 150 Вт, 327 нм для времени осаждения 10 мин и мощности магнетрона 200 Вт.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные коллоидные пленки при визуальном контроле обнаруживали выраженную опалесценцию. Спектрофотометрическое исследование подтвердило фотонно-кристаллическую природу образцов. Последующий АСМ-контроль выявил наличие у них структуры фотонного поликристалла. На рис. 1 представлены АСМ-изображение и спектры отражения пленок, полученных методом вертикального вытягивания, а также спектр отражения пленки, полученной методом центрифугирования. Среднее значение длины волны ФЗЗ полученных образцов составило 582 нм для тех из них, которые были получены методом вертикального вытягивания, и 575 нм – для центрифугирования. Очевидно, что использованные в эксперименте режимы центрифугирования позволили получить несколько более плотно упакованную, но при этом менее упорядоченную структуру, чем методом вертикального вытягивания. Последующее осаждение металла видоизменило внешний вид образцов, а также их ФЗЗ. На рис. 2 представлен внешний вид образцов, а на рис. 3 и 4 представлены спектры отражения, демонстрирующие основные выявленные закономерности.

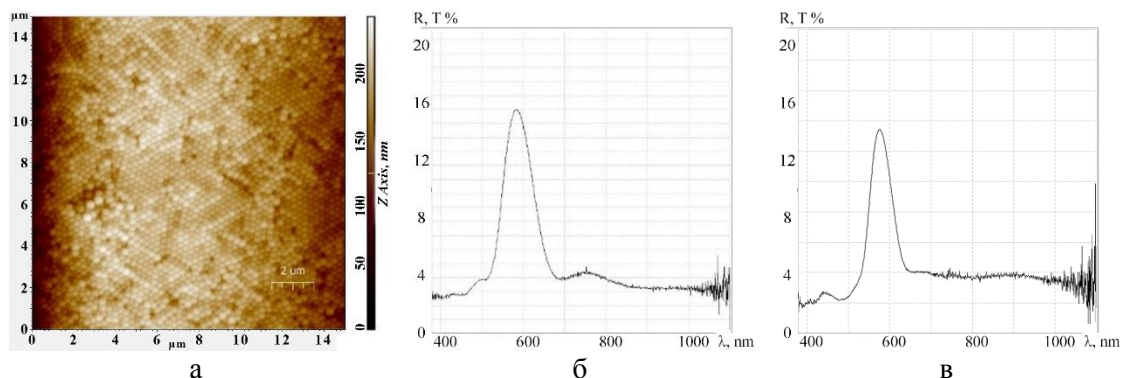


Рис. 1. Результаты АСМ-исследования (а) и измерения спектральных характеристик отражения коллоидных пленок, полученных методом вертикального вытягивания (а, б) и центрифугирования (в).

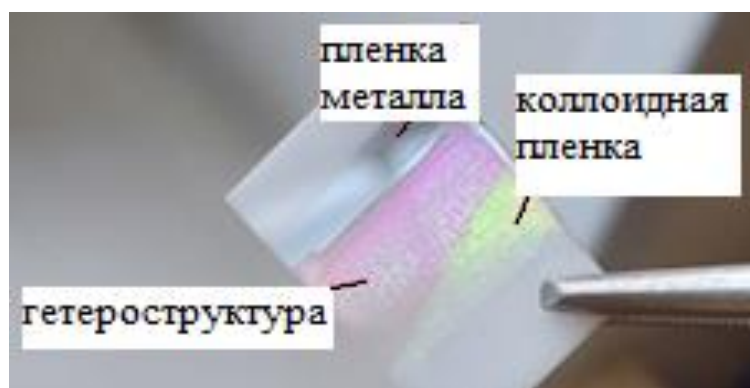


Рис. 2. Изображение образца с областями, занятыми коллоидной пленкой полистирола, пленкой титана и гетероструктурой.

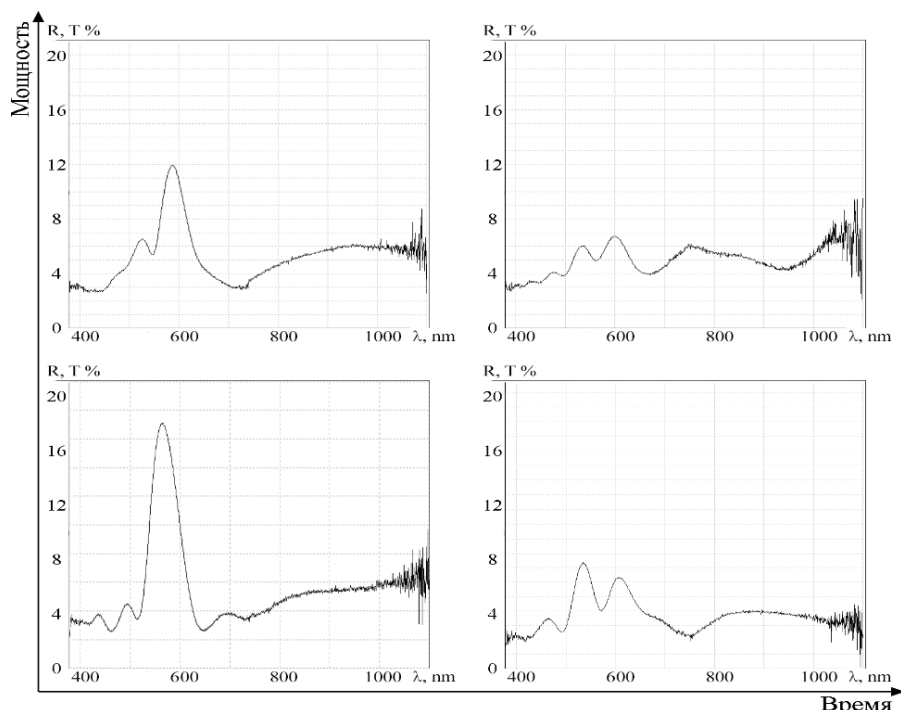


Рис. 3. Результаты измерения спектральных характеристик отражения образцов, полученных методом центрифугирования и последующего магнетронного осаждения на установке ЛУНТИК.

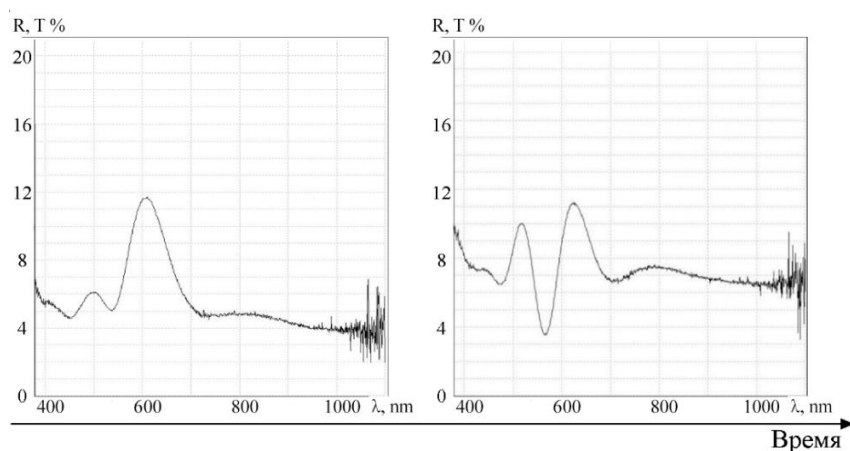


Рис. 4. Результаты измерения спектральных характеристик отражения образцов, полученных методом вертикального вытягивания и последующего магнетронного осаждения на установке УВН-1.

Исходные коллоидные пленки имеют один ярко выраженный пик, соответствующий ФЗЗ. Положение этого пика соответствует длине волны, определяемой по закону дифракции Брэгга для опаловой матрицы с ГЦК упаковкой микросфер диаметром 300 нм. После кратковременного осаждения металла с невысокой энергией распыляемых частиц положение этого пика и интенсивность отражения в его области практически не изменяются, но обнаруживается появление еще одного максимума отражения, связанного с интерференцией в тонких пленках. Если же энергия частиц была при этом более высокой, длина волны ФЗЗ сдвигалась в сторону ИК части спектра, что объясняется формированием в коллоидной пленке слоя с заполненными металлом

межсферическими пустотами. При этом длина волны пика, соответствующего эффектам в пленке металла теперь уже большей толщины также сдвигалась вправо. В случае более длительного осаждения функционального материала продолжалось смещение пиков в сторону ИК области, возникали множественные интерференционные эффекты. При этом интенсивность отражения в области ФЗЗ верхнего заполненного металлом слоя уменьшалась, в том числе, и за счет роста его пленки на поверхности коллоидной пленки. Если же при длительном осаждении металла более высокой была и энергия осаждающихся частиц, то смещение спектральных максимумов отражения вправо уже не обнаруживалось, все максимумы становились менее выраженными. Очевидно, при росте сплошной пленки на поверхности коллоидной пленки заполнение пустот в ней прекращается, а сама пленка металла становится непрозрачной. Характерно, что описанные выше эффекты обнаруживаются независимо от способов получения коллоидных пленок, используемого для этого и осаждения функциональных слоев оборудования, а также осаждаемого материала.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выявленные закономерности могут быть использованы в области инженерии фотонных запрещенных зон, а также при анализе оптических свойств, полученных ФКГ. Полученные при анализе данные могут быть полезны для изготовления ФК устройств, которые работают на эффекте ФЗЗ. Формирование слоев с заданной структурной геометрией позволяет получить требуемые спектральные характеристики. Подобные разработки актуальны для исследования в технологии получения ФКГ с заданными оптическими свойствами, например, для модуляторов оптического излучения, перестраиваемых фотоприемников и дисплеев, в которых манипуляция цветом пикселей осуществляется при помощи фотонных кристаллов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Панфилова Е.В. Перспективные методы формирования планарных наноструктур // Наноинженерия, Машиностроение. 2014, №8 – с. 29-33.
2. Панфилова Е. В., Доброносова А. А. Особенности формирования и свойства тонких пленок и массивов частиц золота, получаемых на поверхности опаловых пленок // Инженерный журнал: наука и инновации. – 2017. – №. 8 (68).
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. Ulmeanu M., Filipescu M., Medianu R. V. Fabrication of 2-D nanostructures via metal deposition through a colloidal mask: comparison between thermal evaporation and RF magnetron sputtering // *physica status solidi c*. – 2008. – Т. 5. – №. 12. – С. 3584-3587.
5. Zhang X. et al. Magnetron sputtering deposition of Ag/Ag₂O bilayer films for highly efficient color generation on fabrics // *Ceramics International*. – 2020. – Т. 46. – №. 9. – С. 13342-13349.
6. Panfilova E. V., Syritskii A. B., Ibragimov A. R. Optimization of the photonic crystal colloidal films deposition by means of atomic force microscopy // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing, 2019. – Т. 699. – №. 1. – С. 012034.

ВВЕДЕНИЯ ВЕЩЕСТВ В НАНОРАЗМЕРНЫЕ ПУСТОТЫ ОПАЛОВЫХ МАТРИЦ

INTRODUCTION OF SUBSTANCES INTO NANOPORES OF OPAL MATRIXES

А.Ф.Белянин¹ / belianinaf@yandex.ru

А.С.Багдасарян^{2,3} / bagdassarian@mail.ru

В.В.Борисов⁴ / borvv1947@mail.ru

С.А.Налимов¹ / san@cnititm.ru

Е.Р.Павлюкова³ / elena.pavlyukova@cplire.ru

A.F.Belyanin, A.S.Bagdassarian, V.V.Borisov, S.A.Nalimov, E.R.Pavlyukova

¹Центральный научно-исследовательский технологический институт “Техномаш”,
Москва

²Научно-производственное предприятие “Технологии радиочастотной идентификации и
связи”

³Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН

⁴Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В.Скобельцына Московского
государственного университета им. М.В.Ломоносова, Москва

Представлены результаты формирования композиционных наноматериалов с упорядоченным трехмерным распределением компонентов за счет заполнения различными веществами нанополостей объемного образца опаловой матрицы (ОМ, упорядоченной упаковки шаровых частиц SiO₂ диаметром ~260 нм). С целью уменьшения времени введения веществ в наноразмерный объем пустот ОМ и улучшения однородности их распределения по объему образец нагревают до температуры 350–390 К и вакуумируют до ~10⁻¹ Па.

The results of the formation of composite nanomaterials with an ordered three-dimensional distribution of components due to the filling of nanocavities with various substances in a bulk sample of an opal matrix (OM, an ordered packing of spherical SiO₂ particles ~260 nm in diameter) are presented. In order to reduce the time of introduction of substances into the nanoscale volume of OM nanopores and improve the uniformity of their distribution over the volume, the sample is heated to a temperature of 350–390 K and evacuated to ~ 10⁻¹ Pa.

Ключевые слова: опаловые матрицы, композиционные наноматериалы, наноразмерный объем пустот.

Keywords: opal matrixes, composite nanomaterials, nanoscale volume of OM nanopores.

ВВЕДЕНИЕ

Композиционные наноматериалы с упорядоченным трехмерным распределением компонентов (кристаллитов и аморфных фаз) можно создавать за счет заполнения различными веществами нанопустот пористых материалов. В качестве пористого материала с упорядоченной решеткой пустот перспективны опаловые матрицы (ОМ). ОМ представляют собой плотнейшую упаковку шаровых частиц аморфного SiO₂, диаметры которых в зависимости от условий формирования изменялись в пределах $d = 200\text{--}700$ нм [1–5]. При стабильных параметрах получения ОМ имеют одинаковые диаметры шаровых частиц SiO₂ и обладают трехмерной системой сообщающихся и пространственно упорядоченных межшаровых нанопустот, занимающих ~26% объема ОМ.

Композиционные наноматериалы на основе ОМ, пустоты которых заполнены различными веществами (упорядоченные 3D-нанорешетки кристаллитов), являются метаматериалами, обладающими уникальными свойствами. Например, периодическая

структура расположения частиц в пустотах ОМ существенно изменяет микроволновые свойства композиционных наноматериалов [3–5]. ОМ и композиционные наноматериалы на их основе перспективны при разработке устройств СВЧ- и КВЧ-техники. ОМ являются одним из немногих материалов, проявляющих совместимость с биоматериалами, и применимых для культивирования на них клеточных структур [6], а при лазерном воздействии могут применяться в качестве функциональных сред для генерирования акустического и рентгеновского излучений [7].

Для заполнения пустот ОМ используют методы ионно-плазменного распыления; CVD-метод; введение расплавов металлов, имеющих низкую температуру плавления, с последующей их кристаллизацией, и другие. Наиболее технологически простым является синтез неорганических веществ заданного состава непосредственно в пустотах [3–5]. Способ формирования композиционных наноматериалов состоит из двух этапов: получение промежуточного композита и его отжиг. Этап получения промежуточного композита включает многократное (до 20 раз) заполнение пустот ОМ раствором веществ-прекурсоров в виде солей или оксидов металлов (пропитка); нагревание заполненных раствором образцов на воздухе и выдержку при температурах ~670–720 К в течение ~1 часа. Промежуточный композит отжигают при 970–1470 К продолжительностью до 24 часов К в воздухе, водороде или аргоне. Недостатками метода является его длительность (одна пропитка продолжается 8–12 часов) и значительная неоднородность степени заполнения пустот получаемых.

Цель работы – ускорение процесса получения композиционных наноматериалов на основе ОМ с заданным строением и составом по всему объему.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Опаловые матрицы получали по методике, подробно рассмотренной в литературе [3, 6]. Промежуточные композиты формировали с использованием вакуумного модуля, позволившего за один прием провести пропитку ОМ растворами солей (нитраты, хлориды и др.) или оксидов металлов, и их сушку. Исходные ОМ представляли собой диски диаметром ≤ 23 мм высотой 5–10 мм. В геометрическом центре диска с плоской стороны создавалось сферическое углубление диаметром 3–4 мм. При размещении образца на фланце вакуумной камеры сферическое углубление совмещалась с коническим отверстием, а плоская часть – фиксировалась слоем высокотемпературного (610 К, АВROA11R) герметика. Схема и общий вид модуля для заполнения пустот ОМ растворами солей или оксидов металлов (прекурсоры) и их сушки (формирование промежуточных композитов) представлены на рис. 1,а,б. В модуле использовали следующие приборы и оборудование: мультиметр METEX M3850D с термопарой до 470 К (регистрация температуры); широкозонный датчик давления BOC EDWARDS WRG-SL NW–25, вакуумметр BOC EDWARDS D395-91-500; спиральный вакуумный насос предварительной откачки BOC EDWARDS XDS-10; понижающий автотрансформатор ~220 В; хомутовый электронагреватель (до 570 К) компании «Электронагрев»; механический дозатор BIONIT mLINE; персональный компьютер Intel Pentium, 2,8 ГГц, 2 ГБ ОЗУ, MS Win XP SP 3.

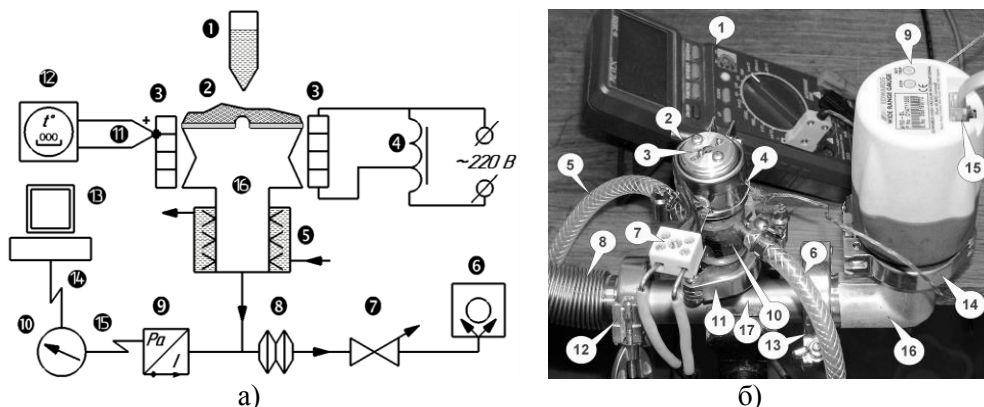


Рис. 1. а) Схема модуля для формирования промежуточного композита: 1 – дозатор растворов; 2 – ОМ; 3 – нагреватель; 4 – автотрансформатор; 5 – водяное охлаждение фланца вакуумной камеры; 6 – вакуумный насос; 7 – регулирующий клапан; 8 – сильфон; 9 – датчик давления; 10 – вакуумметр; 11 – термопара; 12 – датчик температуры; 13 – персональный компьютер (ПК); 14 – передача данных по давлению к ПК по каналу RS-232; 15 – передача данных по давлению к вакуумметру; 16 – вакуумная камера.

б) Снимок модуля: 1 – датчик температуры; 2 – нагреватель; 3 – прижим образца; 4 – термопара; 5, 6 – приток и сток воды системы охлаждения; 7 – керамическая колодка с контактами нагревателя; 8 – сильфон; 9 – датчик давления; 10 – водяное охлаждение фланца вакуумной камеры; вакуумные соединения: 11 – KF-16, 12–14 – KF-25; 15 – передача данных от 9 к вакуумметру (и далее к ПК); 16 – угловой фланец, 17 – тройник вакуумного тракта.

Для формирования в пустотах металлов промежуточные композиты отжигали в H_2 . Контролируемую термообработку нанокompозитов в H_2 проводили с использованием установки «Отжиг ТМ-6» (разработка «НИИ точного машиностроения», Зеленоград).

Строение промежуточных композитов и композиционных наноматериалов исследовали на растровом (Carl Zeiss Supra 40-30-87) и просвечивающем (JEM 200C) электронных микроскопах (РЭМ и ПЭМ). Методом ПЭМ исследовали измельченные образцы композиционных наноматериалов. Состав образцов и размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения) определяли с использованием рентгеновского дифрактометра XRD-6000 и лазерного спектрометра комбинационного рассеяния света (КРС) LabRAM HR800 (HORIBA Jobin-Yvon).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Были изготовлены образцы ОМ объемом до 3 см^3 с диаметром шаровых частиц SiO_2 $\sim 260 \text{ нм}$ (разность диаметров шаровых частиц составляла $\Delta d \approx 5\%$). Процесс пропитки и кристаллизации проходил при фиксированных температуре и начальном давлении $P_N \approx 1 \text{ Па}$. Проводили циклический перенос раствора солей порциями фиксированного (140 мкл) объема на верхнюю часть ОМ и регистрацию давления P до стабильных значений P_{MIN} . На рис. 2 представлены графики 13 циклов переноса 0,25% водного раствора солей нитратов Fe, Ni и Co объемами по 140 мкл при температуре 370 К. Последние 10 циклов (4–13), на которых наблюдалась стабилизация давления до значения $P_{\text{MIN}} \approx 5 \text{ Па}$, представлены усредненной кривой.

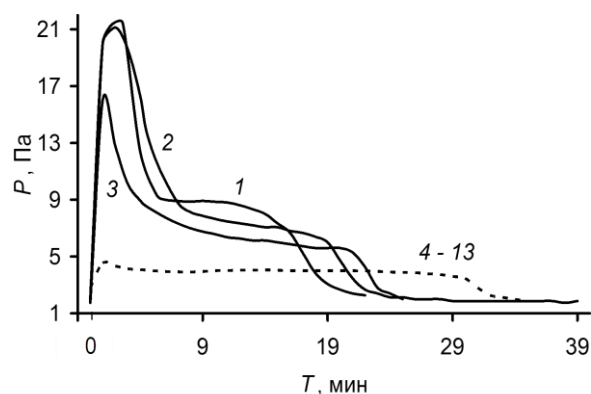


Рис. 2. Циклы переноса 0,25% водного раствора солей нитратов Fe, Ni и Co объемами по 140 мкл при температуре 370 К.

Состав и строение синтезированных в ОМ веществ зависели от характеристик заполняющих пустоты растворов и условий отжига. На рис. 3,а представлена ростовая поверхность ОМ, а на рис. 3,б показано строение промежуточного композита, шаровые частицы SiO_2 которого покрыты рентгеноаморфным NiO. Заполнение пустот промежуточных композитов достигало 90 %. На снимках измельченных образцов композиционных наноматериалов наблюдали кристаллиты синтезированных веществ (рис. 3,в). Варьирование параметров получения композиционных наноматериалов (концентрация заполняющих пустоты растворов, условия отжига – температура, выдержка), позволяло получать смесь аморфных и кристаллических составляющих синтезированных веществ.

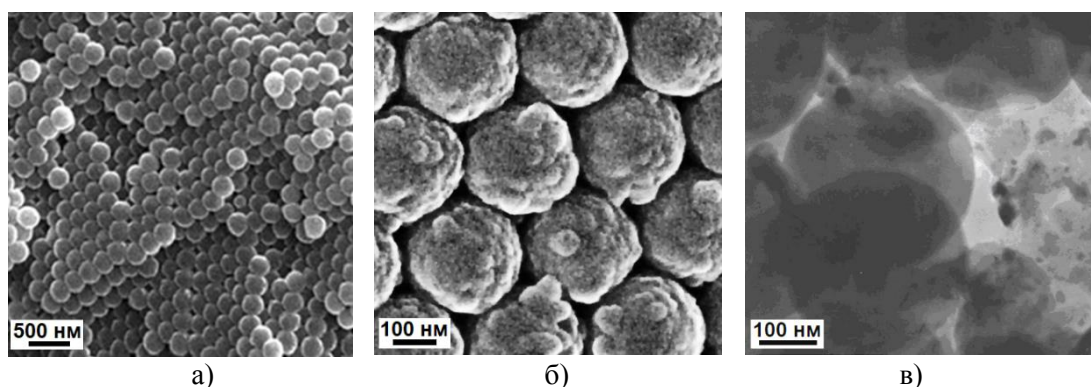


Рис. 3. Строение: а) поверхности: роста образца ОМ (РЭМ); б) скола образца промежуточного композита на основе ОМ, содержащего NiO (РЭМ); в) композиционного наноматериала на основе ОМ, содержащих кристаллиты Ni (ПЭМ).

На рис. 4 приведена схема строения подрешетки пустот ОМ и соединяющих их каналов. На гранях тетраэдров и октаэдров, образованных соединением центров четырех и шести шаровых частиц, показаны сечения тетраэдрических и октаэдрических пустот (рис. 4,а). При растворении шаровых частиц SiO_2 , остается трехмерная упорядоченная структура из синтезированных в пустотах веществ, называемая инверсионным опалом [1, 2, 8]. Каждая шаровая частица SiO_2 окружена восемью тетраэдрическими и шестью октаэдрическими пустотами. Октаэдрические и тетраэдрические пустоты (рис. 4,а) имеют размеры (диаметры вписанных в них сфер) $\sim 0.41 d$ и $\sim 0.22 d$, соответственно. Указанные параметры межшаровых пустот и соединяющих их каналов позволили эффективно заполнять пустоты растворами солей или оксидов металлов и проводить отжиг, позволяющий синтезировать необходимые химические вещества. На рис. 4,б представлена

объемная модель вещества, заполнившего пять пустот находящихся в двухслойной упаковке шаровых частиц.

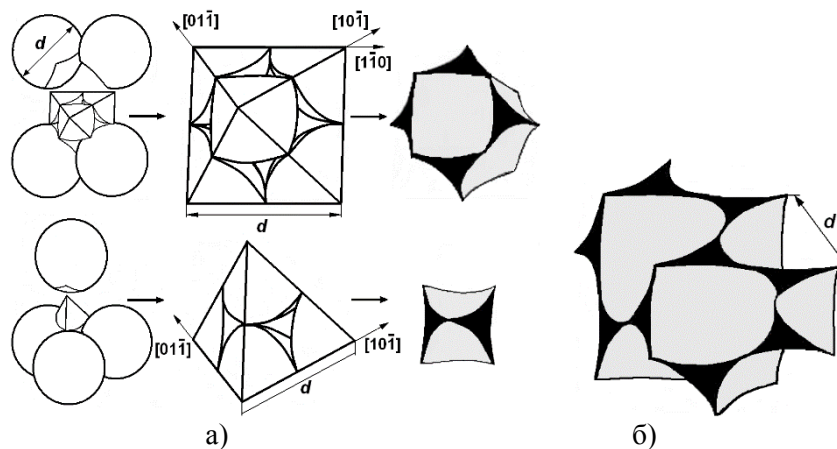


Рис. 4. а) Октаэдрическая (вверху) и тетраэдрическая пустоты, образованные шаровыми частицами SiO_2 и объемные модели вещества, заполнившего пустоты. б) Объемная модель вещества, заполнившего две октаэдрические и три тетраэдрические пустоты.

По данным рентгенофазового анализа и спектроскопии КРС полученные в пустотах промежуточного композита вещества представляли собой рентгеноаморфные оксиды, которые при отжиге (1073–1423 К, 4–12 ч) частично кристаллизуются. Различные температуры отжига одинаковых промежуточных композитов приводили к разному составу. При получении промежуточных нанокompозитов для сохранения целостности образцов следует учитывать изменение объема синтезированных веществ (разность плотностей) при фазовых превращениях. Правильность упаковки шаровых частиц SiO_2 в сформированных композиционных наноматериалах сохранялась.

Отжигом в H_2 промежуточных композитов, полученных введением в пустоты растворов нитратов Ni (в различных концентрациях) были получены композиционные наноматериалы, содержащие Ni. Анализ рентгеновских дифрактограмм композиционных наноматериалов показал наличие в образцах кристаллитов Ni (пространственная группа Fm3m), NiO (пр. гр. Fm3m) и SiO_2 . Размер синтезированных в пустотах кристаллитов Ni изменялся в пределах 20–65 нм. Размер кристаллитов SiO_2 составлял 15–25 нм, а NiO – 15–50 нм.

Помимо Ni, в пустоты вводили Co, Fe, Zn и другие металлы, а также их комбинации, например Co+Ni, Fe+Ni. Отжигом в H_2 (1073–1423 К, 4–12 ч) были получены композиционные наноматериалы, содержащие кристаллиты и кластеры (рентгеноаморфные вещества постоянного состава): Ni, Co (пр. гр. Fm3m); Co (пр. гр. R6₃/mmc), Ni₃Fe, Ni₂Fe₃ и другие.

Из образцов композиционных наноматериалов на основе OM, пустоты которых содержали кристаллиты Ni, были изготовлены цилиндрические вкладыши для Y-циркуляторов. Показано улучшение на > 20% характеристик Y-циркулятора с цилиндрическими вкладышами из композиционных наноматериалов, содержащих кристаллиты Ni, по сравнению с использованием в Y-циркуляторах вкладышей из феррита (Ni-Zn-шпинель). Образцы Y-циркуляторов с вкладышами из композиционных наноматериалов на основе OM, полученных вакуумным заполнением пустот, показали 100% воспроизводимость характеристик.

ВЫВОДЫ

С целью уменьшения времени введения веществ в наноразмерный объем пустот OM, и улучшения однородности их распределения по объему образец нагревают до

температуры 350–390 К и вакуумируют до $\sim 10^{-1}$ Па. Представлены результаты заполнения нанополостей объемного образца ОМ (упорядоченной упаковки шаровых частиц SiO₂ диаметром 260 нм), различными металлами. Исследуются состав и магнитные свойства нанокompозитов на основе ОМ, в нанопустотах которых синтезированы кристаллиты веществ на основе Ni. Рассмотренный метод обеспечил введение в наноразмерный объем пустот ОМ веществ заданной концентрации, строения и состава по всему объему композиционного наноматериала.

Разработанный метод может быть использовано при создании различных твердотельных СВЧ-устройств (фильтров, линий задержки, Y-циркуляторов, фазовращающих элементов и других), а также источников направленного рентгеновского излучения и акустических волн.

Работа поддержана РФФИ (грант 18-29-02076 мк).

ЛИТЕРАТУРА

1. Armstrong E., O'Dwyer C. Artificial opal photonic crystals and inverse opal structures – fundamentals and applications from optics to energy storage / Journal of materials chemistry C. 2015. V. 3. P. 6109–6143.

2. Tuyen L.D., Wu C.Y., Anh T.K., Minh L.Q., Kan H-C., Hsu C.C. Fabrication and optical characterization of SiO₂ opal and SU-8 inverse opal photonic crystals // Journal of experimental nanoscience. 2012. V. 7. № 2. P. 198–204.

3. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С., Гуляев Ю.В., Юрин А.И., Павлюкова Е.Р. Строение, диэлектрические и магнитные свойства нанокompозитов на основе опаловых матриц, фосфатов и ванадатов металлов // Журнал радиоэлектроники. 2019. № 5. С. 4.

4. Rinkevich A.B., Perov D.V. Electromagnetic field inhomogeneity in artificial crystals with ferrimagnetic particles / Doklady Physics. 2018. V. 63. № 7. P. 269–271.

5. Samoilovich M.I., Rinkevich A.B., Bovtun V., Belyanin A.F., Kempa M., Nuzhnyy D., Tsvetkov M.Yu., Kleshcheva S.M. Optical, magnetic, and dielectric properties of opal matrices with intersphere nanocavities filled with crystalline multiferroic, piezoelectric, and segnetoelectric materials // Russian Journal of general chemistry. 2013. Vol. 83. № 11. P. 2132–2147.

6. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С., Гуляев Ю.В., Сергеева Н.С., Багдасарян С.А., Павлюкова Е.Р. Биосовместимые наноматериалы на основе опаловых матриц // Журнал радиоэлектроники. 2019. № 5. С. 7.

7. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С., Багдасарян С.А., Борисов В.В., Павлюкова Е.Р. Рентгеновское излучение при лазерном воздействии на опаловые матрицы // Журнал радиоэлектроники. 2019. № 6. С. 15.

8. Nishijima Y., Ueno K., Juodkazis S., Mizeikis V., Misawa H., Tanimura T., Maeda K. Inverse silica opal photonic crystals for optical sensing applications // Optics express. 2007. V. 15. № 20. P. 12979–12988.

УЛУЧШЕНИЕ ВЫХОДНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОПОРЦИОНАЛЬНЫХ ГАЗОВЫХ КЛАПАНОВ ЗА СЧЕТ СНИЖЕНИЯ ТРЕНИЯ МЕЖДУ ЯКОРЕМ И КОРПУСОМ

IMPROVING THE OUTPUT PERFORMANCE OF PROPORTIONAL GAS VALVES BY REDUCING FRICTION BETWEEN ANCHOR AND BODY

А.С.Ломакин, С.П.Бычков, А.А.Копылов

A.S.Lomakin, S.P.Bychkov, A.A.Kopylov

МГТУ им.Н.Э. Баумана, Москва

В данной статье приведено описание экспериментов по исследованию влияния применения антифрикционного покрытия дисульфида молибдена (MoS_2) на поверхности якоря электромагнитного пропорционального газового клапана из стали 16Х-ВН на выходные характеристики клапана. Описаны структурные особенности и свойства используемого покрытия из MoS_2 . Приведена оценка результатов экспериментов.

This article describes experiments to study the effect of using an antifriction coating of molybdenum disulfide (MoS_2) on the surface of an electromagnetic proportional gas valve made of 16X-VN steel on the valve output characteristics. The structural features and properties of the MoS_2 coating are described. The evaluation of the experimental results is given.

Ключевые слова: трение, антифрикционное покрытие, дисульфид молибдена, узел «якорь-корпус», выходной поток газа, расход.

Keywords: friction, antifriction coating, molybdenum disulfide, anchor-body assembly, gas outlet flow, flow rate.

ВВЕДЕНИЕ

В современном медицинском оборудовании, в том числе и в аппаратах ИВЛ, широко применяются пропорциональные газовые клапаны (рис.1).



Рис. 1. Пропорциональный газовый клапан ASCO 202.

На сегодняшний день в российских аппаратах ИВЛ используют зарубежные пропорциональные клапаны, так как характеристики российских пока им значительно уступают.

Одной из проблем, связанной с недостаточными выходными характеристиками российских пропорциональных клапанов, является низкое тяговое усилие, создаваемое катушкой индуктивности клапана. Устранение данной проблемы требует улучшения магнитных характеристик деталей клапана и снижения трения в узле «якорь-корпус».

В данной работе представлены результаты экспериментов по исследованию влияния антифрикционного покрытия (АФП) из дисульфида молибдена (MoS_2) в

подвижном сочленении в узле «якорь-корпус» на улучшение выходных характеристик клапана с целью определения целесообразности применения данного технического решения.

СТРУКТУРА И АНТИФРИКЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ДИСУЛЬФИДА МОЛИБДЕНА

Применение АФП является одним из наиболее современных и перспективных способов снижения трения в подвижных сочленениях и защиты различных механизмов от интенсивного износа. АФП подобны краскам, но вместо красящего пигмента они содержат высокодисперсные частицы твердых смазочных веществ, равномерно распределенные в смеси связующих элементов и растворителей. После полимеризации антифрикционных покрытий сухие смазки и связующие элементы заполняют микронеровности поверхности, увеличивая ее опорную площадь. В процессе трения часть смазочных частиц переносится на сопряженную поверхность и ориентируется параллельно направлению движения. Таким образом, на обеих поверхностях образуется гладкая и скользкая защитная пленка.

Дисульфид молибдена является пластинчатым твердым материалом, состоящим из отдельных атомарно тонких плоскостей, которые могут легко скользить друг относительно друга. Благодаря этому MoS_2 в качестве твердой смазки в современных технологиях занимает лидирующие позиции. Как и графит (другой пластинчатый материал), MoS_2 может использоваться как сухая смазка, как добавка к маслам или консистентным смазкам, или как отдельный компонент композитного покрытия. Однако, в отличие от графита, MoS_2 не требует влажных сред для хорошей работы, а в сочетании с его способностью надежно работать в широком диапазоне температур (от криогенного режима до нескольких сотен градусов Цельсия) и способностью эффективно работать в вакууме делает MoS_2 привлекательным смазочным материалом практически для любых сфер промышленности.

На рис.2 представлены несколько видов морфологии поверхности MoS_2 и композиционных материалов на его основе, полученных различными способами.

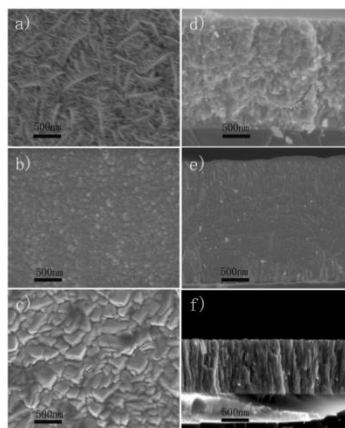


Рис. 2. Морфология поверхности трех различных покрытий:
(a), (d) - покрытие из чистого MoS_2 ; (b), (e) - покрытие $\text{Mo}_2\text{N} + \text{MoS}_2$;
(c), (f) - покрытие Mo_2N .

MoS_2 принадлежит к семейству слоистых двумерных дихалькогенидов переходных металлов (TMDS). Подобно графиту и гексагональному нитриду бора, его кристаллическая структура состоит из ковалентно связанных листов, которые образуют стопки, удерживаемые вместе только за счет слабых ван-дер-ваальсовых взаимодействий. Он встречается в природе как минерал молибденит. MoS_2 имеет несколько различных возможных структур (политипов) в зависимости от соединения листов и стопки листов. В то время как графит имеет одну плоскость атомов на листе, в MoS_2 каждый лист состоит из плоскости атомов Mo, зажатой между двумя плоскостями атомов S. Однослойная

структура может иметь тригонально-призматическую координацию вокруг Мо, которая представляет собой гексагональную структуру, или октаэдрическую связь, которая является тригональной фазой [1, 2].

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

В экспериментах было исследовано влияние трения на величину выходного потока газа в пропорциональном клапане российского производства, предназначенного для аппаратов ИВЛ. Эксперимент заключался в сравнении выходного потока клапана из стали 16Х-ВИ с АФП, нанесенным на якорь, и без него.

СБОРКА КЛАПАНА

В корпус клапана (рис.3) закрывалась сборка, состоящая из якоря (2), мембраны (10), плоской пружины (5) и тарелки клапана (6). Сборка закрывалась привертной втулкой (13), в которую вкручивалось выходное сопло (15). Сопло, в свою очередь, фиксировалось гайкой (16). С обратной стороны корпуса закладывалась катушка индуктивности (1) и фиксировалась сердечником (4) и вставленным в него регулировочным винтом (17). В первом случае был использован якорь из стали 16Х-ВИ без покрытия, во втором – с АФП MoS_2 .

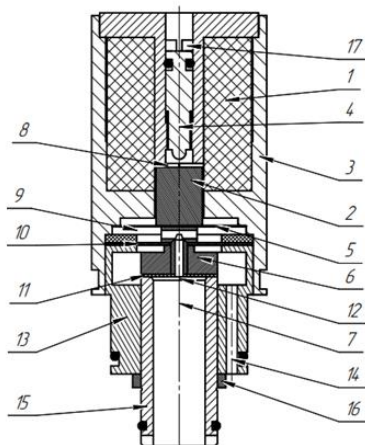


Рис. 3. Схема электромагнитного пропорционального клапана: 1 – катушка индуктивности, 2 – якорь, 3 – стенка корпуса, 4 – сердечник, 5 – плоская пружина, 6 – тарелка клапана, 7 – входное отверстие, 8 – рабочий зазор, 9 – пространство за клапаном, 10 – мембрана, 11 – резиновое уплотнение, 12 – седло клапана, 13 – привертная втулка, 14 – выходное отверстие, 15 – выходное сопло, 16 – гайка, 17 – регулировочный винт.

ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ КЛАПАНА

При подаче управляющего сигнала в катушку индуктивности (1), в магнитозамкнутом контуре, состоящем из якоря (2), стенок корпуса (3), сердечника (4) генерируется рабочий магнитный поток. Магнитный поток создаёт тяговое усилие, перемещающее якорь (2) к сердечнику (4), при этом противодействуя силе плоской пружины (5) плотно прижимающей тарелку клапана (6) к седлу клапана (12) через резиновое уплотнение (11), в результате чего клапан открывается. При отсутствии тока в катушке, пружина (5) удерживает клапан в закрытом положении (нормально-закрытый клапан). Величина магнитной напряжённости в рабочем зазоре (8), создаваемая током, протекающим в катушке индуктивности (1), характеризует ход сердечника, т.е. степень открытия клапана. В идеальном случае степень открытия клапана (расход) и ток (управляющий сигнал) имеют линейную зависимость. Для предотвращения случайного открытия клапана при увеличении входного давления рабочего газа, в конструкции клапана предусмотрено технологическое отверстие, соединяющее входное (7) и выходное

(14) отверстия и пространство за клапаном (9), что позволяет компенсировать силу, действующую на тарелку клапана (6) при перепаде давлений [3, 4].

УСТАНОВКА КЛАПАНА И РЕГУЛИРОВКА ВХОДНЫХ ПАРАМЕТРОВ

После сборки клапан закреплялся в испытательном стенде посредством картриджной системы и фиксировался в самом картридже. На стенд подавался воздух под давлением 3 Бар – рабочем давлении аппаратов ИВЛ.

При подаче воздуха при заданном давлении с помощью осциллятора от 0 до 99 % регулировалась скважность, производилась настройка клапана регулировкой величины зазора между якорем и сердечником. Данная регулировка осуществлялась с помощью регулировочного винта, для более точной настройки следует также отрегулировать положение сердечника и сопла клапана (данная регулировка осуществляется для устранения залипания клапана при любой скважности). Проведение настройки клапана необходимо при каждой его пересборке.

После настройки клапан готов к тестированию.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫХОДНЫХ ПАРАМЕТРОВ

При проведении рассматриваемых экспериментов основным фактическим выходным параметром являлось напряжение, снимаемое с расходомера при различных значениях расхода газа, обеспечиваемого клапаном. Измерение напряжения в данных экспериментах производилось на массовом расходомере AWM700 Series Airflow Sensor фирмы Honeywell [6].

Каждому значению выходного напряжения на расходомере соответствует определенное значение выходного потока газа в соответствии с паспортными характеристиками расходомера. Калибровочная кривая для преобразования измеренного значения напряжения в значение выходной потока газа для данного AWM700 Series Airflow Sensor представлена на рис. 4.

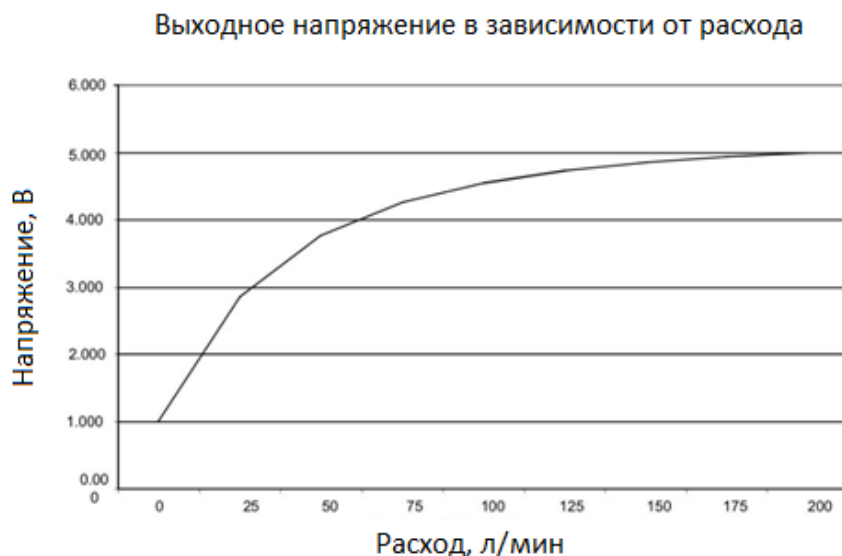


Рис. 4. График зависимости расхода от напряжения для расходомера Honeywell AWM700 Series Airflow Sensor.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В таблице 1 приведены значения выходных параметров для клапана без АФП на поверхности якоря.

Таблица 1.

Зависимость выходных параметров от скважности для клапана без АФП.

Скважность, %	Ток в катушке, А	Напряжение, В	Поток газа, л/мин
30	0,02	1,007	0
45	0,042	1,01	13
60	0,073	1,017	13
75	0,112	1,245	15
90	0,159	2,84	39
99	0,19	4,35	95
85	0,139	4,235	86
70	0,095	2,025	24
55	0,059	1,125	14
40	0,032	1,013	13
30	0,019	1,009	0

В таблице 2 приведены значения выходных параметров для клапана с нанесенным АФП на поверхности якоря.

Таблица 2.

Зависимость выходных параметров от скважности для клапана с АФП.

Скважность, %	Ток в катушке, А	Напряжение, В	Поток газа, л/мин
32	0,022	1,004	0
45	0,041	1,095	13
60	0,071	2,205	27
75	0,11	3,3	48
90	0,156	4,195	84
99	0,186	4,58	118
85	0,135	4,1	78
70	0,092	3,39	51
55	0,058	2,74	36
40	0,032	1,3	16
30	0,019	1,022	14

При сопоставлении приведенных в таблицах 1 и 2 данных (рис. 5) видно, что в клапане с АФП при одинаковых, в пределах погрешности, значениях тока катушки характеристики выходного напряжения, а, следовательно, и выходного потока существенно выше, чем в клапане без АФП. Также на графиках (рис. 5) видно, что площадь петли гистерезиса в клапане с АФП уменьшилась по сравнению с клапаном без АФП, а ее форма стала стремиться к форме петли зарубежного клапана. Более того, максимальное значение выходного потока в клапане с MoS_2 близко к значению максимального выходного

потока клапана ASCO202. Выходные параметры оригинального клапана приведены в таблице 3 [5] и на рис.5.

Таблица 3.

Зависимость выходных параметров от скважности для клапана ASCO 202.

Скважность, %	Ток в катушке, А	Напряжение, В	Поток газа, л/мин
35	0,026	1	0
45	0,042	2,05	24
60	0,073	3,85	66
75	0,113	4,49	107
90	0,159	4,69	132
99	0,19	4,64	125
85	0,138	4,659	128
70	0,095	4,395	98
55	0,059	3,635	58
40	0,033	1,425	17
30	0,02	1	0

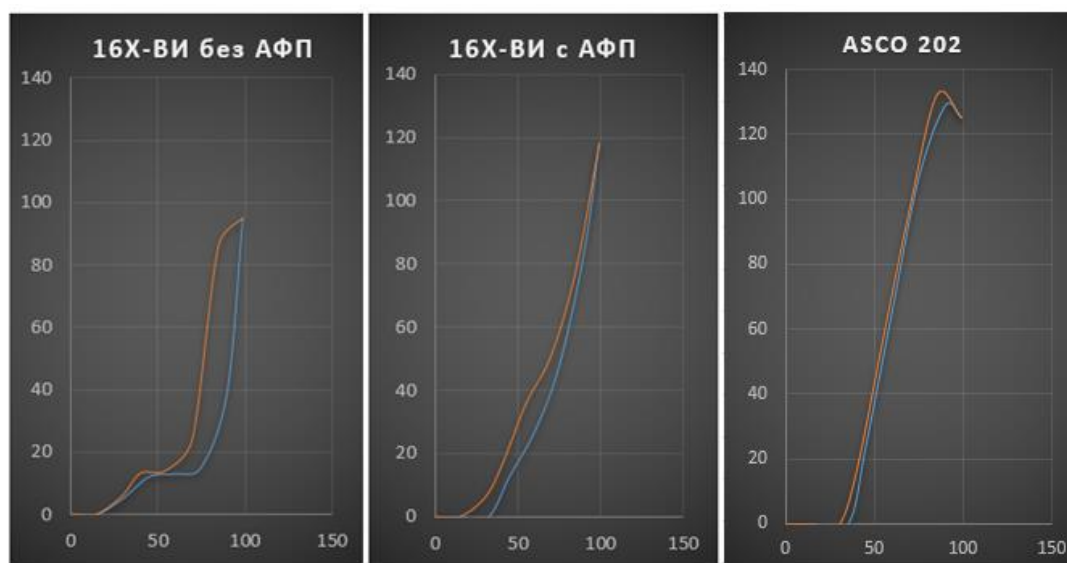


Рис.5. Графики зависимости выходного потока от скважности в форме петель гистерезиса для клапана из 16X-ВИ с АФП и без него и для оригинального клапана ASCO202.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Эксперимент показал, что применение АФП существенно влияет на величину выходного потока газа пропорционального клапана, а, именно, с помощью покрытия его удалось повысить на 19,5 %. При этом различие выходных характеристик российского клапана и оригинального клапана ASCO 202 сократилось с 28 до 10,5 %.

Помимо повышения величины максимального потока, стоит отметить и уменьшение влияния остаточной намагниченности материала, что делает работу клапана более эффективной.

Полученные результаты позволяют предполагать значительное улучшение требуемых характеристик клапана при усовершенствовании наносимого антифрикционного покрытия и более эффективном подборе основных материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Malykote from dow corning. Руководство по выбору антифрикционных покрытий. Корпорация DowCorning, 2008. – 31 с.
2. Mohammad R. Vazirisereshk, Ashlie Martini, David A. Strubbe and Mehmet Z. Baykara, Solid Lubrication with MoS₂: A Review // Lubricants, № 7(7), 57, 2019, – 35 p.
3. Bürkert fluid control systems. Пропорциональные клапаны. Обзор. [Электронный ресурс]. – Режим доступа : <https://burkert.su/page-downloads>. – (Дата обращения : 10.03.2021).
4. Щучинский С. Х. Электромагнитные приводы исполнительных механизмов. – Москва : Энергоатомиздат, 1984. – 152 с., ил.
5. Пропорциональные клапаны ASCO™ Preciflow серии 202. [Электронный ресурс]. – Режим доступа : <https://www.emerson.ru/ru-ru/catalog/automation-solutions-ru-ru/fluid-control-pneumatics/microfluidic-valves/asco-202-preciflow-ru-ru>. – (Дата обращения : 07.05.21).
6. AWM700 Series Airflow Sensors. Installation instruction. Honeywell International Inc., march 2010.

ПОЛУЧЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ СТРУКТУР МЕТОДОМ БЫСТРОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

FORMATION OF DIFFERENT STRUCTURES BY THE METHOD OF RAPID THERMAL PROCESSING

А.С.Ковалева, С.П.Бычков

A.S.Kovaleva, S.P.Bychkov

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

В работе рассмотрены различные структуры, получаемые методом быстрой термической обработки (БТО). Описаны процессы их получения, необходимые температурные режимы, особенности физико-химических превращений. Выделены температурные зоны БТО, проведена оценка требуемых мощностных характеристик нагревательного устройства для получения заданной температуры.

This article discusses various structures produced by Rapid Thermal Processing (RTP). The processes of their preparation, the required temperature conditions, and the features of physical and chemical transformations are described. The temperature zones of the RTP are identified, and the required power characteristics of the heating device are assessed to obtain the given temperature.

Ключевые слова: быстрая термическая обработка, БТО, тонкие плёнки.

Key words: Rapid Thermal Processing. RTP, thin films.

ВВЕДЕНИЕ

Быстрая термическая обработка (БТО) – процесс производства полупроводниковых или легированных структур, при котором обрабатываемая подложка, на поверхности

которой происходят требуемые физико-химические превращения, нагревается до высоких температур (в диапазоне от 250 до 1500° С) в течение нескольких секунд.

Процессы БТО используются в процессах высоко-градиентного легирования, термического окисления, химического осаждения из газовой фазы, оплавления металла. В последнее время активно исследуется применение метода БТО для получения различных высокоэффективных фотоэлектрических покрытий; структур, используемых для солнечных батарей; структур, используемых для фотоэлектроники и оптоэлектроники.

МОЩНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЦЕССА БТО

Требуемая рабочая температура на поверхности подложки позволяет оценить необходимые удельные мощностные характеристики нагревательного устройства через величину требуемой поверхностной плотности результирующего потока излучения $Q_{рез}$ на холодной подложке в начале нагрева (рис. 1) в камере с высоким значением коэффициента излучения с холодными стенками. Эти значения могут рассматриваться как максимальные, так как для реальных взаимодействующих серых поверхностей с температурами, отличными от температуры окружающей среды, требуемые подводимые мощности будут несколько ниже. Для их определения требуется решать задачу лучистого теплообмена применительно к каждой конкретной расчетной схеме.

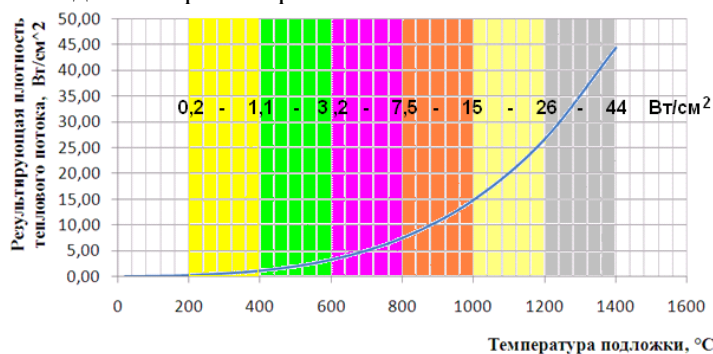


Рис. 1. Зависимость требуемой удельной результирующей мощности на поверхности подложки от максимальной температуры ее нагрева.

ОБЗОР СТРУКТУР, ПОЛУЧАЕМЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ БТО

Рассмотрим некоторые актуальные виды покрытий, получаемых методом БТО в разных температурных диапазонах.

1. НАГРЕВ ДО ТЕМПЕРАТУРЫ ОТ 400 ДО 600°С ($Q_{рез}$ ОТ 1,1 ДО 3,2 ВТ/СМ²)

Структуру SnS, используемую в оптоэлектронике, можно получить [1] нанесением слоя сульфида олова (SnS) со слоями Sn/Mo/стекло и последующей БТО. Сера подвергается термическому крекингу и используется для образования поликристаллической пленки SnS из прекурсора Sn при заранее установленном давлении в трубке БТО. Сульфуризацию проводят при температуре от 200°С до 500°С в течение 10...40 мин. При $T \leq 300$ °С и $t = 20$ мин выращиваются тонкие пленки SnS p-типа, которые показывают лучшее процентное соотношение $[S]/[Sn] \cong 1$ и предпочтительную ориентацию [111].

Быстрая термическая обработка влияет на структурно-фазовые переходы в системе Pt-Si при формировании силицида платины. В работе [2] в качестве образцов использовались пленки Pt толщиной 43,7 нм, нанесенные на подложки монокристаллического кремния КЭФ 0.5 ориентации (111) путем магнетронного распыления мишени из платины с чистотой 99,95% с криогенной откачкой до давления не хуже $5 \cdot 10^{-5}$ Па. В качестве рабочей среды использовался аргон, чистота которого составляла 99,933%. БТО проводилась в среде азота в диапазоне температур от 200 до 550

°C с шагом 50 °C и 7 сек. В диапазоне температур $200^{\circ}\text{C} \leq T \leq 300^{\circ}\text{C}$ за 7 с процесса БТО на границе металлической пленки с подложкой происходит образование слоя Pt_2Si за счет диффузии атомов Pt в кремний через слой растущего силицида. При $T=300^{\circ}\text{C}$ происходит полное использование пленки Pt за 7 с в процессе образования однофазной системы Pt_2Si . При $350^{\circ}\text{C} \leq T \leq 450^{\circ}\text{C}$ регистрируется формирование двухфазной системы $\text{Pt}_2\text{Si} \rightarrow \text{PtSi}$, начиная от межфазной границы $\text{Si}/\text{Pt}_2\text{Si}$ преимущественно за счет встречной диффузии атомов Si в слой Pt_2Si . При $T=450^{\circ}\text{C}$ образуется термостабильная равновесная структура PtSi по всей толщине силицида. Это на 50–100 °C ниже и значительно быстрее, чем при длительной равновесной термообработке.

Наиболее распространенным методом производства в промышленности **CIGS** ($\text{Cu}(\text{InGa})\text{Se}_2$) является осаждение пленок прекурсора Cu-In-Ga и их реакция, которая называется селенизацией, с газовой фазой H_2Se при 450–550 °C в течение 60 минут или дольше, Селенизация с помощью БТО характеризуется улучшенной производительностью процесса [3].

Методика изготовления **CGS-пленки** (CuGaSe_2) заключается в нанесении слоев Cu, Ga и Se на натриево-известковое стекло с молибденовым покрытием и последующим отжигом прекурсора в печи БТО [4]. Для осаждения элементов используется термическое испарение. Достаточно времени отжига в пять минут при температуре 550°C, чтобы превратить прекурсор в однофазную CGS-пленку (рис. 2).

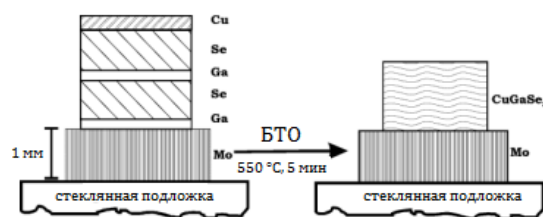


Рис. 2. Превращение прекурсора в однофазную CGS-плёнку при БТО [4].

Тонкие пленки **$\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Te}_2$ (CIGT)**, легированные Na, были выращены двухстадийным методом [5]. На первой стадии процесса слои прекурсора формировались на подложках из нержавеющей стали, покрытых Mo, путем электроосаждения Cu, In и Ga и испарения пленки NaF в качестве легирующей примеси и Te. На втором этапе наборы плёнок фольга/Mo/(Cu, In,Ga)/NaF/Te реагировали посредством БТО. Скорость нарастания до температуры реакции $T=600^{\circ}\text{C}$ изменяли от 0,5 до 10 °C/с. Было оценено влияние скорости изменения температуры на качество пленки. Обнаружено, что вторая фаза InTe, обнаруженная в плёнках, прореагировавших при скорости изменения температуры 0,5–5°C/с, не присутствовала в пленках, прореагировавших при скорости изменения температуры 10°C/с. Морфология пленки образца с высокой скоростью нагрева показала улучшенную кристалличность и размер зерна. Градация галлия была обнаружена во всех слоях независимо от скорости изменения температуры, причем поверхность пленок была более богата индием.

Тонкие плёнки **CuSbS_2** возможно получить отжигом и быстрой термической обработкой слоёв Sb_2S_3 –Cu прекурсора в различных условиях [6]. Тонкие плёнки Sb_2S_3 (200 нм) наносились химическим осаждением из раствора, содержащего SbCl_3 и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Слои меди были нанесены термическим испарением на тонкие плёнки Sb_2S_3 . Режим термообработки включал отжиг при 380°C и БТО при 500/600°C. Показано, что обычный отжиг в вакуумной печи приводит к образованию примесной фазы Cu_2S вместе с CuSbS_2 на стеклянных подложках, которая исчезает при применении БТО выше 500°C. Наибольшие значения фототока также характерны для образцов, изготовленных методом БТО (рис. 3). Ток, протекающий через образец, измеряли с интервалом 20с, сначала в темноте, затем с освещением образца и после выключения освещения.

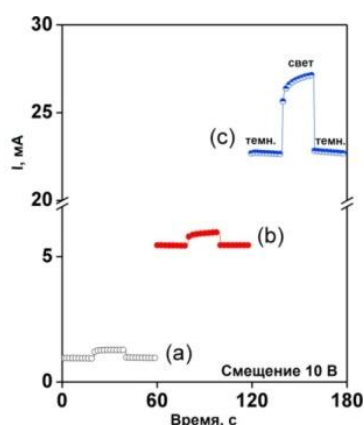


Рис. 3. Кривые отклика фототока для тонких пленок CuSbS_2 (CAS Cu-50), сформированных при различных условиях [6]: а) отжиг при 380°C в течение 1 ч в вакууме; б) БТО при 600°C в течение 5 мин; в) отжиг с БТО при 600°C в течение 5 мин.

В работе [7] при формировании системы поликристаллической фоточувствительной пленки дисилицида титана TiSi_2 в модификации С49 методом БТО проводилась химическая очистка подложки кремния в буферном травителе на основе HF, затем пластины кремния подвергались ионной очистке в атмосфере аргона на глубину 5 нм. Далее на подложку кремния, имеющего ориентацию (001), методом магнетронного нанесения на последовательно осаждались пленки титана и нитрида титана на эпитаксиальный слой кремния n-типа, сформированный на подложке из кремния марки КДБ-12. Затем проводилась БТО с использованием галогенных ламп. Время обработки составляло 30 с при температуре 600°C .

Тонкие плёнки Fe_2O_3 могут быть сформированы методом БТО [8] поверх покрытого оксидом олова и легированного фтором боросиликатного стекла. Сначала тонкие плёнки железа формируются физическим осаждением из газовой фазы (при давлении $5 \cdot 10^{-7}$ мбар), затем тонкие плёнки F были преобразованы в тонкие плёнки Fe_2O_3 методом БТО (нагреватели типа ГЛН) на воздухе. Для каждого образца температура повышалась от комнатной до соответствующей температуре окисления $T_{\text{ок}}$ за 100 с, затем поддерживалась постоянной на время $t_{\text{ок}}$, которое варьировалось от 1 с до 120 с, затем образцы остужались на воздухе. Температуру контролировали во время процесса с помощью термодпары на обратной стороне подложки. Комнатная температура снова была достигнута в течение 300 с. Для полученных плёнок был измерен фототок, выяснено, что наибольшее значение фототока достигается при БТО при 750°C (рис. 4).

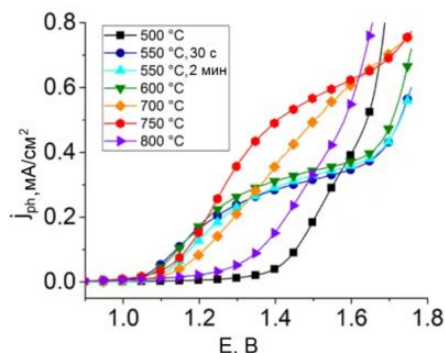
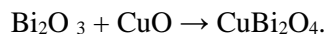


Рис. 4. Плотность фототока j_{ph} как функция электрохимического потенциала E для пленок Fe_2O_3 толщиной 40 нм [8].

2. НАГРЕВ ДО ТЕМПЕРАТУРЫ ОТ 600 ДО 800°C (Q_{PEZ} ОТ 3,2 ДО 7,5 ВТ/CM²)

Один из способов изготовления фазово-чистых фотоэлектродов $CuBi_2O_4$ [9] – комбинирование импульсного лазерного осаждения (PLD) для последовательного осаждения бинарных оксидов Bi_2O_3 и CuO на подложки FTO (оксид фтора и олова) с БТО для проведения реакции



БТО пленок FTO/ Bi_2O_3 / CuO (рис. 5) приводит к образованию фазово-чистых пленок $CuBi_2O_4$, тогда как нагрев аналогичных пленок в течение 72 часов с использованием обычного печного нагрева – нет (рис. 6).

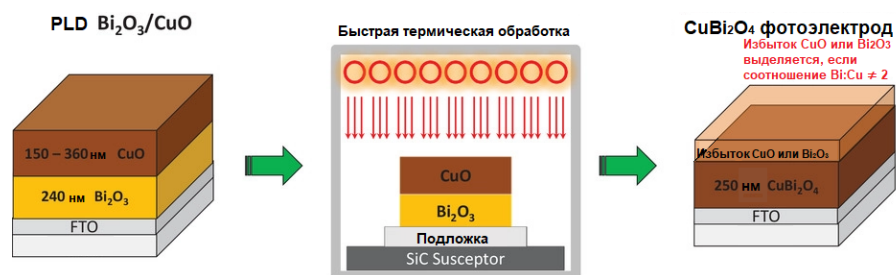


Рис. 5. Получение структуры $CuBi_2O_4$ методом комбинирования PLD и БТО [9].

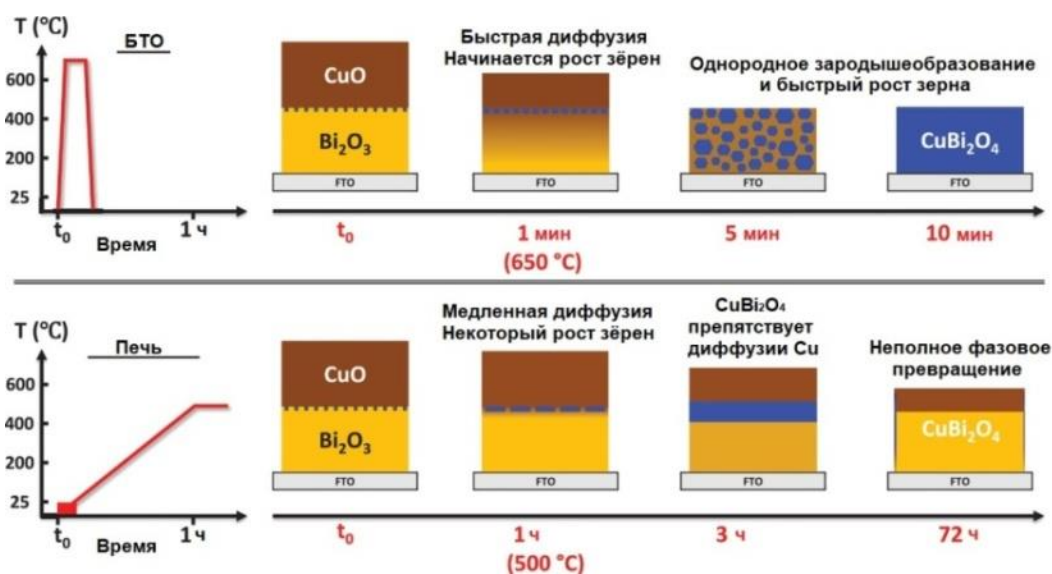


Рис. 6. Сравнение процессов получения структуры $CuBi_2O_4$ методом комбинирования PLD и БТО и методом обычного печного нагрева [9].

Низкотемпературные твердооксидные топливные элементы (LT-SOFC) из $BaZr_{0.8}Y_{0.2}O_{3-\delta}$ получают методом химического осаждения из раствора с БТО при $T=700^\circ C$ [10]. Плёнки выращиваются на монокристаллических пластинах сапфира (ориентация (0001)). Подложки покрываются центрифугированием химическим раствором при скорости 3000 об/мин в течение 60с. После этого подложки с покрытием сушатся на горячей плите при $300^\circ C$ в течение 10 мин для пиролиза. Затем образцы быстро спекаются в предварительно нагретой трубчатой печи.

3. НАГРЕВ ДО ТЕМПЕРАТУРЫ ОТ 800 ДО 1000°C (Q_{PEZ} ОТ 7,5 ДО 15 ВТ/CM²)

Пленки $BaZrS_3$ можно получить путем реактивного совместного распыления пленок прекурсора Ba-Zr-S при температуре окружающей среды с последующей термообработкой для стимулирования кристаллизации. В работе [11] проводили магнетронное напыление, магнетроны были повернуты к подложке под углом 45° ,

находились на расстоянии 160 мм от подложки. Подавался импульсный постоянный ток с частотой 20 кГц на мишень из Zr (чистота 99,9%; диаметр 102 мм; толщина: 6 мм), в то время как ВЧ-генератор с частотой 13,56 МГц питал мишень BaS (чистота 99,9%; диаметр 102 мм; толщина 3 мм), прикрепленную к опорной пластине толщиной 3 мм. Они одновременно работали на постоянной мощности 320 Вт (Zr) и 160 Вт (BaS). Рабочее давление - около $8 \cdot 10^{-4}$ Па. H₂S чистотой 99,5% и Ar подавали одновременно, с расходом 7 и 18 м³/с соответственно. Время напыления на пластины монокристаллического кремния толщиной 300 мкм и диаметром 50 мм – 3 ч. Вращение подложки включалось только в некоторых случаях - при выключенном вращении создаются полезные градиенты. После распыления образцы выгружали в заполненный азотом мешок, герметично закрывали и хранили до отжига. Процесс напыления настраивали так, чтобы соотношение составов $[Ba]/([Ba]+[Zr])$ находилось в диапазоне 45–55%, при соотношении $[S]/([S]+[Ba]+[Zr])$, близком к 60%. Нагрев методом БТО: на пластине подложкодержателя отжиг в быстродействующем термическом реакторе в атмосфере N₂. Скорость роста температуры 73°C/с, температура от 700 до 1000°C, время отжига 1 мин (рис. 7). Процесс охлаждения происходил на месте, при выключении ГЛН. Было выявлено, что оптимальная температура для БТО при получении плёнок BaZrS₃ составляет 800 – 900°C.

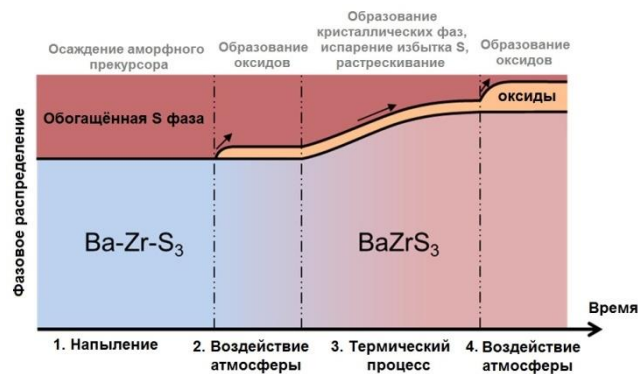


Рис. 7. Стадии образования плёнки BaZrS₃ [11].

Плёнки из сплава с высокой энтропией **Cu/CrNiO/FeCo** получают методом БТО [12]. Многослойные слои общей толщиной 760 нм, состоящие из 16 повторов последовательности Cu (11 нм)/CrNiO (16,5 нм)/CoFe (20 нм), отжигаются при температурах от 600°C до 1000°C в течение 5 мин (рис. 8). Дуплексная структура FCC, содержащая CrCoFeNiO HEA и чистую фазу Cu, была успешно синтезирована при 600°C и 800°C с помощью твердотельной реакции. CuCrCoFeNiO HEA образуется в нанокристаллической матрице Cu (рис. 9). По мере увеличения температуры отжига содержание кислорода в пленках уменьшалось.

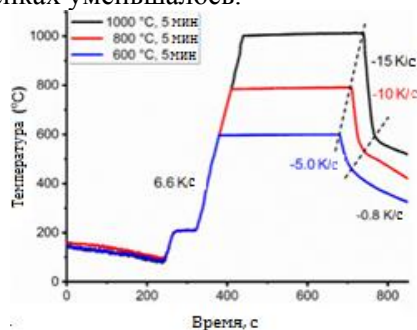


Рис. 8. Режимы БТО при выращивании структуры Cu/CrNiO/FeCo [12].

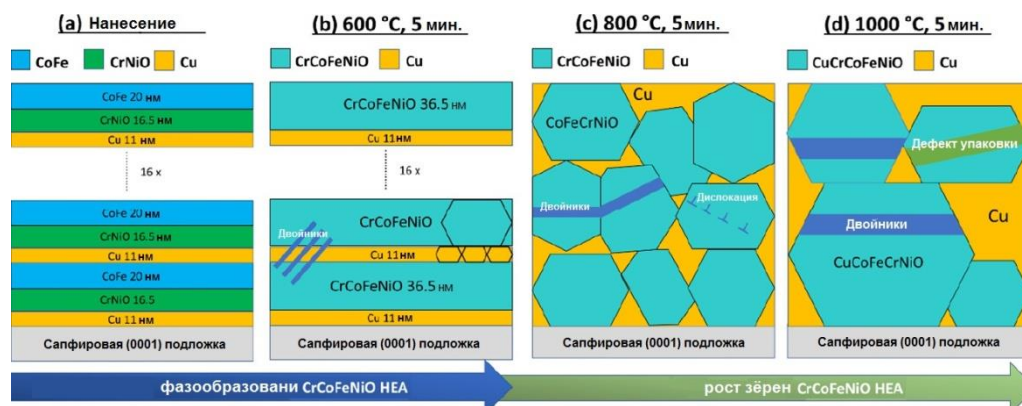


Рис. 9. Этапы выращивания структуры Cu/CrNiO/FeCo [12].

Пленка люминофора $Zn_3(VO_4)_2$ на кварцевой подложке, работающая в ближнем УФ, изготавливается методом ВЧ-магнетронного напыления при 150 °C или комнатной температуре с последующей БТО при 600–900 °C [13]. В этом случае люминофор демонстрирует широкий спектр излучения с пиком при 567 нм и полушириной 186 нм. Наивысшая внутренняя квантовая эффективность 45% может быть получена после прокаливания при температуре 800 °C плёнки, осажённой при 150 °C, с молярным отношением Zn/V, равным 1,9. Прокаливание при 800 °C способствует термической коалесценции и эффективно уменьшает поверхностные ловушки $Zn_3(VO_4)_2$ частицы. При изготовлении плёнки подвергаются термическому кальцинированию с помощью БТО в атмосфере O_2 1000 Па при 500 – 900 °C в течение 5 мин, а затем быстро закаляются до комнатной температуры [13].

Тонкие плёнки MoS_2 , используемые в оптоэлектронике и электронике, получают методом БТО с использованием тонкой пленки напыленного молибдена (Mo) и пленки термически испаренной серы (S) [14]. Исследования показали улучшение однородности тонких плёнок MoS_2 с увеличением расхода газа H_2 (рис. 10). Обнаружена основная роль атомов водорода в процессе осаждения. Для изучения влияния подложки плёнки MoS_2 выращивались как на подложках Si, так и на подложках SiO_2/Si . Тонкие плёнки MoS_2 , выращенные с использованием H_2 со скоростью напуска 20 м³/с при БТО при 800 °C показали лучшие микроструктурные свойства.



Рис. 10. Схема процесса изготовления тонких плёнок MoS_2 [14].

Возможно получение структуры $AgSb(S_xSe_{1-x})_2$ путем БТО предварительно отожженных слоистых структур $Sb_2S_3/Ag/Se$ [15]. Метод получения: тонкие плёнки Sb_2S_3 наносятся методом химического осаждения из ванны, а Ag – термическим испарением. Слоистые прекурсоры серебра (Sb_2S_3/Ag) погружаются в раствор Na_2SeSO_3 с последующим отжигом и быстрой термической обработкой.

При получении графена методом БТО [16] плёнки меди напыляются на подложку SiO_2/Si толщиной 500 нм. После отжига медных пленок при 950 °C твердый источник углерода (такой, как полиметилметакрилат (PMMA) или сахароза) наносится центрифугированием поверх пленки. Процесс БТО проводится со скоростью нагрева

160°C/с. После выдерживания при температуре 800-1000°C в течение 4-8 минут образец охлаждают до комнатной температуры примерно за 30 минут (рис. 9а). После этого поверхность медной пленки образует аморфный углерод. На границах раздела Cu-SiO₂ имеется монослойный графен большой площади. Слой Cu вместе с α-C окончательно растворяется в 0,1 М растворе FeCl₃. Однослойный графен, сформированный непосредственно на пластине SiO₂/Si, получается без каких-либо дополнительных процессов (рис. 9.б).

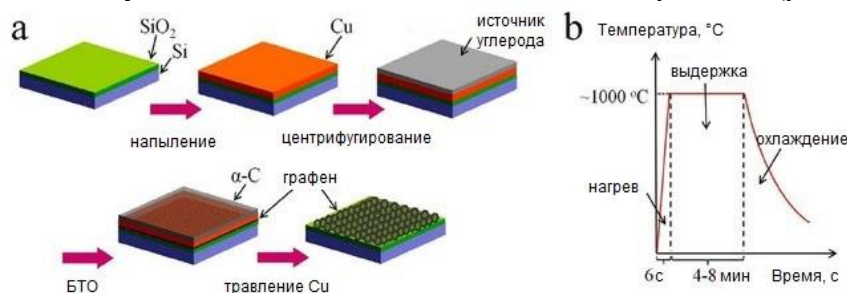


Рис. 11. Получение графена методом БТО: *a* – процесс получения графена; *b* - процессы нагрева, каскадирования и охлаждения.

В таблице 1 представлены сводные данные по режимам БТО структур, упомянутых в данном обзоре.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе выполнен обзор различных наноструктур, формируемых посредством быстрой термической обработки (БТО).

Представлено разделение температурных зон при БТО по уровню требуемой удельной мощности при нагреве. При нагреве в системах поверхностей со значительным отражением требуемая мощность будет заметно ниже, эти системы требуют индивидуального расчета для каждой конкретной схемы.

В выделенных температурных зонах рассмотрены способы получения с помощью БТО и описаны используемые в способах режимы для таких структур, как структуры солнечных батарей Cu(InGa)Se₂, CuGaSe₂, Cu(In,Ga)Te₂, BaZrS₃; структуры фото-/оптоэлектроники SnS, CuSbS₂, MoS₂, CuBi₂O₄, Zn₃(VO₄)₂; силициды титана TiSi₂(C49) и платины PtSi; графен и др (Fe₂O₃, BaZr_{0.8}Y_{0.2}O_{3-δ}, Cu/CrNiO/CoFe, AgSb(S_xSe_{1-x})₂).

Представлено качественное отличие метода БТО по сравнению с обычным печным нагревом. Например, применение метода БТО значительно повышает фототок для тонких пленок CuSbS₂, а для пленок FTO/Bi₂O₃/CuO приводит к образованию фазово-чистых пленок CuBi₂O₄, тогда как нагрев аналогичных пленок в течение 72 часов с использованием обычного печного нагрева не дает таких эффектов.

Представленные результаты могут быть использованы в качестве справочных материалов при расчете и проектировании вакуумно-термических установок быстрой термической обработки.

Таблица 1.

Применение БТО для формирования различных структур

Соединение	Применение	Хим. реакция	Температура	Скорость нагрева	Время нагрева	Давление, Па	Газ	Тип нагревателя
400 – 600°C								
SnS [1]	оптоэлектроника	SnS + Sn/Мо/стекло → SnS	200 – 500 °С		Выдержка 10...40 мин	–	–	–
PtSi [2]	интегральные микросхемы (материал низкоомных контактов)	Pt ₂ Si → PtSi	200 – 550 °С	Шаг изменения температуры 50 °С	7с	–	N ₂	–
Cu(InGa)Se ₂ [3]	солнечные батареи	Cu-In-G прекурсоры	450–550 °С	–	–	–	Смесь газов H ₂ Se/Ar	ГЛН
CuGaSe ₂ [4]	солнечные батареи	Cu-Ga-Se прекурсоры	550°C	–	5 мин	–	–	–
Cu(In,Ga)Te ₂ , легированные Na [5]	солнечные батареи	фольга/Мо/(Cu, In,Ga)/NaF/Te → CuGaSe ₂	600 °С	от 0,5 до 10 °С/с		–	–	–
CuSbS ₂ [6]	фотоэлектрические устройства	порошок трихлорида сурьмы (SbCl ₃ , 99,99%), порошок пентагидрата тиосульфата натрия (Na ₂ S ₂ O ₃ · 5H ₂ O, 99,99%) и ацетон	500 – 600 °С	–	14с нагрева, 5 мин выдержка	1,33·10 ²	–	ГЛН
TiSi ₂ (C49) [7]	фотоприемники для видимой и УФ областей спектра	–	600 °С	–	30 с	–	–	ГЛН
Fe ₂ O ₃ [8]	фотокаталитические и фотохимические устройства	–	от 500 °С до 800 °С	–	нагрев -100с, выдержка 120с	5·10 ⁻⁵	–	ГЛН
600 – 800°C								
CuBi ₂ O ₄ [9]	фотокатод	Bi ₂ O ₃ + CuO → CuBi ₂ O ₄	650 °С	10 °С /с	10 мин	–	O ₂	ГЛН
BaZr _{0,8} Y _{0,2} O _{3-δ} [10]	низкотемпературные твердооксидные топливные элементы (LT-SOFC)	–	700 °С	–	–	–	–	–
800 – 1000°C								
BaZrS ₃ [11]	солнечные батареи	Ba–Zr–S прекурсоры	700 – 1000°C	73°C/с	1 мин	–	N ₂	–
Cu/CrNiO/CoFe [12]	«плёнки из сплава с высокой энтропией»	16 повторов - последовательно Cu-11нм /CrNiO-16,5нм/CoFe-20нм	600°C, 800°C, 1000°C	6.6 °С /с	5 мин 600°C, 5 мин 800°C, 5 мин 1000°C	–	Ar/H ₂	ГЛН
Zn ₃ (VO ₄) ₂ [13]	светодиоды	–	600–900°C	–	5 мин	10 ³	O ₂	–
MoS ₂ [14]	электроника, оптоэлектроника	–	800 °С	8 °С/с	5 мин	2,66·10 ²	Ar, H ₂	–
Графен [15]		–	800 – 1000°C	160°C/с	Нагрев 6с, выдержка при 800–1000 °С 4-8 мин	–	–	–

ЛИТЕРАТУРА

1. Shim J. H., Kim J. Study of Growth and Temperature Dependence of SnS Thin Films Using a Rapid Thermal Processing //Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers. – 2016. – Т. 29. – №. 2. – С. 95-100.
2. Пилипенко В. А. и др. Структурно-фазовые переходы в системе Pt–Si при быстрой термообработке //Доклады Национальной академии наук Беларуси. – 2020. – Т. 64. – №. 2. – С. 238-244.
3. Lovelett R. J. et al. Design and experimental implementation of an effective control system for thin film Cu (InGa) Se₂ production via rapid thermal processing //Journal of Process Control. – 2016. – Т. 46. – С. 24-33.
4. Klenk M. et al. CuGaSe₂ BASED THIN FILM SOLAR CELLS FABRICATED BY RAPID THERMAL PROCESSING.
5. Erkan S. et al. Cu (In, Ga) Te₂ film growth by a two-stage technique utilizing rapid thermal processing //Semiconductor Science and Technology. – 2019. – Т. 34. – №. 3. – С. 035011.
6. Vinayakumar V. et al. CuSbS₂ thin films by rapid thermal processing of Sb₂S₃-Cu stack layers for photovoltaic application //Solar Energy Materials and Solar Cells. – 2017. – Т. 164. – С. 19-27.
7. Маркевич М. И., Стельмах В. Ф., Чапланов А. М. Использование полупроводниковых свойств некоторых модификаций силицидов титана, полученных методом быстрой термической обработки, для создания фотоприемников //Оптический журнал. – 2010. – Т. 77. – С. 8.
8. Wickman B. et al. Iron oxide films prepared by rapid thermal processing for solar energy conversion //Scientific reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 1-9.
9. Gottesman R. et al. Pure CuBi₂O₄ photoelectrodes with increased stability by rapid thermal processing of Bi₂O₃/CuO grown by pulsed laser deposition //Advanced Functional Materials. – 2020. – Т. 30. – №. 21. – С. 1910832.
10. Xie H. et al. Rapid thermal processing of chemical-solution-deposited yttrium-doped barium zirconate thin films //Surface and Coatings Technology. – 2017. – Т. 320. – С. 213-216.
11. Comparotto C. et al. ChalcogenidePerovskite BaZrS₃: Thin Film Growth by Sputtering and Rapid Thermal Processing //ACS Applied Energy Materials. – 2020. – Т. 3. – №. 3. – С. 2762-2770.
12. Wang A. et al. Formation of CuCrCoFeNiO high entropy alloy thin films by rapid thermal processing of Cu/CrNiO/FeCo multilayers //Surface and Coatings Technology. – 2021. – Т. 405. – С. 126563.
13. Kawashima T., Washio K. Rapid synthesis of Zn₃(VO₄)₂ phosphor film on quartz substrate by RF magnetron sputtering and rapid thermal processing //Ceramics International. – 2017. – Т. 43. – №. 12. – С. 9267-9271.
14. Pradhan D. et al. Modulation of microstructural and electrical properties of rapid thermally synthesized MoS₂ thin films by the flow of H₂ gas //Superlattices and Microstructures. – 2020. – Т. 145. – С. 106598.
15. Rodriguez Vela D. L. et al. AgSb (S_xSe_{1-x})₂ thin films by rapid thermal processing of Sb₂S₃/Ag/Se thin films for photovoltaic applications //physica status solidi (c). – 2016. – Т. 13. – №. 1. – С. 47-52.
16. Wu Z. et al. A fast transfer-free synthesis of high-quality monolayer graphene on insulating substrates by a simple rapid thermal treatment //Nanoscale. – 2016. – Т. 8. – №. 5. – С. 2594-2600.

СЕКЦИЯ 5. ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АЭРОКОСМИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС

РАЗРАБОТКА КОНЦЕПЦИИ И РАСЧЁТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ РАБОЧИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕПЛООБМЕННИКА-ТЕПЛОМЕРА ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕПЛОВАКУУМНЫХ ИСПЫТАНИЙ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПОЛЕЗНОЙ НАГРУЗКИ КА

CONCEPT DEVELOPMENT, CALCULATING AND EXPERIMENTAL ANALYSIS OF THE HEAT EXCHANGER AND HEAT LOAD METER OPERATING CHARACTERISTICS FOR IMPLEMENTATION OF THERMAL VACUUM TESTS WITH LOW TEMPERATURE LOAD FOR SPACE APPLICATION

А.Ю.Кочетков, Е.Ю.Котляров, А.Ф.Шабарчин, Е.В.Шеметова / kochetkov@laspace.ru

A.Yu.Kochetkov, E.Yu.Kotlyarov, A.F.Shabarchin, E.V.Shemetova

АО "НПО Лавочкина" г. Химки

Предложена концепция тепломера для измерения тепловой нагрузки, поступающей к системе обеспечения теплового режима (СОТР) от научного оборудования, функционирующего при температуре минус 100°С. Стабильная температура обеспечивается за счёт фазового перехода жидкость-пар. Для удержания заданной температуры применяется нагреватель.

The concept of a heat meter is proposed to measure the heat load coming to the interface of thermal control system (TCS) from scientific equipment operating at a temperature of minus 100C. A stable low temperature level is maintained by controlled phase transition of liquid nitrogen flow. The heater is applied to maintain the required set temperature.

Ключевые слова: тепломер, стабилизация температуры, нагреватель.

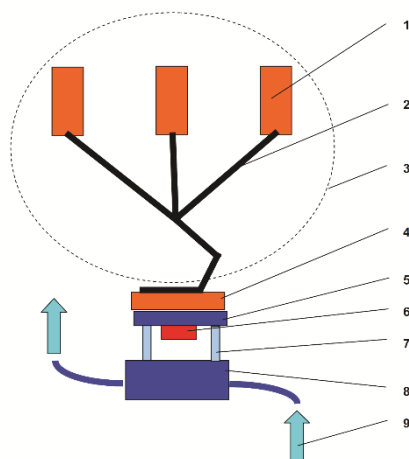
Keywords: heat meter, set temperature, thermal control, heater.

ВВЕДЕНИЕ И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

При проектировании и создании систем обеспечения теплового режима (СОТР), входящих в состав космического аппарата (КА), принято определять параметры, так называемых, тепловых интерфейсов. Термин «тепловой интерфейс» относительно современный и заимствованный из международных проектов, но по смыслу, в форме требований, он описывает тепловые граничные условия в зоне стыка (взаимодействия) subsystem, что применяется, в процессе выполнения работ по созданию СОТР КА, с давних времен. В качестве взаимодействующих subsystem могут выступать приборная панель и единичный прибор, сборка оборудования и теплоотводящий тракт и т.п. В нашем случае, интерфейс представляет собой плоскую контактную поверхность, имеющую габариты 140x80 мм, к которой с помощью тепловых труб от полезной нагрузки (ПН) поступает тепловой поток не более 15 Вт, если температура на данной поверхности составляет около минус 110°С. Вторая subsystem представляет собой теплоотводящий тракт, т.е. отдельную СОТР, которая отводит указанный тепловой поток в окружающую среду. Для обеспечения заданных условий функционирования ПН в составе КА температура на стыке двух subsystem (ПН и СОТР) должна быть не выше минус 110°С.

Дополнительно оговариваются условия механического соединения subsystem, влияющие на тепловой режим, в частности, устанавливаются требования к усилию прижатия контактирующих поверхностей, применению заполнителя в контактном зазоре и т.п. Перед тем, как соединить СОТР с ПН отдельно проверяют то, что СОТР отводит не менее 15 Вт, а ПН подводит не более 15 Вт при заданной граничной температуре.

Пофрагментные тепловакуумные испытания, в процессе работ по созданию систем терморегулирования КА, применяют достаточно часто [1]. Это необходимо для проектирования СОТР, а также для последующей диагностики теплотехнических характеристик subsystem. Ниже, на рис. 1, показана принципиальная схема «постановки» автономных испытаний полезной нагрузки, как subsystem. В составе ПН имеется три источника тепловыделения, а также три теплопроводящих соединения, которые «доставляют» все выделяемое тепло к общему (рассматриваемому здесь) интерфейсу. Вместе с собственным тепловыделением сборка ПН получает паразитные тепловые «натечки» на транспортные участки и элементы конструкции ПН. Все тепловые потоки от ПН к интерфейсу, в штатном варианте, должна отводить СОТР КА, однако, в случае автономных испытаний ПН, отвод тепла планируется выполнять с помощью теплообменника-тепломера.



- 1- источники тепловыделения
- 2- теплопроводы на базе тепловых труб
- 3- теплоизолированная конструкция сборки ПН
- 4- элемент контактного интерфейса со стороны ПН
- 5- имитатор контактного интерфейса со стороны СОТР
- 6- компенсационный нагреватель
- 7- основные элементы тепломера
- 8- азотный теплообменник
- 9- вход жидкого азота

Рис. 1. Схема автономных испытаний низкотемпературной ПН.

Контактный интерфейс со стороны ПН имеет габариты 140x85 мм и выполнен из алюминиевого сплава. Ответный контактный интерфейс также представляет собой параллелепипед из алюминиевого сплава с плоской контактной поверхностью соответствующих размеров. Механическое соединение контактной пластины и теплообменника выполнено «на болтах» и, по сути, является тепломером. Далее показано, что рабочий перепад температур на тепломере в течение испытаний должен поддерживаться практически неизменным, поэтому устройство (теплообменник-тепломер) снабжено компенсационным нагревателем, 6, установленным на контактной пластине тепломера, с внутренней стороны.

Особенности решаемой здесь технической задачи можно охарактеризовать тем, что при проведении автономных испытаний полезной нагрузки (ПН), теплообменник-тепломер должен обеспечить поддержание заданной температуры на интерфейсе с ПН и, одновременно, осуществить измерение отводимого от ПН (через интерфейс) теплового потока.

ПРЕДЛАГАЕМЫЙ ПРИНЦИП ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОВОГО ПОТОКА ОТ ПН

Предварительный анализ возможностей применения низкотемпературных лабораторных термостатов (которые можно приобрести на коммерческой основе), а также опыт использования собственного «парка» стендового оборудования для проведения подобных испытаний показал следующее:

- использование регулируемых термостатов, организованных на базе промежуточных циркулирующих однофазных низкотемпературных теплоносителей, существенно усложнит и удорожит как стендовое оборудование, так и сами испытания ПН. Кроме того, существенно возрастет время на подготовку испытательного стенда;
- попытки стабильно поддерживать различные температуры в диапазоне (-150...-80°C) с помощью прямой подачи двухфазного азота в контактный теплообменник (из удаленно размещенных сосудов Дьюара), характеризуются затруднениями, выраженными в неуправляемых изменениях режимов течения двухфазного азота.

Опыт измерения небольших тепловых потоков для низкотемпературных ПН и агрегатов показал, что наиболее предпочтительными и доверительными способами измерения теплового потока являются стационарный метод (по установившейся разности температур на «калиброванном» термическом сопротивлении) и метод регулярных режимов (нестационарный). Точность калориметрического способа, по измерению расхода и разности температур теплоносителя, (для малых потоков) является неудовлетворительной. В нашем случае, измеряемый тепловой поток строго привязан к температурному состоянию ПН, поэтому применение метода регулярного режима (т.е. нестационарного) также можно считать неоправданным.

Предлагаемая здесь концепция измерения теплового потока основана на следующих принципах:

- в контактном теплообменнике следует поддерживать минимальную температуру, которую можно достичь с помощью сквозной проливки жидкого азота. Расход азота должен быть настолько велик, чтобы теплообменник (термоплата) был малочувствителен к изменению тепловой нагрузки и воздействию стендовых теплопритоков, имеющих место в данных испытаниях. Допустим, такая температура составляет минус 180°C;
- тепломер, соединяющий теплообменник с тепловым интерфейсом должен создавать температурный перепад, значительно превышающий температурные осцилляции, связанные с испарением/кипением и режимами течения азота в теплообменнике. В нашем случае этот перепад ограничен значениями минус 110°C (сверху) и минус 180°C (снизу), т.е. может достигать не более 70 К;
- поскольку точное значение теплового потока от ПН неизвестно, т.е. является искомым, на интерфейсе должен быть установлен нагреватель, заведомо большего номинала (чем все тепло поступающее от ПН), который постоянно будет поддерживать стабильную температуру минус 110°C на интерфейсе;
- зная мощность нагревателя, которая необходима для поддержания температуры интерфейса на уровне минус 110°C, при отсутствии ПН и, снижая мощность данного нагревателя после присоединения ПН (до достижения указанной температуры), получим из разности двух значений мощности составляющую, поступающую от ПН. Т.е. мощность ПН заменит/компенсирует часть мощности стендового нагревателя для удержания заданной температуры минус 110°C.

Разумеется, тепломер должен быть предварительно «откалиброван», а в его конструкции (до проведения испытаний с ПН) не допускается производить никаких изменений, включая сборочные процедуры, при которых могут измениться внутренние термические сопротивления (в сборке «теплообменник-тепломер»).

Формально, предлагаемую идею измерения теплового потока $Q_{ПН}$, поступающего от низкотемпературной полезной нагрузки можно представить так:

$$Q_{ПН} = \frac{T_{ИФ} - T_{ТО}}{R_{ТМ}} - W_{Н}(T_{ИФ})$$

где $T_{ИФ}$ – температура пластины интерфейса, °С (со стороны тепломера, она должна поддерживаться на уровне минус 110°С); $T_{ТО}$ – температура массива теплообменника в зоне поверхности теплоподвода, °С; $R_{ТМ}$ – термическое сопротивление тепломера, определяемое экспериментально, К/Вт; $W_{Н}$ – мощность компенсирующего нагревателя, Вт, которую подбирают для достижения заданной температуры $T_{ИФ}$.

ВЫЧИСЛИТЕЛЬНЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТ С ТЕПЛОБМЕННИКОМ-ТЕПЛОМЕРОМ

Для проведения вычислительного эксперимента с теплообменником-тепломером, реализующим предложенную концепцию измерения $Q_{ПН}$, была разработана математическая модель, показанная на рис. 2.

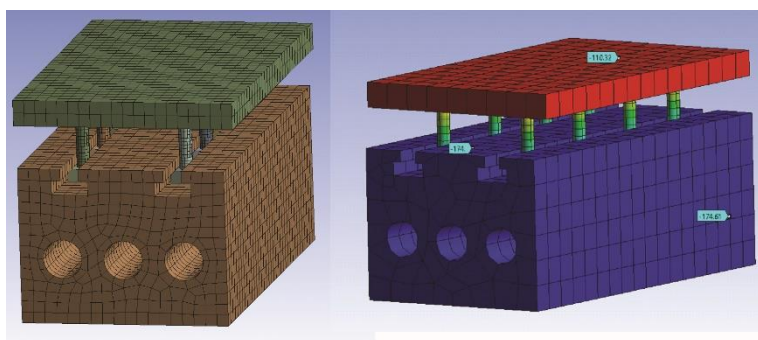


Рис. 2. МКЭ-модель теплообменника-тепломера, разработанная для проведения вычислительного эксперимента.

Здесь 8 болтовых соединений удерживают пластину-имитатор контактного интерфейса СОТР и обеспечивают ее соединение с азотным теплообменником. Количество болтов и материал, из которого они сделаны, можно менять при необходимости, для получения заданного теплового потока от интерфейса к теплообменнику (ТО). Предварительный анализ показал, что контактные сопротивления, в местах соединения болтов с массивом металла, дают существенный, а иногда доминирующий вклад в «калибруемое» термическое сопротивление, т.е. точное значение термосопротивления тепломера предстоит определять «по факту». С этой точки зрения, возможность изменять количество болтов крайне необходима для выполнения успешного эксперимента с ПН, в дальнейшем.

Определим лучистую составляющую теплового потока, которая может поступать через тепломер:

$$Q = \frac{\sigma \cdot F}{\frac{2}{\varepsilon} - 1} \cdot ((T_1 + 273)^4 - (T_2 + 273)^4) = \frac{5.67 \cdot 10^{-8} * 0.14 * 0.085}{\frac{2}{0.1} - 1} \cdot ((273 - 110)^4 - (273 - 180)^4) \approx 0.022 \text{Вт}$$

Здесь, излучательную способность ε не более 0.1 с каждой стороны можно обеспечить, расположив один единичный экран ЭВТИ на самом теплообменнике, а другой

- на внутренней стороне контактной пластины теплообменника-тепломера. Поток через ЭВТИ в зону тепломера, т.е. с боков болтов удерживающих пластину, можно оценить как

$$Q = \frac{T_1 - T_2}{R_{\text{ЭВТИ}}} \cdot F = \frac{(-110) - (-180)}{30} \cdot (0.03 \cdot 0.15 \cdot 4) < 0.042 \text{ Вт}$$

Таким образом, теплопритоками и лучистым тепловым потоком (в зоне доминирующего перепада температур) можно пренебречь.

Для теплообмена с потоком жидкого азота рассмотрим условно пессимистический вариант, т.е. ситуацию, когда паросодержание на входе в ТО равно нулю (чего, собственно, и планируется добиваться при выборе расхода подаваемого азота в испытаниях). Коэффициент теплопередачи в соответствии с [2] можно, в этом случае, определить по формуле Михеева

$$Nu = 0.021 \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{0.43} \cdot \left(\frac{Pr_{\text{ж}}}{Pr_{\text{см}}} \right)^{0.25} \cdot \varepsilon_l$$

Пренебрегая разностью температур жидкости и стенки, а также влиянием длины гидравлического тракта ТО, приблизительно получим

$$\alpha = \frac{Nu \cdot \lambda}{d} = \frac{0.021 \cdot (808 \cdot 0.164 \cdot 0.02)^{0.8} \cdot (0.000168 \cdot 1970)^{0.43} \cdot 0.136}{0.000168^{0.8} \cdot 0.136^{0.43} \cdot 0.02} = 478 \frac{\text{Вт}}{\text{м}^2 \text{К}}$$

Значение расхода и условный диаметр канала заданы приблизительно на основе данных, полученных при автономных ТВИ реального теплообменника (описанных в следующем разделе). Теплофизические свойства N_2 заимствованы из [3, 4]. Простейшую оценку среднего коэффициента двухфазного теплообмена по формуле Кутателадзе выполним согласно рекомендациям [5]

$$\alpha_{\text{ср}} = \alpha_w \cdot \sqrt{1 + \frac{\alpha_{\text{б.о.}}}{\alpha_w}}$$

где $\alpha_{\text{б.о.}}$ представляет оценку к-та теплопередачи при кипении в «большом» объеме, а α_w – для однофазной конвекции жидкости. Экспериментальные оценки для $\alpha_{\text{б.о.}}$ при кипении азота можно найти во многих источниках. Например, из диаграммы представленной в работе [6] к-т теплопередачи при кипении можно определить величиной в диапазоне 500-1000 Вт/м²К. Таким образом, в дополнение к формуле Михеева влияние фазового перехода на α можем оценить как

$$\alpha_{\text{ср}} = 478 \cdot \sqrt{1 + \frac{1000}{478}} = 841 \frac{\text{Вт}}{\text{м}^2 \text{К}}$$

Температурный потенциал, при котором стабилизируется фазовый переход внутри теплообменника, связан с рабочим давлением внутри. По наблюдениям в различных экспериментах, в которых с помощью жидкого азота обеспечивался теплосъем, давление и температура «удерживаются» в рабочих объемах небольших термоплат не стабильно, т.к. объективно имеет место скачок гидравлического сопротивления и изменение внешнего теплового воздействия на поток теплоносителя/хладагента (по отношению к потерям в магистрали доставки азота). Предположим, что давление в ТО ниже, чем в сосуде Дьюара на 0.4 бар, тогда, используя уравнение Клазиуса-Клапейрона, можем приблизительно оценить изменение температуры насыщения

$$\Delta T \approx \frac{T \cdot (\rho' - \rho'')}{r \cdot \rho' \cdot \rho''} \cdot \Delta P = \frac{90 \cdot (771 - 9.83)}{188000 \cdot 771 \cdot 9.83} \cdot 50000 = 1.9 \text{ К}$$

Здесь r - теплота испарения, Дж/кг; ρ - плотность, кг/м³; P - давление, Па; T – температура, К. Т.е., например, если температура насыщения на входе в подаваемую магистраль составляет -187°С, то в потоке, дошедшем до теплообменника, она может сместиться к значению -189°С, т.е. незначительно. Для вычислительного эксперимента с

помощью модели по рисунку 2, для обеспечения запаса и в первом приближении, примем температуру низкого температурного потенциала на уровне минус 180°С. В дальнейшем, (с целью обеспечения достоверности), именно при ТВИ, будет оцениваться уровень температурной стабилизации теплообменника в условиях, когда на него оказываются фактические воздействия: осциллирующего давления (в теплоносителе), теплопритоков через крепления и теплоизоляцию, а также тепловой нагрузки от ПН, либо ее имитатора. В результате всех воздействий в металлическом массиве теплообменника будут формироваться температурные градиенты, которые придется учитывать в процессе практического применения теплообменника-тепломера.

Результаты вычислительного эксперимента с использованием МКЭ модели по рисунку 2 позволили определить расчетную величину теплового потока, поступающего от пластины к теплообменнику. Так, в случае применения алюминиевых ($\lambda=115$ Вт/мК) стальных ($\lambda=15$ Вт/мК) и титановых ($\lambda=22$ Вт/мК) болтов, получены потоки, соответственно 55 Вт, 27 Вт и 30 Вт. Как ни странно, все три варианта применимы для поставленной задачи, поскольку компенсируемая нагрузка составляет 15 Вт.

При выполнении расчетов в рамках вычислительного эксперимента применялись следующие граничные условия (задача стационарная):

- величина суммарных теплопритоков распределенных по нетеплонагруженным поверхностям корпуса теплообменника 20 Вт;
- в зоне каналов, охлаждаемых азотом, применяются граничные условия третьего рода: температура минус 180°С и $\alpha=500$ Вт/м²К;
- на стыке тепломера с ПН применяются граничные условия первого рода ($T =$ минус 110°С);
- материалы пластины и теплообменника - алюминиевый сплав ($\lambda=115$ Вт/мК);
- коэффициент теплопередачи в местах контактов болтов с теплообменником и с интерфейсной контактной пластиной 15000 Вт/м²К.

Ошибка в определении величин контактных термических сопротивлений (в местах контактного взаимодействия болтов с элементами конструкции), наиболее существенно скажется на фактических характеристиках тепломера. Однако, подбором количества болтов и выполнением заданных требований к их установке планируется добиться необходимого перепада температур на конструкции теплообменника-тепломера при величине передаваемой мощности в диапазоне 30-60 Вт и заданном уровне температуры. Как показали результаты, выполненные с помощью 3D-модели расчетов - это решаемая задача.

ИСПЫТАНИЯ ПРОТОТИПА ТЕПЛООБМЕННИКА

Прототип азотного теплообменника, использованного для проведения ТВИ, показан на рисунке 3. С его помощью авторы планировали подтвердить, что подача азота с низким паросодержанием позволит удерживать температуру теплообменника на уровне близком к температуре фазового перехода, а также приемлемо стабилизировать эту температуру.

В процессе ТВИ данного теплообменника азот подавался с расходом величиной 150 кг/час (расход, примерно, раз в час определялся по суммарной массе израсходованного из сосуда Дьюара азота). Для того, чтобы обеспечить условия гарантированного фазового перехода (кипения) во внутренних каналах теплообменника, оператор испытаний обеспечивал визуальный контроль «выливания жидкого азота» из дренажного шланга на выходе из вакуумной камеры (ВК), в которой был установлен испытываемый теплообменник.

Расход величиной 150 кг/час позволяет снимать нагрузку, только за счет испарения жидкого азота, порядка $m \cdot r = 150/3600 \cdot 188000 \approx 7800$ Вт. Некоторая часть данной хладопроизводительности «истрачена» на компенсацию теплопритоков в многометровой магистрали подачи жидкого азота к вакуумной камере (ВК), однако,

поскольку на выходе из линии (дренаж из теплообменника) всегда идет жидкий азот, можно говорить о значимом запасе хладопроизводительности в самом теплообменнике, который предназначен для снятия лишь десятков Ватт.

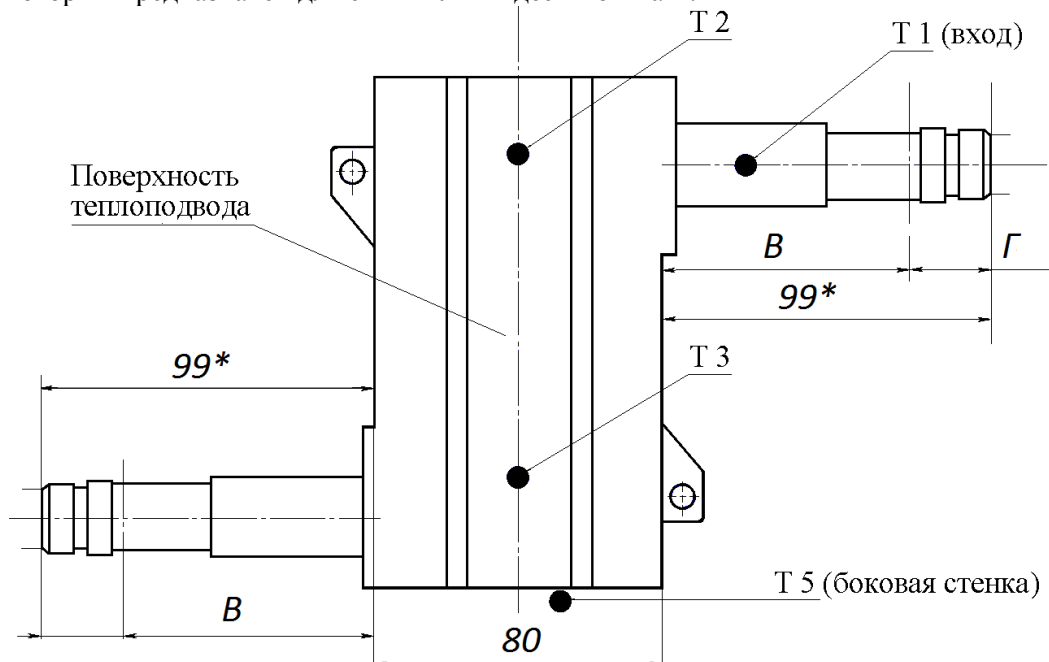


Рис. 3. Прототип теплообменника, изготовленный для тепловакуумных испытаний.

На рис. 4 показано, насколько стабильно поддерживается температура теплообменника во время испытаний протяженностью около 6 часов при изменении мощности нагревателя имитирующего поток со стороны ПН. Уровень теплопритоков к теплообменнику (оценка из сторонних работ) можно оценить величиной 8 Вт через ЭВТИ и величиной 12 Вт через крепления. Максимальная мощность, подводимая к электронагревателю, имитирующему полезную нагрузку, составила 80 Вт.

Как видно из рисунка 4, в испытаниях мощность к теплообменнику подводилась «ступеньками». При этом, устанавливались значения 20, 40, 60 и 80 Вт. Судя по построенным кривым, уровень температуры корпуса и поверхности теплоподвода в большей степени определяется охлаждающим потоком, чем воздействием нагревателя. Средняя температура на рабочей поверхности теплообменника около минус 175°C, зарегистрированный разброс температуры по теплообменнику порядка 10 К, но на поверхности теплоподвода он меньше. Амплитуда осцилляций, в среднем, порядка 2 К, при этом, с учетом планируемого рабочего перепада на тепломере 50-60 К и с учетом высокой частоты осцилляций данный фактор можно считать допустимым, не препятствующим достоверному измерению теплового потока от ПН. Дополнительный график, построенный на поле основного (см. рисунок 4), показывает в увеличенном масштабе осцилляции температуры, полученные для режима 60 Вт.

Анализируя выполненные измерения, а также представленные расчетные оценки, можно сделать вывод о том, что причина сравнительно высокой температуры (стабилизации), регистрируемой на теплообменнике, объясняется не наличием градиента температуры по корпусу, не теплопритоками к нему и не снижением коэффициента теплопередачи (от теплоносителя к корпусу), а в основном, обусловлена наличием перегрева, поступающего в теплообменник жидкого теплоносителя, по отношению к

равновесной температуре фаз (перегрев происходит в процессе транспортирования азота по магистрали).

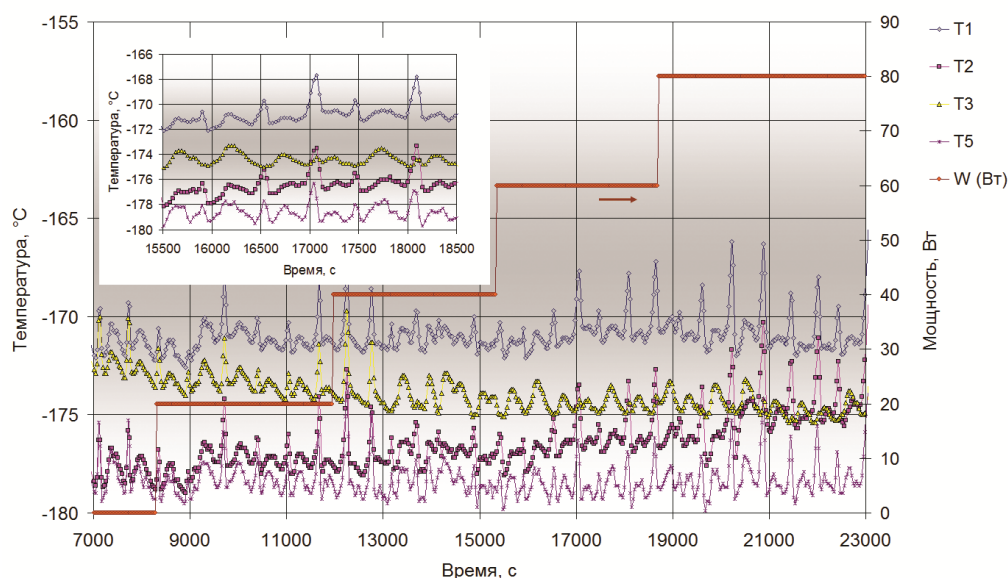


Рис. 4. Результаты тепловвакуумных испытаний низкотемпературного азотного теплообменника.

По результатам ТВИ теплообменника можно сделать заключение о том, что предлагаемая концепция поддержания заданной температуры интерфейса с одновременным измерением теплового потока от ПН является эффективной и осуществимой.

МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ВЫПОЛНЕНИЯ ТВИ ПОЛЕЗНОЙ НАГРУЗКИ

Как уже говорилось методика определения теплового потока от ПН построена на стабильном поддержании двух температурных потенциалов, а именно, кипения азота в теплообменнике, с одной стороны, и требуемой температуры на интерфейсе минус 110°C, с другой. Для того, чтобы постоянно удерживать температуру минус 110°C в зоне стыка subsystemов нагреватель тепломера должен создать соответствующий перепад на тепломере (самостоятельно), а также и иметь собственную мощность выше мощности поступающей от ПН. Однако, если реальная мощность от ПН будет достигать 40 Вт теплоотводящий тракт, который представляет собой subsystemу, состоящую из теплопроводов и РТО придется проектировать заново.

При подготовке испытательного стенда и выполнении ТВИ основными задачами в подготовке теплообменника-тепломера для его применения являются:

- калибровка тепломера, которую целесообразно провести не только для требуемой температуры, но и для отклонений в большую и меньшую стороны. Тогда при испытаниях ПН можно будет выполнить дополнительные режимы испытаний, позволяющие показать как влияет температура интерфейса на поступающий к нему тепловой поток, (а также выполнить интерполяцию для установления точного соответствия между $Q_{ПН}$ и температурой интерфейса $T = \text{минус } 110^\circ\text{C}$);
- предварительное (экспериментальное) определение количества проводников (болтов) тепломера, обеспечивающих передачу мощности в диапазоне 40-60 Вт для фиксированных температур интерфейса и теплообменника;
- поддержание стабильного режима течения азота в магистрали, обеспечивающей через теплообменник поток жидкого азота с низким паросодержанием. При этом, важно

определить условия стабильности и повторяемости режима доставки азота к теплообменнику-тепломеру.

ВЫВОДЫ

В процессе определения концепции теплообменника-тепломера авторами разработана методика экспериментальной отработки низкотемпературной полезной нагрузки космического аппарата. На базе тепловакуумных испытаний прототипа теплообменника и вычислительного эксперимента выполнена комплексная работа, доказывающая применимость данного подхода, в части использования теплообменника работающего на жидком азоте и тепломера с компенсационным нагревателем. Разработана конструкция теплообменника-тепломера, определен обобщенный сценарий проведения тепловакуумных испытаний (ТВИ). Реализация технических решений, представленных здесь, позволит повысить качество проведения ТВИ различных низкотемпературных полезных грузов, в виде автономных ПН КА, а также понизить стоимость таких испытаний.

ЛИТЕРАТУРА

1. Альтов В.В. и др. Тепловое проектирование и пофрагментная наземная отработка системы обеспечения теплового режима космического аппарата негерметичного исполнения на базе сотопанелей с тепловыми трубами. – Космонавтика и ракетостроение, 2010, №3(60), С.33-41
2. Михеев М.А., Михеева И.М. Основы теплопередачи, - М.: Энергия, 1973. -320с.
3. Варгафтик Н.Б. Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей, М.: Наука, -1972г. -721с.
4. Дан П.Д., Рэй Д.А. Тепловые трубы пер. с англ.: -М.: Энергия, 1979г. -272с.
5. Данилова Г.Н. Теплообменные аппараты холодильных установок. – Л.: Машиностроение. Ленингр. отделение, 1986. – 303 с.
6. Делов М.И., Куценко К.В., Лаврухин А.А. Влияние ориентации теплоотдающей поверхности на теплоотдачу к жидкому азоту. -Краткие сообщения по физике ФИАН, №7, 2014, С.25-30
7. <https://www.ansys.com/academic/students/ansys-student>, 02/2021

**ОПЫТ ПОИСКА НЕГЕРМЕТИЧНОСТИ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННОЙ ПОЛОСТИ
КРИОГЕННОЙ ТРАНСПОРТНОЙ ЦИСТЕРНЫ ОБЪЕМОМ 25 М КУБ. ФИРМЫ
LINDE ПРИ ОТСУТСТВИИ ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ**

**THE EXPERIENCE OF SEARCHING FOR LEAKS IN THE HEAT-INSULATING
CAVITY OF A CRYOGENIC TRANSPORT TANK WITH THE VOLUME OF 25
CUBIC METERS. BY LINDE IN THE ABSENCE OF TECHNICAL
DOCUMENTATION**

**Е.В.Жировов, И.А.Лозанов, В.А.Кобзев, К.В.Сметанин, Н.В.Артемова,
Е.Н.Галаганова.**

E.V.Zhirovov, I.A.Lozanov, V.A.Kobzev, K.V.Smetanin, N.V.Artemova, E.N/Galaganova.

АО «Криогенмонтаж», Москва

В работе описывается опыт определения негерметичности теплоизоляционной полости криогенной транспортной цистерны.

The paper describes the experience of determining the leakage of the heat-insulating cavity of a cryogenic transport tank.

Ключевые слова: негерметичность, теплоизоляционная полость, криогенная транспортная система.

Keywords: leaks, heat-insulating cavities, cryogenic transport tank

Во время транспортировки тридцати тонн жидкого кислорода по ночной Москве (это примерно четыре тысячи стандартных баллонов объемом сорок литров и давлением 150 атмосфер) произошла разгерметизация теплоизоляционной полости цистерны, т.е. потеря вакуума.



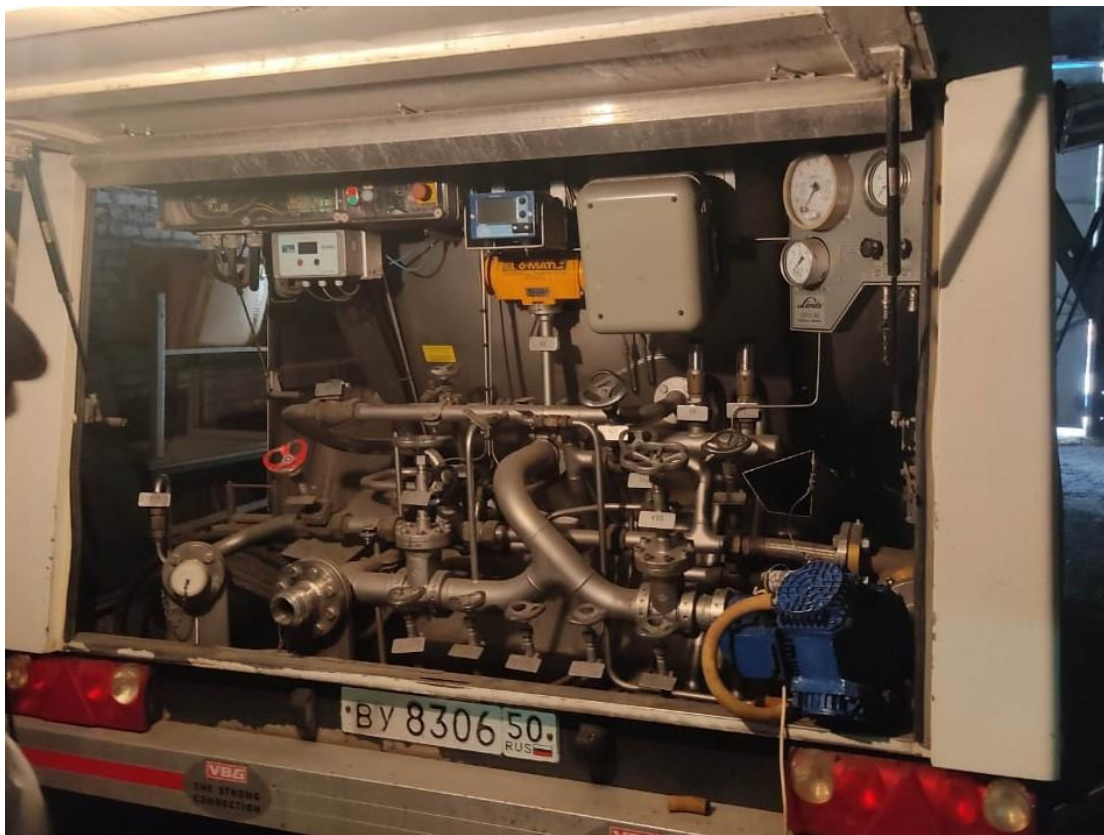
Жидкий кислород (температура минус 183°С) стал нагреваться, превращаться в газ (1 л жидкого кислорода дает восемьсот литров газа). Сработали предохранительные устройства (клапана) и избыток газообразного кислорода с шумом стал извергаться в атмосферу. И это на ходу, ночью (перевозка жидкого кислорода по городу разрешена только с 22:00 до 6:00 часов утра). Слава Богу, за рулем этих монстров опытные водители. В нашем случае водитель не растерялся, довез кислород до места и слил остатки в ёмкость на территории больницы. Эта информация для того, чтобы понимать, насколько в опасном мире мы живем и насколько надежна должна быть в данном случае криогенная цистерна.

Фирма Linde в течении 2-х лет искала организацию по ремонту криогенных резервуаров, т.к. завод Cryo AB (город Гётеборг, Швеция) на котором была изготовлена данная цистерна, закрылся.

АО «Криогенмонтаж» не сразу взялось за эту работу по нескольким причинам:

- а) отсутствовала техническая документация на цистерны - чертежи, деталировки;
- б) не было опыта ремонта подобного изделия.

Мы вместе с фирмой «Линде Газ Рус» решились и уже осуществили на сегодняшний момент первый этап: нашли дефект.



При испытаниях цистерны был применен практически весь набор методик, приемов и приборов, которые у нас есть в наличии. Это вакуумные насосы, течейскатели, масс-спектрометры, эндоскопы, компрессоры и т.д.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ЛУЧИСТОГО ТЕПЛООБМЕНА В ПОРИСТЫХ МЕТАМАТЕРИАЛАХ И НА МЕТАПОВЕРХНОСТЯХ

SIMULATION OF RADIANT HEAT TRANSFER IN THE POROUS METAMATERIALS AND AT THE METASURFACES

А.С.Борейшо¹, А.А.Моисеев¹, С.Б.Нестеров², А.В.Савин¹, П.Г.Смирнов^{1,3},
С.С.Смоленцев¹, А.А.Филатов³

A.S.Boreyshaw, A.A.Moiseev, A.V.Savin, P.G.Smirnov, A.A.Smotentsev, A.A.Filatov

¹БГТУ «Военмех»

²Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика
С.А.Векшинского

³НПО «Гелиосфера»

В настоящей работе исследуется лучистый теплообмен для одного из видов метаматериалов, имеющего микрогеометрию типа гироида. Эта структура имеет простое аналитическое описание [1] и может быть выращена методом селективного лазерного сплавления. Исследованы особенности лучистого теплообмена в массиве с гироидной микроструктурой. Показано, что применение метаматериала гироидного типа в теплообменных устройствах открывает широкие возможности управления теплообменом. Обнаружено, что излучательная способность поверхности такого метаматериала может быть значительно выше, чем излучательная способность поверхности исходного металла.

In this work, we investigate radiant heat transfer for one of the types of metamaterials with a gyroid-type microgeometry. This structure has a simple analytical description and can be grown by selective laser fusion [5]. The features of radiant heat transfer in a massif with a gyroid microstructure are investigated. It is shown that the use of a metamaterial of the gyroid type in heat exchange devices opens up wide possibilities for controlling heat transfer. It has been found that the emissivity of the gyroid microstructure surface can be much higher than the emissivity of the parent metal surface.

Ключевые слова: гироид, радиационный теплообмен, излучательная способность

Key words: gyroid, radiative heat transfer, emissivity

Метаматериалы, то есть такие материалы, свойства которых в большей степени определяются не свойствами самого материала на молекулярном уровне масштабов, а геометрией на микро- и нано-уровне, в настоящее время интенсивно исследуются. Установлено, например, что механические свойства (прочность, ударная вязкость) металлических метаматериалов могут быть значительно выше, чем у сплошных металлов. Микро- и нано-структурированные поверхности по аналогии можно назвать метаповерхностями. Аддитивные технологии, особенно – селективное лазерное сплавление металлических порошков [3], открывают новые возможности создания металлических метаматериалов и метаповерхностей с произвольной геометрией. Это в принципе позволяет программировать свойства изделий и объектов.

Из-за того, что пористый материал имеет большую удельную поверхность, лучистая теплоотдача от его поверхности должна быть больше, чем от соответствующей плоской поверхности. Для количественного исследования этого вопроса использовались фрагменты гироидной структуры (рис. 1).

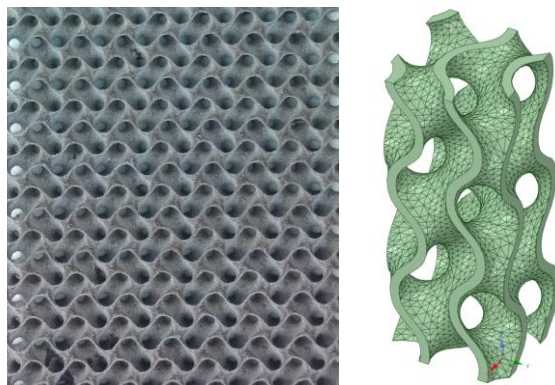


Рис. 1. Фрагмент гироидной структуры.

В основе методики моделирования – аналогия между процессами излучения и поглощения, поэтому исследование проводилось двумя методами.

В первом подходе каждая ячейка поверхностной сетки излучает как диффузная ламбертовская поверхность. Энергия излучения определяется законом Стефана-Больцмана и коэффициентом излучательной способности поверхности. Падающие на поверхность лучи частично поглощаются, при этом коэффициент поглощения равен излучательной способности. Оставшаяся непоглощенной часть энергии рассеивается диффузно по закону Ламберта. Поверхность тела имеет фиксированную температуру $T_w = 300\text{K}$. Ее излучательная способность варьируется от 0.2 до 1. Входная и выходная поверхности расчетной области (рис. 2) имеют фиксированные температуры 300K и $T_{inf} = 4\text{K}$ соответственно, их излучательная способность равна 1. Расчет излучения осуществляется с использованием метода дискретных ординат (DO, [2]). Свободный от твердого тела объем расчетной области заполнен газом с теплопроводностью 10^{-15} Вт/м/К и давлением 10 Па.

По результатам моделирования вычисляется суммарный тепловой поток с поверхности гироидного тела и его распределение по глубине структуры. За счет большой удельной поверхности пористой структуры излучается больше энергии, чем с эквивалентной плоской поверхности. Вводится понятие эффективной излучательной способности.

Во втором подходе используется метод трассировки лучей. Исследуется рассеивание и поглощение излучения, падающего на поверхность от внешнего источника. Коэффициент отражения варьируется от 0 до 1. Отражение полагается диффузным. За счет многократных отражений доля поглощенного излучения должна быть больше, чем поглощение при однократном отражении. Таким образом, можно ввести понятие эффективного коэффициента поглощения. В расчете контролируется распределение поглощенной энергии по глубине структуры.

Сопоставление результатов двух описанных подходов позволяет верифицировать результаты моделирования.

На рис. 2 показано распределение величины результирующего теплового потока по поверхности гироидной структуры. В глубине пористой структуры, вдали от ее границы, суммарный поток стремится к нулю, так как излучение в порах находится в равновесии с поверхностью. Вблизи границы пористого тела, обращенной к холодной стороне, тепловой поток с поверхности положительный. Относительная эффективная излучающая поверхность определяется следующим образом:

$$s(z) \equiv \frac{\int_0^z dz \int q(x,y,z) ds}{\sigma \varepsilon (T_w^4 - T_{inf}^4) F} \quad (1)$$

где x, y, z – координаты (см. рис. 2), ds – элемент длины контура тела в сечении $z = const$, $q(x, y, z)$ – суммарный тепловой поток в точке поверхности, ε – излучательная способность, F – площадь поперечного сечения выделенного элемента героидной структуры.

Здесь в числителе – тепловая мощность, излучаемая слоем героидной структуры толщиной z , в знаменателе – мощность, излучаемая соответствующим участком плоской поверхности. При этом тепловой поток, излучаемый торцевой поверхностью, из интегрирования исключается. На рис. 3(а) приведены зависимости относительной излучаемой мощности s/s_∞ от безразмерной глубины $\bar{z}/\Delta\bar{z}$; $\bar{z} = z/H$ (H – шаг структуры, $\Delta\bar{z}$ – характерная глубина). Вычисления приведены для структуры длиной 5 периодов.

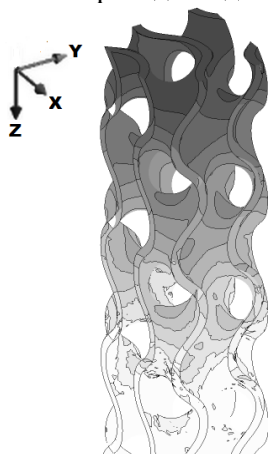


Рис. 2. Распределение теплового потока по поверхности героидной структуры ($\varepsilon=0.2$).

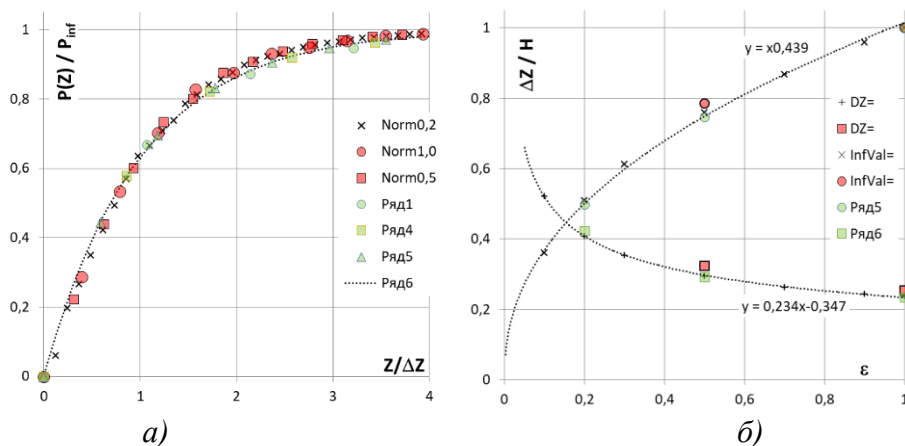


Рис. 3. а) Зависимость относительной излучаемой мощности от глубины: 1, 2, 3 – степень черноты $\varepsilon=1, 0.5, 0.2$; зависимости поглощаемой мощности от глубины: 4, 5, 6 – $\varepsilon=1, 0.5, 0.2$; линиями показана аппроксимация (2).

б) Зависимость полной безразмерной излучаемой / поглощаемой мощности от степени черноты поверхности, 1-3: $\varepsilon=1, 0.5, 0.2$; 4-6: зависимость относительной характерной глубины от степени черноты.

При увеличении степени черноты увеличивается протяженность зоны неравновесного излучения и растет эффективная излучающая поверхность. Так, для $\varepsilon=0.2$ протяженность излучающей зоны – порядка периода структуры, эффективная излучающая поверхность в ~ 2 раза превышает площадь поперечного сечения метаматериала. Зависимость $s(z)$, определенная по численному решению, аппроксимируется выражением:

$$s(z) \approx s_{\infty} \left(1 - \exp \left(-\frac{\bar{z}}{\Delta \bar{z}} \right) \right) \quad (2)$$

где $\bar{z} = z/H$ – безразмерная координата в направлении по нормали к поверхности структуры, $\Delta \bar{z}$ – относительная глубина проникновения, s_{∞} – эффективная относительная излучающая поверхность. На рис. 3(а) показана обобщенная зависимость для любой степени черноты. Видно, что аппроксимация (2) хорошо работает в широком диапазоне параметров, при этом s_{∞} и $\Delta \bar{z}$ – функции ε , приведенные на рис. 3(б).

На рис. 3 приведены результаты моделирования поглощения диффузного излучения гироидной структурой. Видно, что закономерности, характерные для теплового излучения, полностью повторяются и для поглощения. Таким образом осуществляется верификация метода вычислений и конкретной вычислительной процедуры.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Гироидные структуры [1, 4], имеющие большую удельную поверхность, малую плотность, большую жесткость и прочность, перспективны как конструкционные метаматериалы для применения в различных теплофизических устройствах. В настоящей работе исследуется лучистый теплообмен в таких структурах. Моделирование радиационного теплообмена позволило найти аппроксимацию для эффективной относительной излучающей поверхности. Показано, что гироидная микроструктура метаповерхности позволяет существенно увеличить лучистую теплоотдачу, особенно для материалов с малой излучательной способностью.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.В. Савин, П.Г. Смирнов. Полуаналитическое описание микроструктуры метаматериала типа «гироид». Математическое моделирование, 2020.
2. M.F.Modest., Radiative heat transfer. Second Edition. Academic Press. 2003
3. Фотоника, т.12, № 6 (74), 2018, с. 542-548, DOI: 10.22184/1993-7296.2018.12.6.542.548
4. А.Н. Schoen. INFINITE PERIODIC MINIMAL SURFACES WITHOUT SELF-INTERSECTIONS. NASA TN D-5541, 1970, 92 pp.

МОДЕЛИРОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ВЕРИФИКАЦИЯ ОПТИКО-ФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИМИТАТОРОВ ТЕПЛООВОГО ПОТОКА ДЛЯ ТЕРМОВАКУУМНЫХ ИСПЫТАНИЙ

SIMULATION AND EXPERIMENTAL VERIFICATION OF THE OPTICAL-PHYSICAL CHARACTERISTICS OF HEAT FLUX SIMULATORS FOR THERMAL VACUUM TESTS.

А.А.Филатов¹, А.А.Кишалов¹, П.Г.Смирнов^{1,2}, А.А.Моисеев¹ / petr.s.8314@mail.ru

A.A.Filatov, A.Kishalov, P.G.Smirnov, A.A.Moiseev

¹ ООО «НПО Гелиосфера»,

² БГТУ «Военмех»

Рассмотрены сопряженные лучевые и тепловые модели одиночных излучателей и панелей имитаторов теплового потока. Показана эквивалентность лучевой и тепловой моделей и отмечен факт, что моделирование на основе расчета хода лучей (ray tracing) и моделирование методом дискретных ординат (DO ordinates) приводят к хорошо совпадающим результатам. Рассмотрен вопрос экспериментальной верификации предложенных моделей и отмечено хорошее совпадение результатов моделирования с экспериментом. Показана возможность расширения функционала виртуальной лаборатории термовакuumных испытаний на случай испытаний с имитаторами тепловых потоков.

Coupled ray and thermal models of single and multiple sources of heat flux simulators are considered. The equivalence of the ray tracing and thermal models is shown and the fact is noted that the simulation based on ray tracing and the simulation by the discrete ordinates method (DO ordinates) lead to good coinciding results. The issue of experimental verification of the proposed models is considered, and good agreement between the simulation results and experiment is noted. The possibility of expanding the functionality of the virtual laboratory of thermal vacuum tests in the case of tests with simulators of heat flows is shown.

Ключевые слова: термовакuumные испытания, имитатор тепловых потоков, радиационный теплообмен, трассировка лучей.

Key words: thermal vacuum testing, heat flow simulator, radiation heat transfer, ray tracing.

В ходе термовакuumных испытаний для моделирования тепловых потоков (ИТП) на поверхностях космических аппаратов используются имитаторы тепловых потоков, обеспечивающие заданное распределение потока на протяженной поверхности. Такие имитаторы представляют собой массив источников ИК-излучения с возможностью регулировки плотности потока в широком диапазоне. В качестве источника излучения в имитаторе тепловых потоков применяется галогенная лампа накаливания, расположенная в рефлекторе.

Целью данной работы является разработка методики расчета массивов излучателей, составляющих имитатор тепловых потоков.

С точки зрения теплового моделирования лампа является сложным объектом. Лампа состоит из вольфрамовой спирали накала и кварцевой колбы, заполненной буферным газом. Максимум излучения спирали при температуре ~2500К [1] лежит до 3000 нм в области прозрачности колбы. Сама колба нагревается за счет длинноволновой части

излучения нити, лежащей после ~ 4000 нм и за счет теплового потока через буферный газ. Нагревая колба так же является источником ИК-излучения.

Поэтому при численном расчете имитатора тепловых потоков, состоящего из массива ламп и отражателей, для снижения вычислительных затрат требуется упрощенная модель источника ИК-излучения – колба лампы заменяется на излучающую поверхность, на которой задан тепловой поток, соответствующий мощности лампы. Для проверки корректности такого допущения рассматриваются две задачи в двумерной постановке: на расстоянии 2000 мм от контрольной поверхности с температурой 20°C расположены три источника излучения на расстоянии 489 мм друг от друга (рис. 1(а)). В модели рассматривается элемент симметрии $1/2$.

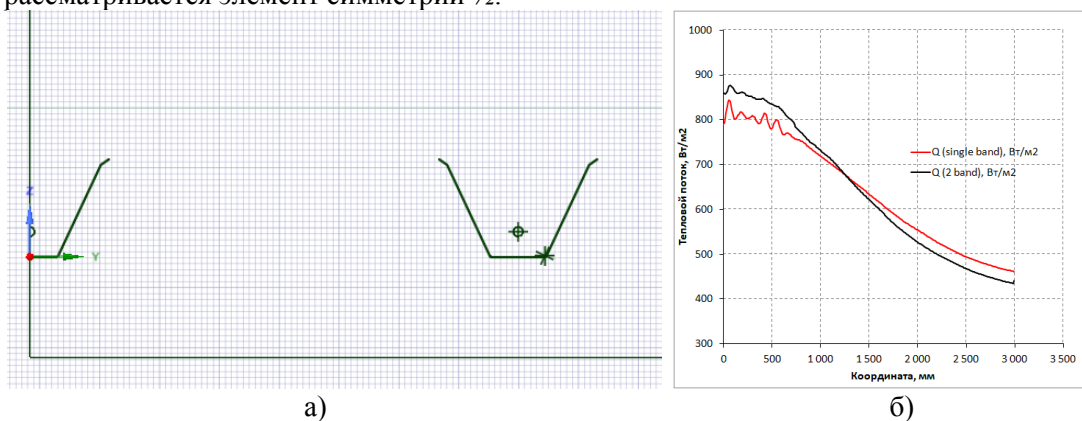


Рис. 1. а) Фрагмент расчетной геометрии. б) Тепловой поток на поверхности.

Источники излучения заданы в виде: излучающая поверхность с тепловым потоком и модель лампы с нитью накала, излучающей в двух диапазонах длин волн – первый (I) $100 \dots 3500$ нм и второй (II) $3500 \dots 50000$ нм. Нить накала моделируется как тело с объемным источником тепловыделения. Для второго диапазона стекло колбы непрозрачно. Для каждого из диапазонов рассчитан средний коэффициент излучения по данным [3]: I - 0.295, II - 0.162. Для рефлектора задано зеркальное отражение. Расчет излучения осуществляется с использованием метода дискретных ординат (DO) [2].

Оба подхода дали совпадающие в достаточной мере тепловые потоки на контрольной поверхности (рис. 1(б)), поэтому, можно говорить о допустимости такого метода моделирования.

Используя замену лампы излучающей поверхностью, произведен расчет панели имитатора тепловых потоков (рис 2(а)).

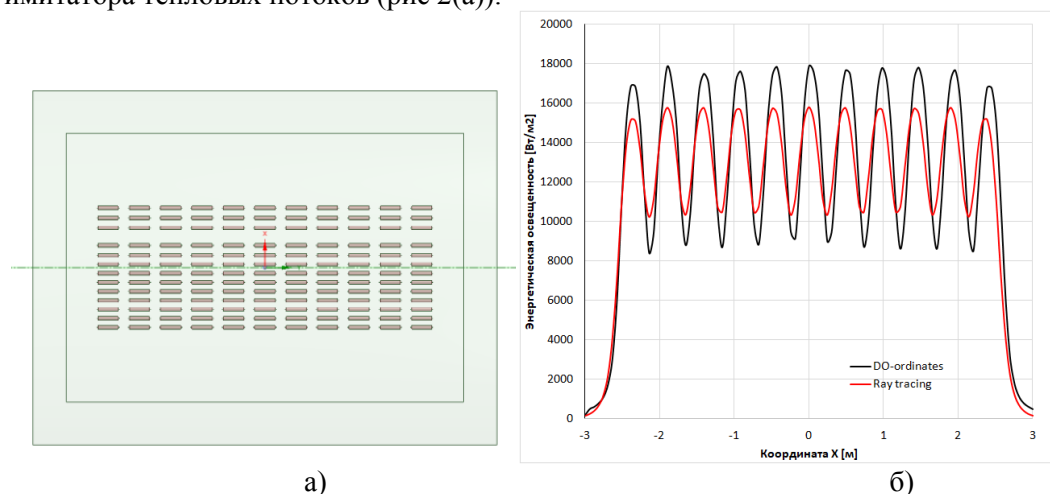


Рис. 2. а) Панель ИТП. б) Тепловой поток на поверхности в поперечном сечении по оси X.

Панель состоит из 143 ламп с рефлекторами длиной 330 мм и расположенных на расстоянии от 100 мм от контрольной поверхности. Мощность каждой лампы 1000 Вт. Данная задача так же решалась методом трассировки лучей. В результате было получено, что оба метода решения дают некоторое расхождение по амплитуде распределения теплового потока на поверхности, интегральное же значение теплового потока одинаковое.

На рис. 3 приведено сравнение экспериментальных данных по измерению теплового потока от массива ламп без отражателей и расчета методом трассировки лучей.

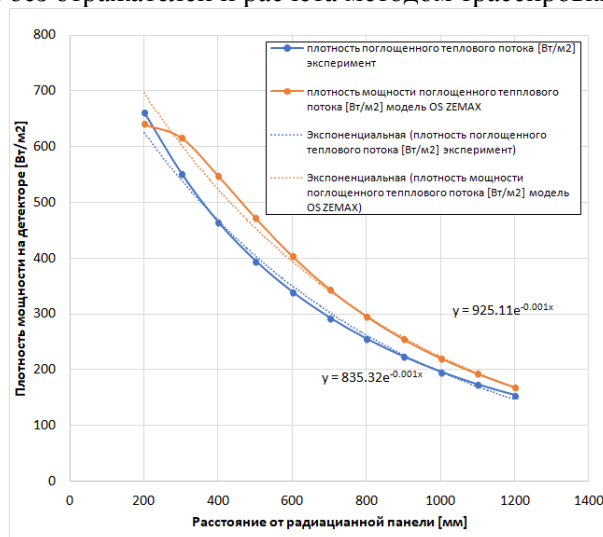


Рис. 3. Сравнение расчета трассировкой лучей и эксперимента.

По приведенным данным можно сделать вывод о корректности проведенного эксперимента и использовать эти данные для проверки и корректировки тепловой модели ИТП.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе была разработана методика численного расчета излучающих элементов имитатора тепловых потоков в упрощенной постановке без полного моделирования элементов ламп. Методика позволяет сократить время на проектирование имитаторов тепловых потоков под заданные параметры распределения излучения по поверхности объекта испытаний.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д.С. Куликов, В.В. Бирюк, В.В. Моисеев, Экспериментальное исследование теплового режима трубчатой галогенной лампы, Вестник ПНИПУ. Аэрокосмическая техника. 2019. №56.
2. M.F.Modest., Radiative heat transfer. Second Edition. Academic Press. 2003
3. Излучательные свойства твердых материалов: справ. / под ред. А.Е. Шейндлина. –М.: Энергия, 1974. – 471 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ОСОБО КРУПНОГАБАРИТНОГО ИМИТАТОРА СОЛНЕЧНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ ВЫСОКОМОЩНЫХ КОРОТКОДУГОВЫХ КСЕНОНОВЫХ ЛАМП

MODELING AN EXTRA-LARGE SOLAR SIMULATOR BASED ON HIGH-POWER SHORT-ARC XENON LAMPS

А.А.Филатов¹, А.А.Кишалов¹, П.Г.Смирнов^{1,2}/ petr.s.8314@mail.ru
A.A.Filatov, A.Kishalov, P.G.Smirnov

¹ ООО «НПО Гелиосфера», С.-Петербург

² БГТУ «Военмех», С.-Петербург

В докладе рассматривается способ построения имитатора солнечного излучения с использованием мощных водоохлаждаемых ксеноновых ламп для получения светового поля с высокой степенью пространственной однородности внутри объема вакуумной установки и приводится опыт успешной эксплуатации водоохлаждаемых ксеноновых ламп в имитаторах солнечного излучения Европейского космического агентства и Японского агентства аэрокосмических исследований.

In this paper discusses a method for constructing a solar radiation simulator using high-power water-cooled xenon lamps to obtain a light field with a high degree of spatial uniformity inside the volume of a vacuum installation and provides an experience of successful operation of water-cooled xenon lamps in solar radiation simulators of the European Space Agency and Japan Aerospace Research Agency.

Ключевые слова: имитатор солнечного излучения, вакуумная установка, ксеноновая лампа, термовакуумные испытания

Key words: solar radiation simulator, vacuum unit, xenon lamp, thermal vacuum tests

Согласно программам ТВИ КА, имитатор Солнца должен воспроизводить излучение Солнца по спектральному составу в диапазоне длин волн 200-2500 нм, интенсивности (1350-1440 Вт/м²), параллельности светового потока (отклонение не более 4 град.) и равномерности облучения (отклонение не более 15%) [1]. Новые поколения негерметичных КА предъявляют новые требования к средствам отработки и испытаний для более точного воспроизведения факторов космического пространства.

Наиболее универсальным подходом к испытанию негерметичных КА с СТР на тепловых трубах является возможность облучить неподвижный или вращающийся КА под любым углом и с любого направления, причем с учетом запаса мощности ИСИ для достижения освещенности до 2 солнечных постоянных. Необходимость вращения КА в разных плоскостях приводит к необходимости обеспечения высокой объемной равномерности светового поля, тогда как раньше от ИСИ требовалась высокая равномерность в некоторой фиксированной плоскости.

В докладе рассматривается компоновка имитатора солнечного излучения, построенного по внеосевой схеме со сферическим коллимирующим зеркалом и одним оптическим вводом в вакуумную установку. Один оптический ввод обеспечивает возможность получения высокой степени объемной равномерности светового поля внутри объема установки, поскольку в данном случае формируется единый поток от одного коллимирующего зеркала без необходимости «сшивания» отдельных пятен в одно большое. Предложена методика оценки объемной равномерности светового потока, основанная на измерениях плотности мощности светового потока в нескольких различных сечениях светового потока.

Световой щит включает 19 ламп по 30 кВт каждая. Диаметр светового пятна составляет 7 м. Облученность в одну солнечную постоянную достигается при включенных 7 лампах, в две солнечных постоянных – при 19-ти включенных лампах. Кроме того, юстировкой коллимирующего зеркала реализуется возможность получения круглого пятна диаметром 3 м с облученностью до 10 солнечных постоянных, однако не в коллимированном, а сходящемся пучке.

Ресурс 30 кВт водоохлаждаемой лампы составляет на сегодняшний день 400 часов. В настоящее время компанией USHIO ведется программа по увеличению ресурса данной лампы до 800 часов. Лампа требует водяного охлаждения электродов; система охлаждения строится на основе промышленных холодильников, работающих по циклу «вода-воздух». Это резко повышает надежность системы охлаждения, делая ее независимой от технологических линий подачи воды на предприятии –эксплуатанте имитатора солнечного излучения.



Рис. 1. Внешний вид водоохлаждаемой ксеноновой лампы 30 кВт.

Подобная схема используется в имитаторе солнечного излучения с составе большого имитатора космоса в Европейском космическом агенстве и успешно эксплуатируется с середина 80-х годов.

ЛИТЕРАТУРА

1. С.В. Кравченко, С.Б. Нестеров, В.А. Романько, Н.А. Тестоедов, В.И. Халиманович, В.В. Христин. Подходы к созданию комплексных систем для отработки и испытания космических аппаратов. М.: НОВЕЛЛА.2012.-31 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛООВОГО СОСТОЯНИЯ УЛОВИТЕЛЯ ПОТОКА ОТ ПЛАЗМЕННОГО ДВИГАТЕЛЯ

SIMULATION OF THERMAL STATE OF THE BEAM TRAP FROM A PLASMA THRUSTER

А.А. Моисеев¹, А.А. Филатов¹, А.К.Горденко¹, Д.Е.Алфимов¹, П.Г. Смирнов^{1,2} /
petr.s.8314@mail.ru

A.A.Moiseev, A.A.Filatov, A.K.Gordenko, D.E.Alfimov, P.G.Smirnov

¹ ООО «НПО Гелиосфера»

² БГТУ «Военмех»

В работе рассматривается численное моделирование распределения тепловой нагрузки от потока частиц на поверхности приемника плазменного потока и давления в вакуумной камере. Источником частиц является плазменный двигатель, работающий в импульсно-периодическом режиме. Для моделирования используется метод трассировки частиц.

The paper considers the numerical simulation of the distribution of the heat load from the particle flux on the surface of the plasma flux receiver and the pressure in the vacuum chamber. The source of particles is a plasma engine operating in a pulse-periodic mode. Particle tracing method is used for simulation.

Ключевые слова: разреженные газы, ловушка частиц, трассировка частиц

Key words: rarified gases, beam trap, particles tracking

Перспективным видом ракетных двигателей для перемещения в космическом пространстве являются электрические ракетные двигатели (ЭРД), которые преобразуют электрическую энергию в кинетическую энергию частиц. Такие двигатели могут работать только в условиях вакуума, поэтому для их испытаний на Земле требуются специальные вакуумные стенды. Так как в процессе работы двигателя в пространство стенда поступает рабочее тело, то их необходимо постоянно откачивать криогенными вакуумными насосами. Так же энергия частиц на выходе ЭРД составляет ~50 эВ, что требует организации средств улавливания потока для предотвращения повреждения конструкции вакуумной камеры для испытаний.

В настоящей работе рассмотрено численное моделирование вакуумной камеры при импульсно-периодической работе ЭРД с целью получить давление в камере при выходе на квазистационарный режим работы и распределение теплового потока на поверхности плазменной ловушки.

Моделирование потока рабочего тела от ЭРД производится методом трассировки частиц.

В вакуумной камере расположены двигатель диаметром 300 мм, 15 криогенных насосов диаметром 900 мм и плазмоуловитель, представляющий собой систему конусов. Двигатель, работающий в импульсно-периодическом режиме с частотой 10 Гц, выпускает 1 млн. частиц, частицы – нейтральный водород. Вероятность захвата частиц для насосов 40%.

Давление в вакуумной камере оценивается из уравнения состояния $P = \frac{2n}{3V} E_p$, где n – количество частиц в исследуемом объеме, V – объем камеры (или части объема), E_p – среднестатистическая энергия свободных («незамороженных») частиц в исследуемом объеме. В результате получаем изменение давления в камере в течение времени. Как видно

на рис.3 давление выходит на квазистационарный режим через 0,5 секунды работы двигателя.

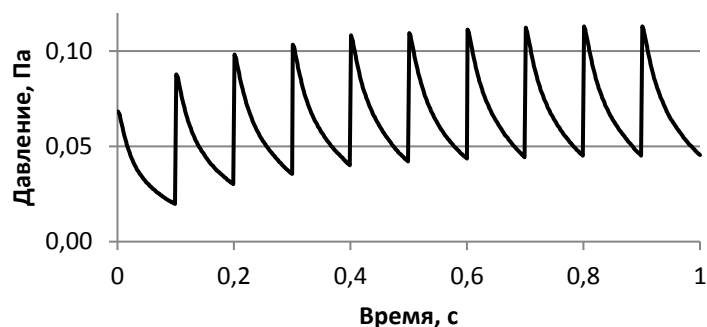


Рис.1. Изменение давления в вакуумной камере в течение нескольких импульсов.

Взаимодействие частиц с поверхностью описывается через тепловой коэффициент аккомодации, который в свою очередь зависит от угла падения на поверхность и энергии частицы (Рис.2). Коэффициент аккомодации является сугубо экспериментальной величиной. Данные по тепловой аккомодации частиц Ag⁺ падающих на медную поверхность как функция угла падения и энергии частиц[1].

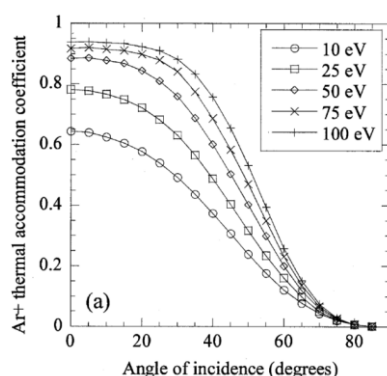


Рис.2. Коэффициент тепловой аккомодации частиц.

Легкие ионы He⁺, H⁺ при энергиях частиц ~50 эВ эффективно проникают в поверхность материала на глубину до 10 атомных слоев [2]. Значения коэффициента аккомодации в таком случае должен сильно возрасти.

Энергия частицы $E_p = \frac{m_p U_p^2}{2}$, где m_p – масса частицы, U_p – скорость частицы. При столкновении с поверхностью, частица отдаст энергию E_{acc} , уменьшит свою скорость и изменит направление с вероятностью 50 % на 50% или произвольно или зеркально. Поглощенная энергия поверхностью $E_{ac} = \frac{m_p U_p^2}{2} * a_c$, где a_c – коэффициент аккомодации. Скорость отскочившей частицы после передачи энергии $U_r = U_p * (1 - \sqrt{a_c})$. Таким образом, переданную поверхности энергию, накопленную в течение времени, можно рассматривать как тепловую нагрузку от потока частиц (рис.3).

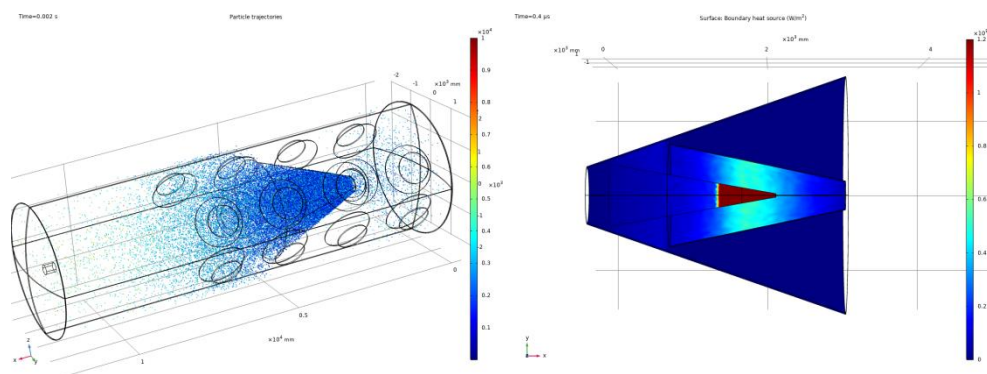


Рис.3. а) распределение частиц через 2 мс после начала работы двигателя. б) распределение теплового потока от частиц.

При захвате частиц насосом они остаются на поверхности, сохраняя свою энергию. Исходя из суммарной энергии «замороженных» частиц оценивается тепловая нагрузка на криогенные насосы.

Распределение теплового потока по поверхности используется в качестве граничного условия при проектировании системы охлаждения уловителя потока.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описанный в настоящей работе подход к моделированию взаимодействия потока частиц и объектов вакуумной камеры помогает правильно сконструировать геометрию плазموуловителя для отведения тепла и защиты крионасосов для безотказной работы в течение длительных испытаний плазменных двигателей.

ЛИТЕРАТУРА

1. X.-Y. Liu, M.S. Daw, J.D. Kress; «Ion solid surface interactions in ionized copper physical vapor deposition»; Thin Solid Films 422 (2002) 141–149
2. И.И. Шкарбан, Энергообмен между потоками ионов и поверхностями конструкционных материалов., Учебное пособие – М.: Изд-во МАИ, 1994. – 44 с.: ил.

СЕКЦИЯ 6. БИМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

ОСАЖДЕНИЕ НА ПОВЕРХНОСТИ ТРЕКОВЫХ МЕМБРАН ПОКРЫТИЙ В ВАКУУМЕ С ЦЕЛЬЮ СОЗДАНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МЕМБРАН ДЛЯ ОПРЕСНЕНИЯ МОРСКОЙ ВОДЫ

DEPOSITION ON THE TRACK-ETCHED MEMBRANES SURFACE OF COATINGS IN VACUUM WITH A PURPOSE OF COMPOSITE MEMBRANES CREATION FOR SEAWATER DESALINATION

Л.И.Кравец¹(ORCID: 0000-0001-8468-4259), Н.Е.Лизунов¹, М.А.Ярмоленко²,
V.Satulu³, B.Mitu³, G.Dinescu³ / kravets@jinr.ru

L.I.Kravets(ORCID: 0000-0001-8468-4259), N.E.Lizunov, M.A.Yarmolenko, V.Satulu,
B.Mitu, G.Dinescu

¹Объединенный институт ядерных исследований, г.Дубна, Московская обл.

²Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, г. Гомель

³National Institute for Laser, Plasma and Radiation Physics, Bucharest, Romania.

Рассмотрены способы формирования покрытий на поверхности трековой мембраны из полиэтилентерефталата путем магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования полимеров в вакууме. Установлено, что применение данных методов модифицирования при использовании в качестве мишени политетрафторэтилена позволяет получать на поверхности мембраны гидрофобные покрытия. Показано, что композиционные мембраны разработанного образца могут быть использованы в процессах опреснения морской воды методом мембранной дистилляции.

Methods for the formation of coatings on the poly(ethylene terephthalate) track-etched membrane surface by magnetron and electron-beam sputter deposition in vacuum are considered. It is found that the application of these modification methods at the usage of polytetrafluoroethylene as a target material allows obtaining hydrophobic coatings on the membrane surface. It is shown that the composite membranes of the developed sample can be used in the processes of desalination of seawater by the method of membrane distillation.

Ключевые слова: трековая мембрана, электронно-лучевое диспергирование и магнетронное распыление полимеров в вакууме, политетрафторэтилен, гидрофобизация, композиционные мембраны, мембранная дистилляция

Key words: track-etched membrane, electron-beam and magnetron sputtering of polymers in vacuum, polytetrafluoroethylene, hydrophobization, composite membranes, membrane distillation.

ВВЕДЕНИЕ

Проблема получения пригодной для питья пресной воды в новом тысячелетии становится глобальной проблемой человечества. Растущий дефицит пресной воды может быть скомпенсирован опреснением (снижением концентрации растворённых солей) морской воды. Наиболее перспективным методом обессоливания воды в настоящее время является метод мембранной дистилляции (МД) [1], так как он обладает рядом преимуществ по сравнению с традиционными методами разделения (дистилляция, электродиализ, обратный осмос и др.), в том числе высокой селективностью разделения, отсутствием

избыточного давления в аппарате, возможностью использования низкопотенциальной теплоты и нетрадиционных источников энергии, экологичностью. Для проведения этого процесса применяют разделительные мембранные модули. Известно несколько вариантов конфигураций разделительных модулей для реализации процесса мембранной дистилляции, из которых конфигурация модуля с воздушным зазором является наиболее оптимальной, поскольку имеющийся воздушный зазор обеспечивает значительное снижение теплотерь по сравнению с другими модулями благодаря наличию конденсирующей перегородки и большей разности температур между горячей и охлажденной поверхностями, а также обеспечивает более высокую тепловую энергию для испарения воды [2].

Основным параметром мембран, применяемых для МД является гидрофобность материала, из которого они изготовлены. В публикациях последних лет показано, что наряду с традиционно применяемыми для МД гидрофобными мембранами из полипропилена, поливинилиденфторида и политетрафторэтилена, перспективно использование двухслойных композиционных мембран (ДКМ), в которых один из слоев, как правило более толстый, имеет гидрофильную высокопористую основу, а второй тонкий микропористый слой обладает гидрофобными свойствами [3, 4]. Использование тонкого гидрофобного слоя в сочетании с толстым гидрофильным подслоем позволяет увеличить поток конденсата через мембрану за счет снижения сопротивления массообмену.

Существуют различные подходы к созданию ДКМ, одним из которых является осаждение на пористую подложку полимерных покрытий. Для этого применяют различные физико-химические методы. Наибольший интерес представляют методы формирования покрытий из активной газовой фазы, получаемой диспергированием полимеров под воздействием лазерного излучения, плазмы ВЧ-разряда или пучка ускоренных электронов [5]. Указанные методы являются высоко технологичными и позволяют регулировать структуру и состав осаждаемых слоев.

В данной работе проведено исследование структуры и поверхностных свойств двухслойных композиционных мембран, формируемых в процессе осаждения наноразмерных покрытий из политетрафторэтилена (ПТФЭ) на поверхности полиэтилентерефталатной трековой мембраны (ПЭТФ ТМ) методами высокочастотного магнетронного распыления (ВЧ МР) и электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) исходного полимера в вакууме. Для определения эффективности композиционных мембран разработанного образца использован процесс обессоливания водного раствора хлорида натрия методом мембранной дистилляции с воздушным зазором.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ с эффективным диаметром пор 250 нм, полученную на основе полимерной пленки Лавсан (Россия) с номинальной толщиной 10,0 мкм. Для получения мембраны исходную пленку облучали ускоренными на циклотроне У-400 положительно заряженными ионами криптона с энергией ~ 3 МэВ/нуклон. Флюенс ионов составлял 2×10^8 см⁻². Химическое травление облученной пленки проводили при температуре 75°C в водном растворе гидроксида натрия с концентрацией 3 моль/л [6]. При исследовании процесса мембранной дистилляции также использовали образцы трековой мембраны из полипропилена (ПП) с эффективным диаметром пор 250 нм. Для изготовления мембраны исходную пленку Torayfan T2372 (Япония) толщиной 10,0 мкм облучали ускоренными на циклотроне ионами криптона. Флюенс ионов составлял 2×10^8 см⁻². Химическое травление облученной пленки для образования пор проводили при температуре 80°C в водном растворе оксида хрома (VI) с концентрацией 1000 г/л по методике [7].

Покрyтия из ПТФЭ на поверхность мембраны осаждением методом магнетронного распыления полимера в вакууме наносили при мощности разряда 80 Вт. В

качестве мишени использовали пластину ПТФЭ толщиной 2,5 см и размером 2,5×3,5 см. В качестве рабочего газа использовали аргон, скорость потока которого составляла 100 см³/мин. Предварительное вакуумирование рабочей камеры проводили до давления ~10⁻² Па, рабочее давление аргона составляло 6,8×10⁻¹ Па. Схема установки и методика нанесения покрытия методом ВЧ МР подробно описаны в работе [8]. Мишенью для нанесения покрытий методом электронно-лучевого диспергирования служил порошок ПТФЭ, плотность которого составляла 2,15 г/см³ (Aldrich). Схема установки и методика осаждения покрытия методом ЭЛД подробно описаны нами в [9]. В качестве источника электронов использовали электронно-лучевую пушку с катодом прямого накала, позволяющую формировать пучки с энергией 0,8–1,6 кэВ и площадью сечения (5–10)×10⁻⁴ м². Начальное давление остаточных газов в вакуумной камере составляло 4×10⁻³ Па, температура поверхности подложки ~300 К. Скорость осаждения покрытий из ПТФЭ в обоих случаях составляла 10 нм/мин.

Характеристики исходной и модифицированных мембран определяли при помощи ряда методик. Газопроницаемость (поток воздуха, прошедший через мембрану) измеряли при заданном перепаде давления с помощью поплавкового расходомера. На основании полученных значений, используя формулу Хагена-Пуазейля, рассчитывали эффективный диаметр пор. Исследование микроструктуры образцов, а также определение диаметра пор на поверхности мембран проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) высокого разрешения “НИТАСИ” SU-8020 (Japan). Перед просмотром на образцы напыляли в вакууме тонкий слой золота. Смачиваемость поверхности мембран характеризовали значениями углов смачивания по воде, измеренными с помощью установки “Easy Drop DSA100” (KRUSS, Germany) и программного обеспечения Drop Shape Analysis V.1.90.0.14.

Экспериментальные исследования по использованию модифицированных мембран для опреснения водного раствора хлорида натрия проводили на лабораторной установке, которая содержала мембранно-дистилляционный модуль (МДМ) с воздушным зазором, устанавливаемый вертикально. Рабочая площадь мембраны составляла 5×10⁻³ м². МДМ состоял из двух камер, разделенных мембраной и сплошной охлаждаемой перегородкой. Толщина воздушного зазора между мембраной и охлаждаемой перегородкой составляла 4 мм. По одной из камер проходил горячий поток (опресняемая вода), по другой двигался поток холодной воды. Горячий поток циркулировал по замкнутому контуру между МДМ и водяным термостатом марки LOIP LT-100 (Россия), с помощью которого поддерживалась температура 65°С. Холодный поток циркулировал по замкнутому контуру между МДМ и жидкостным криостатом марки LOIP FT-211-25 (Россия), с помощью которого поддерживалась температура 10°С. Температуру горячего и холодного потоков на входе и выходе МДМ контролировали электронными термометрами с ценой деления 0,1°С. Опресняемая вода, концентрация хлорида натрия в которой составляла 15 г/л, и холодная вода термостатировались в специальных емкостях по принципу “водяной бани”. Перемещение горячего и холодного потоков осуществлялось насосами марки LOIP LS-301 (Россия). Скорость потока в камерах горячего раствора и холодной воды составляла 600 ± 5 мл/мин. Расходы горячего и холодного потоков контролировали ротаметрами. Конденсат, образующийся на поверхности охлаждаемой перегородки, стекал самотеком через имеющейся в нижней части штуцер в стеклянный измерительный цилиндр. Использовался объемный метод измерения количества конденсата, получаемого за определенное время. Эффективность процесса МД оценивали коэффициентом солезадержания, который определяли из соотношения:

$$R = \frac{C_o - C_x}{C_o} \times 100\%$$

где C_o – концентрация NaCl в подающем растворе, C_x – концентрация NaCl в конденсате. Концентрацию соли в подающем растворе и конденсате определяли кондуктометрически с помощью прибора Starter 3100C (OHAUS Co., China).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты измерений характеристик исходной ПЭТФ ТМ и композиционных мембран, полученных путем нанесения на ее поверхность покрытия из ПТФЭ методами магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования исходного полимера в вакууме, приведены в таблице 1. Формирование полимерного покрытия на ее поверхности иллюстрирует рис. 1, на котором представлены микрофотографии поверхностного слоя исходной ПЭТФ ТМ (а) и модифицированных мембран (б-д), полученные методом СЭМ. Из представленных данных видно, что с ростом толщины осажденного покрытия наблюдается уменьшение диаметра пор на поверхности образующихся композиционных мембран. Эффективный диаметр пор ДКМ при этом также уменьшается. Наибольшее уменьшение эффективного диаметра пор происходит при нанесении покрытия методом электронно-лучевого диспергирования ПТФЭ. Так, при осаждении покрытия толщиной 100 нм магнетронным распылением ПТФЭ эффективный диаметр пор мембраны уменьшается до 240 нм, диаметр пор на ее поверхности при этом равен 250 нм (рис. 1б). Осаждение покрытия толщиной 200 нм вызывает более существенное уменьшение как эффективного диаметра пор исходной мембраны, так и диаметра пор на ее поверхности. Значения эффективного диаметра пор и диаметра пор на поверхности формируемой композиционной мембраны составляют 215 и 140 нм соответственно (рис. 1в). При осаждении покрытия из ПТФЭ толщиной 100 нм электронно-лучевым диспергированием эффективный диаметр пор исходной мембраны уменьшается до 225 нм, диаметр пор на поверхности формируемой в этом случае композиционной мембраны при этом равен 215 нм (рис. 1г). При осаждении покрытия ПТФЭ толщиной 300 нм поры на поверхности исходной мембраны закрываются слоем полимера (рис. 1д), что вызывает значительное уменьшение эффективного диаметра пор образующейся ДКМ (табл. 1). Из данных электронной микроскопии также следует, что диаметр пор на обратной стороне ДКМ остается неизменным. Это свидетельствует о том, что осаждение полимера происходит лишь на стороне мембраны, подвергнутой модифицированию. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ покрытия из ПТФЭ методами электронно-лучевого диспергирования и магнетронного распыления исходного полимера приводит, таким образом, к формированию ДКМ, имеющих асимметричную форму пор – диаметр пор на необработанной стороне мембраны не изменяется, а на модифицированной стороне происходит его уменьшение. Этот результат коррелирует с данными, полученными нами при исследовании модифицирования ПЭТФ ТМ методом полимеризации в плазме [10].

Таблица 1.

Сравнение исходных и композиционных мембран по производительности и селективности разделения в процессе мембранной дистилляции

Параметры	ПЭТФ ТМ	ПП ТМ	Метод нанесения и толщина покрытия			
			ВЧ МР, 100 нм	ВЧ МР, 200 нм	ЭЛД, 100 нм	ЭЛД, 300 нм
Эффективный диаметр пор, нм	250	250	240	215	225	195
Диаметр пор на поверхности, нм	295	300	250	140	215	—
Пористость, %	9,8	9,8	9,0	7,3	7,9	6,0
Угол смачивания, град	65	120	104	102	130	150
Максимальный поток конденсата, г/м ² час	1815	630	1005	970	980	960
Удельная электропроводность конденсата, мкСм/см	12800	3,2	293,8	116,9	6,0	5,3
Концентрация соли в конденсате, мг/л	6980	1,5	140,5	55,1	3,40	2,45
Коэффициент солезадержания, %	53,45	99,99	99,06	99,63	99,97	99,98

Изучение морфологии поверхностного слоя композиционных мембран показывает некоторое различие процессов осаждения покрытий используемыми методами. Осаждение на поверхности трековой мембраны покрытий из ПТФЭ методом магнетронного распыления приводит к сглаживанию структурных неоднородностей поверхностного слоя (рис. 1б, в). Осаждение покрытий методом ЭЛД, напротив, вызывает повышение шероховатости (рис. 1г, д). Наблюдаемое различие в морфологии поверхностного слоя ДКМ прежде всего связано, с размерами осаждающихся полимерных наноструктур. Наноструктуры, образующиеся при диспергировании ПТФЭ под действием электронного пучка, имеют, как правило, существенно большие размеры, чем наноструктуры, формирующиеся при магнетронном его распылении [11].

Исследование поверхностных свойств исходной ПЭТФ ТМ показало, что она характеризуется средним уровнем гидрофильности. Величина угла смачивания по воде (Θ) ее поверхности составляет 65° . После нанесения покрытия из ПТФЭ методом ВЧ МР происходит существенная гидрофобизация ее поверхности – значение Θ возрастает в среднем до 103° . Осаждение слоя полимера, полученного электронно-лучевым диспергированием ПТФЭ приводит к более заметной гидрофобизации поверхности исходной мембраны. Величина угла смачивания поверхности композиционных мембран в этом случае изменяется от 130° до 150° . Такое изменение смачиваемости покрытий, обладающих гидрофобными свойствами, обусловлено ростом шероховатости их поверхности при увеличении толщины осажденного слоя полимера [9]. Различие в смачиваемости покрытий, формируемых методами ВЧ МР и ЭЛД может быть также вызвано различием в химической структуре полимерных покрытий. Сравнение экспериментальных данных по исследованию покрытий из ПТФЭ, осажденных данными методами, показывает, что покрытия, полученные методом ЭЛД, по химическому составу более близки к исходному полимеру. Кроме того, на поверхности этих покрытий наблюдается значительно меньшая концентрация кислородсодержащих групп, чем на поверхности покрытий, полученных методом ВЧ МР [12].

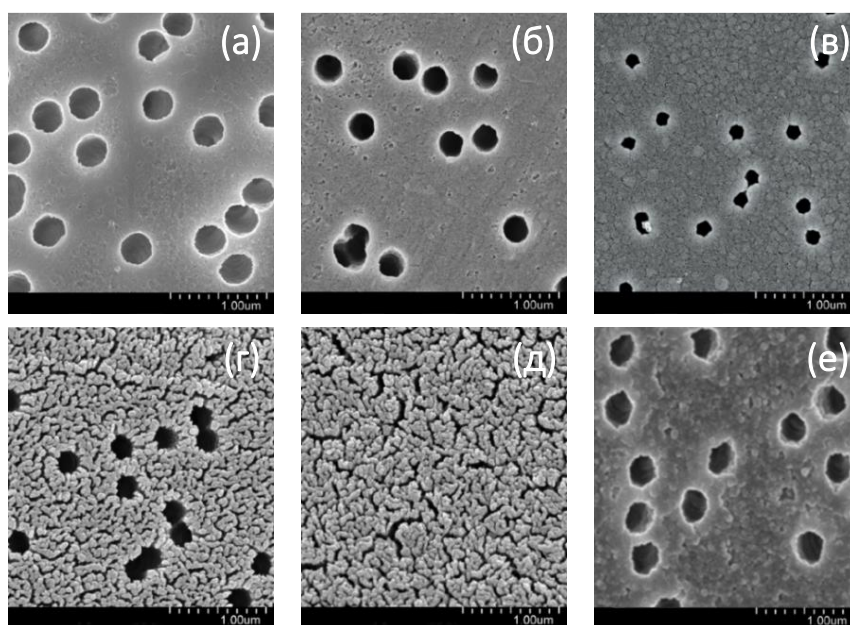


Рис. 1. Микрофотографии поверхности исходной ПЭТФ ТМ (а), мембран с покрытием из ПТФЭ толщиной 100 (б) и 200 нм (в), осажденным на ее поверхности методом ВЧ МР; толщиной 100 (г) и 300 нм (д), осажденным методом ЭЛД; исходной ПП ТМ (е).

Для определения эффективности разделения солевого раствора модифицированными мембранами был использован метод мембранной дистилляции с воздушным зазором. На рис. 2 приведены данные по изменению производительности исследуемых мембран во времени. Можно видеть, в процессе эксплуатации для всех ДКМ на начальном этапе наблюдается возрастание потока конденсата до некоторого максимального значения, а затем происходит его постепенное уменьшение. Композиционная мембрана с осажденным методом ВЧ МР слоем ПТФЭ толщиной 100 нм при этом показала наибольшее значение потока конденсата – 1005 г/м² час. По мере увеличения толщины слоя ПТФЭ, осажденного на поверхности исходной мембраны, величина максимального потока конденсата уменьшается. Так, максимальный поток конденсата через мембрану с покрытием из ПТФЭ толщиной 300 нм, осажденным методом ЭЛД, составляет 960 г/м² час. Из исследуемых композиционных мембран наибольшей газопроницаемостью обладает первая, а наименьшей газопроницаемостью – вторая мембрана. Это позволяет заключить, что эффективность работы мембран в процессе МД, в первую очередь, определяются величиной их газопроницаемости, т.е. пористостью.

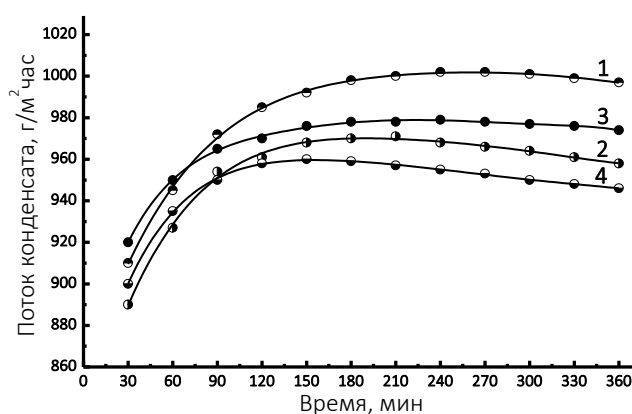


Рис. 2. Изменение потока конденсата во времени в процессе МД при использовании ПЭТФ ТМ с покрытием из ПТФЭ толщиной 100 (1) и 200 нм (2), осажденным методом ВЧ МР; толщиной 100 (3) и 300 нм (4), осажденным методом ЭЛД.

Интересно отметить, что для композиционной мембраны с покрытием толщиной 300 нм, осажденным ЭЛД, для которой осаждение слоя ПТФЭ приводит к закрытию пор на поверхности (рис. 1д), наблюдается более резкое падение потока конденсата во времени по сравнению с другими мембранами (рис. 2), для которых осаждение покрытия вызывает лишь уменьшение диаметра пор на поверхности исходной мембраны (рис. 1б-г). Это сравнение показывает, что эффективность мембран в процессе МД определяется не только величиной их пористости, но и состоянием пор на поверхности. Следует также отметить, что смачиваемость исследуемых мембран несколько отличается друг от друга. Возможно, что эффективность мембран в процессе МД определяется величиной смачиваемости их поверхности. Причиной уменьшения потока конденсата во времени может также являться осаждение соли на рабочей поверхности мембраны.

Аналогичная зависимость изменения потока конденсата во времени наблюдается для исходных трековых мембран из ПЭТФ и ПП. Для них также на начальном этапе происходит увеличение потока конденсата до определенного максимального значения, а затем величина потока начинает постепенно снижаться. При этом исходная ПЭТФ ТМ показала максимальное значение потока конденсата, равное 1815 г/м² час. Высокое значение потока конденсата обусловлено гидрофильными свойствами матрицы мембраны. Для мембраны из полипропилена вследствие ее гидрофобности значение максимального потока равно 630 г/м² час, что значительно ниже, чем для двухслойных композиционных мембран. Причиной низкого значения потока для ПП трековой мембраны является более

толстая толщина по сравнению с толщиной нанесенного гидрофобного покрытия из ПТФЭ для композиционных мембран.

Сравнение композиционных мембран по селективности разделения при опреснении водного раствора хлорида натрия с концентрацией 15,0 г/л (удельная электропроводность 26,85 мСм/см) методом мембранной дистилляции приведено в табл. 1. В таблице также представлены данные по селективности разделения для исходных трековых мембран из полиэтилентерефталата (рис. 1а) и полипропилена (рис. 1е) с одинаковой пористостью. Можно видеть, исследованные ДКМ обеспечивают высокую селективность разделения. В результате проведения МД содержание соли в воде снижается в среднем более, чем в 5000 раз. Значение коэффициента солезадержания (R) в исследованном режиме составляет 99,97–99,98%. Для исходной ПЭТ ТМ коэффициент солезадержания равен 53,45%, а для мембраны из ПП – 99,99%. Низкое значение R для мембраны из ПЭТФ указывает на недостаточную селективность разделения в процессе мембранной дистилляции.

ВЫВОДЫ

Таким образом, проведенные исследования позволяют сделать следующее заключение. Осаждение на поверхности ПЭТФ ТМ покрытий из активной газовой фазы, формируемой методами магнетронного распыления и электронно-лучевого диспергирования ПТФЭ, приводит к существенной гидрофобизации поверхностного слоя мембраны, степень которой зависит от толщины покрытия и метода его нанесения. Композиционные мембраны разработанного образца, по сравнению с исходной ПЭТФ трековой мембраной, обеспечивают более высокую селективность разделения при обессоливании водного раствора хлорида натрия методом мембранной дистилляции. Кроме того, производительность двухслойных композиционных мембран в процессе мембранной дистилляции вследствие низкого сопротивления массопереносу (за счет уменьшения длины пути переноса водяного пара через гидрофобный слой покрытия из ПТФЭ) выше в сравнении с исходной ПП трековой мембраной.

ЛИТЕРАТУРА

1. Брык М.Т., Нигматуллин Р.Р. Мембранная дистилляция. // Успехи химии. 1994. Т. 63. № 12. С. 1114–1129.
2. Woo Yu.Ch., Tijing L.D., Park M.J., Yao M., Choi J.-S., Lee S., Kim S.-H., An K.-J., Shon H.K. Electrospun dual-layer nonwoven membrane for desalination by air gap membrane distillation. // Desalination. 2017. Vol. 404. P. 187–198.
3. Qtaishat M., Khayet M., Matsuura T. Guidelines for preparation of higher flux hydrophobic/hydrophilic composite membranes for membrane distillation. // J. Membr. Sci. 2009. Vol. 329. P. 193–200.
4. Essalhi M., Khayet M. Surface segregation of fluorinated modifying macromolecule for hydrophobic/hydrophilic membrane preparation and application in air gap and direct contact membrane distillation. // J. Membr. Sci. 2012. Vol. 417–418. P. 163–173.
5. Ярмоленко М.А., Рогачев А.А., Лучников П.А., Рогачев А.В., Джанг Сянь Хун. Микро- и нанокомпозиционные полимерные покрытия, осаждаемые из активной газовой фазы. / Под ред. А.В. Рогачева. Москва: Радиотехника. 2016, 424 с.
6. Apel P.Yu., Dmitriev S.N. Micro- and nanoporous materials produced using accelerated heavy ion beams. // Adv. Nat. Sci.: Nanosci. Nanotechnol. 2011. Vol. 2. No. 013002.
7. Kravets L.I., Dmitriev S.N., Apel P.Yu. Production and properties of polypropylene track membranes. // Collect. Czech. Commun. 1997. Vol. 62. P. 752–760.
8. Satulu V., Mitu B., Pandele A.M., Voicu S.I., Kravets L., Dinescu G. Composite polyethylene terephthalate track membranes with thin teflon-like layers: preparation and surface properties. // Appl. Surf. Sci. 2019. Vol. 476. P. 452–459.

9. Kravets L.I., Yarmolenko M.A., Rogachev A.A., Gainutdinov R.V., Altynov V.A., Lizunov N.E. Deposition of double-layer coatings for preparing composite membranes with superhydrophobic properties. // High Temp. Mater. Proc. 2019. Vol. 23. P. 77–96.

10. Кравец Л.И., Гильман А.Б., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Формирование ‘diode-like’ композитных мембран методом полимеризации в плазме. // Перспективные материалы. 2017. № 9. С. 5–21.

11. Kravets L., Gainutdinov R., Gilman A., Yablokov M., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Morphology and wettability of polytetrafluoroethylene-like films deposited onto track-etched membrane surface in vacuum. // Plasma Phys. Technol. 2018. Vol. 5. P. 110–116.

12. Kravets L.I., Altynov V.A., Gilman A.B., Yablokov M.Yu., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Deposition of fluorinated polymer films onto track-etched membrane surface. // Romanian Reports in Physics. 2018. Vol. 70. No. 516.

ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКАЯ ЗАРЯДКА ПРОВОДЯЩИХ МИШЕНЕЙ В НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СИЛЬНОНЕРАВНОВЕСНОЙ ПЛАЗМЕ Пониженного Давления

ELECTROSTATIC CHARGING OF CONDUCTING TARGETS IN LOW-TEMPERATURE NON-EQUILIBRIUM LOW-PRESSURE PLASMA

Аунг Чжо У / aungkyaw@phystech.edu (ORCID: 0000-0003-4799-3284)

Йе ХлаингТун / yehlainghtun@phystech.edu (ORCID: 0000-0002-3559-9717)

Васильев М.Н. / vasiliev.mn@mipt.ru

Хтет Ко КоЗав / htetkozaw536@gmail.com (ORCID: 0000-0002-8552-4633)

Васильева Т.М. / tmvasilieva@gmail.com (ORCID: 0000-0001-6103-6195)

Aung Kyaw Oo (ORCID: 0000-0003-4799-3284)

Ye Hlaing Htun (ORCID: 0000-0002-3559-9717)

Vasiliev M.N.,

Htet Ko KoZaw (ORCID :0000-0002-8552-4633)

Vasilieva T.M. (ORCID: 0000-0001-6103-6195)

Московский физико-технический институт Московская обл., г. Долгопрудный.

Рассмотрены физические процессы, протекающие при взаимодействии сильнонеравновесной электронно-пучковой плазмы, генерируемой при пониженном давлении, с макроскопическими проводящими объектами, расположенными внутри контейнера, находящегося в реакционном объеме.

Physical processes occurring during the interaction of a strongly non-equilibrium low-pressure generated electron-beam plasma with macroscopic objects inserted in a reaction volume are considered.

Ключевые слова: электронно-пучковая плазма, электростатическая зарядка тел в плазме.

Keywords: electron-beam plasma, electrostatic charging of bodies in plasma.

ВВЕДЕНИЕ

В пучково-плазменных системах технологического назначения имеет место взаимодействие электронных пучков и/или возбуждаемой ими неравновесной плазмы с

поверхностью твердого тела или частицами конденсированной дисперсной фазы. Такое взаимодействие характерно для плазмохимических реакторов, используемых для производства материалов, поверхностной обработки изделий, переработки порошков различной природы. При определенных условиях в пучково-плазменных реакторах возможна электростатическая зарядка элементов конструкции реакционной камеры, обрабатываемых изделий и частиц конденсированной дисперсной фазы, если плазмообразующая среда содержит распыленную жидкость или порошок [1].

Электростатическая зарядка может существенно повлиять на рабочие процессы в плазмохимических реакторах, на устойчивость реакционного объема, а также вызвать повреждение реактора или материалов при их обработке. Таким образом, накопление электростатического заряда объектами, контактирующими с электронно-пучковой плазмой (ЭПП), во многом определяет функционирование пучково-плазменных систем в целом. Экспериментальное исследование процессов и явлений, связанных электростатической зарядкой элементов конструкции пучково-плазменных реакторов и обрабатываемых в них материалов и явилось целью настоящей работы.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

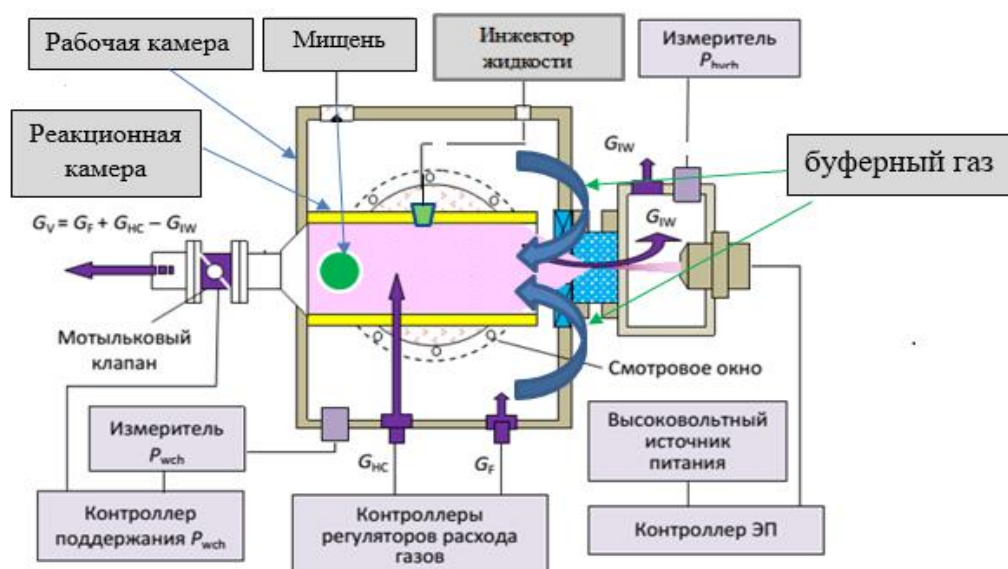


Рис.1. Схема экспериментальной установки (вариант с цилиндрической реакционной камерой (коаксиальная конфигурация)).

Процессы электростатической зарядки элементов конструкции реакционной камеры, размещаемых в ней мишеней определяются:

- параметрами первичного пучка (начальной энергией электронов E_b и током пучка I_b),
- полным давлением P_m в реакционной камере и парциальными давлениями компонентов плазмообразующей смеси P_i ,
- скоростью потока плазмы в реакционной камере w ,
- концентрацией и размерами частиц конденсированной дисперсной фазы,
- геометрией реакционного объема, в том числе размеров реакционной камеры, расположением почки инжекции жидкости или порошка, размерами мишени и др.

В реакционную камеру можно поместить мишень достаточно большого размера. В этом случае для вычисления скорости обтекания мишени газовым потоком необходимо учесть частичное перекрытие сечения цилиндрического канала мишенью, т.е. изменение проходного сечения реакционной камеры.

Принципиальная схема наиболее универсального варианта экспериментальной установки и методика эксперимента показана на рис. 1. Этот вариант применялся для экспериментов в коаксиальной конфигурации реакционного объема, когда электронный пучок инжектировался вдоль цилиндрической реакционной камеры. В такой камере можно формировать неподвижные газовые и парогазовые пучково-плазменные образования, а также плазменные потоки. Один конец реакционной камеры был герметично соединен с откачной магистралью, а второй торец камеры оставался открытым. Буферный газ с расходом G_F подавался в рабочую камеру, а дополнительный газ с расходом $G_{НС}$ вдувался непосредственно в реакционную камеру. Была предусмотрена возможность подачи обоих газов в рабочую камеру для их предварительного смешения и подготовки плазмообразующей смеси. С точностью до небольшой по величине утечки газа через выводное окно G_{1W} для поддержания стационарного значения давления газа (газовой смеси) необходимо, чтобы $G_F + G_{НС} = G_V$, где G_V – производительность вакуумной откачки. Подбирая величины G_F , $G_{НС}$ и G_V можно управлять скоростью потока газа w вдоль реакционной камеры [2].

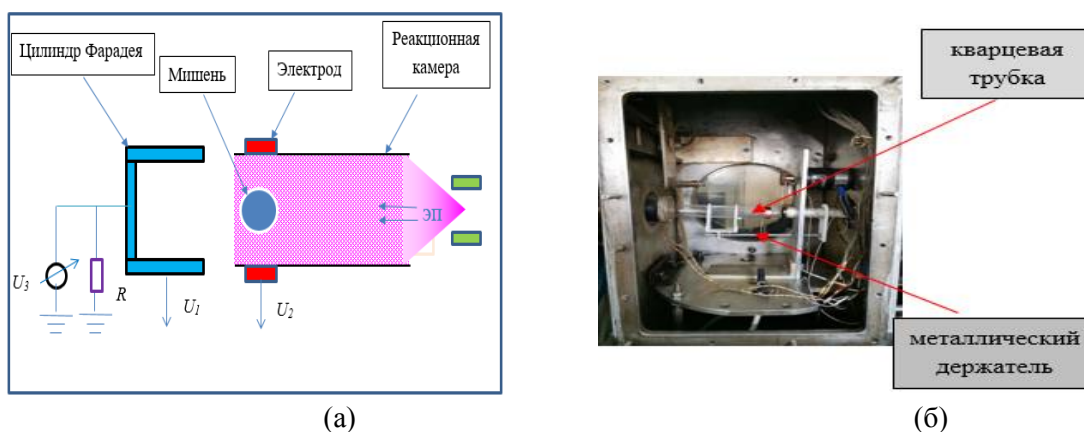


Рис. 2. Измерение электрического потенциала мишеней и элементов конструкции реакционной камеры. а – схема эксперимента: U_1 , U_2 , U_3 – сигналы, снимаемые с цилиндра Фарадея, мишени и кольцевого электрода, расположенного на внешней стороне диэлектрической части реакционной камеры соответственно, б – общий вид комбинированной реакционной камеры.

Наиболее полезную информацию об электростатической зарядке макроскопических тел в ЭПП дали эксперименты, которые проводились с использованием комбинированной (т.е. имеющей электропроводящие и диэлектрические элементы) реакционной камеры специальной конструкции (рис. 2). На Рис. 2б дана фотография такой комбинированной реакционной камеры. Диэлектрическим элементом этой камеры был отрезок кварцевой трубы со внутренним диаметром 22 мм. На дальнем от выводного окна конце трубы устанавливался цилиндр Фарадея, который имитировал электропроводящую часть комбинированной реакционной камеры и/или ее металлическое дно и потенциал U которого измерялся относительно заземленных элементов рабочей камеры.

Если внутри диэлектрической части реакционной камеры помещалась мишень, то снаружи кварцевой трубки устанавливался кольцевой электрод (Рис. 2а). Электрические сигналы, снимаемые с цилиндра Фарадея, мишени и кольцевого электрода (U_1 , U_2 , U_3 соответственно) измерялись цифровыми вольтметрами с большим входным сопротивлением или компьютерным осциллографом. В большинстве экспериментов для регистрации перечисленных сигналов применялся аналого-цифровой преобразователь.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

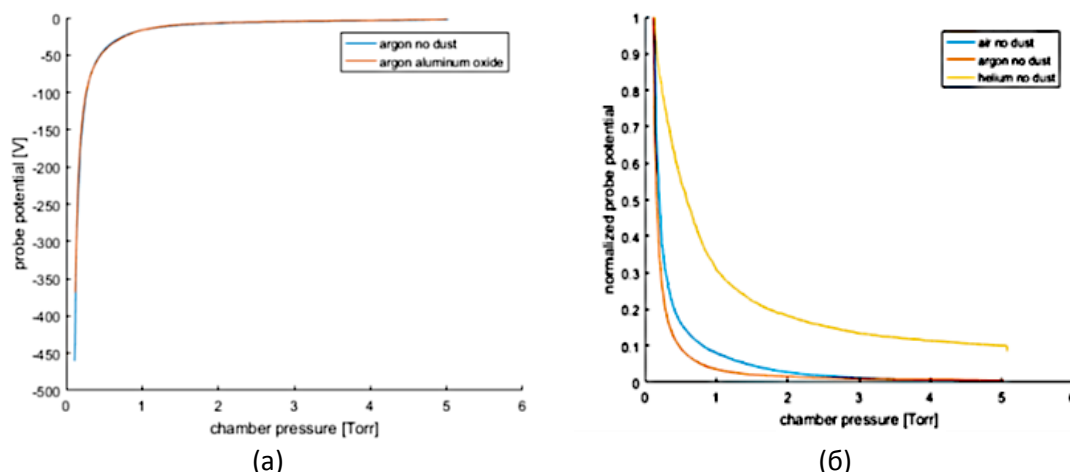


Рис.3. Электростатическая зарядка дна реакционной камеры, заполненной неподвижной ЭПП различных газов, как функция давления плазмообразующего газа (P_m): а – потенциал U (В) дна реакционной камеры, заполненной ЭПП аргона, б – относительные величины потенциала дна реакционной камеры, заполненной ЭПП аргона (красная линия), воздуха (синяя линия) и гелия (желтая линия, U/U_{max}).

При исследовании электростатической зарядки дна реакционной камеры, заполненной неподвижной ЭПП в зависимости от давления плазмообразующего газа, P_m . В этой серии экспериментов ток пучка устанавливался небольшим ($I_b \leq 2$ мА) во избежание нагрева реакционной камеры, в том числе – цилиндра Фарадея. Камера постепенно заполнялась различными газами, давление P_m которых варьировалось в диапазоне 0,1-5,0 Торр. Из экспериментально найденных зависимостей, представленных на Рис. 3 видно, что при малых P_m потенциал дна реакционной камеры отрицателен и может достигать нескольких сотен вольт. С ростом давления плазмообразующего газа этот потенциал сначала быстро падает по абсолютной величине, а затем при P_m в диапазоне 0,5-2,0 Торр (в зависимости от того, какой газ используется) это падение замедляется. После этого потенциал U становится равным плавающему потенциалу плазмы и не превышает нескольких вольт.

Аналогичные эксперименты были проведены с дисковыми и сферическими коллекторами электронов, расположенными внутри реакционной камеры. Диск мог поворачиваться вокруг его центральной хорды, при этом угол падения φ электронного пучка на плоскость диска изменялся от нуля до $\pi/2$. Результаты этой серии экспериментов приведены в Таблицах 1 и 2.

Таблица 1.

Максимальные и минимальные значения потенциал медного диска (диаметр 18 мм), вращающегося в ЭПП воздуха и кислорода при давлениях $P_m = 1$ Торр и $P_m = 3,0$ Торр; ток пучка $I_b = 1$ мА.

	U_{max} (В) при $\varphi = 90^\circ$		U_{min} (В) при $\varphi = 0^\circ$	
	$P_m = 1,0$ Торр	$P_m = 3,0$ Торр	$P_m = 1,0$ Торр	$P_m = 3,0$ Торр
Воздух	4,2	0,7	0,2	0,2
Кислород	3,1	0,6	0,3	0,1

Таблица 2.

Зависимость потенциала медного диска (диаметр 18 мм) от угла его поворота для ЭПП воздуха:

$$I_b = 1 \text{ мА}, P_m = 1 \text{ Торр и } P_m = 3,0 \text{ Торр}$$

φ , град	0	15	30	45	60	75	90
U_{max} , В	4,7	4,5	3,4	2,5	1,2	0,6	0,3
U/U_{max}	1,0	0,95	0,75	0,53	0,25	0,12	0,06

Величина потенциала, накапливаемого мишенью в виде плоского диска, которая помещена в контейнер, заполненный электронно-пучковой плазмой, зависит от угла между осью инъекции пучка и плоскостью мишени φ . Когда $\varphi = 90^\circ$ величина потенциала максимальна (U_{max}). При уменьшении φ потенциал мишени немонотонно уменьшается, достигая своего минимального значения (U_{min}), когда $\varphi = 0^\circ$. Тот факт, что в последнем случае этот потенциал не равен нулю, объясняется зарядкой мишени электронами, которые падают на нее под углом, не равном нулю. Такими электронами являются электроны, отраженные стенкой канала и электроны, рассеянные в столкновениях с молекулами плазмообразующего газа.

Максимальная (при $\varphi = 90^\circ$) и минимальная (при $\varphi = 0^\circ$) величина потенциала зависят от химического состава плазмообразующего газа и его давления. В экспериментах с воздухом и кислородом установлено, что в исследованном диапазоне P_m максимальные величины потенциала диска в плазме воздуха выше, чем в плазме кислорода, а минимальные величины потенциала практически одинаковы. Увеличение давления плазмообразующего газа приводят к уменьшению и максимальной, и минимальной величины потенциала в плазме обоих газов. На установившееся значение U_{max} величина давления P_m в реакционной камере должна влиять в силу, по крайней мере, двух причин:

- уменьшения плотности тока пучка, падающего на мишень из-за рассеяния и поглощения ЭП на длине z ;
- интенсификации теплообмена между нагретой мишенью и окружающим ее газом (плазмой).

В контексте влияния нагрева мишени на величину потенциала U следует рассматривать и эффекты, наблюдавшиеся в экспериментах с обдувом мишеней потоком ЭПП.

Эксперименты проводились с металлическими сферами, установленными на оси кварцевой трубы, вдоль которой продувался воздух как показано на Рис. 1. Ток ЭП варьировался в диапазоне 0,5-1,5 мА, а давление газа в канале поддерживалось постоянным $P_m = 1,6$ Торр. Величина давления выбрана неслучайно: при таком, достаточно низком, давлении мишень не находится под плавающим потенциалом плазмы.

Таблица 3.

Влияние обдува сферы (диаметр 9 мм) потоком электронно-пучковой плазмы воздуха на ее электростатическую зарядку в канале диаметром 22 мм, $P_m = 1,6$ Торр

w , м/с	I_b , мА	U , В
0	0,5	14
0	1,5	32
10	0,5	8
10	1,5	14

Из данных, приведенных в Таблице 3 для расхода газа через канал при $G = 2$ л/мин ($w \approx 10$ м/с), следует, что в потоке плазмы потенциал сферической мишени существенно ниже, чем ее потенциал в неподвижном плазменном облаке. На больших токах I_b влияние обдува проявляется сильнее. Обнаруженный эффект требует более детального исследования и объяснения, поскольку он может оказаться весьма важным при проектировании плазмотехнических систем проточного типа.

ВЫВОДЫ

Исследована электростатическая зарядка элементов конструкции реакционной камеры и макроскопических тел, помещенных в газофазный реакционный объем применительно к задачам конструирования электронно-пучковых плазмохимических реакторов проточного типа. При этом получены зависимости, характеризующие влияние условий генерации электронно-пучковой плазмы на величину потенциала U металлических мишеней в виде сфер и дисков, размещенных в диэлектрических реакционных камерах коаксиальной конфигурации. Установлено, что на величину потенциала мишеней существенным образом влияют: (1) сила тока пучка; (2) давление плазмообразующего газа; (3) интенсивность обдува мишени плазменным потоком.

ЛИТЕРАТУРА

1. M. Vasiliev, T. Vasilieva. Materials production with Beam Plasmas // In Encyclopedia of Plasma Technology (Ed. J.L. Shohet, Taylor & Francis), 2017. P. 152-166.
2. Васильев М.Н., Ворона Н.А., Гавриков А.В., Петров О.Ф., Сидоров В.С., Фортон В.Е. Аномально высокая зарядка дисперсных частиц электронным пучком энергией 25 кэВ // Письма в ЖЭТФ. 2010. Т. 36, № 24. С. 54-60.

ИССЛЕДОВАНИЕ НЕСТАЦИОНАРНЫХ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУР С ПОВЕРХНОСТНО-РАСПРЕДЕЛЕННЫМИ СВОЙСТВАМИ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ В ПУЧКОВО-ПЛАЗМЕННЫХ РЕАКТОРАХ

NON-STATIONARY PROCESSES OF FORMATION OF STRUCTURES WITH GRADIENT PROPERTIES IN POLYMER MATERIALS IN BEAM-PLASMA REACTORS

Хтет КоКо Зау¹ / htetkokozaw536@gmail.com(ORCID:0000-0002-8552-4633)

Т.М.Васильева¹/ tmvasilieva@gmail.com(ORCID: 0000-0001-6103-6195)

Е.Д.Никольская^{2,3} / elenanikolskaja@gmail.com (ORCID:0000-0002-1931-3117)

Н.Г.Яббаров^{2,3} / marvint@inbox.ru (ORCID: 0000-0003-3361-9136)

М.Б.Сокол^{2,3}

М.Р.Моллаева^{2,3} (RCID: 0000-0002-9999-4652)

М.В.Чиркина^{2,3}

Htet Ko Ko Zaw¹(ORCID:0000-0002-8552-4633), **T.M.Vasilieva**¹ (ORCID:0000-0001-6103-6195), **E.D.Nikolskaya**^{2,3}(ORCID: 0000-0002-1931-3117), **N.G.Yabbarov**^{2,3}(ORCID:0000-0003-3361-9136), **M.B.Sokol**^{2,3}, **M.R.Mollaeva**^{2,3}(ORCID:0000-0002-9999-4652), **M.V.Chirkina**²

¹Московский физико-технический институт

²Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН

³Всероссийский научный центр молекулярной диагностики и лечения

Показана возможность получения в гибридной плазме, управляемой непрерывным и импульсно-периодическим электронным пучком, полимерных материалов с заданным распределением поверхностных свойств.

The possibility of obtaining polymer materials with a given distribution of surface properties in a hybrid plasma controlled by a continuous and repetitively pulsed electron beam is considered.

Ключевые слова: электронно-пучковая плазма; гибридная плазма, функционально-градиентные материалы.

Key words: electron-beam plasma, hybrid plasma, functional gradient materials.

ВВЕДЕНИЕ

Функционально-градиентные материалы (ФГМ) - это современные высокотехнологичные инженерные материалы, обладающие определенными специфическими характеристиками или функциями, в которых пространственное распределение микроструктурных компонентов и/или химического состава обеспечивает требуемые свойства. Интерес к ФГМ в последнее время сильно возрос т.к. они являются перспективными для множества наукоёмких отраслей, таких как аэрокосмическая, и ядерная промышленность, биоинженерия и биотехнология [1, 2].

Существует достаточно много физических и химических подходов к получению ФГМ: физическое и химическое осаждение из паровой фазы, ионная металлизация, плазменное напыление, фотолитография, обработка различными химическими растворами, микроконтактная печать и многие другие [3, 4].

Низкотемпературная плазма (НТП) низкого и атмосферного давлений уже достаточно давно используется как основа различных технологий обработки различных материалов, и особенно органических полимеров, поскольку совокупность физико-химических процессов, протекающих в НТП, делают ее уникальным инструментом

воздействия с целью модификации свойств поверхностей. НТП модифицирует полимерную подложку, бомбардируя ее поверхность высокоэнергетическими частицами, включая электроны, атомы, ионы, нейтральные молекулы и радикалы, приводя к изменению морфологии и химического состава и не влияя объемные свойства материала. В НТП на поверхность полимера могут быть введены различные функциональные группы, а также блоки, силана, тиола и макромолекул [5].

Преимущество НТП низкого давления, заключается в том, что условия обработки и модификации гораздо лучше контролируются и воспроизводимы по сравнению с плазмой атмосферного давления [6]. В НТП газовых разрядов низкого давления на поверхностях различных полимеров были получены градиенты смачиваемости [6-11]. Однако известны и недостатки газоразрядных реакторов, ограничивающие их использование: склонность к контракции, потеря устойчивости реакционного объема при интенсивной продувке газа через разряд, проблемы, связанные с химической стойкостью самих электродов [12, 13]. Кроме того, получение ФГМ в плазме газовых разрядов чаще всего требует применения специальных трафаретов, изготовленных заранее [7, 14-16].

Весьма важно, что для модификации полимеров удастся успешно применить электронно-лучевые технологии, причем перенос процесса модификации в область форвакуумных давлений позволяет реализовать несколько важных возможностей: перемещением электронного пучка (ЭП), выведенного в плотную газообразную среду с давлением 0,1-100 Торр, легко управлять с помощью простых электромагнитных отклоняющих систем, а энергии электронов можно снизить до десятков кэВ. При этом при транспортировке электронного пучка через газ образуется холодная, но обладающая высокой химической активностью, сильнонеравновесная электронно-пучковая плазма (ЭПП). Именно это обстоятельство позволяет задействовать плазмохимические механизмы управляемой модификации свойств полимерных материалов.

При комбинировании ЭП в и газового разряда (например, ВЧ-разряда) генерируется так называемая гибридная плазма (ГП). В наших предыдущих работах показано, что ЭП способен эффективно управлять размерами реакционного объема газоразрядной плазмы и его локализацией в пространстве, потоками активных частиц плазмы, падающими на поверхность обрабатываемого материала. При этом сохраняется, а в ряде случаев усиливается, реакционная способность газоразрядной плазмы, обусловленная присущими ей высокими концентрациями возбужденных частиц [12, 17].

Целью настоящего исследования явилась разработка алгоритмов управления процессом модификации полимерных материалов посредством локализации облака гибридной плазмы в заданной зоне реакционного объема сканирующими импульсно-периодическими электронными пучками и контроля локального энерговыделения в приповерхностной зоне обрабатываемого материала с учетом подбора интегральной продолжительности пребывания сканирующего пучка в каждом его положении.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Эксперименты выполняли на пленках полиэтилентерефталата (ПЭТ) и пластинках полиметилметакрилата (ПММА), также для обработки были использованы культуральные 24-луночные планшеты, изготовленные из полистирола, tissue culture treated (Corning, США). Состав и структура полимерных поверхностей были охарактеризованы с помощью рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Гидрофильно-гидрофобные свойства поверхности образцов характеризовали путем измерения краевого угла смачивания по дистиллированной воде θ методом падающей капли на оптическом приборе CAM101 (KSVInstrumentsLTD, Финляндия). Измерения проводили сразу после модификации полимера. Для характеристики биологических свойств полимерных материалов оценивали их цитотоксичность с помощью МТТ-теста.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

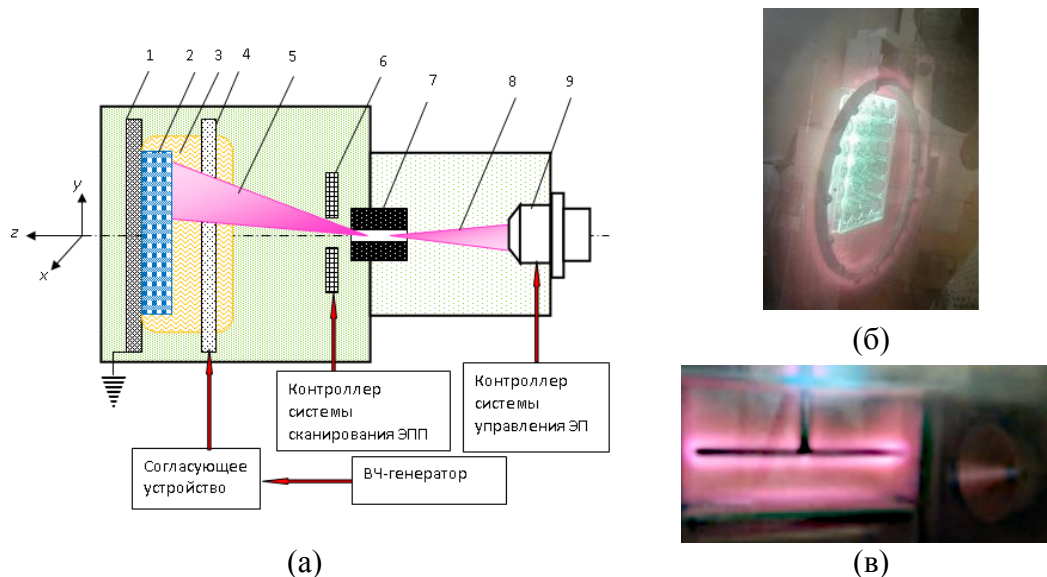


Рис. 1. Экспериментальная установка (а) и фотографии модификации культурального планшета (Corning, США) (б) и плоского образца ПММА (в) в гибридной плазме: 1 – пассивный ВЧ-электрод, 2 – обрабатываемое изделие, 3 – зона ВЧ-разряда, 4 – активный ВЧ-электрод, 5 – зона электронно-пучковой плазмы, 6 – система сканирования облаком ЭПП, 7 – выводное устройство, 8 – электронный пучок, 9 – электронно-лучевая пушка

Методика проведения эксперимента иллюстрируется Рис. 1а, на Рис. 1б и 1в показан процесс модификации полимерных объектов.

Электронная пушка 9 формировала концентрированный ЭП 8 в высоковакуумной камере, который затем через газодинамическое окно 7 вводился в форвакуумную рабочую камеру, заполненную плазмообразующим газом (в большинстве случаев кислородом), в направлении оси z . Образец 2 устанавливался в зазоре между сетчатым активным ВЧ-электродом 4 и плоским пассивным (заземленным) электродом 1. В пространстве между электродами 1 и 4 зажигался емкостной ВЧ-разряд 3. Сквозь сетку электрода 4 инжектировался сканирующий электронный пучок 5, сканирование которого в плоскости $\{x,y\}$ осуществлялось электромагнитной отклоняющей системой 6. Таким образом, обрабатываемый полимерный объект оказывался в гибридной плазме. В части экспериментов модификацию материала (пластина ПММА 2×32 см) проводили в планарной конфигурации ВЧ-электродов, при этом образец располагали на пассивном ВЧ-электроде.

В экспериментах было реализовано два варианта сканирования ЭП:

- непрерывным, но равномерно сканирующим, ЭП;
- импульсно-периодическим ЭП.

Для генерации импульсно-периодических пучков на управляющий электрод пушки подаются импульсы запирающего напряжения. Блок модуляции ЭП был встроен в источник питания электронной пушки и позволял непрерывно формировать меандр импульсов с частотой 1-300 Гц, длительностью импульсов от 0,5 до 1 мс, и скважностью импульсов в диапазоне 0,2-0,8. Примеры паттернов сканирования пучка в плоскости (x,y) для обоих алгоритмов сканирования представлены на рис. 2.



Рис. 2. Примеры паттернов сканирования ЭП в плоскости (x,y) при вращении оси его инъекции по концентрическим эллипсам: (а) – непрерывный ЭП, (б) - импульсно-периодический ЭП

РЕЗУЛЬТАТЫ

Ранее было показано, что накопление материалом некоторой экспозиционной дозы облучения химически активными частицами плазмы кислорода сопровождается изменением структуры поверхности и увеличением ее гидрофильности [12, 18].

В данной работе управление экспозиционными дозами облучения, накапливаемыми различными зонами образца, осуществлялось интегрированием числа импульсов, которые вырабатывались фотодиодом ВРХ-90, помещенным в реакционный объем, как отклик на каждый импульс ЭП. Зависимость интегральной интенсивности излучения B от давления в реакционной камере P_m показана на Рис. 3.

При изменении P_m максимум функции $B(P_m)$ смещается: с ростом P_m этот максимум сдвигается в сторону выводного устройства (Рис. 3). Это свидетельствует о том, что при изменении давления в реакционной камере изменяется продольный профиль плотности активных частиц плазмы. Это обстоятельство необходимо учитывать при расчете экспозиционной дозы облучения различных зон поверхности образца при варьировании P_m . Если давление в реакционной камере изменяется достаточно медленно, то в импульсно-периодическом режиме работы реактора эта доза пропорциональна количеству импульсов, регистрируемых фотоприемником, на малом интервале изменения P_m . Зная зависимость давления в реакционной камере от времени $P_m(t)$ и величину дозы, которую должна накопить каждая зона образца для формирования требуемого градиента свойств поверхности, можно построить алгоритм управления числом импульсов электронного пучка по времени.

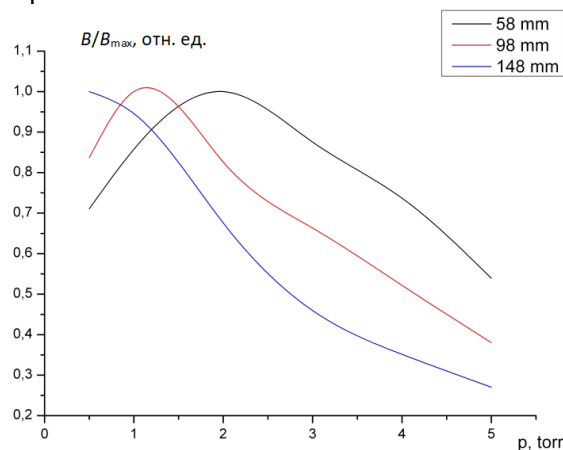


Рис. 3. Зависимость интегральной интенсивности излучения слоя ЭПП аргона от давления плазмообразующего газа (функция $B(P_m)$) на различных расстояниях z_0 от выводного устройства/

После отработки методики проведения эксперимента удалось получить образец ПММА с градиентно-изменяющейся шероховатостью поверхности и прозрачностью. В

режиме непрерывного ЭП были получены образцы ПММА, контактный угол по воде которого постепенно повышался с 25° до 55° по мере удаления от места инъекции ЭП в область ВЧ-разряда (Таблица 1).

Таблица 1.

Изменения краевого угла смачивания по дистиллированной воде (θ , °) образца ПММА, модифицированного в гибридной плазме, в зависимости от расстояния от места инъекции ЭП в область ВЧ-разряда (z , см)

z , см	2	4	6	8	10	12	20	22	24	26	28	30
θ , °	25	27	33	38	40	40	42	45	48	48	54	58

Необработанный ПММА: $\theta = 75^\circ$

При РФЭС-анализе ПЭТ и ПММА, модифицированных при непрерывном и импульсно-периодическом режимах сканирования ЭП, было выявлено, что в результате обработки в гибридной плазме на поверхности полимеров формируются кислородсодержащие карбонильные и карбоксильные функциональные группы.

При проведении биологических испытаний показан высокий уровень выживаемости клеток для всех образцов модифицированного в плазме ПЭТ, сопоставимый с контрольным образцом – необработанной пленкой. При сравнении ПЭТ, модифицированных в ВЧ-разряде, ЭПП и гибридной плазме, после 120 ч инкубации максимальный процент жизнеспособных клеток на полимере, обработанном именно в гибридной плазме.

Первые результаты показали, что полное время (т.е. продолжительность обработки), за которое достигается определенная степень модификации ПММА и ПЭТ, примерно одинаково как в непрерывном, так и в импульсно-периодическом режиме. Таким образом, обработка материалов в гибридной плазме при импульсно-периодическом режиме генерации ЭП может характеризоваться уменьшением энергопотребления за счет продолжающейся модификации поверхности в паузе между импульсами ЭП, что является определенным преимуществом.

ВЫВОДЫ

Показана возможность получения в гибридной плазме, управляемой непрерывным и импульсно-периодическим электронным пучком, полимерных материалов с заданным распределением поверхностных свойств. Таким способом были получены биосовместимые градиентные полимерные материалы для работы с клеточными культурами, в том числе изделия, имеющие сложную пространственную геометрию.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа поддержана грантом РФФИ 19-38-90009.

ЛИТЕРАТУРА

1. A. Kawasaki, R. Watanabe Concept and P/M fabrication of functionally gradient materials // *Ceram. Int.*, 1997, 23, 73–83.
2. M. Naebe, K. Shirvanimoghaddam Functionally graded materials: A review of fabrication and properties // *Applied materials today*, 2016, 5, 223-245.
3. M. Sasaki, T. Hirai Fabrication and properties of functionally gradient materials // *Ceram. Soc. Jpn.*, 1991, 99, 1002–1013.
4. P. Malik, R. Kadoli Nonlinear bending and free vibration response of SUS316-Al₂O₃ functionally graded plasma sprayed beams: theoretical and experimental study // *J. Vib. Control.*, 2016, 24, 1171-1184.
5. R.S. Tu, M. Tirrell Bottom-up design of biomimetic assemblies // *Adv. Drug Deliv.*, 2004, 56, 1537–1563.

6. J. Wu, Z. Mao, H. Tan, L. Han, T. Ren, C. Gao Gradient biomaterials and their influences on cell migration // *Interface Focus*, 2012, 2, 337–355.
7. D. Mangindaan, W.-H. Kuo, Y.-L. Wang, M.-J. Wang Experimental and numerical modeling of the controllable wettability gradient on poly(propylene) created by SF₆ plasma // *Plasma Process. Polym.*, 2010, 7, 754–765.
9. H.T. Spijker, R. Bos, W. van Oeveren, J. de Vries, H.J. Busscher Protein adsorption on gradient surfaces on polyethylene prepared in a shielded gas plasma // *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 1999, 15, 89–97.
10. H.C. van der Mei, I. Stokroos, J.M. Schakenraad, H.J. Busscher Aging effects of repeatedly glow-discharged polyethylene: influence on contact angle, infrared absorption, elemental surface composition, and surface topography // *Journal of Adhesion Science and Technology // J. Adhesion Technol.*, 1991, 5, 757-769.
11. E.P. Everaert, H.C. van der Mei, J. de Vries, H.J. Busscher Hydrophobic recovery of repeatedly plasma-treated silicone rubber. Part 1. Storage in air // *Adhesion Sci. Technol.*, 1995, 9, 1263-1278.
12. M. Vasiliev, T. Vasilieva, Aung Miat Hein Hybrid plasma chemical reactors for biopolymers processing // *Journal of Physics D: Applied Physics.*, 2019, 52, 335202.
13. M. Vasiliev, T. Vasilieva Beam plasmas: materials production. In: *Encyclopedia of Plasma Technology*. Ed. by J. Leon Shohet // Taylor & Francis Inc., USA, 2016, 152-166.
14. M. Zelzer, R. Majani, J.W. Bradley, F.R.A.J. Rose, M.C. Davies, M.R. Alexander Investigation of cell–surface interactions using chemical gradients formed from plasma polymers // *Biomaterials*, 2008, 29, 172-184.
15. M. Zelzer, D. Scurr, B. Abdullah, A. J. Urquhart, N. Gadegaard, J. W. Bradley, M. R. Alexander Influence of the plasma sheath on plasma polymer deposition in advance of a mask and down pores// *J. Phys. Chem. B*, 2009, 113, 8487-8494.
16. J. D. Whittle, D. Barton, M.R. Alexander, R. D. Short A method for the deposition of controllable chemical gradients // *Chem. Commun.*, 2003, 1766–1767.
17. Аунг Мьят Хейн Гибридная плазма газовых смесей как инструмент комбинированного воздействия на полимерные материалы с целью повышения их биосовместимости: диссертация ... кандидата Технические наук: 01.04.08 / [Место защиты: ФГБУН Объединенный институт высоких температур Российской академии наук], Москва, 2019.
18. Хтет Ко Ко Зау, Т.М. Васильева, Аунг Чжо У, Йе Хлаинг Тун, М.Н. Васильев, М.И. Виноградов, И.С. Макаров Комбинированная плазма в процессах обработки волокон // *Наноиндустрия*, 2021, 14, 6S, 251-264.

ГЕНЕРАЦИЯ И СВОЙСТВА ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ПЛАЗМЫ ВБЛИЗИ ПОВЕРХНОСТИ ТВЁРДЫХ ТЕЛ И ЖИДКОСТИ

GENERATION AND PROPERTIES OF ELECTRON-BEAM PLASMA NEAR THE SURFACE OF SOLIDS AND LIQUIDS

Йе Хлаинг Тун/ yehlaingtun@phystech.edu (ORCID: 0000-0002-3559-9717)

Аунг Чжо У / aungkyaw@phystech.edu (ORCID: 0000-0003-4799-3284)

М.Н.Васильев / vasiliev.mn@mipt.ru

Хтет Ко КоЗай / htetkokozaw536@gmail.com (ORCID: 0000-0002-8552-4633)

Т.М.Васильева / tmvasilieva@gmail.com (ORCID: 0000-0001-6103-6195)

Ye Hlaing Htu¹(ORCID: 0000-0002-3559-9717)

Aung Kyaw Oo (ORCID: 0000-0003-4799-3284)

M.N.Vasiliev / vasiliev.mn@mipt.ru

Htet Ko KoZaw (ORCID: 0000-0002-8552-4633)

T.M.Vasilieva (ORCID: 0000-0001-6103-6195)

¹Московский физико-технический институт Московская обл., г. Долгопрудный.

Исследованы свойства электронно-пучковой плазмы, генерируемой при давлениях 1-20 Торр в неограниченном пространстве, а также вблизи поверхности твердого тела или жидкости.

The properties of electron-beam plasma are considered which are generated at pressures of 1-20 Torr in unlimited space, as well as near the surface of a solid or liquid, in a reaction volume.

Ключевые слова: электронно-пучковая плазма.

Keywords: electron-beam plasma.

ВВЕДЕНИЕ

Уже более двух десятилетий ведутся исследования, нацеленные на разработку плазмотехнических систем, в которых плазма возбуждается электронными пучками (электронно-пучковая плазма, ЭПП) при их взаимодействии с достаточно плотной газообразной средой. Рассматриваются применения таких систем в производственных, аэрокосмических технологиях, а также для решения медико-биологических и экологических задач. При этом эффективно используются уникальные свойства пучково-плазменных систем – возможность генерации больших объемов сильнонеравновесной химически активной плазмы практически любых газов. Обычным диапазоном рабочих давлений для таких систем являются давления форвакуумного диапазона (0,1-100 Торр), а температура газовой среды может варьироваться в весьма широком диапазоне в зависимости от мощности электронного пучка, используемого для генерации плазмы, и от особенностей решаемой технической задачи.

Другой важной особенностью пучково-плазменных систем является то обстоятельство, что в большинстве прикладных задач имеет место контакт электронно-пучковой плазмы с какой-либо поверхностью, например, с плоской поверхностью обрабатываемого изделия, частицами аэрозоля, если обработке подвергаются материалы в виде порошков, или со слоем жидкости.

Целью работы явилось исследование формирования ЭПП в газовых, парогазовых и двухфазных газожидкостных смесях применительно к конструированию и испытаниям проточных пучково-плазменных плазмохимических реакторов с реакционными камерами планарной и коаксиальной конфигураций.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Общая постановка задачи экспериментального исследования иллюстрируется рис. 1. Тонкий электронный пучок (ЭП), предварительно сформированный в высоковакуумной камере электронной пушки, инжектируется в заполненную плазмообразующим газом рабочую камеру через выводное устройство (газодинамическое окно). Из-за упругих и неупругих процессов, сопровождающих распространение ЭП в газе, пучок рассеивается и деградирует. В результате, формируется облако ЭПП, в которое может быть помещена плоская мишень, твердая или жидкая. Направление оси инжекции пучка образует угол φ с плоскостью мишени.

В ходе наших экспериментов измерялась температура металлической мишени T_w ; регистрировался спектр излучения приповерхностной плазмы на фоне непрерывных спектров люминесценции мишени и теплового излучения мишени. Варьировались давление плазмообразующего газа P_m (в диапазоне 1-20 Торр) и ток пучка I_b (от 1,0 до 100 мА). Эксперименты проводились для различных углов φ в следующих газах: воздух, кислород, инертные газы (гелий, аргон), газообразные углеводороды (метан, пропан).

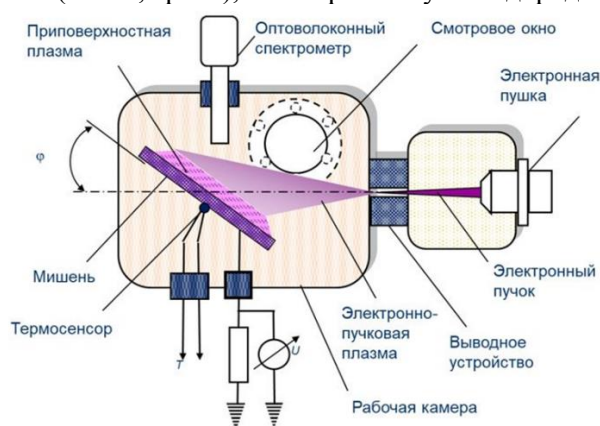


Рис.1. Схема экспериментов по генерации плазмы вблизи поверхности плоской мишени.

Принципиальные схемы систем измерения температуры стенки реакционной камеры представлены на рис. 2. Рис. 2а иллюстрирует методику неконтактного измерения температуры T_w с помощью ИК-пирометра через окно из селенида цинка (ZnSe). Такая схема наиболее подходит для реакционных камер коаксиальной конфигурации без теплоизоляции внешней поверхности. Для теплоизолированных камер в силу очевидных причин более удобными являются контактные измерения: миниатюрные термодатчики могут быть установлены в различных точках реакционной камеры, как показано на рис. 2б.

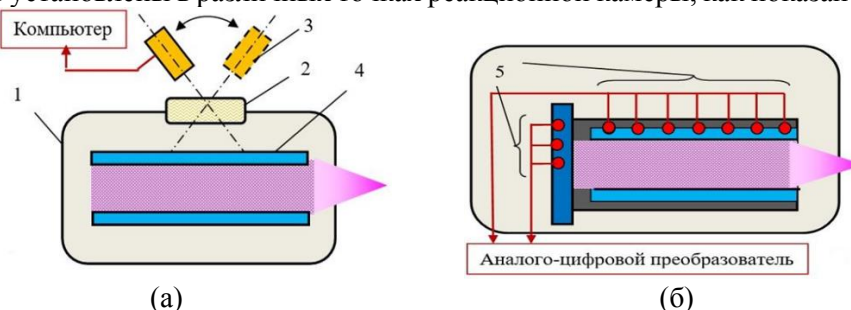


Рис.2. Схема измерения температуры стенок реакционной камеры; (а) - пирометрия, (б) - контактными термодатчиками. 1 - рабочая камера, 2 - окно ZnSe, 3 - пирометр, 4 - реакционная камера, 5 – термодатчика.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Таблица 3 иллюстрирует влияние продувки плазмообразующего газа на продольное распределение температуры в цилиндрической реакционной камере (коаксиальная конфигурация). Видно, что в газовом потоке температура стенки камеры нагревается слабее, чем в неподвижном, а максимум температуры T_w может сместиться в сторону меньших z .

Таблица 3.

Аксиальное распределение температуры цилиндрической стенки реакционной камеры $T_w(z)/[T_w(z)]_{\max}$ в неподвижном газе (аргоне) и при продувке через нее аргона
 Параметры ЭП: $U = 28,5$ кВ, $I_b = 3,5$ мА, $P_m = 5$ Торр; размеры реакционной камеры: $D = 30$ мм, $L = 250$ мм; скорость газового потока: $w = 16$ м/с

Направление вдува газа	$(T_w)_{\max}$, К	z , мм				
		50	90	130	170	210
Неподвижный газ	218	0,47	0,86	1	0,86	0,65
К выводному устройству	156	0,86	1	0,72	0,48	0,35
От выводного устройства	115	0,8	1	0,72	0,61	0,57

Важно также, что $[T_w(z)]_{\max}$ и z^* (z^* – сечение цилиндрической реакционной камеры, в котором T_w имеет максимальное значение) зависят от направления вдува газа, а также от величины расхода газа G и скорости течения w . Очевидно, что, чем выше скорость прокачки газа, тем менее нагретой оказывается цилиндрическая стенка реакционной камеры.

На рис. 3а приведены данные, характеризующие влияние давления плазмообразующего газа на вид функции $B(z)$ для кварцевых трубок с металлическим дном. Видно, что эти функции имеют максимумы при некоторых z^* . Если говорить о положении максимумов на достаточно больших расстояниях от торцов трубы, то при относительно низких давлениях P_m эти максимумы находятся на дальней от выводного окна части трубы (т.е. на больших z). По мере увеличения давления плазмообразующего газа (в этих экспериментах – воздуха) максимумы смещаются в сторону меньших z . Наличие таких максимумов и влияние условий генерации плазмы на их локализацию нами неоднократно обсуждалось в опубликованных нами работах [1].

Обращают на себя внимание максимумы на малых расстояниях от переднего (открытого) торца трубы, которые наблюдаются при всех P_m , и максимумы вблизи донной части трубы, которые регистрируются только при меньших P_m . Наличие этих максимумов объясняется следующими обстоятельствами:

- Выходной участок газодинамического окна, через которое ЭП инжерируется в рабочую камеру, является сильно нагретым, а потому яркой точкой. Излучение этого участка выводного окна падает на торец кварцевой трубки, вызывая ее интенсивную люминесценцию. Люминесценцию переднего торца кварцевой трубки иллюстрирует Рис. 3б. В той или иной мере это явление наблюдается при любых P_m , но наиболее оно заметно при больших P_m , когда нагрев выводного окна велик.
- Свечение дна реакционной камеры порождает максимум функции $B(z)$ на дальнем от выводного окна конце трубы. Это свечение может быть следствием двух причин: нагревом дна быстрыми электронами и люминесценцией (например, когда дно тоже кварцевое). Очевидно, что с ростом P_m поглощение и рассеяние ЭП на длине трубки увеличиваются, и все меньше быстрых электронов достигают ее дна. Именно поэтому дополнительный максимум функции $B(z)$ имеет место при низких давлениях плазмообразующего газа, как показано на Рис. 3в.

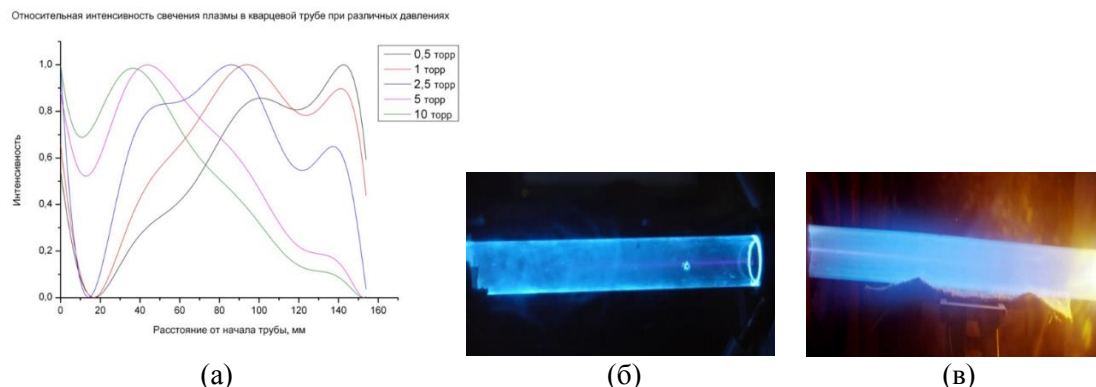


Рис.3. Интенсивность $B(z)$ излучения стенок цилиндрической реакционной камеры (кварцевая труба, $d = 18$ мм), заполненной неподвижной ЭПП воздуха при различных давлениях P_m : (а) - профиль интенсивности $B(z)$, (б) - люминесценция переднего (обращенного к выводному окну) торца камеры, (в) - свечение дна камеры при малых P_m

Весьма интересные явления наблюдались в достаточно коротких реакционных камерах (с отношением длины к диаметру $L/D \sim 1-3$) с заземленным металлическим дном: в поперечных сечениях камер появлялись яркие неподвижные или медленно движущиеся в направлении к выводному окну периодические структуры, похожие на страты в тлеющем газовом разряде. На Рис. 4 приведено фото нашего эксперимента.



Рис.4. Периодические структуры, наблюдавшиеся в экспериментах (плазмообразующий газ воздух, $P_m = 0,5-0,8$ Торр).

ОБСУЖДЕНИЕ

Наиболее успешно продвинулись разработки пучково-плазменных реакторов, предназначенных для плазмохимической модификации материалов со сложной молекулярной структурой, таких синтетические и природные полимеры (биополимеры), поскольку именно такие соединения оказались наиболее восприимчивыми к многофакторному воздействию электронно-пучковой плазмы. Для таких задач возникает принципиальное ограничение на температуру реакционного объема, так как большинство таких материалов не выдерживают сколько-нибудь заметного нагрева. В плазмохимических реакторах, предназначенных для обработки термолабильных материалов, удастся использовать одно из наиболее значимых преимуществ электронно-пучковой плазмы – высокую химическую активность при низких, вплоть до комнатных, температурах. Химическая активность достигается интенсивной наработкой атомов, ионов, и радикалов при достаточно высоких давлениях, недоступных большинству известных генераторов холодной плазмы.

ВЫВОДЫ

1. Разработаны специализированные блоки для существующей установки, которые обеспечили проведение экспериментов по генерации электронно-пучковой плазмы в пристеночных областях реакционных камер плазмохимических реакторов, предназначенных для обработки твердых материалов, жидкостей и газожидкостных смесей.

2. Методами контактной и оптической термометрии изучены температурные поля различных конструктивных элементов реакционных камер и влияние на эти поля давления плазмообразующего газа, а также интенсивности проочки плазмообразующей среды через реакционную камеру.
3. В экспериментах с приповерхностной плазмой обнаружены нестационарные явления, которые сопровождаются образованием ярких неподвижных или движущихся периодических структур, похожих на страты в тлеющем газовом разряде;

ЛИТЕРАТУРА

1. *Йе Хлаинг Тун, Аунг Чжо У, Васильев М.Н.* Генерация электронно-пучковой плазмы внутри диэлектрического контейнера. МФТИ, г. Долгопрудный. Том 12, № 2 (46) 2020 г. С.126-130.

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО ЗАРЯДА ЭЛЕКТРЕТОВ НА ГРИБОСТОЙКОСТЬ ФТОРУГЛЕРОДНЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

THE EFFECT OF THE SURFACE CHARGE OF ELECTRETES ON THE FUNGAL RESISTANCE OF FLUOROCARBON POLYMER MATERIALS

В.М.Елинсон/vm_e@mail.ru, **А.С.Аболентцев** /nasa734@gmail.com
Т.В.Ходырев/xtimur7@gmail.com, **П.А.Щур** /shur-pavel@mail.ru

V.M.Elinson, A.S.Abolentsev, T.V.Khodyrev, P.A.Shchur

Московский авиационный институт (НИУ), Москва.

В данной работе рассматриваются результаты исследования грибостойкости наноструктурированных фторуглеродных плёнок, созданных на поверхности полимеров, в зависимости от величины поверхностного заряда. По-видимому, на грибостойкость плёнки влияет не только поверхностный заряд, но и другие характеристики поверхности, такие как рельеф и химический состав. Фторуглеродные плёнки были сформированы в условиях переходных процессов с использованием двухкомпонентной фторуглеродной газовой смеси ($CF_4 + C_6H_{12}$).

The results of the study of the fungus resistance of nanostructured fluorocarbon films created on the surface of polymers, depending on the value of the surface charge, are considered. Apparently, the fungus resistance of the film is affected not only by the surface charge, but also by other surface characteristics, such as relief and chemical composition. The fluorocarbon films were formed under transient conditions using a two-component fluorocarbon gas mixture ($CF_4 + C_6H_{12}$).

Ключевые слова: ионно-плазменные технологии, фторуглеродные покрытия, полимерные материалы, оптические свойства, поверхностный заряд, электреты, грибостойкость.

Keywords: ion-plasma technologies, fluorocarbon coatings, polymer materials, optical properties, surface charge, electretes, fungus resistance.

ВВЕДЕНИЕ

Полимерные материалы используются во многих областях человеческой жизнедеятельности, например, в космонавтике, медицине и электронике. Их широкое использование связано с уникальными физико-химическими свойствами. Одним из

основных свойств, которое ограничивают применение полимеров - является их невысокая стойкость к биодеструкции, то есть низкая стойкость к биологическим разрушениям [1]. Этот недостаток приводит к снижению срока службы оборудования, выходу из строя различных систем, а также к существенным экономическим убыткам, которые входят в 2-5% от ВВП стран с развитой промышленностью [2].

Мицелиальные грибы наносят самый существенный ущерб из всех микроорганизмов. Разрушение происходит при непосредственном потреблении полимера в качестве продукта питания, а также при взаимодействии поверхности полимера с продуктами метаболизма грибов [3].

Биодеструкция полимеров обусловлена выработыванием микроорганизмами ферментов, которые увеличивают разрушение макромолекул. Основные признаки биодеструкции полимеров:

- потускнение поверхности;
- появление налета мицелия, который видно визуально;
- изменение диэлектрических свойств;
- снижение механической прочности;
- набухание;
- изменение формы;
- затвердевание;
- растрескивание материала.

С целью предотвращения биодеструкции на полимерах в работах [4-7] было предложено создать барьерные слои на основе наноструктурированных фторуглеродных плёнок, которые обладают антимикробными антиадгезионными характеристиками, «пикообразным» рельефом на поверхности, а также поверхностным зарядом, который формирует электретные состояния. Электреты — это области на диэлектрике, длительно сохраняющие поляризацию и создающие в связи с этим электрическое поле в окружающей среде. С целью определения влияния электретных состояний на взаимодействие поверхности с микроорганизмами целесообразно исследовать поверхностных заряд.

Антиадгезионные свойства наноструктурированных фторуглеродных плёнок обусловлены следующими факторами: воздействием фтора и образованием специфического рельефа поверхности полимера, при котором расстояние между пиками шероховатости меньше диаметра клеток микроорганизмов. Для создания такого рельефа необходимо сформировать покрытие с помощью двухкомпонентной газовой смеси, содержащей компонент для нанесения плёнки (C_6H_{12}) и компонент для травления (CF_4). Этот процесс должен проходить в условиях переходных процессов (переход от нанесения плёнок к их травлению). Более того данный барьерный слой может служить для создания гидрофобных и супергидрофобных поверхностей на полимерных материалах [8].

Целью данной работы является исследование влияния электретных состояний (величины поверхностного заряда) на грибостойкость полимеров, модифицированных фторуглеродными антиадгезионными по отношению к грибам и микроорганизмам покрытиями.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исследуемых образцов были выбраны полиэтилентерефталат (ПЭТФ) и политетрафторэтилен (ПТФЭ), поскольку эти полимеры являются одними из самых используемых в авиации, электронике, медицине, космонавтике, биотехнологиях и др.

Формирование барьерного слоя проводилось в два этапа на вакуумной установке УВН71-ПЗ, оснащенной двумя источниками ионов ИИ-4-0,15. На первом этапе в камеру устанавливались образцы ПТФЭ и ПЭТФ и производилась обработка поверхности полимеров ионами тетрафторметана (CF_4) в течение 30 минут. Первый этап необходим для очистки поверхности, улучшения адгезии фторуглеродной пленки, а также создания предварительного нанорельефа. На втором этапе с помощью другого источника ионов

наносилась фторуглеродная плёнка с использованием двухкомпонентной газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ при различных соотношениях компонентов.

После формирования покрытия проводилось измерение поверхностного заряда с помощью ИПЭП-1 (измеритель параметров электростатического поля) по ГОСТ 25209-82.

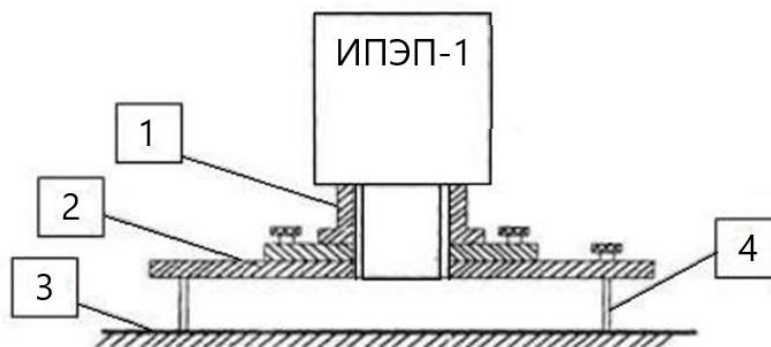


Рис. 1. Схема прибора ИПЭП-1: 1 - сопло, 2 - сопловый диск (измерительная пластина), 3 - поверхность измеряемого объекта, 4 - стойка.

Измерения проводились в пяти точках сразу после обработки в течение 28-и дней (через 28 дней заканчиваются исследования на грибостойкость). Далее для каждого материала рассчитывали среднее арифметическое значение поверхностного заряда и соотносили их с данными по грибостойкости. Исследования грибостойкости были проведены в соответствии с ГОСТ 9.048-89 по пятибалльной системе, где ноль баллов соответствует тому, что под микроскопом прорастания спор и конидий не обнаружено, а пять - невооруженным глазом отчетливо видно развитие грибов, покрывающих более 25% испытываемой поверхности. Исходя из этого были построены графики зависимости заряда на поверхности и грибостойкости в зависимости от содержания CF_4 в плазмообразующей газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$, а также графики зависимости грибостойкости от поверхностного заряда.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

На графике (рис.2) можно наблюдать, что минимальный по модулю поверхностный заряд фторуглеродной плёнки, созданной на поверхности ПЭТФ, соответствует наилучшей грибостойкости. Как видно по графику, заряд на поверхности исходного ПЭТФ выше, чем у обработанного в течение 30 минут ионами CF_4 . Такая же ситуация и с грибостойкостью (у исходного грибостойкость равна двум, а у обработанного единице). Грибостойкость на этом участке равна единице. Затем величина поверхностного заряда начинает увеличиваться и становится положительной. Наибольшее значение заряда наблюдается при 40%, в этой точке грибостойкость становится равной нулю. Также грибостойкость равна нулю при 60%. Далее заряд на поверхности монотонно убывает. Грибостойкость на участке от 70% до 100% снова становится равной единице.

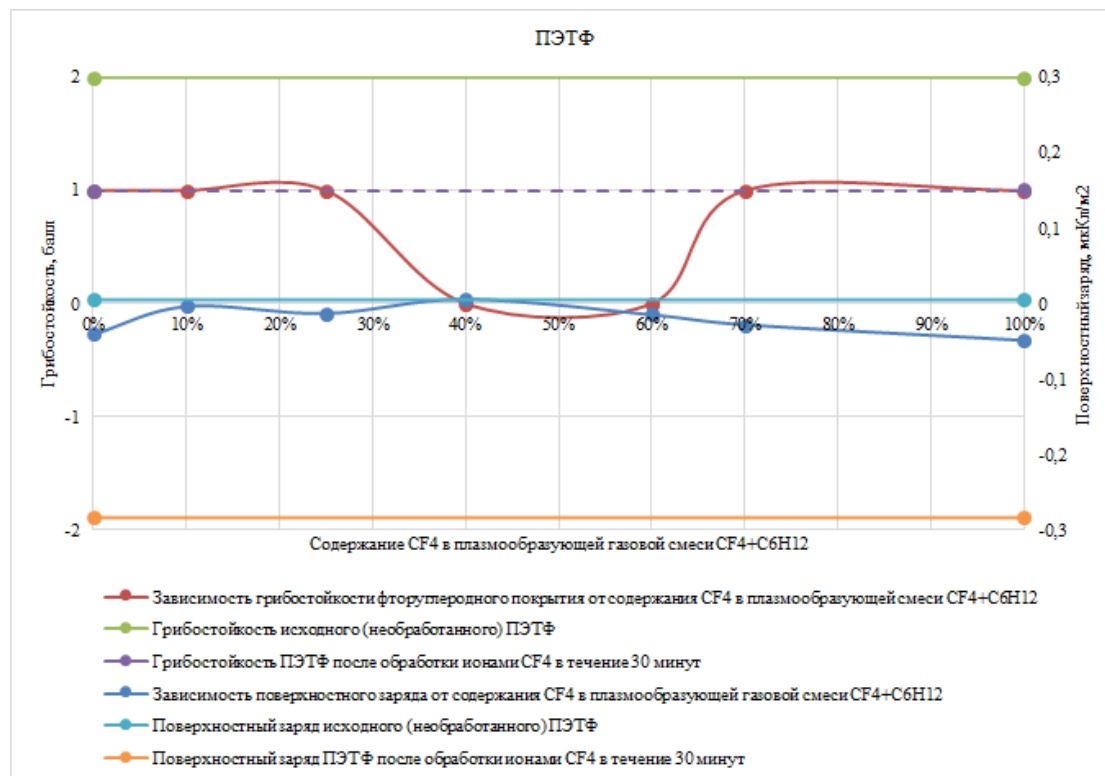


Рис. 2. Зависимости грибостойкости и поверхностного заряда фторуглеродной плёнки на поверхности ПЭТФ от содержания CF₄ в плазмообразующей газовой смеси CF₄ + C₆H₁₂.

На графике (рис.3) видно, что минимальный по модулю поверхностный заряд фторуглеродной плёнки, созданной на поверхности ПЭТФ, как и на поверхности ПТФЭ, соответствует наилучшей грибостойкости. Аналогичная ситуация наблюдается также и с зарядом на поверхности и грибостойкостью исходного и обработанного ПЭТФ (значение заряда и грибостойкости исходного выше обработанного). На промежутке от 0% до 10% поверхностный заряд стремительно растёт, затем рост замедляется, доходя до 40%, где, как и у ПЭТФ, наблюдается наибольшее значение заряда. Далее на промежутке от 40% до 70% заряд на поверхности монотонно убывает, особенно стремительное падение начинается с 60%. При 70% заряд становится меньше исходного, но больше обработанного. Грибостойкость с 0% до 25% падает, затем на промежутке от 25% до 70% она становится равной нулю. А с 70% до 100% виден рост, как и у грибостойкости, так и у поверхностного заряда (при 100% заряд становится больше чем при 60%, но меньше чем при 25%, а грибостойкость равна единице).

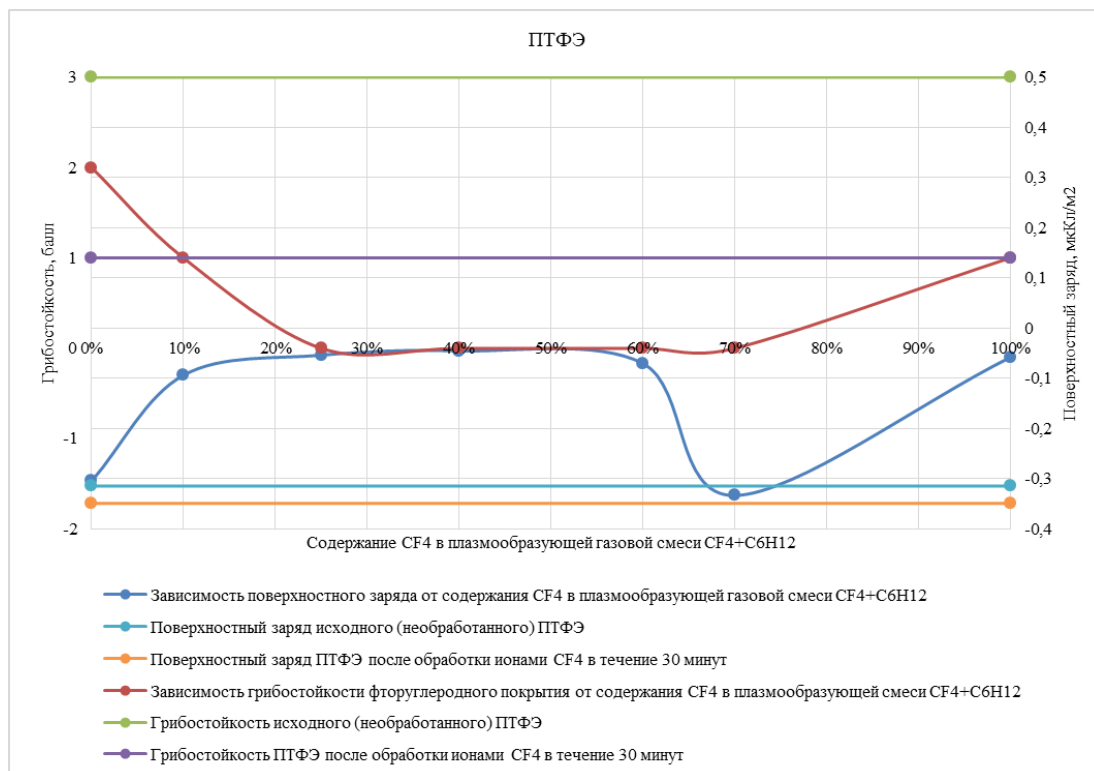


Рис. 3. Зависимости грибостойкости и поверхностного заряда фторуглеродной плёнки на поверхности ПТФЭ от содержания CF₄ в плазмообразующей газовой смеси CF₄ + C₆H₁₂.

На рис. 4 видно, что минимальное значение поверхностного заряда у ПЭТФ наблюдалась после обработки, при этом грибостойкость равна единице. Далее с увеличением поверхностного заряда соответственно идут следующие значения содержания CF₄ в газовой смеси: 100%, 0% и 70%. Причём грибостойкость в этих значениях также равна единице. Затем при 60% грибостойкость становится равной нулю. После этого величина грибостойкости возрастает: при 25% и 10% она становится равной единице. При этом у исходного (необработанного) ПЭТФ величина грибостойкости равна двум. Максимальный поверхностный заряд поверхность приобретает при 40%, а грибостойкость при этом значении равна нулю.

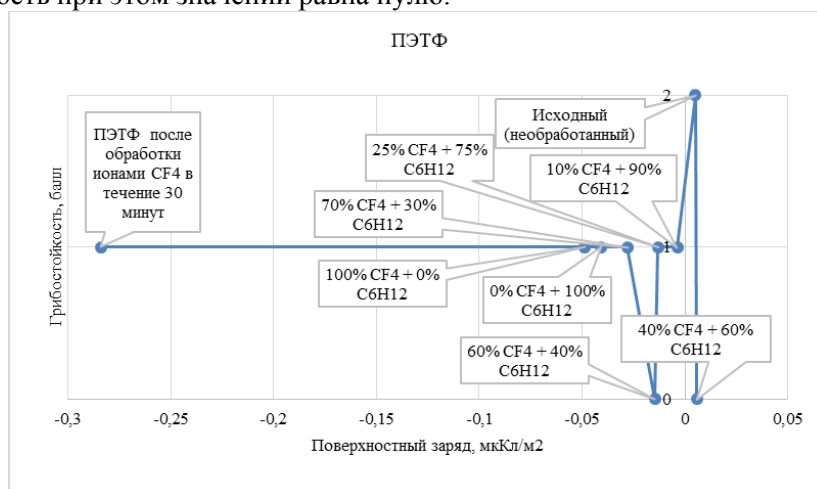


Рис. 4. Зависимость грибостойкости от поверхностного заряда фторуглеродной плёнки на поверхности ПЭТФ.

На рис.5 аналогично с предыдущим графиком (рис. 4) минимальный заряд получается у ПТФЭ после обработки. В этом случае грибостойкость равна единице. При этом ПТФЭ, на котором нанесена плёнка с 70% содержанием CF_4 в газовой смеси имеет нулевую грибостойкость. Затем с резким повышением значения грибостойкости до трёх баллов идёт исходный (необработанный) образец. В следующих трёх точках грибостойкость начинает убывать на один балл относительно предыдущей точки. Сначала идёт 0%, потом 10% и в конце 60%, причём между 0% и 10% заряд довольно сильно увеличивается. Далее с грибостойкостью равной единице идёт плёнка, созданная со 100% содержанием CF_4 . Как и в случае с ПЭТФ, максимальный поверхностный заряд поверхность приобретает при 40%, а грибостойкость при этом значение равна нулю.

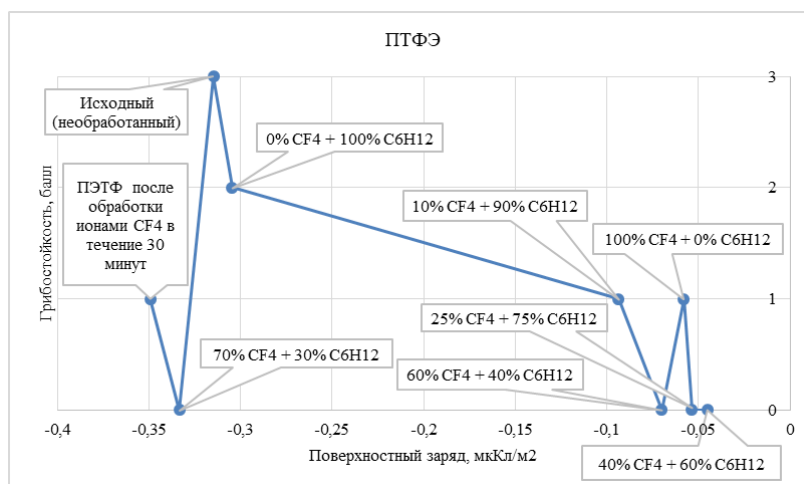


Рис. 5. Зависимость грибостойкости от поверхностного заряда фторуглеродной плёнки на поверхности ПТФЭ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. После обработки ионами CF_4 поверхности обоих полимеров грибостойкость возрастает до 1 балла.
2. Минимальный по модулю поверхностный заряд фторуглеродной плёнки, созданной на поверхности ПЭТФ и ПТФЭ, наблюдается при 40% содержании CF_4 в газовой смеси $CF_4 + C_6H_{12}$ и соответствует наилучшей грибостойкости (0 баллов).
3. Вероятно, на грибостойкость фторуглеродной плёнки влияет не только поверхностный заряд, но и другие характеристики поверхности, такие как рельеф и химический состав.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-32-90092.

ЛИТЕРАТУРА

1. Organics Electronics Materials, Processing, Device and Applications. Franky So 2010, Taylor & Francis Group, NW, p.296.
2. 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.
3. 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. — Т. 1. — С. 83–97.

4. Elinson V.M., Didenko L.V., Shevlyagina N.V., Avtandilov G.A., Ghaidarova and Lyamin A.N. Colonization by *Staphylococcus aureus* of Nano-Structured Fluorinated surfaces, Formed by Different Methods of Ion-Plasma Technology. Bulletin of Experimental Biology and Medicine, vol. 162, #1, Microbiology and Immunology, pp 71-74

5. V. M. Elinson, P. A. Shchur, D. V. Kirillov, A. N. Lyamin, O. A. Silnitskaya, 2018, Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, Vol. 12, No. 2, 357–360, DOI: 10.1134/S1027451018020246

6. 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», IOP Publishing Ltd Journal of Physics: Conference Series, Volume 1121, conference 1, pp 1-3

7. Elinson V. M., Shchur P. A., Kukushkin D. Y. Surface charge of polymer materials modified by nanostructured fluorocarbon coatings // IOP Publishing Ltd, Journal of Physics: Conference Series Volume 1713 (2020) 012016 <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1713/1/012016>

8. Elinson V. M., Shchur P. A., Lyamin A. N. Nanostructuring of the Polyethyleneterephthalate Surface Using Ion-Plasma Technology with the Help of Fluorine-Containing Gas Mixtures //High Temperature Material Processes: An International Quarterly of High-Technology Plasma Processes. – 2020. – Т. 24. – №. 3. – P. 173–182.

СЕКЦИЯ 7. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ

СИНЕРГЕТИЧЕСКИЕ ЭФФЕКТЫ ВЛИЯНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ НА
ЭЛЕКТРОННУЮ СТРУКТУРУ ОКСИДНО-НИКЕЛЕВЫХ КАТОДОВ

TRACE IMPURITIES HAVE SYNERGISTIC EFFECTS ON
ELECTRONIC STRUCTURE OF OXIDE-NICKEL CATHODES

В.И.Капустин¹, И.П.Ли, Н.Е.Кожевникова /ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

V.I.Kapustin, I.P. Li, N.E.Kozhevnikova

АО «Плутон», Москва

¹МИРЭА-Российский технологический университет, Москва

С использованием методов электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА) и характеристических потерь энергии электронов (ХПЭЭ) установлено, что совместное легирование кристаллитов оксида бария никелем и такими элементами, как иттрий, рений, палладий, стронций приводит к синергетическому эффекту – снижению искривления энергетических зон кристаллитов у их поверхности, то есть к снижению работы выхода материала.

Using the methods of electron spectroscopy for chemical analysis (ESCA) and characteristic electron energy losses (EEL), it was found that the joint doping of barium oxide crystallites with nickel and such elements as yttrium, rhenium, palladium, strontium leads to a synergistic effect - a decrease in the curvature of the energy bands of crystallites at their surface, that is, to the decrease in the work function of the material.

Ключевые слова: катодный материал, влияние микропримесей, термоэлектронная эмиссия.

Keywords: metal-porous cathodes, cathode material, influence of micro-impurities, thermionic emission.

ВВЕДЕНИЕ

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 $2\cdot 6\cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$ и достигает величины $3\cdot 5\cdot 10^{26} \text{ м}^{-3}$ после активирования катода [2-3]. В работе [4] было впервые установлено синергетическое влияние примесей кальция и стронция на электронную структуру кристаллитов оксида бария. Целью работы является экспериментальное исследование совместного влияния примесей никеля и других типов микропримесей в кристаллитах оксида бария на электронную структуру оксида бария.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И РЕЗУЛЬТАТЫ

Для исследования влияния микролегирования на электронную структуру кристаллитов оксида бария, прежде всего на объемную и поверхностную концентрацию кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария, а также для исследования возможного синергетического эффекта двойного легирования, были изготовлены экспериментальные образцы материалов в виде таблеток диаметром 7 мм и толщиной 1 мм, полученных спеканием и последующим прессованием смеси порошка карбоната бария и порошков дополнительных компонентов в количестве 10% (весовых) – оксида иттрия, рения, палладия, карбоната стронция. Спекание порошков проводили в вакууме при температуре 1200 °С в течение 2 часов на никелевой пластине. Так как при указанной температуре никель обладает заметной летучестью, то в результате спекания в образцах материалов формировались кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии, кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии и легированные атомами дополнительного компонента (иттрия, рения, палладия, стронция), а также кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии и легированные атомами дополнительного компонента и атомами никеля.

Электронные состояния элементов в образцах материалов исследовали методом электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА), при этом расшифровку спектров проводили путем разбиения пиков в спектрах ЭСХА на гауссовы пики с учетом влияния окружения атома другими элементами на сдвиги пиков атомов, которые зависят от величины электроотрицательности указанных элементов. В качестве примера на рис. 1 приведена структура $3d_{5/2}$ -электронного уровня бария в образце материала $90\%BaCO_3+10\%Y_2O_3$. Расшифровка электронных состояний бария в образцах материалов приведена в таблице 1.

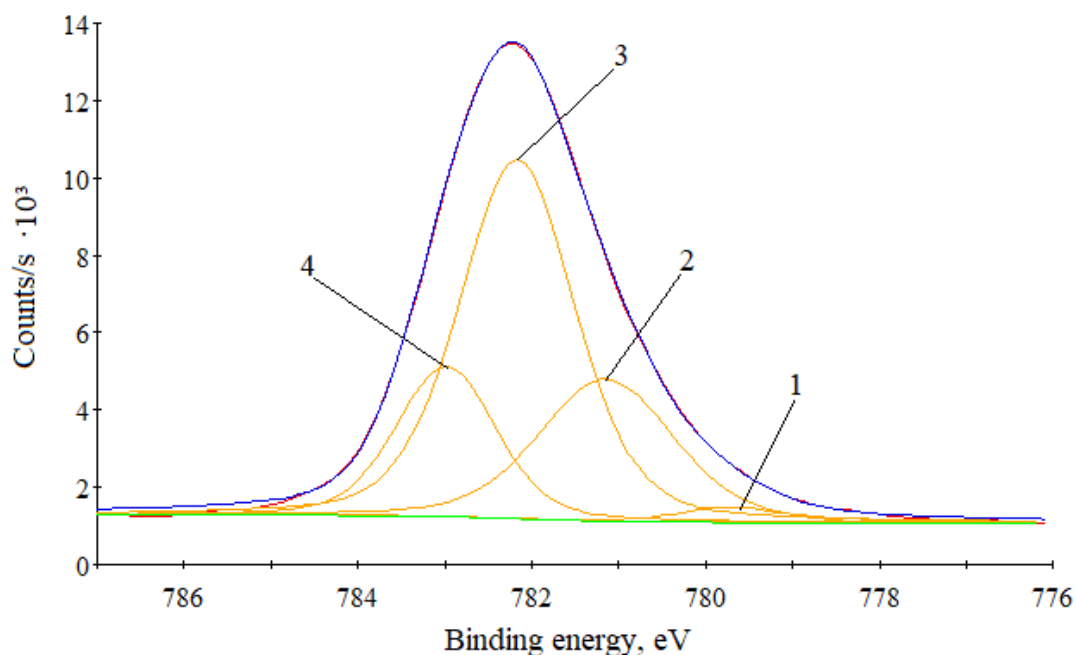


Рис. 1. Структура $3d_{5/2}$ -электронного уровня бария в образце материала $BaCO_3+10\%Y_2O_3$.

Таблица 1

Расшифровка $3d_{5/2}$ -электронных спектров бария в образцах материалов

№ пика	Энергия пика, eV	Интенсивность пика, counts/s	Ширина пика, eV	Барий в фазе
1	90%BaCO₃+10%Y₂O₃			
1.1	779.70	404.39	1.40	Ba(OH) ₂ ·H ₂ O
1.2	781.15	3670.98	1.83	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Y _z
1.3	782.17	9302.08	1.57	BaO _(1-x)
1.4	782.99	3893.82	1.34	Ba _(1-y) O _(1-x) Y _y
2	90%BaCO₃+10%Re			
2.1	780.32	1845.19	1.80	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Re _z
2.2	781.71	13073.08	1.87	BaO _(1-x)
2.3	782.58	609.98	0.96	Ba _(1-y) O _(1-x) Re _y
3	90%BaCO₃+10%Pd			
3.1	780.64	2219.60	1.80	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Pd _z
3.2	781.79	12472.40	1.88	BaO _(1-x)
3.3	782.61	1622.85	1.16	Ba _(1-y) O _(1-x) Pd _y
4	90%BaCO₃+10%SrCO₃			
4.1	780.55	1426.20	1.99	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Sr _z
4.2	782.14	7593.82	1.85	BaO _(1-x)
4.3	783.07	1129.03	1.04	Ba _(1-y) O _(1-x) Sr _y

Концентрацию кислородных вакансий в образцах материалов исследовали методом спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ) при энергии первичных электронов 1005 eV с шагом регистрации 0.05 eV. Для повышения чувствительности метода проводили цифровое дифференцирование спектров.

Так как нестехиометричный оксид бария, содержащий кислородные вакансии, является полупроводником донорного типа, а остальные оксидные фазы в материале — диэлектрики, характеристические потери электронов в катодном материале обусловлены возбуждением объемных и поверхностных плазмонов в оксиде бария, энергии которых соответственно $\Delta E_{об}$ и $\Delta E_{пов}$ определяются выражениями

$$\Delta E_{об} = \sqrt{\frac{e^* \hbar^2 N_{об}}{\epsilon \epsilon_0 m^*}} \quad (1)$$

$$\Delta E_{пов} = \sqrt{\frac{e^* \hbar^2 N_{пов}}{2 \epsilon \epsilon_0 m^*}} \quad (2)$$

где e^* — эффективный заряд кислородной вакансии, m^* — эффективная масса электронов кислородных вакансий, \hbar — постоянная Планка, ϵ_0 — диэлектрическая постоянная, $\epsilon = 3.6$ — высокочастотная диэлектрическая проницаемость оксида бария, $N_{об}$ — объемная концентрация кислородных вакансий, $N_{пов}$ — поверхностная концентрация кислородных вакансий [3]. Таким образом, полные потери ΔE на возбуждение плазменных колебаний можно представить в виде

$$\Delta E = n_1 E_{об} + n_2 E_{пов} \quad (3)$$

где n_1 и n_2 — целые числа.

Положение края валентной зоны N_{VS} относительно уровня Ферми E_F определяли методом ЭСХА с учетом того, что вблизи края валентной зоны плотность электронных состояний $N_V(E)$ описывается приближенным соотношением

$$N_V(E) \approx \sqrt{|E_{VS} - E|} . \quad (4)$$

В этом случае зависимость квадрата интенсивности сигнала ЭСХА от энергии связи будет прямой линией, экстраполяция которой к оси энергии и позволяет определить параметр E_{VS} относительной уровня Ферми. Значения параметра E_{VS} в свою очередь позволяет определить величину направление искривления энергетических зон V в кристаллитах оксида бария у поверхности.

В таблице 2 приведены сводные данные по указанным параметрам электронной структуры фаз, сформировавшихся в составе исследованных образцов материалов в результате их отжига в вакууме. При расшифровке фаз в таблице 2 учитывали результаты таблицы 1, а также принимали во внимание значение интенсивностей пиков характеристических потерь.

Таблица 2

Параметры характеристических потерь и объемной и поверхностной концентрации кислородных вакансий в материалах

№ фазы	Фаза	Параметр				
		E_S , eV	E_D , eV	N_S , m ⁻³	N_D , m ⁻³	N_S/N_D
1	90%BaCO₃+10%Y₂O₃					
1.1	Ba _(1-y) O _(1-x) Y _y	2.06	3.36	5.38 · 10 ²⁴	7.15 · 10 ²⁴	0.75
1.2	BaO _(1-x)	5.57	7.61	4.45 · 10 ²⁵	4.15 · 10 ²⁵	1.07
1.3	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Y _z	7.61	10.89	4.53 · 10 ²⁵	4.63 · 10 ²⁵	0.98
2	90%BaCO₃+10%Re					
2.1	BaO _(1-x)	2.23	2.89	6.30 · 10 ²⁴	5.29 · 10 ²⁴	1.19
2.2	Ba _(1-y) O _(1-x) Re _y	3.78	5.03	1.55 · 10 ²⁵	1.37 · 10 ²⁵	1.13
2.3	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Re _z	7.21	10.05	4.06 · 10 ²⁵	3.95 · 10 ²⁵	1.03
3	90%BaCO₃+10%Pd					
3.1	BaO _(1-x)	2.43	3.08	7.48 · 10 ²⁴	6.01 · 10 ²⁴	1.25
3.2	Ba _(1-y) O _(1-x) Pd _y	3.83	5.49	1.26 · 10 ²⁵	1.33 · 10 ²⁵	0.95
3.3	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Pd _z	7.36	10.62	4.23 · 10 ²⁵	4.41 · 10 ²⁵	0.96
4	90%BaCO₃+10%SrCO₃					
4.1	BaO _(1-x)	2.20	2.90	6.13 · 10 ²⁴	5.33 · 10 ²⁴	1.15
4.2	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Ni _y Sr _z	3.82	5.79	1.72 · 10 ²⁵	1.97 · 10 ²⁵	0.87
4.3	Ba _(1-y) O _(1-x) Sr _y	7.78	11.29	4.73 · 10 ²⁵	4.98 · 10 ²⁵	0.94

При изучении положения верхнего края валентной зоны в оксидных фазах методом ЭСХА не имеется возможности раздельно определить положение края валентной зоны для каждой оксидной фазы по отдельности в случае, если имеется несколько оксидных фаз. В то же время суммарное положение верха валентной зоны и определяет величину суммарного искривления энергетических зон, то есть величину работы выхода материала. В таблице 3 приведены значения положения верха валентной зоны относительно уровня Ферми и величину суммарного искривления энергетических зон V в кристаллитах оксида бария для исследованных материалов.

Таблица 3

Параметры искривления энергетических зон у поверхности кристаллитов оксида бария

Параметр	Образец материала					
	BaCO ₃ [5]	BaCO ₃ + CaCO ₃ [5]	BaCO ₃ + Y ₂ O ₃	BaCO ₃ + Re	BaCO ₃ + Pd	BaCO ₃ + SrCO ₃
E _{vs} , eV	2.70	2.75	4.15	3.45	3.83	3.48
V, eV	1.33	1.28	-0.12	0.58	0.20	0.55

ВЫВОДЫ

Таким образом, результаты исследований позволяют сделать следующие заключения:

- При введении в катодный материал легирующей примеси и никеля в виде пара никеля в результате отжига образца на никелевой подложке, помимо фазы BaO_(1-x), формируется и фаза Ba_(1-y)O_(1-x)Ni_y, то есть кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии и растворенные примесные атомы никеля, а также фазы Ba_(1-y-z)O_(1-x)Ni_yMe_z, где Me – атом легирующей примеси.

- именно последняя фаза характеризуется пониженной поверхностной концентрацией кислородных вакансий относительно значения объемной концентрации вакансий в объеме фазы.

- совместное легирование кристаллитов оксида бария никелем и такими примесными элементами, как иттрий, рений, палладий, стронций приводит к снижению искривления энергетических зон оксида бария у его поверхности, то есть к снижению величины работы выхода оксида бария. В этом и проявляется синергетический эффект совместного легирования кристаллитов оксида бария двумя типами примесных атомов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Капустин В.И. // Перспективные материалы. 2000. № 2. С. 5–17.
2. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В. и др. // ЖТФ. 2017. Том 87, вып. 1. С. 105-115.
3. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В. и др. // ЖТФ. 2019. Том 89, вып. 5. С. 771-780.
4. Ли И.П., Петров В.С., Прокофьева Т.В., Леденцова Н.Е. и др. // Электронная техника. Сер. 1: СВЧ - техника, вып. 2(525). 2015. с. 45-58.
5. Капустин В.И., Ли И.П., Петров В.С., Леденцова Н.Е. и др. // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника. 2016. Вып. 1(528). С. 8-18.

ЭЛЕКТРОННАЯ СТРУКТУРА ВАРИАНТОВ СКАНДАТНЫХ КАТОДОВ

ELECTRONIC STRUCTURE OF VARIANTS OF SCANDATE CATHODES

В.И.Капустин¹, И.П.Ли, А.В.Шуманов /ork@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

V.I.Kapustin, I.P.Li, A.V.Shumanov

АО «Плутон», Москва,

¹МИРЭА-Российский технологический университет, Москва

Методами электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА) и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ) исследована электронная структура кристаллитов оксида бария, легированного другими химическими элементами, в том числе скандием из скандий-содержащих фаз. Сформулированы физические и физико-химические условия, выполнение которых позволяет сформировать электронную структуру скандатного катода с высоким уровнем термоэлектронной эмиссии.

The electronic structure of barium oxide crystallites doped with other chemical elements, including scandium from scandium-containing phases, has been studied by electron spectroscopy for chemical analysis (ESCA) and characteristic electron energy loss spectroscopy (EECE). Physical and physicochemical conditions are formulated, the fulfillment of which makes it possible to form the electronic structure of a scandate cathode with a high level of thermionic emission.

Ключевые слова: металлопористые катоды, катодный материал, влияние микропримесей, термоэлектронная эмиссия.

Keywords: metal-porous cathodes, cathode material, influence of micro-impurities, thermionic emission.

ВВЕДЕНИЕ

Начиная с 90-х годов прошлого века научные лаборатории университетов и промышленных предприятий в различных странах проводят исследования, направленные на создание скандатных катодов, то есть металлопористых катодов, содержащих в своем составе скандий. По результатам исследований установлено, что такой катод может обеспечить получение плотности тока термоэлектронной эмиссии до 100 А/см², а в перспективе и до 400 А/см²[1-3]. Это открывает возможность создания принципиально новых типов электровакуумных СВЧ приборов. В то же время полученные результаты свидетельствуют о плохой технологической воспроизводимости эмиссионных свойств скандатных катодов, поэтому до настоящего времени никакие промышленные предприятия не освоили серийный выпуск СВЧ приборов с катодами такого типа. Вместе с тем, возможное синергетическое проявление влияния микропримесей в кристаллитах оксида бария на его электронную структуру оказалось недостаточно изученным, а также недостаточно исследованным оказалось влияние фазового состояния, в частности, компонентов, содержащих скандий, на электронную структуру эмиссионно-активной фазы катодного материала. Изучению данных вопросов и посвящена данная работа.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И РЕЗУЛЬТАТЫ

Образцы материалов в виде таблеток диаметром 7 мм и толщиной 1 мм получали спеканием и последующим прессованием таблеток из смеси порошка вольфрама (90 % весовых), предварительно синтезированного и размолотого в порошок алюмината бария-кальция состава 2.5BaO·0.4CaO·Al₂O₃ и дополнительных компонентов в виде порошков

интерметаллида Re_2Sc , порошка сплава $80\%\text{W}+20\%\text{Re}$, порошка гидрида скандия ScH_2 . Спекание порошков также проводили в вакууме при температуре 1200°C в течение 2 часов, но на вольфрамовой пластине. В результате спекания в образцах материалов формировались кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии, а также кристаллиты оксида бария, содержащие кислородные вакансии и, в зависимости от состава смесей, легированные атомами вольфрама, рения, скандия и комбинацией указанных элементов. Порошок интерметаллида Re_2Sc был получен нами электродуговой переплавкой компонентов в среде очищенного аргона с последующим размолотом в шаровой мельнице. Порошок гидрида скандия ScH_2 был получен нами отжигом скандия в среде водорода с последующим размолотом в шаровой мельнице. Порошок сплава $80\%\text{W}+20\%\text{Re}$ был изготовлен в Научно-производственном комплексе «Передовые порошковые технологии» (г. Томск) распылением проволоки ВР-20(их сплава $80\%\text{W}+20\%\text{Re}$) методом электровзрыва. Электронные состояния элементов в образцах материалов исследовали методом электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА), при этом расшифровку спектров проводили путем разбиения пиков в спектрах ЭСХА на гауссовы пики с учетом влияния окружения атома другими элементами на сдвиги пиков атомов, которые зависят от величины электроотрицательности указанных элементов. Расшифровка электронных состояний бария образцах материалов приведена в таблице.

Таблица 1

Расшифровка $3d_{5/2}$ -электронных спектров бария в образцах материалов

№ пика	Энергия пика, eV	Интенсивность пика, counts/s	Ширина пика, eV	Барий в фазе
1	$90\%\text{W} + 5\% 2.5\text{BaO}\cdot 0.4\text{CaO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 5\%\text{Re}_2\text{Sc}$			
1.1	779.86	478.98	1.08	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{W}_y$
1.2	780.84	2176.37	1.98	Барий в алюминате бария-кальция
1.3	782.30	1174.76	1.55	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Sc}_y$
1.4	782.66	192.66	0.72	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Al}_y$
1.5	783.63	2364.52	1.96	$\text{Ba}_{(1-y-z)}\text{O}_{(1-x)}\text{Re}_y\text{Sc}_z$
1.6	784.68	685.53	1.23	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Ca}_y$
1.7	785.84	497.79	1.98	BaO_2
2	$90\%\text{W} + 5\% 2.5\text{BaO}\cdot 0.4\text{CaO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 5\%(80\%\text{W} + 20\%\text{Re})$			
2.1	780.61	1978.24	1.74	Барий в алюминате бария-кальция
2.2	781.75	591.98	1.12	$\text{BaO}_{(1-x)}$
2.3	782.77	1656.22	1.66	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Re}_y$
2.4	784.19	2550.55	1.99	$\text{Ba}_{(1-y-z)}\text{O}_{(1-x)}\text{Re}_y\text{W}_z$
2.5	785.66	860.26	1.99	BaO_2
3	$90\%\text{W} + 5\% 2.5\text{BaO}\cdot 0.4\text{CaO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 5\%\text{ScH}_2$			
3.1	780.26	1289.40	1.45	Барий в алюминате бария-кальция
3.2	781.36	2379.82	1.98	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Sc}_y$
3.3	782.46	560.63	0.99	$\text{Ba}_{(1-y)}\text{O}_{(1-x)}\text{Al}_y$
3.4	783.44	1868.78	1.99	BaCO_3
3.5	785.09	1423.08	1.96	$\text{Ba}_{(1-y-z)}\text{O}_{(1-x)}\text{Sc}_y\text{W}_z$
3.6	786.38	316.12	1.10	BaO_2

Концентрацию кислородных вакансий в образцах материалов исследовали методом спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ) при энергии

первичных электронов 1005 eV с шагом регистрации 0.05 eV. Для повышения чувствительности метода проводили цифровое дифференцирование спектров.

Так как нестехиометричный оксид бария, содержащий кислородные вакансии, является полупроводником донорного типа, а остальные оксидные фазы в материале — диэлектрики, характеристические потери электронов в катодном материале обусловлены возбуждением объемных и поверхностных плазмонов в оксиде бария, энергии которых соответственно $\Delta E_{об}$ и $\Delta E_{пов}$ определяются выражениями

$$\Delta E_{об} = \sqrt{\frac{e^{*2} \hbar^2 N_{об}}{\epsilon \epsilon_0 m^*}} \quad (1)$$

$$\Delta E_{пов} = \sqrt{\frac{e^{*2} \hbar^2 N_{пов}}{2 \epsilon \epsilon_0 m^*}} \quad (2)$$

где e^* — эффективный заряд кислородной вакансии, m^* — эффективная масса электронов кислородных вакансий, \hbar — постоянная Планка, ϵ_0 — диэлектрическая постоянная, $\epsilon = 3.6$ — высокочастотная диэлектрическая проницаемость оксида бария, $N_{об}$ — объемная концентрация кислородных вакансий, $N_{пов}$ — поверхностная концентрация кислородных вакансий [3]. Таким образом, полные потери ΔE на возбуждение плазменных колебаний можно представить в виде

$$\Delta E = n_1 E_{об} + n_2 E_{пов} \quad (3)$$

где n_1 и n_2 — целые числа.

В таблице 2 приведены сводные данные по указанным параметрам электронной структуры фаз, сформировавшихся в составе исследованных образцов материалов в результате их отжига в вакууме. При расшифровке фаз в таблице 2 учитывали результаты таблицы 1, а также принимали во внимание значение интенсивностей пиков характеристических потерь.

Таблица 2

Параметры характеристических потерь и объемной и поверхностной концентрации кислородных вакансий в материалах

№ фазы	Фаза	Параметр				
		E_S , eV	E_D , eV	N_S , m ⁻³	N_D , m ⁻³	N_S/N_D
1	90%W + 5% 2.5BaO·0.4CaO·Al₂O₃ + 5%Re₂Sc					
1.1	Ba _(1-y) O _(1-x) Sc _y	2.22	3.41	6.25 · 10 ²⁴	7.37 · 10 ²⁴	0.85
1.2	Ba _(1-y) O _(1-x) W _y	8.61	11.72	1.32 · 10 ²⁶	1.22 · 10 ²⁶	1.08
1.3	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Re _y Sc _z	8.80	12.24	8.41 · 10 ²⁵	8.14 · 10 ²⁵	1.03
1.4	W	7.82	11.26	8.89 · 10 ²⁸	9.21 · 10 ²⁸	0.97
2	90%W + 5% 2.5BaO·0.4CaO·Al₂O₃ + 5%(80%W + 20%Re)					
2.1	BaO _(1-x)	2.35	3.23	7.00 · 10 ²⁴	6.61 · 10 ²⁴	1.06
2.2	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Re _y W _z	5.81	8.85	3.67 · 10 ²⁵	4.26 · 10 ²⁵	0.86
2.3	Ba _(1-y) O _(1-x) Re _y	9.70	13.50	1.68 · 10 ²⁶	1.63 · 10 ²⁶	1.03
2.4	W	7.86	10.94	8.98 · 10 ²⁸	8.70 · 10 ²⁸	0.72
3	90%W + 5% 2.5BaO·0.4CaO·Al₂O₃ + 5%ScH₂					
3.1	Ba _(1-y) O _(1-x) Sc _y	2.15	3.58	5.86 · 10 ²⁴	8.12 · 10 ²⁴	0.72
3.2	Ba _(1-y-z) O _(1-x) Sc _y W _z	5.40	8.09	1.86 · 10 ²⁵	2.09 · 10 ²⁵	0.89
3.3	W	7.27	10.23	7.68 · 10 ²⁸	7.60 · 10 ²⁸	1.01

Для проведения всестороннего анализа влияния фазового состояния скандия в катодном материале на процесс формирования кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария, на рис. 1 приведены концентрационные зависимости (от содержания оксида скандия) объемной и поверхностной концентрации кислородных вакансий в образцах материалов на основе порошков вольфрама и фазы 2.5BaO·0.4CaO·Al₂O₃, в которой оксид алюминия полностью или частично заменялся на оксид скандия [5].

При расчете поверхностной и объемной концентрации кислородных вакансий значения эффективной массы электронов на кислородных вакансиях и эффективного заряда вакансий в чистых кристаллитах оксида бария и в кристаллитах, легированных одним типом микропримесей, брали из [4-5], где они были определены экспериментально методом оптического поглощения. Значения указанных параметров для кристаллитов оксида бария, легированного двумя типами микропримесей, в настоящее время экспериментально не определены. Поэтому для указанного случая двойного легирования при расчетах по соотношениям (1) и (2) брали значения эффективной массы и эффективного заряда для компонента, содержащегося в материале в максимальной концентрации. Такой выбор мог приводить к определенной погрешности при расчете абсолютных значений поверхностной и объемной концентрации вакансий, но не влиял на важнейший параметр – отношение поверхностной и объемной концентрации вакансий в каждом образце.

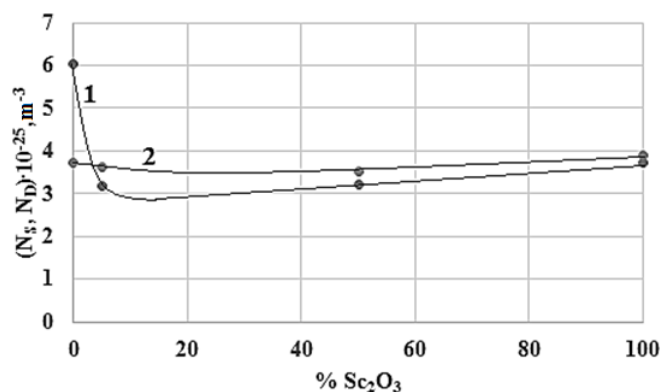


Рис. 1. Зависимости объемной 1 и поверхностной 2 концентрации кислородных вакансий от содержания Sc₂O₃ в катодных материалах.

При отжиге алюмината бария-кальция в вакууме в присутствии других фаз, установившаяся объемная концентрация кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария зависит не только от исходного фазового состава материала, но и от температуры и времени отжига, пористости материала и гранулометрического состава порошковых компонентов. Собственно, в оптимизации гранулометрического состава, пористости, температуры и времени отжига и состоит суть активирования катодного материала, в результате которого в объеме кристаллитов оксида бария формируется требуемая концентрация кислородных вакансий. Однако верхний монослой кристаллитов оксида бария в каждый момент времени находится в термодинамическом равновесии с объемом кристаллитов, при этом:

- поверхностная концентрация вакансий, как впервые показано в [6] и видно из результатов данной работы, определяется не только равновесием между объемом и поверхностью кристаллита, но и наличием легирующих (примесных) атомов в верхнем монослое кристаллита;

- в свою очередь именно поверхностная концентрация кислородных вакансий определяет величину искривления энергетических зон у поверхности кристаллитов оксида бария: чем меньше величина искривления, тем меньше и величина работы выхода [6].

В работе [6] была предложена теория скандатных катодов, согласно которой низкую работу выхода кристаллита оксида бария можно обеспечить путем формирования нанокристаллита оксида бария, в верхнем монослое которого атомы бария полностью или частично заменены атомами скандия. Признаком формирования такой структуры является снижение поверхностной концентрации кислородных вакансий по сравнению с объемной концентрацией кислородных вакансий. Условием формирования такой структуры является размерный фактор легирующего элемента – его ионный радиус должен быть примерно равен 0.60 от ионного радиуса бария. На основе теоретического подхода [13] можно сформулировать и более общие условия, обеспечивающее снижение поверхностной концентрации кислородных вакансий в кристаллитах оксида бария относительно ее объемной концентрации:

- энтальпия образования оксида легирующего элемента должна быть выше энтальпии образования оксида бария, то есть энергия связи «ион кислорода – ион легирующего элемента» должна быть выше энергии связи «ион кислорода – ион бария»;

- для эффективного легирования кристаллитов оксида бария другим элементом, этот элемент в исходной фазе должен находиться в слабо связанной форме, например, в составе интерметаллида, гидрида или нанокристаллического оксида с высокой избыточной поверхностной энергией;

- для сегрегации легирующего элемента именно в верхнем монослое кристаллита оксида бария, указанный кристаллит должен находиться в виде нанокристаллов, в которых

имеет место значительное различие межплоскостного расстояния между первым и вторым монослоями и монослоями в объеме нанокристаллита. В этом случае и вступает в действие размерный фактор легирующего элемента.

Именно указанные условия, как видно из таблицы 2, выполняются при введении в исходный карбонат бария дополнительных компонентов в виде интерметаллида Re_2Sc и гидрида ScH_2 , выполняются при малом содержании дополнительного компонента в виде оксида скандия нарушаются при высокой концентрации оксида скандия в материале. Эти же условия выполняются и при совместном легировании оксида бария никелем и стронцием, на чем, собственно, и основаны высокие термоэмиссионные свойства оксидно-никелевых катодов.

ВЫВОДЫ

Таким образом, по результатам работы можно сделать следующие заключения:

1. Высокие термоэмиссионные свойства скандатного катода могут быть обеспечены путем формирования в катодном материале кристаллитов оксида бария, в которых в верхнем монослое атомы бария полностью или частично заменены на атомы скандия.

2. Обеспечить эффективное легирование кристаллитов атомами скандия возможно при использовании в составе катодного материала скандия в составе интерметаллида скандия, гидрида скандия или оксида скандия в нанокристаллическом состоянии.

3. Обеспечить сегрегацию атомов скандия именно в верхнем монослое кристаллитов оксида бария возможно путем формирования указанных кристаллитов на этапе активирования катода в виде нанокристаллитов оксида бария.

4. Формирование именно нанокристаллитов оксида бария на этапе активирования катода возможно путем использования активатора разложения алюмината бария-кальция (вольфрама) в виде нанокристаллов вольфрама или паров низших оксидов вольфрама, поступающего к поверхности алюмината из объема катода по порам в алюминате.

5. Признаком формирования эффективной структуры скандатного катода является уменьшенная поверхностная концентрация кислородных вакансий в нанокристаллитах оксида бария относительно ее объемной концентрации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Gartner G., Geintter P., Ritz A. // Appl. Surf. Sci. 1997. No. 111. pp. 11-17.
2. Bekh I.I., Getman O.I., Il'chenko V.V., Lushkin A.E., Panichkina V.V., Rakitin S.P. // Ukr. J. Phys. 2009. V. 54, No. 3. pp. 297-302.
3. Brodie I., Vancil B. // Proc. IEEE Int. Vacuum Electronics Conf., Monterey, CA, United States. 2014. pp. 53-54.
4. Капустин В. И., Ли И. П., Шуманов А. В., Москаленко С. О., Свитов В. И. // Перспективные материалы. 2019. № 3. с. 19-29.
5. Капустин В.И., Ли И.П. Теория, электронная структура и физикохимия материалов катодов СВЧ приборов: Монография. М.: ИНФРА-М. 2020. 370 с.
6. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Москаленко С.О. // ЖТФ. 2020. Том 90, вып. 1. с. 161–170.

ВЛИЯНИЕ ВАКУУМНОГО СОСТОЯНИЯ НА АВТОЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА КПУ МАГНЕТРОНОВ С МГНОВЕННОЙ ГОТОВНОСТЬЮ

INFLUENCE OF THE VACUUM STATE ON THE FIELD EMISSION PROPERTIES OF THE CATHODE-HEATING UNIT OF MAGNETRONS WITH INSTANT READINESS

И.П.Ли, В.И.Капустин¹, А.В.Шуманов, Д.В.Бычков, Н.Е.Леденцова, А.А.Полунина, Ю.В.Поляков / i.li@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

I.P.Li, V.I.Kapustin, A.V.Shumanov, D.V.Bychkov, N.E.Ledentsova, A.A.Polunina, Y.V.Polyakov

АО «Плутон», Москва

¹МИРЭА-Российский технологический университет, Москва

Вакуумное состояние играет важную роль в работе электровакуумных СВЧ-приборов. Этот параметр оказывает определяющее влияние на эмиссионные свойства катодов в приборах, поэтому важно определить уровень максимально допустимого давления остаточных газов. В данной статье представлены результаты исследования влияния вакуумного состояния на автоэлектронную эмиссию катодов безнакальных магнетронов.

The vacuum state plays an important role in the operation of the electrovacuum microwave devices. This parameter has a decisive influence on the emission properties of cathodes in devices, that is why it is important to determine the level of maximum allowable pressure for cathodes. This article presents the results of the research of the vacuum state effect on the field emission of the cathodes of non-incandescent magnetrons.

Ключевые слова: безнакальные магнетроны, вакуумное состояние, эмиссионные свойства катодов.

Keywords: non-incandescent magnetrons, vacuum state, emission properties of cathodes.

ВВЕДЕНИЕ

АО «Плутон» занимается серийным выпуском магнетронов с безнакальным (б/н) запуском, которые представляют собой особую группу электровакуумных СВЧ-приборов и обладают огромным преимуществом перед другими магнетронами по времени готовности. В таких приборах ток автоэлектронной эмиссии (АЭЭ) с автоэмиссионного катода (АЭК) обеспечивает запуск магнетрона в режиме генерации, а ток вторичной электронной эмиссии с Pd-Ва вторично-эмиссионных катодов (ВЭК) – поддержание этой генерации. На рис. 1 схематически представлен узел «катод-анод» безнакального магнетрона, на котором обозначено: 1 — анодный блок, 2 — kern катода, 3 — технологический подогреватель, 4 — концевые экраны, 5 — автоэмиссионные катоды, представляющие собой танталовые кольца стандартной толщины, выступающие над поверхностью катода на 100–200 мкм, 6 — вторично-эмиссионные палладий-бариевые катоды [1].

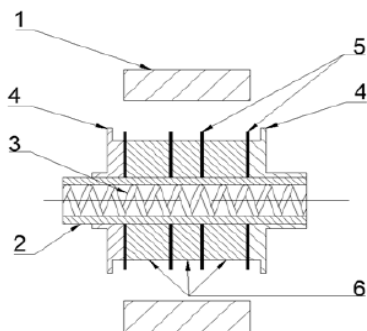


Рис. 1. Схема катодного узла безнакального магнетрона.

Долгое время считалось, что в качестве рабочей поверхности автоэмиссионных катодов выступают острые кромки Ta колец, которые в процессе активирования катода покрываются пленкой BaO, что, как следствие, снижает работу выхода электронов со значения 4,12 эВ (Ta) [2] до 2,1-2,3 эВ (BaO). На основании проведенных исследований в АО «Плутон» выяснилось, что на боковой поверхности танталовых АЭК в процессе активирования катода во время откачки и тренировки прибора происходит формирование системы палладиевых острий – вискерсов, частично или полностью покрытых BaO, обеспечивающее уровень автоэмиссии, достаточный для запуска прибора в режим генерации [3]. При этом уровень автоэлектронной эмиссии, как показали исследования, зависит от давления остаточных газов, в частности низкий вакуум способствует деградации автоэмиссионных свойств таких катодов. Поэтому исследования оценки влияния вакуумного состояния на автоэмиссионные характеристики катода являются актуальной и важной задачей, а результаты этих исследований необходимо учитывать при конструировании и выпуске магнетронов с б/н запуском.

ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В настоящей работе в высоковакуумной установке УИАС-1, показанной на рис. 2, проводилось экспериментальное исследование зависимости тока автоэлектронной эмиссии от значения давления остаточных газов в камере. Форвакуумная откачка помещённого в камеру анодного блока с катодно-подогревательным узлом (КПУ) магнетрона с мгновенной готовностью производилась пластинчато-роторным насосом с азотной ловушкой, либо безмасляными цеолитовыми насосами, а высоковакуумная - магниторазрядным насосом НМД-0,25 до давления в камере $\approx 3 \cdot 10^{-8}$ Торр. Контроль давления в камере осуществлялся магниторазрядным вакуумметром ПММ-32, размещенным непосредственно под образцом. Первоначально проводилось обезгаживание камеры с внешним нагревом стенок гибким ленточным нагревателем и выполнялся первоначальный замер автоэлектронной эмиссии. Далее происходило активирование катода в последующем режиме: $T_{\text{ярк}} = 960^\circ\text{C}$; $U_a = 100 \text{ В}$; $t = 120 \text{ мин}$, при давлении не хуже $5 \cdot 10^{-8}$ Торр. Измерение тока автоэмиссии производили высоковольтным импульсным источником с амплитудой импульса напряжения до - 5 кВ, длительностью импульса (изменяемая) – 0,5/1/6 мкс, скважностью – 1000. Регистрация значений U_a и I_{a0} по времени выполнялась на персональный компьютер в программном пакете Excel.

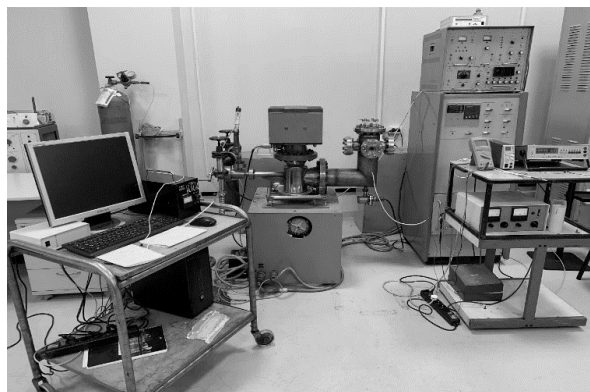


Рис. 2. Внешний вид установки для исследования автоэмиссионных свойств катодных материалов (УИАС-1).

Регулирование давления в камере осуществлялось частичным перекрытием клапана высоковакуумного насоса. Длительная регистрация импульсного значения $I_{aэ}$ производилась при подаче $U_a = 4500V$, при этом проводилась регистрация давления в камере по времени. График зависимости спада тока автоэлектронной эмиссии от давления остаточных газов и полученные значения представлены на рис. 3 и в табл. 1.

ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

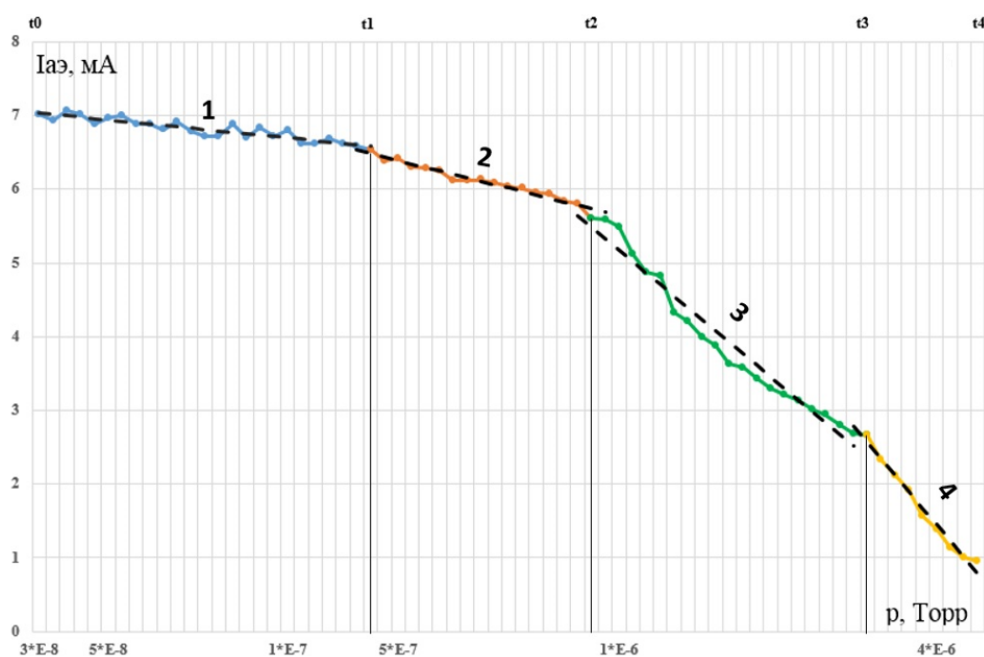


Рис. 3. Зависимость тока автоэлектронной эмиссии от давления в камере.

Таблица 1.

№	$I_{нач}, mA$	$I_{конеч}, mA$	$P_{нач}, Torr$	$P_{конеч}, Torr$	Время, сек	Уравнение линии тренда
1	7	6,5	$3,3 \cdot 10^{-8}$	$4,3 \cdot 10^{-7}$	51	$I = -0,0188 \cdot P + 7,0538$
2	6,5	5,6	$4,3 \cdot 10^{-7}$	$9,5 \cdot 10^{-7}$	21	$I = -0,0466 \cdot P + 7,6466$
3	5,6	2,6	$9,5 \cdot 10^{-7}$	$3,0 \cdot 10^{-6}$	140	$I = -0,1566 \cdot P + 11,909$
4	2,6	0,9	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$4,5 \cdot 10^{-6}$	748	$I = -0,2223 \cdot P + 16,129$

На рис. 3 видно, что характер спада тока автоэмиссии можно аппроксимировать 4 линейными участками в диапазоне давлений от $3 \cdot 10^{-8}$ до $4 \cdot 10^{-6}$ Торр. При этом в области давлений выше $1 \cdot 10^{-6}$ Торр наблюдалось резкое падение тока, что вероятно связано со сменой механизма «травящего» фактора. Для этого была проведена обработка ВАХ, снятых при различном давлении по методике [4], результаты которой представлены в координатах С и D на рис. 4. В области давлений $3 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^{-6}$ Торр происходило увеличение работы выхода ϕ и снижение коэффициента усиления поля β , вероятно, вследствие дрейфа и диффузии кислородных вакансий в ВаО в электрическом поле и полевого испарения вискероов, а в области $> 1 \cdot 10^{-6}$ Торр – происходило увеличение работы выхода ϕ и незначительное увеличение коэффициента усиления поля β , вероятно, вследствие работы механизма газовой адсорбции.

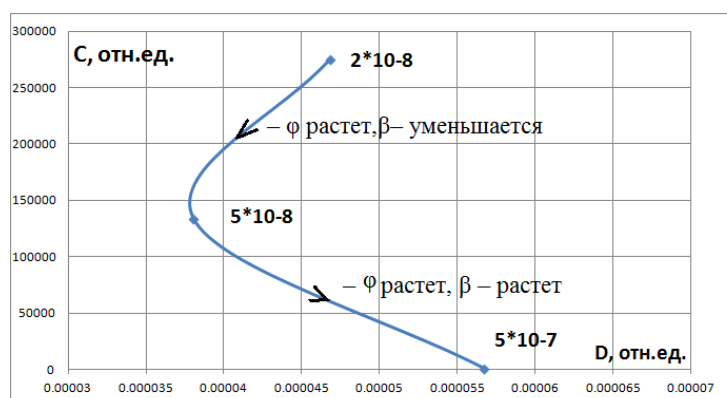


Рис. 4. Изменение параметров АЭК в системе координат С и D.

Во всех случаях, как видно из рис.4, при ухудшении вакуума происходит рост работы выхода и уменьшение плотности тока с АЭК, что соответствует теоретической модели [4].

Для проверки гипотезы о преобладающем влиянии механизма газовой адсорбции при давлении выше $1 \cdot 10^{-6}$, катод был повторно термически активирован при $T_{\text{ярк}} \approx 750^\circ\text{C}$ и $P = 3 \cdot 10^{-8}$ Торр, при этом автоэмиссионные свойства восстановились до уровня $\sim 70\%$ от начального значения. Известно [5], что при таких температурах роста вискероов не происходит, то есть происходит либо газовая десорбция с поверхности АЭК, либо покрытие поверхности АЭК барьером с последующим его окислением до нестехиометричного оксида, что при парциальном давлении $\text{O}_2 = 10^{-9}$ Торр и $T \approx 750^\circ\text{C}$ термодинамически разрешено [6].

Был также исследован характер спада $I_{\text{аэ}}$ по времени при различных постоянных значениях давления в камере. Проводилось 4 выдержки и во всех случаях активирование катода проходило по одинаковому режиму:

$$T_{\text{активир}} = 960^\circ\text{C}; U_{\text{а}} = 100 \text{ В}; t_{\text{активир}} = 120 \text{ мин}$$

Замер тока автоэлектронной эмиссии и длительная выдержка проводились при подаче импульсного напряжения амплитудой $U_{\text{а}} = 4500 \text{ В}$. Полученные результаты представлены на рис. 5 и таблице 2.

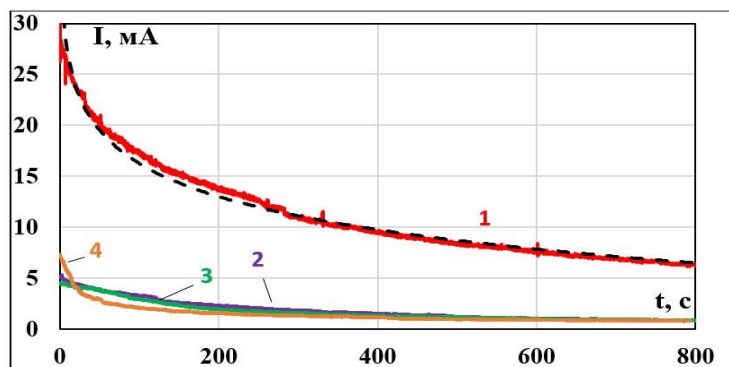


Рис. 5. Зависимость тока автоэлектронной эмиссии от времени выдержки для различных постоянных значений давления в камере.

Таблица 2.

№	$I_{нач},$ мА	$I_{конеч},$ мА	Время выдержки, мин	Давление в камере, Торр	Уравнение линии тренда
1	32	5,7	13	$3 \cdot 10^{-8}$	$I = -4,695 \ln(t) + 37,896$
2	5,1	0,8		$1 \cdot 10^{-7}$	$I = -0,981 \ln(t) + 7,4351$
3	4,5	0,8		$5 \cdot 10^{-7}$	-
4	7,3	0,8		$5 \cdot 10^{-6}$	$I = 14,354t^{0,423}$

Рис. 5 наглядно иллюстрирует спад тока автоэлектронной эмиссии при разных давлениях в камере при одном и том же времени выдержки. Как видно из таблицы 2, при выдержке 1 и 2 график функции $I(t)$ имеет логарифмическую зависимость, в 3 случае происходят переходные процессы, а в 4 случае график представляет собой степенную зависимость и имеет более резкий спад на начальном этапе выдержки.

ВЫВОДЫ

Проведены исследования зависимости $I_{ав}$ от вакуумного состояния. Предложено 2 механизма влияния давления остаточных газов на автоэмиссионные свойства катодов. Установлено, что в области давлений ниже $1 \cdot 10^{-7}$ Торр спад тока автоэмиссии от времени имеет логарифмическую зависимость, а в области давлений выше $1 \cdot 10^{-7}$ Торр - степенную. Определение характера спада тока автоэлектронной эмиссии может способствовать примерной оценке давления остаточных газов и послужить новым неразрушающим методом контроля вакуумного состояния в отпаянных приборах с безнакальным запуском.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ли И.П. Одновременное активирование автоэлектронного и вторично-эмиссионного катодов магнетрона с безнакальным запуском // Известия вузов. Электроника. — 2014. — Т. 30. — № 3 (107). — С. 30—36.
2. Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов // Киев. «Наукова думка» 1981. — С. 339.
3. Капустин В.И., Ли И.П. Теория, электронная структура и физикохимия материалов катодов СВЧ-приборов // Научная мысль. М. Инфра-М, 2020.
4. Ли И.П. Наноструктуры в палладий — бариевых катодах СВЧ-приборов // Электроника. Наука. Технологии. Бизнес. — 2018. — № 5. — С. 144—151.
5. Капустин В.И. Методика контроля параметров автоэлектронной эмиссии катодов магнетронов с холодным запуском // Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника». — М.: Новелла, 2018. — С. 324-329.
6. Куликов И.С. Термическая диссоциация соединений. М.: Металлургия, 1969. — 250 с.

ОСОБЕННОСТИ КОНСТРУКЦИИ ТРЁХМОДУЛЬНЫХ КПУ МАГНЕТРОНОВ С МГНОВЕННОЙ ГОТОВНОСТЬЮ

DESIGN FEATURES OF THREE-MODULE CATHODE HEATING UNITS OF MAGNETRONS WITH INSTANT READINESS

И.П.Ли¹, В.И.Капустин^{1,2}, Н.Е.Леденцова¹, А.В.Шуманов¹ / i.li@pluton.msk.ru, kapustin@mirea.ru

I.P.Li, V.I.Kapustin, N.E.Ledentsova, A.V.Shumanov

¹АО «Плутон», Москва

²МИРЭА - Российский технологический университет, Москва

Использование в магнетронах с мгновенной готовностью трёхмодульных катодно-подогревательных узлов (КПУ), состоящих из чередующихся вторично-эмиссионных катодов (ВЭК) и автоэмиссионных блоков (АЭБ), позволяет повысить стабильность и воспроизводимость электрических параметров приборов. Подобная конструкция КПУ может быть успешно использована при проектировании и производстве магнетронов с безнакальным запуском с импульсной мощностью до нескольких сотен кВт, что в десятки раз превышает мощность серийно выпускаемых магнетронов с безнакальным запуском.

The use of three-module cathode heating units in magnetrons with instant readiness makes it possible to increase the stability and reproducibility of the electrical parameters of devices. The similar design of cathode heating units can be successfully used in the production of magnetrons with a non-heating start with a pulse power of up to several hundred kilowatts.

Ключевые слова: катодно-подогревательный узел, термоэлектронная эмиссия, автоэлектронная эмиссия, вторично-электронная эмиссия, вискеры, кристаллиты окиси бария, металлопористые катоды, оксидно-никелевые катоды.

Keywords: cathode-heating unit, thermoelectronic emission, autoelectronic emission, secondary electron emission, whiskers, barium oxide crystallites, metal-porous cathodes, nickel-oxide cathodes.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Выпускаемые в настоящее время магнетроны с мгновенной готовностью отличаются сравнительно низкой, не более 20-25 кВт, импульсной мощностью генерируемых СВЧ колебаний. В этих приборах используются стандартные двухмодульные катодные узлы (рис. 1а), состоящие из чередующихся автоэлектронных и вторично-эмиссионных катодов [1-4]. Автоэлектронные катоды, ответственные за инициирование начала генерации, представляют собой шайбы из танталовой фольги. В качестве ВЭК в этих узлах применяются прессованные палладий-бариевые катоды, которые, наряду со своим основным предназначением, должны обеспечивать непрерывное, от импульса к импульсу, активирование автоэлектронных катодов. В магнетронах с подобной конструкцией КПУ вторично-эмиссионный катод подвергается бомбардировке обратными электронами, в результате чего могут происходить необратимые изменения как структуры, так и состава приповерхностного слоя эмитирующей поверхности, обуславливающие в совокупности деградацию эмиссионных свойств. Кроме этого, если энергия бомбардирующих электронов достаточно высока, то возможен перегрев катода и изменение его геометрических размеров. В связи с этим использование стандартной двухмодульной конструкции КПУ в мощных магнетронах с импульсной мощностью более 50 кВт может не обеспечить необходимую долговечность.

Для создания современных быстродействующих комплексов, предназначенных для локации и сопровождения высокоскоростных объектов (ракет, самолетов, беспилотников и др.) с большим радиусом действия, необходимы генераторы СВЧ колебаний с совершенно новыми тактико-техническими характеристиками, в частности малогабаритные магнетроны с мгновенной готовностью с импульсной мощностью в несколько сот киловатт. Время готовности серийно выпускаемых мощных магнетронов, в которых используются одномодульные КПУ (накаливаемые магнетроны), составляет 3-5 минут и более. Поэтому задача по созданию магнетронов с мгновенной готовностью с выходной мощностью более 100-150 кВт чрезвычайно актуальна и востребована. Однако стандартный подход к решению этой задачи за счёт конструирования нового типа прибора или усовершенствования конструкций действующих магнетронов, - трудоёмок и дорогостоящ.

Исследования, выполненные в последние годы сотрудниками Технического Центра «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон», показали, что подобная задача, впервые в мировой практике, может быть успешно решена в результате использования в серийно выпускаемых мощных магнетронах с накаливаемым катодом, уникальной по своей сути, конструкции катодного узла: трёхмодульного КПУ, работа которого основана на сочетании трёх видов эмиссии: термоэмиссионной; автоэлектронной и вторично-эмиссионной. Для трёхмодульной конструкции КПУ введены следующие определения: АЭК - первый модуль; активатор АЭК - второй модуль и ВЭК - третий модуль. Принципиальной особенностью трёхмодульного КПУ (рис. 1б) является разделение катода на два функциональных элемента, каждый из которых выполняет вполне определённую, конкретную роль. Одним из элементов конструкции КПУ является автоэмиссионный блок (рис. 1в), состоящий из автоэлектронного катода, по обе стороны которого симметрично размещены активаторы АЭК, а вторым функциональным элементом является высокоэффективный вторично-эмиссионный катод. При этом АЭБ служит источником первичных электронов, инициирующих начало генерации магнетрона, а ВЭК, благодаря своим свойствам, обеспечивает поддержание режима генерации на протяжении всего срока службы прибора. Автоэлектронный катод выполнен из танталовой фольги, а активаторы изготавливаются, например, прессованием и спеканием порошка палладия или смеси порошков палладия с фазой Pd₅Va. В качестве ВЭК могут быть использованы различные типы эффективных катодов, имеющих высокую формоустойчивость, стабильные термо- и вторично-эмиссионные свойства с $\sigma_{\max} \geq 2,5-3,0$, достаточную устойчивость к воздействию обратной электронной бомбардировки, диапазон рабочей температуры в пределах 900-1050°C и др. Предложенная конструкция трёхмодульного КПУ состоит из чередующихся автоэмиссионных блоков и вторично-эмиссионных катодов, причём оптимальное расстояние между АЭБ должно быть в пределах 0,5...1,0 мм.

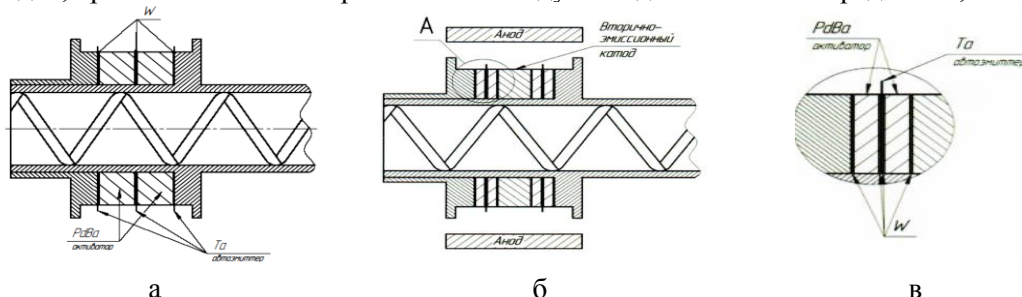


Рис. 1. Схематическое изображение конструкции двухмодульного КПУ (а), трёхмодульного КПУ (б) и конструкции АЭБ (в).

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ОСОБЕННОСТИ РАБОТЫ АЭБ

Стабильность работы автоэмиссионного блока основана на эмиссии электронов с активированных кристаллитами окиси бария палладиевых вискероов, сформированных на торцевой поверхности АЭК в результате специального активирования КПУ в электрическом поле [5-10].

Исследования, выполненные в макетах магнетронов и в приборах электронной микроскопии, подтвердили, что ток автоэлектронной эмиссии преимущественно формируется за счёт тока эмиссии с палладиевых вискеро́в, образующихся на торцевой поверхности АЭК во время активирования КПУ. На рис. 2 приведена микрофотография структуры вискеро́в на поверхности АЭК, а на рис. 3 – распределение интенсивности сигналов тантала, бария и палладия на торцевой поверхности, полученное методом рентгенофлуоресцентного анализа при различных значениях энергии электронов зондирующего пучка. С увеличением энергии зондирующих электронов возрастает интенсивность сигнала тантала с одновременным уменьшением сигнала палладия и бария, что свидетельствует о палладиевой природе вискеро́в.

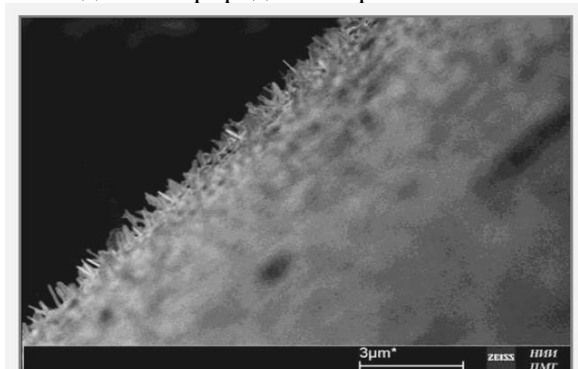


Рис. 2. Микрофотография фрагмента АЭК с вискеро́ми.

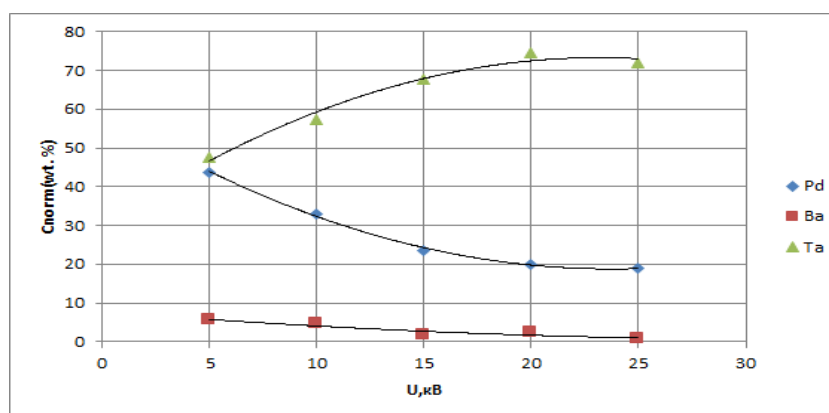


Рис. 3. Распределение интенсивности сигналов палладия, бария и тантала на поверхности АЭК при различных энергиях электронов.

Оценка эмиссионной способности АЭБ проводилась с помощью специального импульсного высоковольтного источника питания, работающего в следующих режимах: амплитудное значение $U_a = 5,0$ кВ; скважность $Q = 1000$; скорость линейной развёртки высоковольтного напряжения 200 В/с; длительность импульса напряжения дискретная: $\tau = 0,5; 1; 6$ мкс.

Измерение тока автоэлектронной эмиссии проводилось с использованием электрической схемы (установки), показанной на рис. 4, а типичная вольтамперная характеристика (ВАХ) магнетрона приведена на рис. 5.

Оценка стабильности автоэмиссионных свойств трёхмодульного КПУ проводилась измерением величины спада тока эмиссии при фиксированном напряжении, например, при

$U_a = 4,5$ кВ (рис. 6).

На рис. 7 приведены графики скорости спада тока эмиссии трёхмодульного (1) и двухмодульного КПУ (2).

Из анализа характеристик, приведённых на рис. 6 и 7 следует, что трёхмодульные КПУ в сравнении с двухмодульными узлами имеют явное преимущество. В частности, при прочих равных условиях, скорость спада тока автоэлектронной эмиссии у трёхмодульного КПУ происходит в 6 раз медленнее, чем у двухмодульного, а уровень тока автоэлектронной эмиссии в характеристической точке у этого узла более, чем в два раза превосходит аналогичный параметр у своего визави.



Рис. 4. Электрическая схема для измерения тока автоэлектронной эмиссии

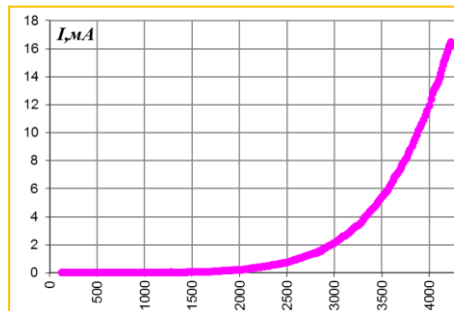


Рис. 5. Типичная вольтамперная характеристика магнетрона

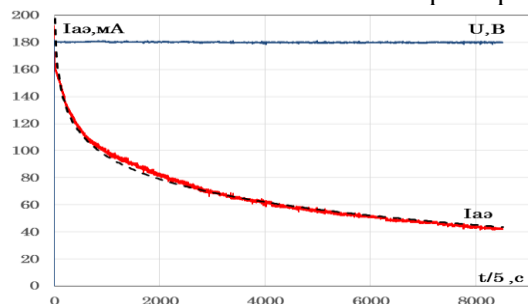


Рис. 6. Зависимость спада тока автоэлектронной эмиссии трёхмодульного КПУ от длительности токосъёма при постоянном напряжении $U_a = 4500 \pm 20$ В

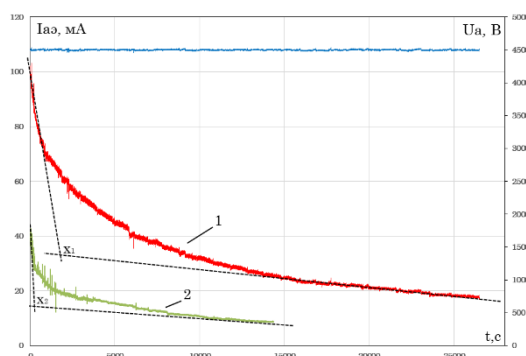


Рис. 7. Сравнительные графики спада тока автоэлектронной эмиссии от времени: 1 – трёхмодульный КПУ; 2 – двухмодульный КПУ. Координаты характеристических точек: $x_1 [t \sim 2000 \text{ с}; I_{aэ} \sim 37 \text{ mA}]$; $x_2 [t \sim 300 \text{ с}; I_{aэ} \sim 17 \text{ mA}]$

ВТОРИЧНО-ЭМИССИОННЫЙ КАТОД

В качестве ВЭК в трёхмодульных КПУ, помимо палладий-бариевых катодов, могут быть использованы платина-бариевые катоды, металлопористые пропитанные или прессованные вольфрам-алюминатные катоды (МПК), аналогичные катоды, обработанные

импульсными потоками плазмы, прессованные оксидно-никелевые катоды (ПОНК) с агломерированным эмиссионно-активным компонентом [6], технология изготовления которых не предусматривает использование связующих на основе органических соединений и др.

При этом, следует отметить, что если у стандартного двухмодульного КПУ с палладий-бариевым ВЭК предельно допустимая температура не превышает 950-970°C, то у трёхмодульного КПУ температура может быть увеличена до 1050-1070°C. Это объясняется тем, что у трёхмодульного КПУ в качестве материала вторично-эмиссионного катода используются соединения, обладающие высокой формоустойчивостью, а изменение геометрических размеров активатора, вплоть до 5-7 %, не влечёт за собой ухудшения электрических параметров магнетронов. Это важнейшее свойство трёхмодульных КПУ позволяет проводить полноценное активирование катодных узлов, в которых в качестве третьего модуля используются МПК, ПОНК или другие типы ВЭК.

АПРОБАЦИЯ ТРЕХМОДУЛЬНЫХ КПУ В МАГНЕТРОНАХ

Технология изготовления компонентов и порядок сборки трёхмодульного КПУ для различных типов магнетронов являются стандартными.

Для исследовательских работ были изготовлены 2 прибора 2-3 сантиметрового диапазонов длин волн на основе безнакального магнетрона со стандартным двухмодульным КПУ с номинальной импульсной мощностью 7,5-8,0 кВт. В качестве АЭК использовали шайбы из танталовой фольги стандартной толщины, а активаторы толщиной 0,2 мм были изготовлены методами порошковой технологии из смеси порошков палладия и фазы Pd₅Va с концентрацией Va ~ 2 % вес. Вторично-эмиссионный модуль катода был изготовлен из пористого вольфрама с пористостью 28±1 %, пропитанного алюминатом состава 3BaO·0,5CaO·Al₂O₃, полученным методом совместного осаждения. В результате испытания приборов на соответствие требованиям приёмо-сдаточных испытаний (ПСИ) получены следующие результаты: импульсная мощность 9,5 кВт (у первого прибора) и 9,7 кВт (у второго прибора), флуктуации СВЧ колебаний - менее 1%. Полученные параметры приборов полностью соответствуют требованиям ПСИ.

Для оценки возможности создания мощных магнетронов с безнакальным запуском был изготовлен экспериментальный прибор на основе накаливаемого магнетрона с металлопористым одномодульным катодом с номинальной импульсной мощностью 110-150 кВт, в котором накаливаемый МПК был заменён на трёхмодульный КПУ. В этом узле использовались активаторы из сплава ПдБ-2. В качестве ВЭК также использовались металлопористые вольфрам-алюминатные эмиттеры. При исследовании электрических параметров были получены следующие результаты: время готовности менее 0,5 с; импульсная мощность P = 65 - 70 кВт; полное отсутствие двоений спектра СВЧ колебаний; безнакальный запуск прибора в режим генерации на холоде при температуре T = - 60°C.

При увеличении анодного напряжения до номинального значения импульсная мощность увеличилась до 140 кВт, однако при этом появились двоения спектра СВЧ колебаний. Причиной этого нежелательного фактора являлась недостаточная температура катода, нагрев которого, при отсутствии накала подогревателя, обеспечивается только лишь его бомбардировкой обратными электронами. На основании анализа конструкции и технологии изготовления КПУ эту проблему можно разрешить, например, путём снижения тепловых потерь за счёт введения тепловых развязок на керне катода, или замены МПК на высокоэффективный прессованный агломерированный оксидно-никелевый катод.

ВЫВОДЫ

Полученные результаты подтвердили принципиальную возможность создания линейки малогабаритных магнетронов с безнакальным запуском с широким диапазоном импульсной мощности (от десятков до нескольких сотен кВт) без какой-либо существенной переработки или модернизации конструкции приборов путём замены используемых в магнетронах катодно-подогревательных узлов на трёхмодульные КПУ с определённым подбором модулей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ли И.П., Дюбуа Б.Ч., Каширина Н.В., Комиссарчик С.В., Лифанов Н.Д., Зыбин М.Н. Магнетрон с безнакальным катодом: Патент РФ № 2380784 // Приоритет от 24 октября 2008 г.
2. Ли И.П., Поливникова О.В. Прессованный металлосплавной палладий-бариевый катод // Электронная техника. Серия 1. СВЧ-техника. Вып. 1 (512). 2012. С. 21-24.
3. Ли И.П. Особенности создания источников электронов магнетронных приборов с мгновенным временем готовности для современных электронных систем // Электромагнитные волны и электронные системы. 2020. Т.25, №3. С.14-19.
4. Ли И.П., Петров В.С., Поляков В.С., Силаев А.Д., Харитонов Н.Е., Минин А.А., Гайдар А.И. Одновременное активирование автоэлектронного и вторично-эмиссионного катодов магнетрона с безнакальным запуском // Известия вузов. Электроника. № 3 (107). 2014. С. 30-37.
5. Ли И.П. Наноструктуры в палладий - бариевых катодах СВЧ приборов // Электроника: Наука. Технологии. Бизнес. № 5. 2018. С. 144-151.
6. Леденцова Н.Е., Ли И.П. Исследование возможности создания прессованных оксидно-никелевых катодов для магнетронов сантиметрового диапазона длин волн // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения: Материалы Международной научно-технической конференции «Intermatic-2014». М: МГТУ МИРЭА, 2014, ч. 3. С. 156-158

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ МАГНЕТРОНОВ С БЕЗНАКАЛЬНЫМ ЗАПУСКОМ

SOME FEATURES OF THE FUNCTIONING OF MAGNETRONS WITH INITIAL START

В.А.Мельников, С.А.Платонов, И.П.Ли, Ю.В.Поляков

V.A.Melnikov, S.A.Platonov, I.P.Li, Y.V.Polyakov

АО «Плутон», Москва

Более детальное изучение механизмов работы магнетронов с «холодным» катодом, в том числе с использованием практических результатов применения в АО «Плутон», позволит выработать рекомендации по конструированию и использованию источников питания и модуляторов для повышения качества, надежности и долговечности комплексов на основе магнетрона с безнакальным запуском.

A more detailed study of the mechanisms of operation of magnetrons with a "cold" cathode, including using the practical results of application in JSC "Pluton", will allow to develop recommendations for the design and use of power sources and modulators to improve the quality, reliability and durability of complexes based on a magnetron with an initial launch.

Ключевые слова: магнетрон с «холодным» катодом, магнетрон с безнакальным запуском, модулятор, импульсный источник питания.

Key words: magnetron with a "cold" cathode, magnetron with an initial launch, modulators, switching power supply.

При разработке импульсных магнетронов особую сложность занимают расчеты и эксперименты, связанные с предгенерационным режимом работы. От процессов возбуждения рабочего вида колебаний на фронте и стабильности поддержания генерации в течение всего модулирующего импульса зависит качество характеристик магнетрона и сохранение параметров в течение всего срока службы. Важным фактором, влияющим на работоспособность магнетрона, является обеспечение требуемых условий возбуждения колебаний в магнетроне со стороны источника питания и модулятора. Особый интерес представляют особенности функционирования комплекса источника питания, модулятора и безнакального магнетрона.

В настоящее время известен безнакальный магнетрон [2, 3], процесс ввода в режим генерации в котором происходит без подачи напряжения накала за счет подачи анодного напряжения. Единственным разработчиком и изготовителем безнакальных магнетронов является АО «Плутон». Применение безнакальных магнетронов в современных радиолокационных станциях различного назначения обусловлено следующими преимуществами: большая (до 10000 часов и более) долговечность, практически мгновенный (до 0,5 с) запуск прибора, меньшая стоимость передатчика по сравнению с дорогостоящими электровакуумными усилителями, малые массы и габариты приборов. Поэтому вопросы, связанные с повышением качества и надежности комплексов с использованием безнакальных магнетронов, являются актуальными как для используемых в настоящее время систем, так и для создания перспективных образцов с улучшенными характеристиками.

Катод безнакального магнетрона представляет собой чередующиеся эмиттеры двух типов:

- первый тип эмиттеров - автоэлектронный катод (далее - АЭК), обеспечивает запуск магнетрона за счет туннельного эффекта электронов с острий [3] и наноструктурных элементов – вискерсов [4]. Такие электроны принято называть первичными. Материал АЭК – тугоплавкие материалы толщиной несколько микрон.

- второй тип эмиттеров - вторичноэмиссионный катод (далее – ВЭК), обеспечивает поддержание режима генерации [3] за счет обратной бомбардировки поверхности электронами (первичными и вторичными). ВЭК изготавливается преимущественно методами порошковой металлургии из смеси металлов платиновой группы (платина, палладий) и интерметаллических соединений, например, палладия с барием [5]. Еще одна важная функция ВЭК – активирование АЭК и, собственно, ВЭК путем диффузии и массопереноса активного компонента бария на поверхности АЭК и ВЭК с целью уменьшения работы выхода электронов.

В литературе подробно рассмотрены явления, происходящие в начальный момент времени подачи анодного напряжения. Например, в [1] при рассмотрении предгенерационных явлений указано, «что при повышении анодного напряжения достигается точка, в которой обратная бомбардировка и анодный ток начинают одновременно». Далее мощность обратной бомбардировки быстро (единицы наносекунд) возрастает до максимального значения при увеличении анодного напряжения. Указанные явления подробно описаны в литературных источниках для магнетронов с термокатодом. Учитывая использование безнакальных магнетронов в современных и перспективных радиолокационных системах, представляет интерес подробнее рассмотреть предгенерационные явления данного типа электровакуумных приборов с последующей оценкой режима генерации. В результате исследования возможно выработать рекомендации по оптимальным режимам работы безнакального магнетрона с целью их реализации при разработке источников питания импульсного напряжения.

Рассмотрим физические явления, происходящие на различных участках импульса модулирующего напряжения на примере одного из безнакальных магнетронов 2-см диапазона длин волн коаксиальной конструкции с максимальным напряжением анода 4,75 кВ, импульсным током 1,5 А и минимальной импульсной мощностью 1,5 кВт. Работа магнетрона обеспечивается модулятором с импульсным трансформатором. Осциллограмма импульса модулирующего напряжения, импульса тока и огибающей высокочастотного (далее – ВЧ) импульса представлена на рис. 1. Методами математического моделирования, из импульса тока вычтена емкостная составляющая, все импульсы синхронизированы по времени. Напряжение работы магнетрона не превышает установленный уровень для генерации на основном виде колебаний. Детектирование импульса напряжения проводилось с помощью делителя напряжения типа АСА-6039, импульса тока с помощью датчика тока ТСР2020.

Из осциллограммы рис.1 очевидно, что при достижении напряжения порогового значения $U_{0h} = \frac{\omega_c B (r_a^2 - r_k^2)}{2} - \frac{1}{2} \frac{m}{e} \omega_c^2 r_a^2$, где ω_c – угловая частота движения ВЧ поля, B – индукция постоянного магнитного поля, r_a – радиус анода, r_k – радиус АЭК [6], начинается протекание тока через магнетрон (участок а-б). В этот момент времени огибающая радиоимпульса не детектируется, что может говорить о природе возникшего тока. Действительно, в момент времени, когда энергия электрического поля достаточна, начинается процесс протекания автоэмиссионного тока из АЭК. В [6] указано, что пороговое напряжение U_{0h} больше напряжения анода U_{01} . Напряжение U_{01} соответствует скорости ω_c электронов на границе объемно-пространственного заряда. Таким образом, из [6] можно сделать вывод, что объемно-пространственный заряд (далее – ОПЗ) уже сформирован до начала протекания тока. Однако, соотношение $U_{0h} > U_{01}$ рассчитано для накаливаемых магнетронов. Механизм формирования ОПЗ для безнакального магнетрона требует более детального описания и экспериментального подтверждения. На участке а-б (рис.1) вероятнее всего происходит наведение первичным током заряда на концах ламелей [7], что приводит к возбуждению колебаний в анодно-резонаторной системе и

возникновению ВЧ поля, «провисание» которого в пространство между катодом и анодом [8] способствует изменению траекторий движения электронов с АЭК. Изменение траекторий приводит к повышению интенсивности электронной бомбардировки ВЭК, накоплению объемно-пространственного заряда и началу генерации магнетрона. Это предположение подтверждается участком б-в осциллограммы рис. 1: увеличение скорости нарастания активного тока магнетрона при наличии ВЧ поля и появление огибающей ВЧ импульса. Далее, на участке в-г происходит генерация ВЧ колебаний, магнетрон имеет конечное сопротивление.

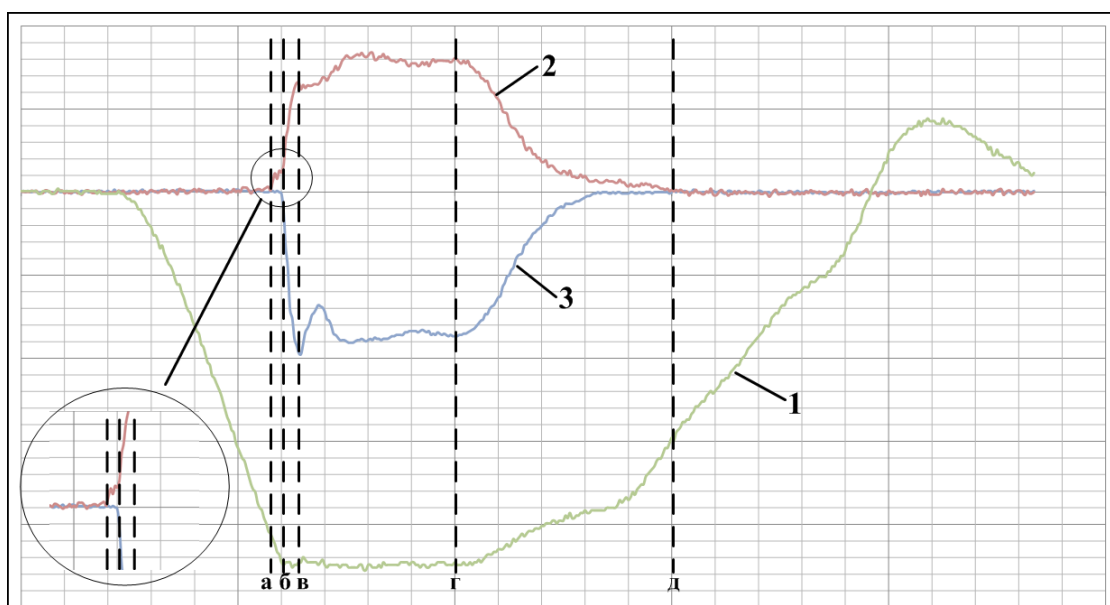


Рис. 1. Осциллограмма импульсов напряжения (1), тока (2) и огибающей ВЧ импульса (3).

Одним из основных факторов продолжительной безотказной работы безнакального магнетрона является обеспечение максимально быстрого прекращения генерации и протекания активного тока через магнетрон путем снятия анодного напряжения. В некоторых случаях, схемотехнические решения источников питания приводят к тому, что с прекращением генерации достаточно длительное время (до 100 – 150 нс.) сохраняется анодное напряжение (рис. 1, участок г-д), что приводит к возникновению процессов, характерных для предгенерационного режима, но более длительных по времени (до 10 раз): протекание автоэлектронного тока в отсутствие ОПЗ. Эта характеристика безнакального магнетрона определяется параметром скоса модулирующего импульса, обычно не превышающего 3 – 4 %. Продолжительное воздействие электрического поля, не предусмотренное режимом работы безнакального магнетрона, приводит к повышению температуры поверхности АЭК. ОПЗ несёт важную функцию по экранировке АЭК [3] в процессе генерации безнакального магнетрона, для чего размеры АЭК должны быть сопоставимы с диаметром втулки ОПЗ. В случае отсутствия такой экранировки, например, при уменьшении напряжения от расчетного значения, происходит постоянное протекание автоэмиссионного тока и бомбардировка поверхности АЭК ионами остаточных газов. Эти факторы приводят к дополнительному разогреву АЭК и разрушению автоэмиссионных центров на кромке и боковой поверхности АЭК. Происходит интенсивная деградация автоэмиссионных свойств во времени, что приводит к увеличению времени для накопления ОПЗ с последующим увеличением флуктуаций тока и огибающей радиоимпульса, вплоть до пропусков импульсов и отсутствию генерации. Это подтверждается осциллограммами (Рис. 2), снятыми в исследуемом магнетроне с тем же модулятором. Схемотехника используемого модулятора

с частичным разрядом ёмкости и импульсным трансформатором допускает превышение максимально допустимого анодного напряжения.

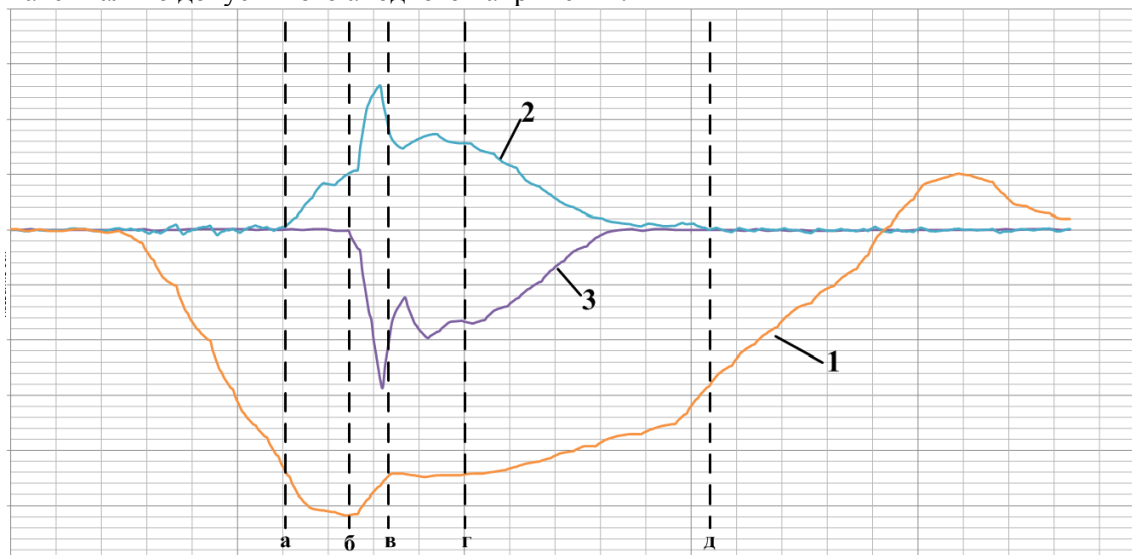


Рис. 2. Осциллограмма импульсов напряжения (1), тока (2) и огибающей ВЧ импульса (3) при превышении напряжения допустимого значения.

До установления колебаний, магнетрон имеет очень высокое внутреннее сопротивление, в результате чего анодное напряжение в начале импульса может быстро достичь увеличенной величины [8]. Участок а-б рис. 2 показывает, что превышение напряжения разрешенного значения на 15% привело к более длительному времени протекания первичного тока (в 4 раза), а значит и к более длительному времени воздействия электрического поля на АЭК, что негативно влияет на эмиссионные характеристики. Нарастание тока на участке б-в происходит одновременно с ростом огибающей ВЧ импульса. Протекание первичного тока при повышенном значении анодного напряжения приводит к дополнительному разогреву АЭК в процессе автоэмиссии и активной бомбардировке АЭК ионами в отсутствие экранирующего действия ОПЗ. Увеличение тока магнетрона происходит до тех пор, пока не настанет область устойчивых колебаний в-г. Участок г-д аналогичен приведенному на рис. 1.

Исходя из изложенных особенностей предгенерационного режима работы магнетронов с безнакальным запуском, а также учитывая многолетний опыт разработки и производства приборов подобного класса в АО «Плутон», следует важнейшее условие их функционирования: не допускается превышение амплитуды на фронте и превышения скоса импульса модулирующего напряжения. Выполнение указанных условий позволяет обеспечить требуемые характеристики безнакальных магнетронов и надежную эксплуатацию в течение всего срока службы, что может составлять более 10000 часов наработки. Эту особенность работы безнакальных магнетронов необходимо учитывать при разработке систем импульсного электрического питания аппаратуры применения и комплексированных изделий на их основе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Cross-Field Microwave Devices, Vol. 1, Principal Elements of Crossed-Field Devices, editor in chief E. Okress, 1961; pages 163 – 165.
2. Копылов М.Ф. и др. Авторское свидетельство № 1780444. Приоритет в СССР от 23.10.77 г.
3. Пипко Ю.А., Семенов Л.А., Галактионова И.А., Еремеева Г.А., Есаулов Н.П., Ильин В.Н., Марголис Л.М. Патент № 2019877 «Магнетрон с безнакальным катодом». Предприятие «Плутон», дата подачи заявки 17.04.1991 г.

4. Ли И.П. «Наноструктуры в палладий-бариевых катодах СВЧ-приборов», «Электроника. Наука, технология, бизнес», № 5, 2018 год, с. 144-151.
5. Патент РФ № 2380784. Магнетрон с безнакальным катодом // Ли. И.П., Дюбуа Б.Ч. и др. Приоритет от 24 октября 2008 г.
6. Бычков С.И. «Вопросы теории и практического применения приборов магнетронного типа», издательство «Советское радио», 1967 г., стр. 20 -24.
7. «Microwave Magnetrons», перевод с английского под редакцией С.А. Зусмановского, издательство «Советское радио», Москва, 1950 год, с. 29 – 30.
8. Лебедев И.В. «Техника и приборы сверхвысоких частот». Том II, Издательство энергия, 1964 год, с. 372 – 399, 449.

ОСОБЕННОСТИ РАБОТЫ ИМПУЛЬСНЫХ МОДУЛЯТОРОВ С МАГНЕТРОНАМИ С БЕЗНАКАЛЬНЫМ ЗАПУСКОМ

FEATURES OF OPERATION OF PULSE MODULATORS WITH MAGNETRONS WITH COLD CATHODE

В.А.Мельников, С.А.Платонов, И.П.Ли, Ю.В.Поляков. s.platonov@pluton.msk.ru

V.A.Melnikov, S.A.Platonov, I.P.Li, Y.V.Polyakov.

АО «Плутон», Москва

В статье рассмотрены особенности работы модуляторов на основе импульсных трансформаторов с магнетронами с безнакальным запуском. Отмечена высокая надёжность работы таких магнетронов при обеспечении требований по параметрам модулирующего импульса. Дается рекомендация по применению современных твердотельных модуляторов без импульсных трансформаторов.

The article discusses the features of the operation of modulators based on pulse transformers with magnetrons with cold cathode. The high reliability of the operation of such magnetrons is noted when meeting the requirements for the parameters of the modulating pulse. A recommendation is given for the use of modern solid-state modulators without pulse transformers.

Ключевые слова: безнакальный магнетрон, твердотельный модулятор.

Key words: magnetron with cold cathode, solid-state modulator.

В настоящее время требования к информативности радиолокационных систем (РЛС) стремительно увеличиваются. За счёт совершенствования ЭКБ появляется возможность формировать радиолокационные сигналы методом прямого цифрового синтеза с последующей цифровой обработкой отраженных от целей сигналов. В случае необходимости обеспечения большой дальности работы РЛС в таких схемах требуется использовать весьма дорогостоящий усилитель СВЧ сигналов (твердотельный или электровакуумный). Однако, во многих применениях, таких как метеолокаторы, локаторы обзора окружающего пространства и т.п., по прежнему целесообразно использование простых РЛС на основе сравнительно дешёвых магнетронных передатчиков импульсного действия. Одним из существенных недостатков таких передатчиков является небольшой срок службы магнетронов.

В настоящее время в АО «Плутон» серийно выпускается линейка безнакальных магнетронов, работающих в диапазонах длин волн 3 см, 2 см и 8 мм, с наработкой от 500 часов до 10000 часов. Отдельные образцы приборов сохраняют работоспособность в течение 20000 часов и более. Конструкция безнакальных магнетронов позволяет обеспечить значительную для электровакуумных приборов (ЭВП) наработку до отказа. Однако для обеспечения высокой наработки требуется выполнить ряд требований по параметрам питающих импульсов напряжения.

Как правило, в схемах импульсных модуляторов магнетронных передатчиков используется хорошо зарекомендовавшая себя схема с частичным разрядом накопительной ёмкости и импульсным трансформатором (ИТ) (рисунок 1). В таких схемах источник сравнительно невысокого напряжения ($U_{ИП}$), от 100 до 1000 В, в паузах между импульсами заряжает накопительный конденсатор ($C_{НАК}$), во время импульса транзисторный коммутатор (K_1) подключает накопитель к первичной обмотке импульсного трансформатора (T_1) на выходе которого формируются импульсы напряжения требуемой величины 1,5-15 кВ.

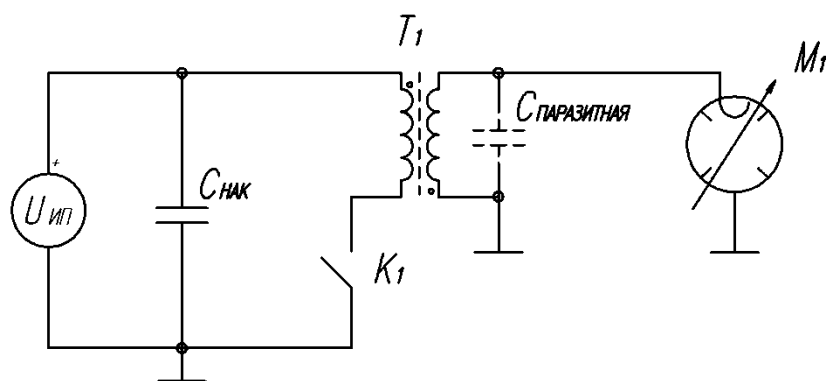


Рис. 1. Схема модулятора с частичным разрядом накопительной ёмкости и ИТ.

Такие схемы просты в реализации, используют малое количество комплектующих элементов и, как следствие, имеют малую стоимость. При этом такие схемы не лишены недостатков:

- использование импульсного трансформатора может приводить к существенным искажениям формы модулирующего импульса;
- в случае пропуска импульса магнетроном или при задержке запуска магнетрона появляются выбросы напряжения;
- из-за наличия индуктивности рассеяния обмоток трансформатора «затягивается» тыл импульса;
- сложно изменять длительность импульса из-за возможности насыщения сердечника ИТ.

Безнакальные магнетроны принципиально отличаются от традиционных, накаливаемых магнетронов. В них процесс запуска можно условно разделить на две стадии: появление первичного тока автоэмиссионного катода (АЭК) и начало формирования СВЧ колебаний; формирование вторичного тока за счёт обратной бомбардировки вторичноэмиссионного катода (ВЭК) и формирование основной части СВЧ импульса. Следует отметить, что невозможно задать точного момента запуска магнетрона так как: 1) образование тока АЭК происходит из локальных неоднородностей на поверхности АЭК и имеет случайный характер; 2) накопление пространственного заряда происходит во время каждого импульса и требует некоторого времени, зависящего от многих параметров, не поддающихся точному контролю; 3) процесс возбуждения СВЧ колебаний также носит случайный характер. Запуск безнакального магнетрона, то есть появление на выходе номинальной мощности, происходит в течение некоторого времени, которое для 3 см приборов составляет 50-250 нс, для 2 см приборов 30-200 нс, для 8 мм

приборов 10-100 нс от момента формирования на магнетроне напряжения, достаточного для протекания тока АЭК. Учитывая вышесказанное, следует отметить, что безнакальным магнетронам свойственна некоторая задержка появления СВЧ колебаний относительно фронта модулирующего импульса. Эта задержка может изменяться случайным образом от импульса к импульсу и характеризуется величиной флюктуации переднего фронта огибающей ВЧ импульса. Этот параметр нормируется в технических условиях на магнетроны и измеряется по ОСТ 11 0354-86. Как правило, среднеквадратичная величина флюктуаций не превышает 5-10 нс.

Рассмотрим работу схемы модулятора с импульсным трансформатором. Типовые эпюры импульсов модулирующего напряжения, тока магнетрона и огибающей ВЧ импульса для таких схем приведены на рисунках 2 и 3.

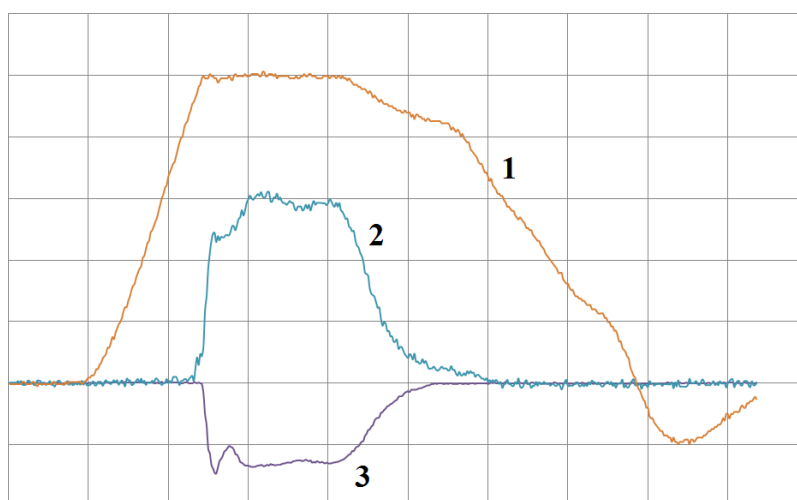


Рис. 2. Эпюры импульсов: 1) модулирующего напряжения; 2) тока магнетрона (за вычетом тока паразитной емкости магнетрона); 3) огибающей ВЧ импульса.

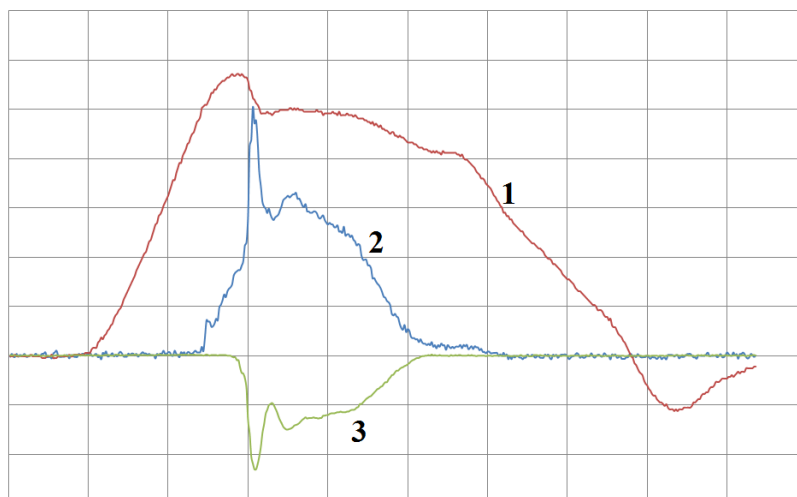


Рис. 3. Эпюры импульсов при появлении флюктуации ВЧ огибающей.

В момент замыкания коммутатора (K_1) через первичную обмотку ИТ начинает протекать ток намагничивания и ток заряда паразитных ёмкостей ($C_{\text{ПАЗАРИТНАЯ}}$). Напряжения на выходе ИТ увеличивается. Одновременно происходит накопление энергии в индуктивностях рассеяния первичной и вторичной обмотки трансформатора. При малых напряжениях, прикладываемых к магнетрону, активный ток через него практически

отсутствует [1], его активное сопротивление стремится к ∞ - ИТ нагружен на несогласованную нагрузку.

При напряжении на катоде порядка 0,8-0,9 от номинального значения появляются условия для протекания тока АЭК. Величина тока АЭК при этом, как правило, составляет 0,05-0,1 от номинального тока магнетрона. На этом участке напряжения ИТ всё ещё находится в рассогласованном режиме. При достижении напряжением номинального значения, ток магнетрона резко возрастает до номинального значения – ИТ переходит в согласованный режим работы (см. рисунок 2).

При наличии флюктуаций фронта ВЧ импульса ИТ не переходит в режим согласования, сопротивление магнетрона остаётся повышенным относительно номинала, в результате [2] появляются броски напряжения (см. рисунок 3). К моменту, когда в магнетроне сформируются СВЧ колебания и через него начнет протекать ток, напряжение между катодом и анодом может превысить допустимые значения. Как правило, для магнетронов допускаются броски напряжения не более 3% от U_a . Как показано в [2], при рассогласовании ИТ броски напряжения могут достигать 10% и более. Запуск магнетрона при повышенном напряжении приводит к тому, что через катод магнетрона начинает протекать увеличенный ток. Это может приводить к локальным перегревам катода, ухудшению вакуума, деградации АЭК и выходу его из строя. Также, при напряжении на 10% выше номинального значения возможно возбуждение паразитных видов колебаний или полный срыв колебаний, что приводит к неустойчивой работе магнетрона. При дальнейшем увеличении напряжения возникают пробои, которые неминуемо приводят к деградации катода и его быстрому выходу из строя.

После окончания импульса ключ (K_1) размыкается, ток через него прекращается. Однако энергия, накопленная в паразитных индуктивностях ИТ, не может рассеяться мгновенно. За счёт ЭДС самоиндукции протекание тока через магнетрон прекращается не мгновенно, а со скоростью, определяемой активным током магнетрона и параметрами паразитных элементов ИТ. На спаде импульса напряжения и тока появляется характерный «пьедестал» (см. рисунок 2 и 3). В это время ток магнетрона преимущественно обеспечивает АЭК, при этом экранирующее действие пространственного заряда практически отсутствует – АЭК подвергается бомбардировке ионами остаточных газов, что приводит к его деградации. Также к негативным факторам, обусловленным такой формой спада импульса, можно отнести: фактическое удлинение модулирующего импульса, появление СВЧ «фона», обеспечиваемого протеканием малых токов при напряжении на магнетроне выше порога возбуждения, который уменьшает минимальное расстояние обнаружение целей.

Описанные выше процессы характерны не только для магнетронов с безнакальным запуском. В схемах аналогичных рис. 1 с накаливаемыми магнетронами также проявляются указанные особенности работы ИТ, однако в этом случае негативные последствия оказываются не столь разрушительны, как в магнетронах с АЭК. Независимо от выбранной схемы или типа ЭВП недопустимо появление бросков напряжения, превышающих установленные требования. С целью устранения возможности появления бросков напряжения следует вводить в схему ограничители напряжения и цепи формирования фронта импульса [3]. Спад импульса модулирующего напряжения необходимо обеспечивать разрядными резисторами, дросселями или дополнительными активными разрядными цепями.

В современных радиопередающих устройствах целесообразно использование схем модуляторов без использования импульсных трансформаторов, например схему, приведённую на рисунке 4.

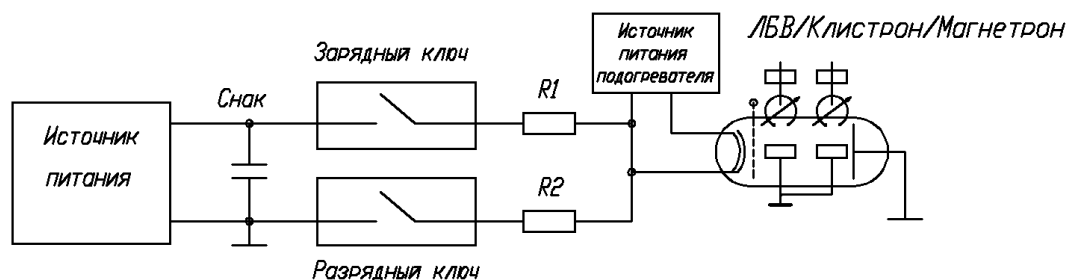


Рис. 4. Схема системы импульсного электрического питания ЭВП СВЧ.

В такой схеме происходит накопление электрической энергии при полном напряжении ЭВП СВЧ, накопительная ёмкость во время импульса подключается к нагрузке высоковольтным ключом (зарядный ключ). В паузах между импульсами нагрузка шунтируется другим ключом (разрядным). Скорости нарастания и спада импульса модулирующего напряжения определяются номиналами резисторов $R1$ и $R2$ соответственно и величиной паразитной ёмкости нагрузки. Также возможно использование цепей, корректирующих форму фронта импульса. В такой схеме при появлении пропусков или флюктуаций величина броска напряжения определяется падением напряжения на резисторе $R1$ при протекании тока нагрузки и задаётся на стадии проектирования модулятора. В такой схеме возможно легко изменять длительность импульса. В качестве коммутирующих элементов возможно использование составных твердотельных ключей [4]. На рисунке 5 приведены эюры импульсов модулирующего напряжения и ВЧ огибающей, формируемые такими модуляторами.

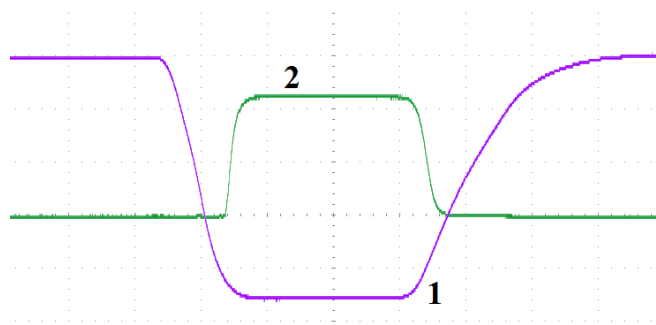


Рис. 5. Эюры импульсов: 1) модулирующего напряжения; 2) ВЧ огибающей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бычков С.И. Магнетронные передатчики. М. Военное издательство Министерства обороны Союза ССР, 1955.
2. Ицхоки Я. С. Импульсные трансформаторы (Теория, расчет, конструкция и испытание). - М. : Изд-во Бюро Новой Техники, 1950. - 742 с.
3. Евтянов С.И. Радиопередающие устройства. М., Связьиздат, 1950.
4. Радиопередающие системы для мощных импульсных РЛС. Казанцев В.И., Алексеев В.А., Сергеев В.Г., Хижняков П.М. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана спец выпуск №2 2009г.

КОМПЛЕКСИРОВАННЫЙ СВЧ-МОДУЛЬ С СИНХРОНИЗИРОВАННЫМИ МАГНЕТРОННЫМИ ГЕНЕРАТОРАМИ

COMPLEXED RF-MODULE WITH SYNCHRONIZED M-TYPE GENERATORS

Н.И.Скрипкин /n.skripkin@pluton.msk.ru

А.В.Шмелев / av.shmelev88@gmail.ru

А.И.Проников / pronikovalexey@mail.ru

И.М.Иванов /vela-kim@mail.ru

N.I.Skripkin, A.V.Shmelev, A.I. Pronikov, I.M. Ivanov

АО «Плутон»

В АО «Плутон» создана установка генераторного модуля СВЧ 2-см диапазона длин волн на основе технического решения – способа когерентного суммирования мощностей двух генераторов в волноводном сумматоре мощности – волноводном 3-х децибельном мосте. При этом на выходе модуля синхронизированного устройства мощность в пределах полосы синхронизации может достигать 95% от суммарной мощности генераторов.

JSC «Pluton» has developed a complexed RF-module in the 2-cm wave-range based on a technical solution – a method of coherent summation of the RF-powers of two generators M-type in a waveguide power combiner – a waveguide 3-dB power coupler. The RF-power can reach 95% of the total RF-powers of two generators in output of a synchronized device.

Ключевые слова: СВЧ-модуль, магнетрон, генератор, волновод.

Key words: RF-module, magnetron, generator, waveguide.

ВВЕДЕНИЕ

Современная СВЧ-техника характеризуется большим разнообразием типов генераторов. Среди них магнетрон зарекомендовал себя как надёжный в эксплуатации, простой по конструкции, экономичный вакуумный прибор с высоким КПД.

В 2-х сантиметровом диапазоне длин волн номенклатура разработанных магнетронов достаточно велика и зависит от конкретных задач. Стремление создать конструкции сверхмощных магнетронов (0,5 МВт и более) [1] является актуальной, но не простой задачей.

В конце 80-х годов ОКБ при заводе «Плутон» были созданы уникальные единичные образцы магнетронов в 2-х сантиметровом диапазоне длин волн с импульсной мощностью до 1 МВт. Такие магнетроны представляли собой обращённо-коаксиальную конструкцию, имеющую как преимущества, так и недостатки. Для них создавались специальные откачные посты и модуляторные стенды, откачка производилась несколько дней, а тренировка – до двух месяцев. Прибор выпускался с встроенным технологическим МЭРН насосом, позволяющем вести постоянную откачку при работе магнетрона в генераторном режиме. Магнетроны нуждались в длительной тренировке, т.к. необходимо было избавиться от искрений и стабилизировать электрические параметры.

В 90-е годы после спада экономики пострадали многие предприятия электронной промышленности. Это коснулось и ОКБ при заводе «Плутон». Оно было расформировано, численность рабочего персонала завода резко уменьшилась. Резко уменьшилась и номенклатура изделий. Сохранить все технологические процессы изготовления единичного производства магнетронов не удалось.

В настоящее время начинают востребоваться сверхмощные магнетроны для выполнения конкретных задач, например, для формирования зондирующих мощных

импульсных сигналов. Возобновлять производство не выпускаемых более 30-ти лет магнетронов является сложной задачей и по срокам, и по стоимости создания технологических процессов.

В данной статье описывается установка «СВЧ-модуль», в которой используется способ когерентного суммирования мощностей двух магнетронов в сумматоре мощности. Питание магнетронов осуществляется высоковольтным двухканальным модулятором. Серийно-выпускаемые магнетроны в 2-х сантиметровом диапазоне длин волн с импульсной мощностью 270 – 300 кВт позволяют получить импульсную мощность на выходе сумматора не менее 500кВт.

На основании ранее проведенных работ [2,3], по нашему мнению, установлено, что наиболее эффективным и простым по конструкции способом для когерентного суммирования мощности двух генераторов с волноводным выводом является использование в качестве сумматора волноводного 3-х децибельного моста. При этом на выходе мощность синхронизированного устройства в пределах полосы синхронизации может достигать 95% от суммарной мощности генераторов. Схема синхронизации представлена на рис.1.

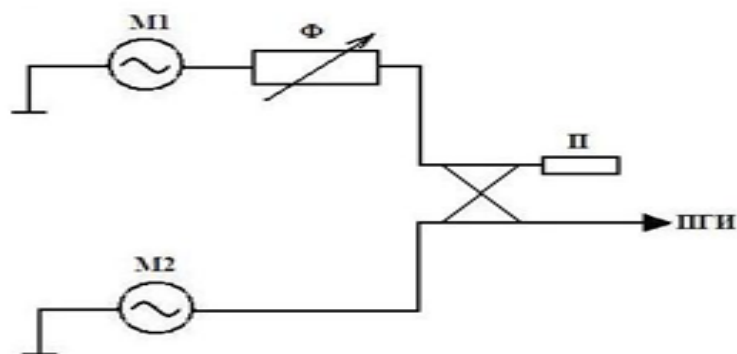


Рис. 1. Схема синхронизации двух магнетронных генераторов.

Взаимная фазированная (синхронизация) двух магнетронов (M1 и M2) обеспечивается фазовращателем (Ф), согласование обеспечивается короткозамыкающим поршнем (П). Суммированный сигнал направляется в выходной (антенный) тракт РЛС, либо на вход прибора горячих измерений (ПГИ). Точный подбор положения поршня обеспечивает максимальный коэффициент суммирования. Генераторный модуль СВЧ предназначен для формирования зондирующих импульсных сигналов в многофункциональном приёмопередающем радиолокационном измерительном комплексе.

ВЫБОР СУММИРУЮЩЕГО УСТРОЙСТВА

Классические волноводные мосты делятся на три группы [4]:

- волноводный мост щелевой со связью по широкой или узкой стенке;
- волноводный мост на основе 2-го волноводного тройника (Е и Н);
- кольцевые волноводные мосты.

Наилучшим согласованием и электрической прочностью отличаются мосты со связью по узкой стенке. Для дальнейших работ был выбран волноводный мост со связью по узкой стенке (рис. 2). Электрическая прочность достигалась за счёт избыточного давления гексафторида серы (элегаз) в волноводном тракте. Расчётная модель такого суммирующего устройства в программе для трёхмерного моделирования СВЧ-процессов представлена на рис. 2.



Рис. 2. Расчётная модель суммирующего устройства (суммирующее устройство).

Анимационный рис. 3 показывает равное суммирование сигналов из плеча 1 и плеча 2 в плечо 4.

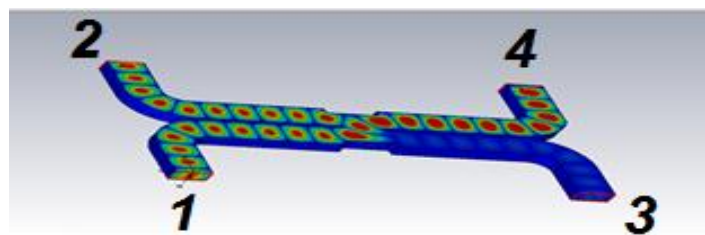


Рис. 3. Согласование плеч в расчетной модели.

Расчёт производился в диапазоне частот 14,5 – 15,6 ГГц. Коэффициенты передачи (S-параметры) для различного положения регулировочного (согласующего) штыря представлены на рис. 4-7. Регулировочный штырь может перемещаться в волноводном тракте сумматора мощности на 2,5 – 4,0 мм.

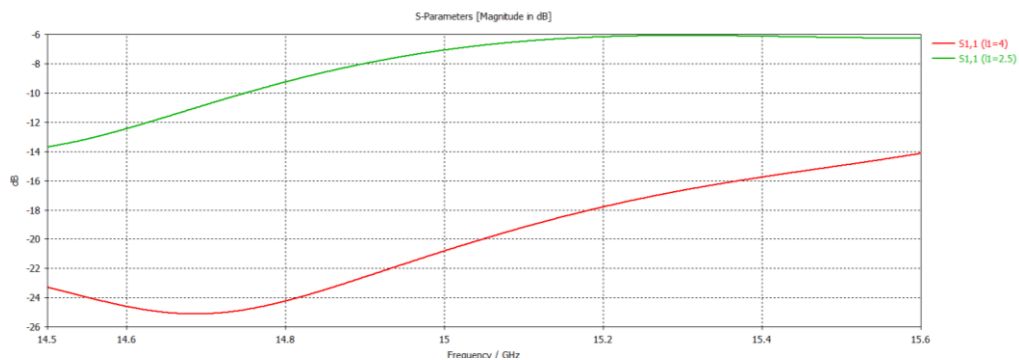


Рис. 4. S₁₁ – параметр.

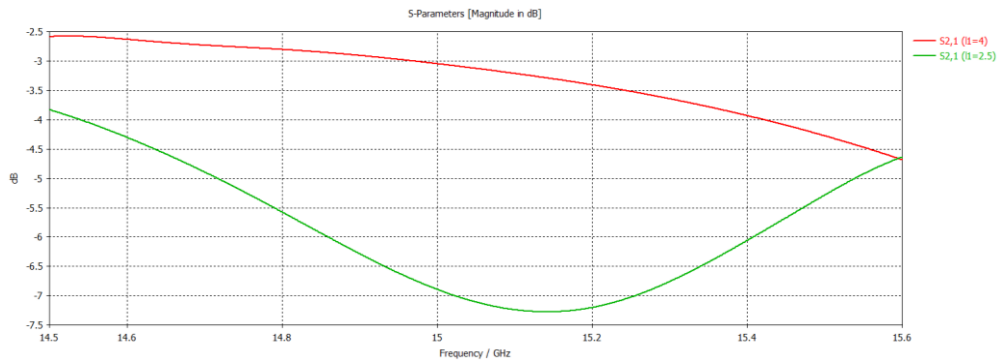


Рис. 5. S_{13} – параметр.

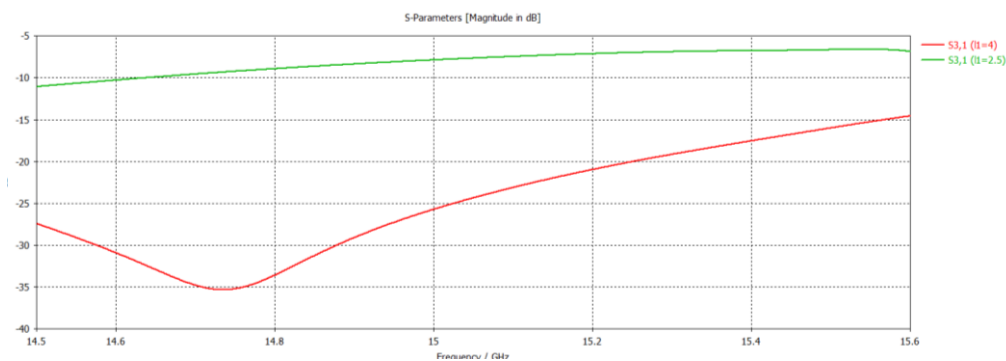


Рис. 6. S_{12} – параметр.

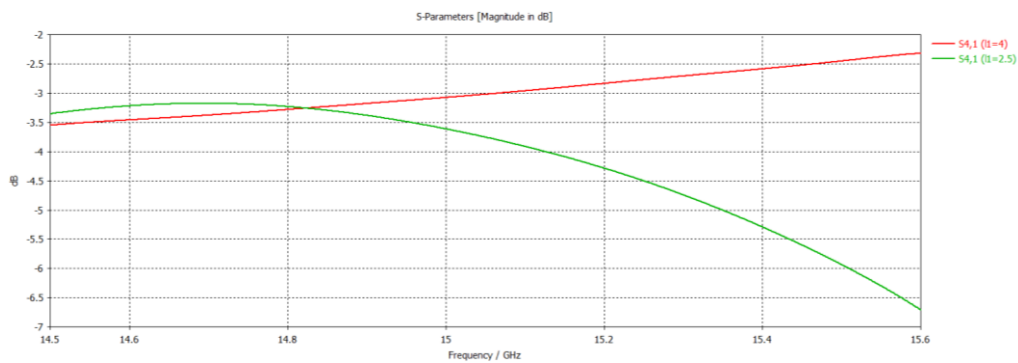


Рис. 7. S_{14} – параметр.

На рис. 8 представлена упрощенная схема моста. Нумерация плеч: 1,2 – входные, 4 – ВЫХОД.

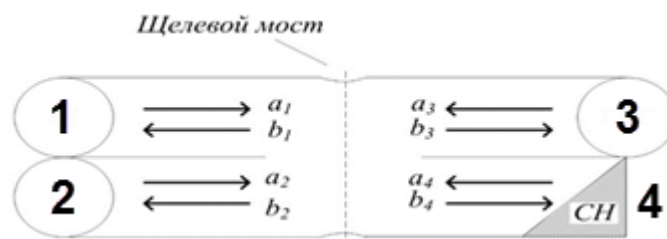


Рис.8. Упрощенная схема моста.

Матрица рассеивания идеального сумматора может быть представлена в виде:

$$[S] = \begin{bmatrix} 0 & jd & f & jg \\ jd & 0 & jg & f \\ f & jg & 0 & jd \\ jg & f & jd & 0 \end{bmatrix},$$

где d характеризует направленность щелевого моста; f и g – уровни разветвленных сигналов. На основании баланса мощностей:

$$d^2 + f^2 + g^2 = 1.$$

При этом в идеальном случае элементы $S_{11}=S_{22}=S_{33}=S_{44}=0$.

Для изготовленного сумматора на измерителе коэффициентов передачи четырехплечных (восьмиполусных) устройств были проведены измерения S-параметров.

На частоте 15 ГГц при положении (длине) регулировочного штыря ~ 3 мм обеспечивалось идеальное согласование, направленность и баланс разветвления сигналов.

Измерение модулей S-параметров:

$$S_{11} \approx S_{22} \approx S_{33} \approx S_{44} \approx 0.1 \pm 0.05$$

$$S_{12} \approx S_{21} \approx S_{34} \approx S_{43} \approx 0.1 \pm 0.05$$

$$S_{13} \approx S_{31} \approx S_{24} \approx S_{42} \approx 0.7 \pm 0.05$$

$$S_{14} \approx S_{41} \approx S_{23} \approx S_{32} \approx 0.7 \pm 0.05$$

Измеренный баланс мощностей:

$$(S_{11})^2 + (S_{12})^2 + (S_{13})^2 + (S_{14})^2 \approx 1 \pm 0.04$$

При изменении длины регулировочного штыря симметрия моста нарушалась, баланс между входами (выходами) отсутствовал. Соответственно, при правильной настройке моста он полностью соответствует требованиям для суммирования и синхронизации сигналов.

РЕЖИМ КОГЕРЕНТНОГО СЛОЖЕНИЯ

Произведена отработка режима когерентного сложения мощности двух магнетронов на установке «СВЧ-модуль», которая представлена на рис. 9.

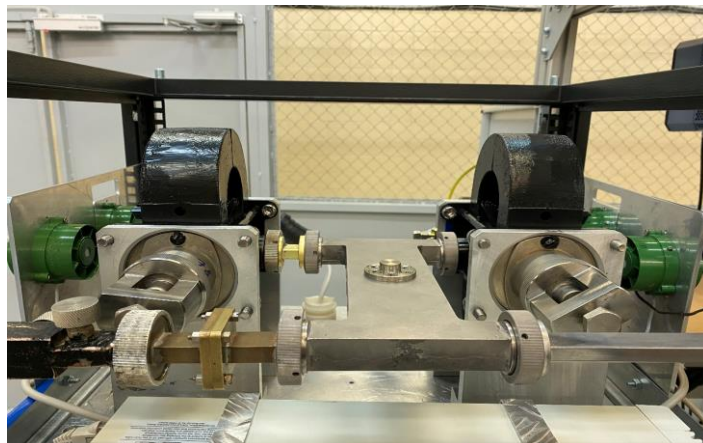


Рис.9. Два магнетрона, нагруженные на сумматор мощности, в составе «СВЧ-модуля».

Получены следующие рабочие параметры:

Таблица 1

Полученные рабочие параметры СВЧ-модуля

– Рабочая частота, МГц	15000
– Выходная импульсная мощность, кВт	500
– Частота посылок, Гц	800
– Длительность импульса, мкс	0,6
– Диапазоны регулировки выходной мощности, %	25 – 100
– Охлаждение магнетронов	воздушное принудительное
– Ток анода магнетронов импульсный, А	87
– Напряжение анода магнетронов, кВ	16,0; 16,2

Модулирующий импульс, импульс тока, ВЧ-огибающая и спектр выходного сигнала (синхронизированный по фазе режим) представлены на рис. 10 и рис. 11. Режимы охлаждения с помощью встроенных высокоэффективных кулеров обеспечили бесперебойную работу модуля. Избыточное давление в волноводном тракте создавалось гексафторидом серы (элегазом) и составляло 2 ати.

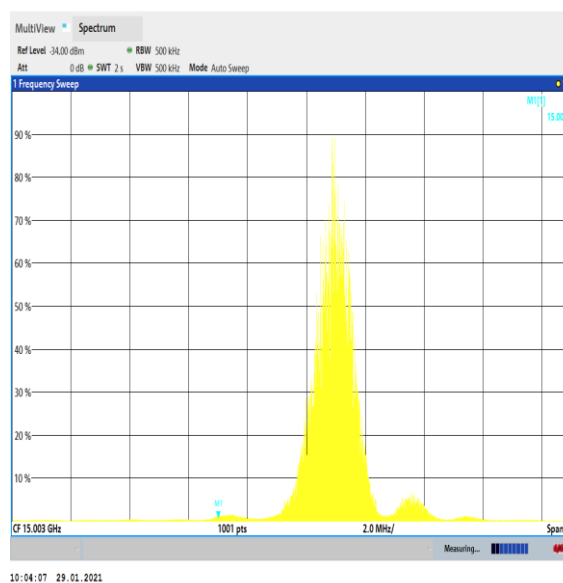


Рис. 10. Спектр выходного сигнала.

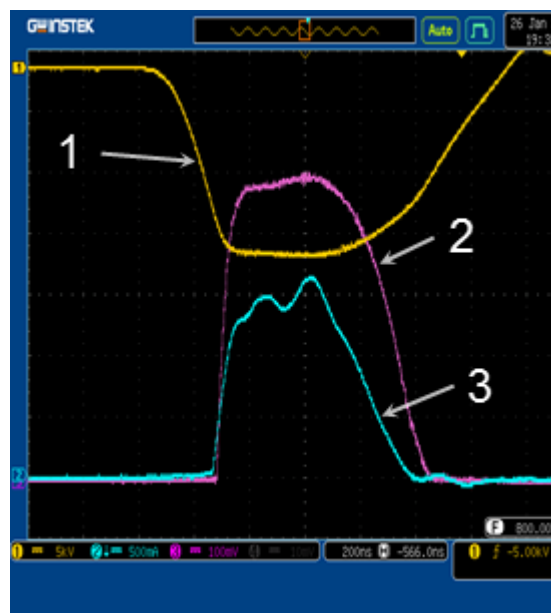


Рис. 11. Рабочее напряжение – 1, ВЧ-огибающая – 2, анодный ток – 3.

На рис.12 представлены осциллограммы модулирующего импульса, импульса тока и ВЧ-огибающая при несинхронизированном по фазе режиме работы магнетронов. ВЧ-огибающая представляет собой осциллограмму биений.

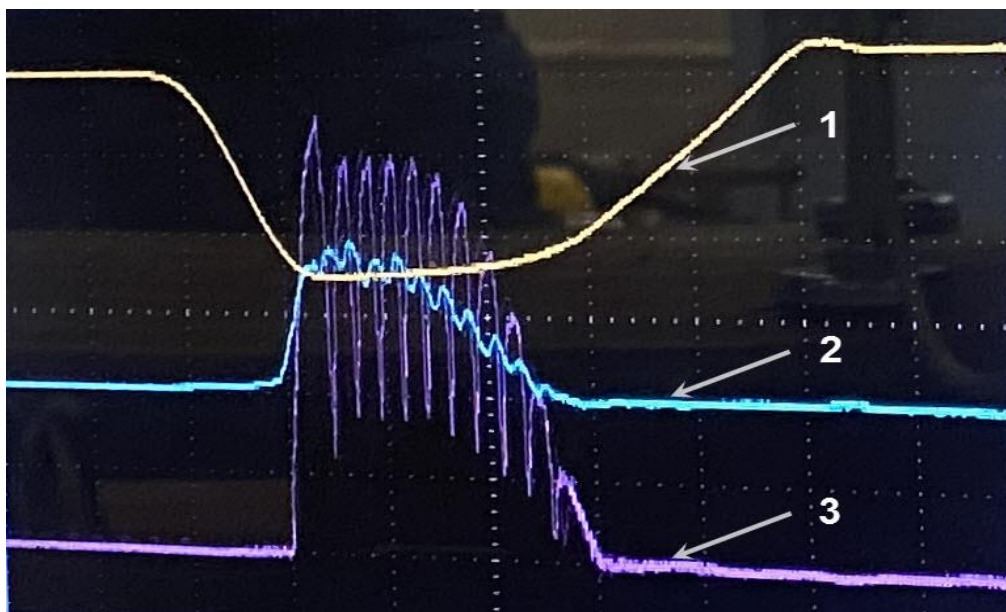


Рис. 12. Осциллограммы при несинхронизированном режиме работы магнетронов: рабочее напряжение – 1, анодный ток – 2, ВЧ-огибающая – 3.

Разработанный СВЧ-модуль представляет собой устройство, состоящее из двух магнетронов, питающихся от двухканального, высоковольтного, импульсного модулятора и сумматора мощности, размещенных в специальном шкафу с габаритами 750x550x800 мм, в одной из стенок которого выходит волноводный тракт для дальнейшего подсоединения его через необходимые элементы к антенне (рис. 13, 14). Масса устройства СВЧ-модуль составляет ~ 150 кг.

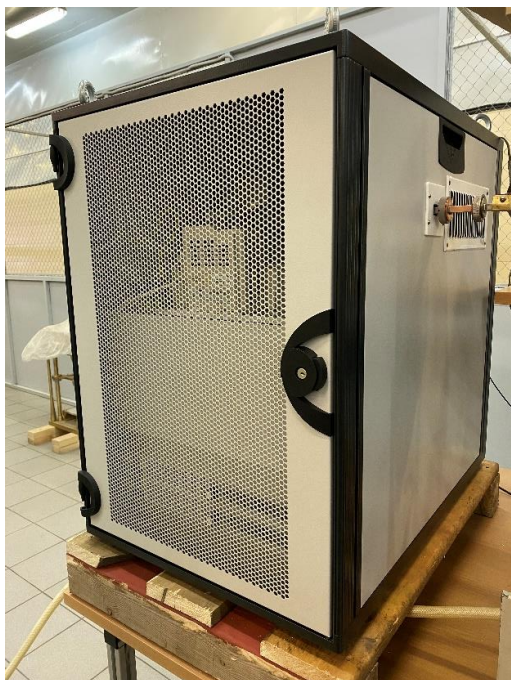


Рис. 13 – Стенка с выходным трактом модуля.



Рис. 14 – Глухая стенка модуля

Управление работой СВЧ-модуля осуществляется от удаленного компьютера по специальным программам, позволяющим производить регулировки в каждом канале: источника питания, амплитуды и длительности модулирующего импульса, частоты следования импульсов, тока накала магнетрона (рис. 15, 16).



Рис. 15 – Общий вид на управление модулем.

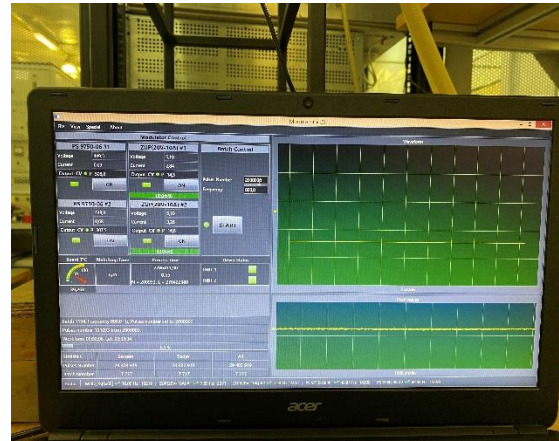


Рис. 16 – Интерфейс программы управления.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В АО «Плутон» впервые в России создана установка СВЧ-модуль в 2-х сантиметровом диапазоне длин волн, позволяющая использовать принцип когерентного сложения мощностей двух магнетронов, серийно выпускаемых в производстве. Стоимость установки и сроки изготовления во много раз меньше вновь разрабатываемого магнетрона на параметры, представленные в данной статье.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.И. Петроченков// Электронная техника, 2010, сер.1, вып. №2, Оптимизация характеристик магнетрона.
2. И.М. Иванов, Н.И. Скрипкин, К.В. Ходатаев, А.И. Вагин// СВЧ-электроника, 2015, №6 (00146), стр. 98-104, Экспериментальное исследование самосинхронизации магнетронов 3-миллиметрового диапазона.
3. А. И. Вагин, М. В. Ефремова, И. М. Иванов, А. А. Курушин, Н. И. Скрипкин// СВЧ-техника, 2016, серия 1, №3 (530), стр. 14-19, Расчёт и экспериментальное исследование прототипа излучателя ФАР на синхронизированных магнетронах 3-мм диапазона.
4. Собенин Н.П., Милованов О.С.// Техника сверхвысоких частот: Издание второе, 2007, Энергоатомиздат.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ УЛЬТРАЗВУКОВОГО АКТИВИРОВАНИЯ ДИФФУЗИИ И ДЕСОРБЦИИ В ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРАХ

RESEARCH OF THE ULTRASONIC ACTIVATION PROCESSES OF DIFFUSION AND DESORPTION IN ELECTROVACUUM DEVICES

И.Ф.Ханбеков, / ivan.khan@ya.ru

В.П.Михайлов / mikhailov@bmstu.ru

I.F.Khanbekov, V.P.Mikhailov

МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва

Представлены результаты исследования десорбции газа с внутренних поверхностей и диффузии из толщи деталей сверхвысокочастотных электровакуумных приборов за счет одновременного термического и ультразвукового воздействия на корпус прибора. Приведены сравнения парциальных и общих давлений при различных условиях откачки. Дано физическое объяснение механизма ультразвукового активирования процессов диффузии и десорбции газовых компонентов в вакууме.

The results of the study of gas desorption from the internal surfaces and diffusion from the thickness of the parts of microwave electro-vacuum devices due to simultaneous thermal and ultrasonic effects on the device body are presented. Comparisons of partial and total pressures under different conditions of pumping are given. The physical explanation of the mechanism of ultrasonic activation of the diffusion processes and desorption of gas components in vacuum is given.

Ключевые слова: сверхвысокочастотный электровакуумный прибор, десорбция, диффузия, термическое воздействие, ультразвуковое активирование, парциальное давление, откачка.

Key words: microwave electro-vacuum device, desorption, diffusion, thermal action, ultrasonic activation, partial pressure, pumping.

ВВЕДЕНИЕ

Термовакuumная обработка некоторых видов электровакуумных приборов (ЭВП), например, СВЧ диапазона является длительным и энергозатратным технологическим процессом. Откачка СВЧ ЭВП происходит по классической схеме, с использованием ступенчатого нагрева корпуса изделия и выдержки при температуре порядка 550°C. Продолжительность такого процесса может достигать нескольких десятков часов и определяется длительностью процессов диффузии и десорбции газа. Очевидно, что ускорить термовакuumную обработку ЭВП, придерживаясь классической технологии невозможно ввиду того, что возможности термодиффузии и термодесорбции в данном случае исчерпаны, и дальнейшее повышение температуры приведет к повреждению или разрушению элементов СВЧ ЭВП. Более эффективным способом ускорения процесса удаления растворённых газов, является использование наряду с нагревом нетермических видов активирования диффузии и десорбции, что позволяет интенсифицировать газовыделение и откачку [1]. Одним из способов ускорения диффузии и десорбции является ультразвуковое (УЗ) активирование [2]. Этот метод прост в реализации, экономичен и позволяет существенно повысить качество обезгаживания и сократить время термовакuumной обработки приборов.

СТЕНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ

Оснастка для УЗ активирования процессов диффузии и десорбции в технологии откачки СВЧ ЭВП предназначена для передачи УЗ волн, создаваемых пьезоэлектрическими преобразователями, материалу деталей откачиваемого прибора. Если пьезопластину, воспринимающую энергию модулятора колебаний привести в механический контакт с корпусом нагретого ЭВП, то во всех частях конструкции одновременно будут возбуждаться УЗ упругие механические колебания с той же частотой, которую испытывает пьезопластина.

На рис. 1. показана схема крепления оснастки для УЗ обработки ЭВП. Откачка осуществляется следующим образом. Корпус ЭВП 1 оснащается двумя концентраторами 2,3 УЗ излучателей, двумя одинаковыми пластинами пьезокристалла 5, закреплёнными прижимными шайбами 4. Эти пластины 5 выполняют разные функции в режиме определения частоты максимального прохождения УЗ волн и в режиме откачки. При определении частоты максимального прохождения УЗ волн через ЭВП одна пластина с помощью генератора сигналов генерирует колебания, амплитуду которых определяют на осциллографе, другая пластина осуществляет прием прошедших через ЭВП УЗ колебаний, амплитуда которых также регистрируется на осциллографе. В режиме откачки ЭВП через штенгельную трубку 6 обе пластины 5 подключают к генератору сигналов по параллельной схеме для создания генерации на частоте максимального прохождения УЗ волн через ЭВП. Для обеспечения устойчивой работы элементы изготавливают из монокристаллов семейства лангасита, сохраняющих свои пьезоэлектрические свойства до температуры 1400°С. Электропитание к пластинам 5 подают от генератора сигналов через вакуум-плотные токовые вводы на фланце откачного поста. На рис. 2 показана оснастка для изучения скорости диффузионных и десорбционных процессов из меди М0Б. Оснастка содержит штенгельную трубку 1 из меди М0Б; прижимные пластинки 2; активный пьезоэлемент 3; керамические изоляторы 4,5.

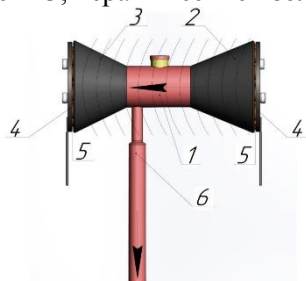


Рис. 1. Схема крепления оснастки для УЗ обработки ЭВП: 1 – ЭВП; 2,3 – концентраторы УЗ излучателей; 4 – прижимные шайбы; 5 – пластины пьезокристалла; 6 – штенгельная трубка откачки

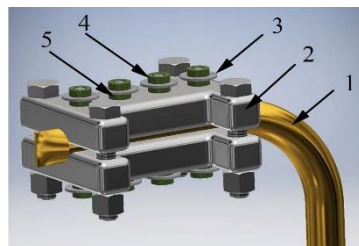


Рис. 2. Оснастка для изучения скорости десорбционных процессов из материалов ЭВП: 1 – штенгельная трубка из меди М0Б; 2 – прижимные пластинки; 3 – активный пьезоэлемент; 4,5 – керамические изоляторы

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДИФфуЗИИ И ДЕСОРБЦИИ

Механизм УЗ активирования процессов диффузии и десорбции газовых компонентов из деталей СВЧ ЭВП достаточно сложен и состоит из нескольких одновременно происходящих процессов, которые способствуют ускорению диффузии, десорбции и вакуумной откачки газовых компонентов из корпуса прибора. Увеличение интенсивности термодесорбции с использованием УЗ колебаний происходит в первую очередь из-за стимулирования отделения коллоидных частиц от поверхностей внутри вакуумного объема за счет их механического ускорения. Значительное количество коллоидных частиц находится на всех компонентах внутренней арматуры ЭВП. Они не только замедляют процесс газовой выделенной, закрывая поверхность деталей, но и сами

являются источниками потоков газа. Ещё одним механизмом интенсификации диффузии и десорбции газовых компонентов являются сжатие и растяжение кристаллической решетки металла и деформация межкристаллитных границ, вызванные УЗ колебаниями структуры поликристаллического металла. Рассмотрим механизм выделения газообразного водорода из поверхностного слоя поликристаллической структуры металла при воздействии УЗ колебаний [3-7]. Размеры кристаллитов находятся в довольно широком диапазоне от единиц до десятков микрометров, ширина межзеренных границ – от единиц до десятков ангстрем. Именно в этих межзеренных границах в основном находится газ, сорбированный на поверхности кристаллитов и растворенный в объеме металла [8-10]. Под воздействием УЗ волн в кристаллитах возникают вынужденные упругие колебания. В этом случае ширина межкристаллических границ также изменяется с частотой вынужденных колебаний. При определенных условиях происходит резкое резонансное увеличение амплитуды упругих деформаций границ между кристаллитами. При этом снижаются силы взаимодействия атомов растворённого газа с атомами металла. Газ по межзеренным границам с большей скоростью диффундирует на поверхность, соприкасающуюся с вакуумной средой, затем десорбирует и откачивается вакуумной системой. Ещё одним механизмом, интенсифицирующим диффузию газовых компонентов, является передача дополнительной энергии УЗ колебаний кристаллической решетке металла и ускорение диффузии газа внутри кристаллитов.

Удельный поток газа q_i по толщине металла ограничен диффузионным процессом, который в данном случае описывается вторым законом Фика:

$$q_i = \frac{8dN_v}{\pi^2} \left(1 - e^{-\frac{D\pi^2}{4d^2}t}\right),$$

где d – половина толщины металлической детали; N_v – начальная молекулярная концентрация газа в металле; D – коэффициент диффузии газа в металле.

Коэффициент диффузии газа в металле определяется следующим образом:

$$D = \frac{1}{6} a \cdot u \cdot e^{-\frac{E_{diff}}{RT}},$$

где a – постоянная кристаллической решетки металла; u – средняя тепловая скорость атомов; E_{diff} – энергия активации диффузии газа.

Энергия активации E диффузии газа уменьшается за счёт воздействия УЗ волн на поликристаллическую структуру металла и ослабления сил взаимодействия атомов растворённого газа с атомами металла.

Время пребывания молекулы (атома) газа на поверхности металла:

$$\tau_{np} = \tau_0 e^{\frac{E_{des}}{RT}},$$

где τ_0 – минимальное время пребывания молекулы (атома) газа на поверхности, определяемое периодом теплового колебания молекул $\tau_0 \sim 10^{-13}$ с; E_{des} – энергия десорбции.

Скорость десорбции, т.е. количество молекул (атомов) газа, десорбирующих в единицу времени с единицы поверхности, может быть определена как:

$$N_{des} = \frac{N'_{nos}}{\tau_{np}} = \frac{N'_{nos}}{\tau_0} e^{-\frac{E_{des}}{RT}},$$

где N'_{nos} – общее число адсорбированных молекул (атомов) газа на единицу поверхности.

Энергия Q_{des} десорбции газа уменьшается за счёт воздействия УЗ волн на поверхность металла и ослабления сил взаимодействия молекул (атомов) сорбированного газа с атомами металла.

Экспериментально доказана эффективность процесса активирования УЗ колебаниями диффузии и десорбции. Суть экспериментов заключалась в регистрации

повышения давления газовых компонентов в процессе откачки объема штенгеля из меди М0Б. Во всех экспериментах штенгель нагревался со скоростью примерно 2 °С/мин в диапазоне 20÷180 °С. На рис. 3. показана временная зависимость изменения парциального давления и температуры атомарного водорода (1 а.е.м) при различных частотах УЗ колебаний. Из графиков видно, что уже при температуре более 100 °С парциальное давление атомарного водорода при одновременном воздействии УЗ колебаний разной частоты и температуры больше, чем без УЗ воздействия. При этом возрастают скорости диффузии и десорбции газа за счет УЗ активирования.

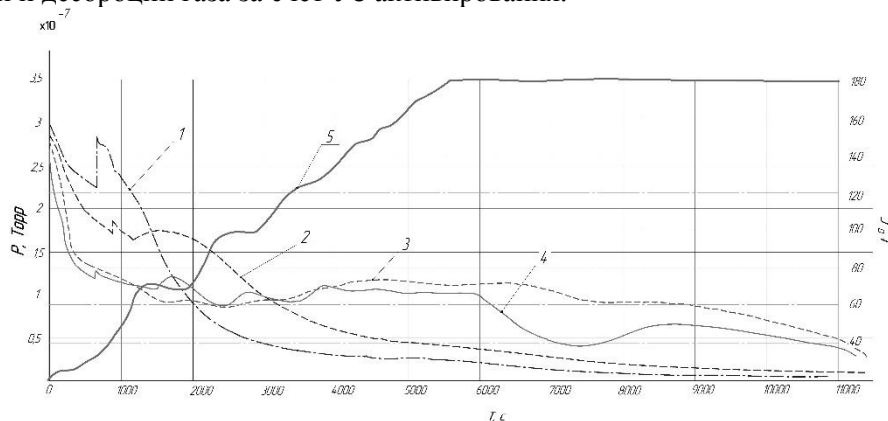


Рис. 3. Временная зависимость изменения парциального давления и температуры газа при различных частотах УЗ колебаний для 1 а.е.м. (1 – без УЗ; 2 – 100 кГц; 3 – 300 кГц; 4 – 55 кГц; 5 - температура).

На рис. 4. показана временная зависимость изменения парциального давления и температуры молекулярного кислорода (32 а.е.м) при различных частотах УЗ колебаний. Из графиков видно, что при температуре более 80 °С парциальное давление молекулярного кислорода при одновременном воздействии УЗ колебаний разной частоты и температуры больше, чем без УЗ воздействия. При этом возрастают скорости диффузии и десорбции газа за счет УЗ активирования.

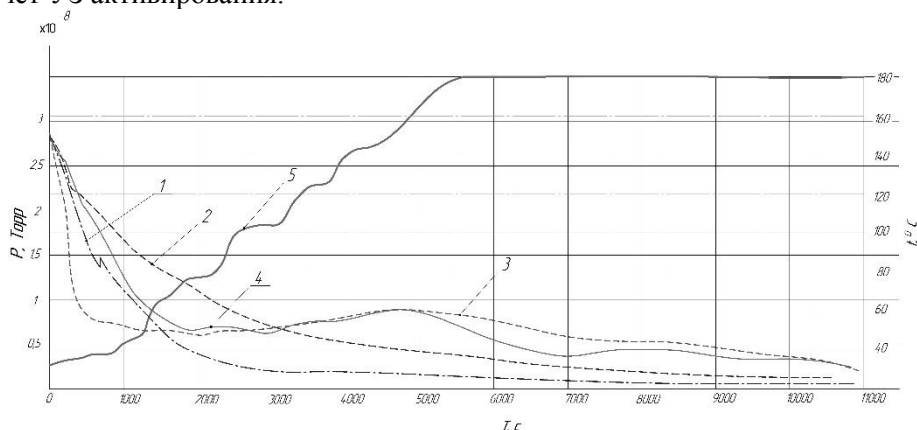


Рис. 4. Временная зависимость изменения парциального давления и температуры газа при различных частотах УЗ колебаний для 32 а.е.м. (1 – без УЗ; 2 – 100 кГц; 3 – 300 кГц; 4 – 55 кГц; 5 - температура).

На рис. 5. показана временная зависимость изменения суммарного давления и температуры газа при различных частотах УЗ колебаний. Из графиков видно, что при температуре более 60 °С суммарное давление при одновременном воздействии УЗ колебаний разной частоты и температуры больше, чем без УЗ воздействия. При нагреве до 160 °С с одновременным включением УЗ колебаний с частотой 55 и 300 кГц наблюдается ярко выраженный максимум суммарного давления (рис.5) и выброса газовых компонентов,

в отличие от использования классической технологии обезгаживания с термической обработкой.

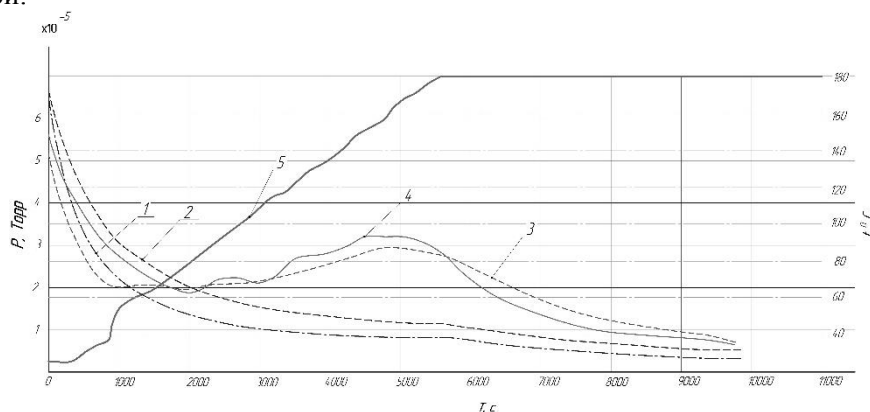


Рис. 5. Временная зависимость изменения суммарного давления и температуры газа при различных частотах УЗ колебаний (1 – без УЗ; 2 – 100 кГц; 3 – 300 кГц; 4 – 55 кГц; 5 - температура).

ВЫВОДЫ

УЗ активирование процессов диффузии и десорбции газов совместно с нагревом позволяет повысить интенсивность десорбции газовых компонентов и диффузии из внутренних элементов обрабатываемого изделия, сократить продолжительность времени обезгаживания ЭВП и, следовательно, увеличить объемы выпуска готовой продукции. В процессе откачки при нагреве прибора с одновременным воздействием УЗ колебаний наблюдается ярко выраженный максимум суммарного давления и газовыделения, связанный с уменьшением сил взаимодействия молекул и атомов газа с материалами вакуумной арматуры прибора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ostroumov G A and Fedotov G A 1973 Acoustic journal 1 76–9
2. Lee I P, Lifanov N D, Petrov V S, Hanbekov I F, Kotlicki I Yu, Alenkov I, Zabelin A N, Sugars A 2018 Patent RU 2 644 553
3. Krestnikovskiy K.V., Panovko G.Ya., Shokhin A.E. 2016 Vibroengineering Procedia. 8, pp 208-212
4. Kudryashov B A, Grib V V, Gaevskii V V, Dem'yanushko I V, Kartsov S K 2017 Russian Engineering Research 12 1081–3
5. Dem'yanushko I V, Kazantsev V F, Karagodin V I, Luzhnov Y M, Prikhod'ko V M 2017 Russian Engineering Research 12 1084–6
6. I. F. Khanbekov, V. S. Petrov, I. P. Li, A. A. Polunina, and D. N. Loktev. Inorganic Materials: Applied Research, 2021, Vol. 12, No. 3, 680–685
7. Vlasova D.V., Plokhikh A.I., Semenov M.Y., Polyanskii V.M., Safonov M.D. 2018 Metallurgist 62(5-6), 432-439
8. Kurkin A S, Makarov E L, Kurkin A B, Rubtsov D E and Rubtsov M E 2017 Metal Science and Heat Treatment 3–4 250–4
9. Emelianenko R.O., Deulin E.A. New method of ultra low gas flow control. Journal of Physics: Conference Series, 2019, 1313(1), 012017
10. Gavriushin S.S., Poliakov V.B., Prokhorov E.P., Deulin E.A. Physical basis of the device for surface cleanliness measurement. Journal of Physics: Conference Series, 2017, 872(1), 012051

ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

РЕШЕНИЕ

ВСЕРОССИЙСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ

«Вакуумная техника и технологии – 2020»

27 – 29 октября 2020, Санкт-Петербург

(проводилась в удаленном формате с помощью программы Zoom)

Констатирующая часть

С 27 по 29 октября 2020 г. в Санкт-Петербурге состоялась 27-я научно-техническая конференция с зарубежным участием «Вакуумная техника и технологии – 2020».

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;
- Институт проблем машиноведения РАН;
- Российское вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского;
- Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого;
- Euro-Asian Cooperation of National Metrology Institutions (Евро-Азиатская кооперация национальных метрологических институтов – КООМЕТ);
- TÜBİTAKUME – National Metrology Institute, Turkey (Национальный метрологический институт, Турция).

Конференция была подготовлена Организационным и Программным комитетами. Организационный комитет состоял из сотрудников СПбГЭТУ «ЛЭТИ» (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 (г. Казань); Региональная международная организация «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КООМЕТ); БелГИМ (Республика Беларусь, Минск); НГУ (г. Новосибирск); АО «Вакууммаш» (г. Казань); ИСЭ СО РАН (г. Томск); ННЦ «Институт метрологии» (Украина, г. Харьков); УГАТУ (г. Уфа); ОАО НИИТМ (Москва); МГТУ им. Н. Э. Баумана (Москва); ОАО НИАТ (Москва); ПГТУ «ВОЛГАТЕХ» (г. Йошкар-Ола); TÜBİTAKUME - National Metrology Institute (Turkey, Gebze); АО «ГКНПЦ им. М. В. Хруничева» (Москва); институт теоретической и прикладной механики СО РАН (г. Новосибирск); Институт теплофизики СО РАН (г. Новосибирск); Институт физики металлов УрО РАН (г. Екатеринбург).

На конференции: работали три секции:

1. Вакуумная техника

Физика вакуума. Получение вакуума. Измерение общих и парциальных давлений. Конструирование элементов вакуумных систем. Технологические вакуумные установки.

2. Контроль герметичности

Герметичность вакуумных систем. Течеискание. Поиск и локализация дефектов в конструкции изделий. Измерения газовых потоков и количественная оценка негерметичности.

3. 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.

За три дня на конференции были заслушаны пленарные, секционные и стендовые доклады. Опубликован сборник трудов конференции, включающий 41 работу, в том числе работы с заочным участием.

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.
2. Необходимо расширить исследования в области:
 - метрологии общих и парциальных давлений в высоком и сверхвысоком вакууме;
 - контроля герметичности;
 - моделирования на наземных лабораторных установках процессов в вакууме в интересах развития ракетно-космической техники нового поколения и исследований космического пространства;
 - низкотемпературной плазмы для создания новых перспективных материалов.
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 желательна 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. Поддерживать инициативу ВНИИМ им. Д.И. Менделеева по созданию центра вакуумных измерений и течеискания.
11. Выразить озабоченность в том, что в Санкт-Петербурге отсутствует специализированный совет, в котором можно защищать диссертационные работы по вакуумной технике.
12. 28-ю конференцию ВТТ-2021 провести в Санкт-Петербурге в июне 2021 года во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.
13. Сохранить на конференции формат трех секций: вакуумная техника, контроль герметичности и вакуумные технологии.

14. Просить коллег из Национального метрологического института (TÜBİTAK ÜME – National Metrology Institute, Turkey) расширить участие в организации и проведении конференции ВТТ-2021.
15. Изменить регламент работы конференции. Одновременно с очной формой ее проведения организовать удаленный доступ докладчиков и участников.
16. Оргкомитету разработать положение о поощрении участия в конференции молодых ученых и студентов путём вручения грамот, писем ректору об их научных достижениях.
17. Рекомендовать лучшие доклады конференции ВТТ-2020 для опубликования в журнале Известия СПбГЭТУ.
18. Выразить сожаление об утрате позиций журналом «Вакуумная техника и технология».

РЕШЕНИЕ

28-й ВСЕРОССИЙСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ «Вакуумная техника и технологии – 2021» 22 – 24 июня 2021, Санкт-Петербург (частично проводилась в удаленном формате с помощью программы Zoom)

Констатирующая часть

С 22 по 24 июня 2021 г. в Санкт-Петербурге состоялась 28-я научно-техническая конференция с зарубежным участием «Вакуумная техника и технологии – 2021».

Организаторами конференции выступили

- Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева;
- Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина);
- Институт проблем машиноведения РАН;
- Российское вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского;
- Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого;
- Euro-Asian Cooperation of National Metrology Institutions (Евро-Азиатская кооперация национальных метрологических институтов – КООМЕТ);
- TÜBİTAK ÜME – National Metrology Institute, Turkey (Национальный метрологический институт, Турция);
- ООО «ТАКО Лайн»

Конференция была подготовлена Организационным комитетом. В состав Организационного комитета входили ученые и специалисты из ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (С.-Петербург); СПбГЭТУ «ЛЭТИ» (С.-Петербург); РНТВО им. академика С.А. Векшинского (Москва); СПбПУ Петра Великого (С.-Петербург); ИПМаш РАН (С.-Петербург); КНИТУ (г. Казань); Региональная международная организация «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КООМЕТ); АО «Вакууммаш» (г. Казань); ООО «ТАКО Лайн»; ННЦ «Институт метрологии» (Украина, г. Харьков); УГАТУ (г. Уфа); ОАО НИИТМ (Москва); МГТУ им. Н.Э. Баумана (Москва); TÜBİTAK ÜME - National Metrology Institute (Turkey, Gebze).

На конференции: работали три секции:

1. Вакуумная техника

Физика вакуума. Получение вакуума. Измерение общих и парциальных давлений. Конструирование элементов вакуумных систем. Технологические вакуумные установки.

2. Контроль герметичности

Герметичность вакуумных систем. Течеискание. Поиск и локализация дефектов в конструкции изделий. Измерения газовых потоков и количественная оценка негерметичности.

3. 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.

За три дня с 22-го по 24-го июня на конференции были заслушаны 41 пленарный, секционный, стендовый доклад, также было 3 выставочных стенда продукции.

Опубликован сборник трудов конференции, включающий 40 статей, в том числе 6 работ с заочным участием.

Постановляющая часть

1. Признать работу организационного комитета конференции «Вакуумная техника и технологии – 2021» удовлетворительной.
2. Признать актуальными исследования в области:
 - метрологии общих и парциальных давлений в высоком и сверхвысоком вакууме;
 - контроля герметичности;
 - моделирования на наземных лабораторных установках процессов в вакууме в интересах развития ракетно-космической техники нового поколения и исследований космического пространства;
 - низкотемпературной плазмы для создания новых перспективных материалов.
3. Просить Президента Российского научно-технического вакуумного общества Нестерова Сергея Борисовича обратиться к Председателю Федерального учебно-методического объединения в сфере высшего образования по УГСН 15.00.00 «Машиностроение» академику РАН, доктору технических наук, профессору Алешину Николаю Павловичу с просьбой сохранить подготовку инженеров по пневматической, вакуумной и компрессорной технике.
4. 29-ю конференцию ВТТ-2022 провести в Санкт-Петербурге в июне 2022 года в СПбГЭТУ «ЛЭТИ».
5. Сохранить на конференции формат трех секций: вакуумная техника, контроль герметичности и вакуумные технологии.
6. Рекомендовать доклады конференции ВТТ-2021 для опубликования в журнале «Эталон. Стандартные образцы».

Председатель организационного комитета А.Н.Пронин

КРАТКИЙ ОТЧЁТ ПО КОНФЕРЕНЦИИ

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ КАТОДНОЙ ТЕХНИКИ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ, ЗАНЯТЫХ ВЫПУСКОМ ПРИБОРОВ ЭВП СВЧ»

3 июня 2021 г. в АО «Плутон» была проведена конференция в формате «Круглый стол» на которую были приглашены представители 17 организаций и предприятий, в частности, АО «НПП «Исток» (г. Фрязино), АО НПП «Торий» (г. Москва), АО «НПП «Алмаз» (г. Саратов), профессора ведущих ВУЗов г. Москвы, ФПИ, ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», РАН, РВНТО и др. В общей сложности из числа приглашённых в работе конференции приняли участие 38 человек.

Целью конференции являлось обсуждение вопросов, связанных с перспективами и стратегическими планами развития катодной техники на предприятиях, занятых выпуском приборов ЭВП СВЧ техники.

На конференции с докладами выступили: доктор физико-математических наук, профессор РТУ МИРЭА Капустин В.И., начальник катодного отдела АО «НПП «Исток», к.т.н., Поливникова О.В., начальник катодного комплекса АО «НПП «Алмаз», к.т.н., Журавлёв С.Д., директор ТЦ «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон», к.т.н., Ли И.П., доктор физико-математических наук, профессор МФТИ Шешин Е.П., президент Российского вакуумного общества, доктор технических наук, профессор Нестеров С.П., зав. кафедрой МГТУ, доктор технических наук, профессор Панфилов Ю.В., зам. директора по науке НИИТМ, доктор технических наук, профессор Одинокоев В.В., доктор физико-математических наук, академик РАН Бугаев А.С.

В выступлениях были затронуты вопросы, связанные как с теоретическими изысканиями в области катодной техники, так и практической их реализации при разработке и внедрении в серийное производство инновационных технологий. В выступлениях были отмечены проблемы, связанные с отсутствием на предприятиях современных исследовательских установок, высокоточной технологической аппаратуры и оборудования, а также сложности, обусловленные отсутствием качественного сырья и полуфабрикатов, используемых в производстве катодов и др.

В заключительном выступлении генеральный директор АО «Плутон», доктор технических наук Мельников В.А. отметил своевременность проведения конференции, высокий профессионализм докладчиков, актуальность и важность затронутых вопросов.

На конференции было принято Решение о подготовке и передаче в АО «Плутон» предложений по наиболее важным и актуальным вопросам, которые сдерживают развитие предприятий при создании и производстве современных электровакуумных приборов СВЧ техники гражданского и военного применений с целью формирования единого пакета предложений, который должен быть направлен от лица АО «Плутон» в соответствующие ведомства.

В завершении конференции участники отметили широкий спектр вопросов, охваченный конференцией, высокий уровень подготовки и проведения «Круглого стола», необходимость в проведении подобных мероприятий в последующие годы.

Председатель оргкомитета,

Директор ТЦ «Базовые технологии ЭВП»

И.П. Ли

ПРЕЗЕНТАЦИЯ КОМПАНИИ



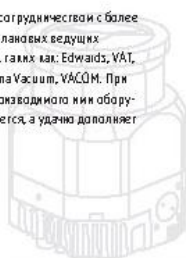
«Интек Аналитика» является ведущей компанией на российском рынке по поставкам вакуумного и криогенного оборудования, оказывающая своим заказчикам полный комплекс сопутствующих услуг.

Все грани вакуума

Вакуумное и криогенное оборудование

Отдел вакуумного и криогенного оборудования работает с заказчиками, занимающимися научной работой, и отвечает за большой спектр вопросов: от помощи в оснащении равнопрофильных лабораторий, до решения совершенно новых, впервые возникающих в проектных институтах задач при разработке равнооборудованных установок.

Мы гордимся нашей сотрудничеством с более чем десятилетним равноплановым ведущими западных партнеров, таких как: Edwards, VAT, HSR, Sumitomo, Gamma Vacuum, VACOM. При этом ассортимент производимого нами оборудования не пересекается, а удачно дополняет друг друга.



EDWARDS

HSR

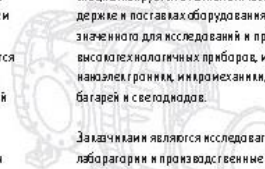
VAT



Промышленное вакуумное оборудование

Отдел промышленного вакуумного оборудования предлагает современные решения в области проектирования вакуумных систем для любых отраслей промышленности. Заказчики из данной области 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 целенаправленную вакуумизацию, которая сейчас является основной тенденцией во многих отраслях промышленности России.

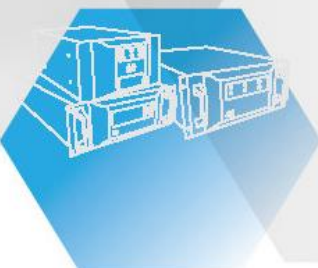


Оборудование для полупроводниковой промышленности

Отдел полупроводниковой промышленности специализируется в технологической поддержке и поставках оборудования, предназначенного для исследований и производства высокотехнологичных приборов, микро и нанопленок, микроэлектронных компонентов и светодиодов.

Заказчиками являются исследовательские лаборатории и производственные организации, работающие в области гибридной микроэлектроники, солнечной энергетики, производства светодиодов, нанесения покрытий и обработки изделий в вакууме, полупроводниковой промышленности.

Другими важными направлениями отдела является производство, поставка и комплектация оборудования для минигаллактики космического пространства.



Сервисное обслуживание и ремонт

Компания «Интек Аналитика» оказывает поддержку своим клиентам, обеспечивает гарантию на все поставленное оборудование, проводит послегарантийное обслуживание и ремонт вакуумных насосов, датчиков, компрессоров, установок, печей-капель и пр.

Команда профессионалов осуществляет обслуживание и ремонт следующего оборудования:

- Вакуумных насосов и датчиков компании Edwards
- Вакуумных насосов Leybold, Pfeifer, Alcatel, Advant
- Паршевых компрессоров Josef Mehlner
- Воздуходувок Lulaz и Hibal
- Печей-капель VIC
- Вакуумных печей Trisel, Nabelheim, BMI и других марок и другого вакуумного оборудования

«Интек Аналитика» является единственным авторизованным сервисным центром Edwards (Authorized service partner). При покупке нашего вакуумного оборудования вы можете заказать его шеф-монтаж и пусконаладку.

Инжиниринговые возможности

Компания «Интек Аналитика» была основана более 10 лет назад и начинала свою деятельность как импортер зарубежного вакуумного оборудования на российский рынок. Теперь инжиниринговые возможности нашей компании позволяют нам брать за сложные проекты по созданию новых и модернизации существующих вакуумных систем.

Службы решения наших специалистов задач включает:

- Разработку новых вакуумных систем. Одно из распространенных решений – газомедведь и трехступенчатые откачные системы
- Модернизацию существующих вакуумных систем
- Создание систем автоматического управления компонентами вакуумных установок
- Сертифицированное сервисное обслуживание, гарантийный и послегарантийный ремонт вакуумных систем
- Поставку расходных и сопутствующих материалов
- Контроль герметичности (услуга геческанья).



«Интек Аналитика»



8 (800) 200-24-80
info@intech-group.ru
intech-group.ru

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (головной офис)

187374, Санкт-Петербург, ул. Олгиной,
д.4, корп. 2, лит. А, оф. 209
+7 (812) 493 24 80, +7 (812) 493 24 81
Факс: +7 (812) 493 24 82 (автомаг)

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (склад)

196084, Санкт-Петербург,
Литовский проспект, д.248, корп.4
+7 (812) 242 12 81

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ (сервисный участок)

187376, Санкт-Петербург,
ул. Профессора Попова, д. 38,
территория завода «Ригель»
+7 (812) 493 24 80 доб. 4
Факс: +7 (812) 493 24 82 (автомаг)

МОСКВА

107045, Москва, Ашеулов 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

ПАМЯТЬ

ЮРИЙ ВЛАДИМИРОВИЧ ЦВЕТКОВ



Академик РАН Юрий Владимирович Цветков родился 24 ноября 1929 г.

По окончании в 1952 г. Московского химико-технологического института им. Д.И. Менделеева Ю.В. Цветков работал в системе Министерства среднего машиностроения. Затем в ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, где в 1958 г. успешно защитил кандидатскую диссертацию, а в 1968 г. докторскую диссертацию «Исследование термодинамики и кинетики восстановления некоторых окислов цветных металлов и редких металлов в различных агрегатных состояниях». В 1985г. присвоено ученое звание профессора. С 1985 года работал Заведующим лабораторией «Плазменные процессы в металлургии и обработке материалов» Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова.

Юрий Владимирович - автор более 450 научных трудов, 6 монографий, более 40 авторских свидетельств и патентов. Им подготовлено более 35 докторов и кандидатов наук.

Помимо заведующего лабораторией Юрий Владимирович являлся членом бюро Отделения химии и наук о материалах РАН, диссертационного совета Д.520.009.05 в РНЦ «Курчатовский институт», Научного совета РАН по материалам и наноматериалам, Научного совета по физической химии РАН, Научного совета РАН по конструкционным материалам, Научного совета по металлургии и металловедению РАН, а также председателем диссертационного совета Д.002.060.03 при ИМЕТ РАН и ведущим экспертом кафедры Функциональных наносистем и высокотемпературных материалов НИТУ «МИСиС».

В 2008 году Юрий Владимирович был удостоен премии Президиума РАН им П.П.Аносова за цикл исследований испарения и диссоциации оксидов, а в 2019 году награждён Золотой медалью РАН имени Д.К.Чернова за совокупность работ «Плазменные процессы в металлургии и обработке материалов».



Ю.В. Цветков — крупный ученый в области физикохимии и технологии плазменных процессов получения неорганических материалов с особыми свойствами. Им создана теория процессов восстановления в различных агрегатных состояниях, изучена термодинамика испарения и диссоциации оксидов и карбидов, разработаны фундаментальные основы взаимодействия термической плазмы с веществом и технологии управляемого плазмохимического синтеза нанопорошков элементов и соединений, реализованы промышленные плазменные процессы водородного восстановления оксидов и восстановительной плавки, определены условия получения с помощью плазмы новых материалов с повышенными эксплуатационными свойствами — наноструктурных твердых сплавов, имплантатов, композитов и покрытий, сферических порошков для аддитивных технологий, материалов специального назначения, разрабатывается концепция энерготехнологии будущего, основанная на создании экологически чистого энерготехнологического комплекса на базе плазменной техники. Научные результаты востребованы промышленностью и отличаются высоким уровнем внедрения.

Юрий Владимирович ушел из жизни 12 октября 2020 г. Он внес большой вклад в развитие конференции «Вакуумная наука и техника». Мы запоемнм его эрудицию, благожелательность, высокий профессионализм.

От имени РНТВО им.С.А.Векшинского

С.Б. Нестеров

ГОРОБЕЙ ВЛАДИМИР НИКОЛАЕВИЧ



17 июня 2021 года на 74 году ушел из жизни один из старейших сотрудников ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Владимир Николаевич родился в 1947 г. и после окончания МЭИ в 1972 г. по распределению был направлен во ВНИИМ.

За время работы он прошел путь от инженера до руководителя НИО 231 и руководителя лаборатории перспективных разработок и испытаний в области давления. Был ответственным исполнителем разработки ферромодуляционных нанотесламеров. Под его руководством проводились работы по созданию нового поколения эталонных СИ давления, включая ГЭТ49-2016. Являлся главным конструктором НИОКР военных эталонов. Являлся председателем ТК-1.6 КОOMET, ПК-2 Росстандарта.

Результаты его научной и практической деятельности отражены более чем в 150 трудах и 30 изобретениях и патентах.

В 1981 году Горобей В.Н. защитил диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук.

В 1985 году Горобей В.Н. назначен на должность руководителя НИЛ эталонов и научных исследований в области измерений давления. Под его руководством с 1985 лаборатория превратилась в научно-исследовательский отдел.

За эти годы он стал высококвалифицированным специалистом, действительным членом Метрологической Академии РФ. Он награжден знаком «За заслуги в стандартизации».

Владимир Николаевич внес значительный вклад в развитие конференции "Вакуумная техника и технология".

Приносим соболезнования родным, близким, друзьям Владимира Николаевича.

От имени РНТВО им.С.А.Векшинского
С.Б. Нестеров

ИЗРАИЛОВ ЕВГЕНИЙ КОНСТАНТИНОВИЧ



29 июня 2021 года после долгой и тяжелой болезни на 82-ом году ушел из жизни Израйлов Евгений Константинович

Евгений Константинович поступил на работу в НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 1965 году и работал в направлении, связанном с переходом на естественные эталоны, основанные на определении фундаментальных физических констант.

В 1989 году защитил кандидатскую диссертацию в ЛГУ.

С 2005 года работал в отделе государственных эталонов давления под руководством В.Н. Горобя.

За период его деятельности опубликовано свыше 60 печатных работ.

Также, им совместно с отцом в течении 25 лет был создан труд: «Размышления об энергии – синониме физической сущности материи».

Он был блестящим спортсменом, большим ученым, академиком двух академий, прекрасным мужем и отцом; работал в институте с 1965 г.

До последнего времени Евгений Константинович занимался наукой, писал монографию, играл в волейбол (в том числе на первенстве страны среди ветеранов), боролся за право жить, думать и трудиться.

От имени РНТВО им.С.А.Векшинского
С.Б. Нестеров

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

А		Ж	
Абдуев А.Х.	152,173,182	Желонкин О.В.	18
Аболенцев А.С.	260	Желонкин Я.О.	18,92
Алиханов О.Э.	146	Жировов Е.В.	223
Алфимов Д.Е.	234	Жуков М.Е.	141
Алымов В.В.	92	И	
Аляев В.А.	12	Ибрагимов А.Р.	187
Андреасян О.Г.	169	Иванова Д.А.	130
Андреева Н.А.	42	Иванов И.М.	298
Апель П.Ю.	173	Исаев А.А.	61
Артемова Н.В.	223	Й	
Асваров А.Ш.	152,173,182	Йе Хлаинг Тун	244,256
Астахова Г.К.	42	К	
Аунг Чжо У	244,256	Казенас Е.К.	42
Ахмедов А.К.	152,173,182	Капустин В.И.	267,272,278,283
Б		Капустин Е.Н.	12
Багдасарян А.С.	192	Кишалов А.А.	229,232
Базиненков А.М.	130,141	Кобзев В.А.	223
Беликов А.И.	146	Ковалева А.С.	204
Белянин А.Ф.	192	Кожевникова Н.Е.	267
Бикташев А.А.	18,92	Козлов А.А.	24,30,48
Борейшо А.С.	225	Колесник Л.Л.	54,135,146
Борисов В.В.	192	Колесников А.Г.	173
Бражников В.Е.	146	Котляров Е.Ю.	214
Бурмистров А.В.	12,61	Копылов А.А.	198
Бушин С.А.	65	Копытов Д.В.	100
Бычков Д.В.	278	Кочетков А.Ю.	214
Бычков С.П.	198,204	Кравец Л.И.	237
В		Крамаренко Е.Ю.	106
Васильева Т.М.	244,250,256	Крюков Ю.А.	173
Васильев М.Н.	244,256	Куликов С.А.	173
Волченкова В.А.	42	Купцов А.Д.	163
Г		Л	
Галаганова Е.Н.	223	Леденцова Н.Е.	278,283
Генералов Д.В.	152	Лизунов Н.Е.	237
Глушченков А.В.	130	Ли И.П.	267,272,278,283,289, 293
Горбунов Н.В.	173	Лозанов И.А.	223
Гордеева У.С.	112	Ломакин А.С.	198
Горденко А.К.	234	М	
Д		Медведева О.М.	187
Давыдов С.Г.	24,30,48	Мельников В.А.	289,293
Деулин Е.А.	100	Минько К.Р.	187
Долгов А.Н.	24,30,48	Михайлов В.П.	141,306
Дорофеев А.А.	125	Моисеев А.А.	225,229,234
Дюжев Н.А.	157	Моллаева М.Р.	250
Е		Мурлиев Э.К.	182
Елинсон В.М.	260		
Емельяненко Р.О.	100		
Ефимов В.Б.	37		

Н		Т	
Налимов С.А.	192	Тетерук Р.А.	76
Нестеров С.Б.	84,225	Тирадо Д.	152
Никольская Е.Д.	250	Ф	
О		Филатов А.А.	225,229,232,234
Овчинникова О.А.	42	Фомина А.А.	42
Одинокоев В.В.	117	Фомин Д.М.	80
Орелович О.Л.	173	Х	
П		Ханбеков И.Ф.	306
Павлюкова Е.Р.	192	Ходырев Т.В.	260
Панфилова Е.В.	187	Хтет Ко Ко Зау	244,250,256
Панфилов Ю.В.	54	Ч	
Пенкина Т.Н.	42	Чиркина М.В.	250
Пименова А.А.	80	Чураков А.В.	173
Платонов С.А.	289,293	Ш	
Полунина А.А.	278	Шахов Д.С.	141
Поляков Ю.В.	278,289,293	Шоничев И.Д.	135
Проников А.И.	298	Шадрин А.В.	173
Р		Шатаев А.А.	187
Райков А.А.	61	Шабарчин А.Ф.	214
Рябов В.Т.	157	Шеметова Е.В.	214
С		Шмелев А.В.	298
Савин А.В.	225	Шуманов А.В.	272,278,283
Сажнев С.В.	125	Щ	
Саликеев С.И.	61,92	Щур П.А.	260
Серопян С.С.	135,187	Я	
Сидорова С.В.	163,169	Якубов Р.Х.	24,30,48
Скрипкин Н.И.	298	Яббаров Н.Г.	250
Сметанин К.В.	223	Ярмоленко М.А.	237
Смирнова В.Б.	42	Д	
Смирнов П.Г.	225,229,232,234	Dinescu G	237
Смоленцев С.С.	225	М	
Сокол М.Б.	250	Mitu B.	237
Степанов Г.В.	106	S	
Стороженко П.А.	106	Satulu V.	237
Сунгатуллин И.А.	92		

**ВАКУУМНАЯ НАУКА И ТЕХНИКА
(СУДАК, 2021, 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 30.08.2021

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: 50 экз.