



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

Вакуумная наука и техника

Материалы

XXIX научно-технической конференции

с участием зарубежных специалистов



Крым, Судак

2022, 16 – 21 сентября

Вакуумная наука и техника

Материалы

XXIX научно-технической конференции

с участием зарубежных специалистов

Крым, Судак

2022, 16 – 21 сентября

ББК 31.77
В 14
УДК 621.52

В 14 Вакуумная наука и техника

Материалы XXIX научно-технической конференции
с участием зарубежных специалистов М.: Электровакуумные технологии. 2021 – 325 с.

ISBN 978-5-6048852-1-5

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

Издание осуществлено с авторских оригиналов.

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

ОРГКОМИТЕТ КОНФЕРЕНЦИИ

СОПРЕДСЕДАТЕЛИ

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

ЧЛЕНЫ ОРГКОМИТЕТА

<i>А.Н. Алексеев</i>	Генеральный директор компании ЗАО «НТО»
<i>В.А. Аляев</i>	Заведующий кафедрой КНИТУ
<i>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>А.В. Бурмистров</i>	Профессор КНИТУ
<i>С.А. Бушин</i>	Ведущий научный сотрудник ВНИИА им. Н.Л. Духова
<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>	Профессор 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 «Криогенмонтаж», г. Москва
АО НИИТМ, г. Москва, Зеленоград
АО «НПО имени С.А. Лавочкина», г. Химки
АО «НПП «Торий», г. Москва
АО «Плутон», г. Москва
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва
Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г. Москва
Институт физики, Дагестанский федеральный исследовательский центр РАН, г. Махачкала
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург
Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, г. Черноголовка
Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск
МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва
МИРЭА-Российский технологический университет, г. Москва
МФТИ (Национальный исследовательский университет), г. Долгопрудный
Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, г. Москва
НИТУ «МИСиС» г. Москва
НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва
ОИЯИ, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова, г. Дубна
ООО «Электровакуумные технологии», г. Москва
РНТВО им. академика С.А. Векшинского, г. Москва
Российский университет дружбы народов, г. Москва
Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, г. Москва
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ", г. С.-Петербург
Томский политехнический университет, г. Томск
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН), г. Москва
ФГБУН Институт оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН, г. Томск
ФГБОУ «Национальный исследовательский университет МЭИ», г. Москва
ФГБОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», г. Томск
ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», г. Москва
ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г. Снежинск, Челябинской обл.
АО ЦНИТИ «Техномаш», г. Москва

*XXIX научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов
«Вакуумная наука и техника»
Крым, Судак, 16-21 сентября 2022 года*

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ

Лучшие инновационные продукты выставки «VACUUMTECHEXPO 2022»

С.Б. Нестеров..... 13

СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Динамика формирования вихревой системы в свертекущем гелии

В.Б. Ефимов..... 27

Аномальное резистивное переключение VO_2 в гетерогенной структуре оксидов ванадия

С.И. Божко, А. А. Мазилкин, С.В. Чекмазов, Д.А. Шулятев, Н.В. Андреев, Н.Ю. Табачкова, А.М. Ионов 35

Термодинамика испарения вольфраматов щелочных земель металлов в вакууме

Е.К. Казенас, Н.А. Андреева, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова, О.А. Овчинникова, Т.Н. Пенкина, О.Н. Фомина..... 41

О возможности наблюдения взаимодействия двух типов возмущений в сверхтекучем гелии: потенциальной и вихревой турбулентности

А.А. Есина, В.Б. Ефимов 49

Взаимодействие инжектированных зарядов с квантовыми вихрями в сверхтекучем гелии вблизи поверхности

М.Р. Султанова, И.А. Ремизов, А.А. Левченко 55

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

Отечественные высоковакуумные насосы для ЦКП «СКИФ»

А.А. Краснов, А.М. Семенов 63

Выбор условий устойчивой герметизации сверхвысоковакуумных прогреваемых разъемных соединений

А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Л.К. Кузнецова, Ю.С.Шпанский 75

Особенности откачки электровакуумных приборов СВЧ X диапазона длин волн

Д.А. Комаров, Ю.Н. Парамонов, В.М. Саблин, Д.А. Калашников..... 85

Анализ проблем обеспечения герметичности электровакуумных приборов на стадиях их жизненного цикла

С.А. Бушин, С.Г. Давыдов, В.О. Ревазов, Р.Х. Якубов 89

Система активной виброизоляции для прецизионного высоковакуумного оборудования

В.П. Михайлов, А.А. Копылов, А.В. Казаков 95

Датчик давления ДДС-1 для миниатюрных линейных ускорителей с газоразрядными источниками ионов

С.В. Сыромукров 101

Калибровка давления в миниатюрном линейном ускорителе

Н.В. Мамедов, С.П. Масленников, А.А. Солодовников..... 107

Исследование влияния температуры окружающей среды на выходные характеристики пропорциональных газовых клапанов	
Д.М. Иванков, А.С. Ломакин, С.П. Бычков, А.А. Копылов	115
Пуско-наладочные работы системы технологического вакуумирования комплекса вакуумной установки	
С.Б. Нестеров, Е.В. Жировов, А.М. Зверев, В.А. Кобзев, К.В. Сметанин	121
Экспериментальное исследование и калибровка характеристик низкотемпературного теплообменника-тепломера с целью контроля параметров теплового интерфейса в тепловакуумных испытаниях	
А.Ю. Кочетков, Е.Ю. Котляров, А.Ф. Шабарчин, Е.В. Шеметова	129
Унифицированные шлюзовые загрузочные устройства для сверхвысоковакуумного оборудования	
Ю.В. Панфилов, Л.Л. Колесник	141
Применение модели Черчиньяни-Лампис для математического моделирования процесса течения газа в проточной части турбомолекулярного насоса	
У.С. Гордеева, Ф. Шарипов	149
Разработка сверхмощного клистрона X диапазона длин волн с выходной импульсной мощностью 3 Мвт	
Д.А. Комаров, Е.П. Якушкин, Ю.Н. Парамонов, С.В. Сурков, В.М. Саблин,	155
Вакуумная система источника синхротронного излучения ЦКП «СКИФ»	
В.В. Анашин, Г.А. Гусев, А.А. Жуков, А.А. Краснов, В.С. Кузьминых, П.А. Пиминов, А.М. Семенов	163
СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ	
Вакуумно-плазменное оборудование с модифицированными магнетронными распылительными системами	
В.В. Одинокоев	179
Магнетрон с сэндвич мишенью. основы физико-химической модели реактивного распыления	
В.И. Шаповалов	185
Моделирование процессов теплопередачи магнетронной распылительной системы	
И.Д. Шоничев, Л.Л. Колесник	191
Изготовление лазерных мишеней методами вакуумного нанесения покрытий	
А.И. Арефьев, Л. Е. Пешкичева, О. С. Юрченко, Л. Е. Гусс, А.В. Савельев, А. П. Котов	200
СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ И НАНОСТРУКТУРЫ	
Магнитные нанокompозиты на основе опаловых матриц и металлов (Co И Ni)	
А.Ф. Белянин, А.Б. Ринкевич, Е.Р. Павлюкова, П.В. Пащенко, В.В. Борисов	213
Особенности технологии ионно-лучевого нанесения многослойных оптических покрытий для резонаторов инжекционных лазеров	
А.В. Фомин, Е.М. Филоненко, Е.А. Анашкин	221

Анализ методов синтеза аморфных функциональных слоев на основе ZnO для устройств прозрачной электроники	
А.Х. Абдуев, А.Ш. Асваров, А.К. Ахмедов, Э.К. Мурлиев	231
Исследование свойств металлических островковых тонких пленок для применения в изделиях наноэлектроники	
С.В. Кирьянов, Н.О. Юркин, В.С. Журавлева, П.С. Гуляева, С.В. Сидорова	239
Модификация поверхностей изделий наноинженерии для уменьшения остаточных напряжений	
А.Д. Купцов, С.И. Егорова, А.А. Фельде, В.С. Щербакова, А.М. Базиненков, С.В. Сидорова.....	253
Плазменная обработка в вакууме оксида алюминия	
В.С. Мальцев, С.В. Сидорова	263
Модифицирование поверхности трековых мембран наночастицами диоксида кремния	
Л.И. Кравец, В.А. Алтынов, Р.В. Гайнутдинов, Е.В. Шестериков, И.В. Кулинич, С.И. Твердохлебов	269
СЕКЦИЯ 5. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ	
Влияние кольцевых и полукольцевых световых оттенков в материале прутков из бескислородной меди на качество получаемых деталей для электровакуумных приборов	
П.А. Головкин	283
К вопросу о качестве шлифованных заготовок для деталей типа траверс электровакуумных приборов	
П.А. Головкин, В.В. Суров.....	291
Исследование условий формирования нитевидных наноразмерных кристаллов на поверхности автоэлектронных катодов магнетронов с безнакальным запуском	
Н.Е. Леденцова, Д.В. Бычков, И.П. Ли, А.В. Шуманов, В.И. Капустин	299
Получение и исследование металлоксидного материала для катодов СВЧ приборов	
Н.Е. Кожевникова, В.И. Капустин, И.П. Ли	309
Синтез и размол игольчатого тройного карбоната бария-стронция-кальция для катодов СВЧ-приборов	
М.Б. Карсакова, В.И. Капустин, И.П. Ли, Н.Е. Кожевникова.....	315
Реставрация металлопористых катодов электровакуумных приборов СВЧ	
В.А. Смирнов, А.В. Крылов	321

ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ

ЛУЧШИЕ ИННОВАЦИОННЫЕ ПРОДУКТЫ ВЫСТАВКИ «VACUUMTECHEXPO 2022»

С.Б. Нестеров

АННОТАЦИЯ

Приведено краткое описание лучших инновационных продуктов выставки вакуумного и криогенного оборудования «ВакуумТехЭкспо 2022».

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ВЫСТАВКА, ВАКУУМТЕХЭКСПО, ЛУЧШИЕ ПРОДУКТЫ

THE BEST INNOVATIVE PRODUCTS FROM EXHIBITION «VACUUMTECHEXPO 2022»

S.B. Nesterov

ABSTRACT

The best innovative products presented in the «VacuumTechExpo 2022» are described here.

KEYWORDS

EXHIBITION, VACUUMTECHEXPO, BEST PRODUCTS

12 – 14 апреля 2022 года в Москве, в 57 павильоне ВДНХ проходила очередная XVI международная выставка вакуумного и криогенного оборудования «VacuumTechExpo 2022». Организатор выставки - Международная выставочная компания. Выставка проводилась при поддержке Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А. Векшинского.

В церемонии открытия принял участие летчик-космонавт Александр Федорович Полищук.



Рис. 1. Руководитель деловой программы выставки Сергей Борисович Нестеров и летчик-космонавт Александр Федорович Полищук

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 12 инновационных продуктов, которые были отмечены памятными призами. Эти 12 продуктов отражают современный уровень и тенденции развития мировой и отечественной вакуумной техники и технологии.



Рис. 2. Памятные призы для победителей конкурса

ООО «ЭРСТВАК», Г. МОСКВА: МНОГОПОЗИЦИОННАЯ УСТАНОВКА ОБЕЗГАЗИВАНИЯ ЭВП

Внешний вид установки представлен на рисунке 3.

Установка обеспечивает работу с 10 приборами диаметром 100 мм, высотой 200 мм (включая штенгель диаметром 8 мм).

Предельное остаточное давление при температуре изделий 450 °С 2×10^{-3} Па.

Установка включает в себя:

- нагревательную камеру из нержавеющей и конструкционной стали.
- систему нагрева камеры с системой измерений температуры.
- систему откачки ЭВП на базе сухого форвакуумного и турбомолекулярного вакуумного насоса.
- систему прогрева высоковакуумных откачных линий ЭВП.
- систему измерения уровня вакуума.
- систему высоковольтной электротренировки ЭВП.
- систему активации геттера.
- систему отпайки штенгеля ЭВП.
- автоматизированную систему управления установкой.

- набор вспомогательного оборудования и систем.



Рис. 3. Внешний вид многопозиционной установки обезгаживания ЭВП

ООО МИЛЛАБ, Г. МОСКВА: ХИМИЧЕСКИ СТОЙКИЙ ВАКУУМНЫЙ ВИНТОВОЙ НАСОС VACUU PURE 10C

Внешний вид насоса представлен на рисунке 4.

VACUU PURE 10C – это новейший винтовой насос, созданный по запросам самых требовательных пользователей. Отличные откачные характеристики, полностью безмасляная конструкция и отсутствие быстроизнашивающихся деталей обеспечивают непревзойдённую работу насоса на протяжении всего срока эксплуатации.

Все детали насоса, контактирующие с откачиваемой средой, имеют полимерную оболочку (РЕЕК), которая отличается превосходной химической стойкостью и долговечностью, в результате чего винтовая пара и статор внутри насосной камеры надёжно защищены от коррозии. Как итог, насосу не требуется азотная ловушка и газобалластный клапан для продувки практически при любых эксплуатационных условиях.

Благодаря высочайшей точности изготовления винтовой пары и отсутствия контакта при вращении винтов VACUU PURE 10C не требует планового технического обслуживания и замены изнашиваемых деталей. Это экономит время, снижает эксплуатационные расходы и обеспечивает бесперебойную работу.

Ключевые особенности:

- безмасляная откачка;
- высокая коррозионная стойкость;
- предельный вакуум до $5 \cdot 10^{-3}$ мбар.
- производительность до $9 \text{ м}^3/\text{ч}$.
- прекрасно подходит для большинства распространённых лабораторных задач;
- отсутствие быстроизнашивающихся деталей;
- бесшумность и низкий уровень вибрации.



Рис. 4. Внешний вид насоса VACUU PURE 10C

ООО «ПИНЧ», Г. МОСКВА: LINK-200

Системы позиционирования Link предназначены для перемещения объектов (образцов, подложек, диагностических средств) в пространстве вакуумной камеры.

Системы линейного позиционирования разработаны на основе винтовых передач поступательного движения. Системы состоят из вакуумной части — непосредственно, вакуумного ввода движения, — и находящегося снаружи блока питания и управления движением позиционера. Системы Link представлены в различных типоразмерах от 100 до 500 мм, при этом ошибка позиционирования составляет $\pm 0,1$ мм. В зависимости от задачи, позиционер может быть установлен на вакуумный фланец и осуществлять осевое перемещение вала через вакуумный ввод, или находиться непосредственно внутри вакуумной камеры. Конструкционные материалы, применяемые для изготовления вакуумной части, характеризуются низким уровнем газыделения, что позволяет откачивать систему до давления не хуже 10^{-6} Торр. UHV вариация позволяет проводить прогрев вакуумной камеры до 300°C и откачивать систему до 10^{-8} Торр. Блок управления позволяет задавать координату позиционера и содержит индикацию текущей координаты позиционера. Предусмотрена возможность подключения по цифровому интерфейсу RS232.

ООО «НПФ «ПРОГРЕСС», Г. САНКТ-ПЕТЕРБУРГ: ГЕЛИЕВЫЙ ТЕЧЕЙСКАТЕЛЬ МС-7

Гелиевый течеискатель МС-7 предназначен для испытаний на герметичность с использованием в качестве пробного газа 3He , 4He , H_2 (других пробных газов по согласованию) различных систем и объектов, допускающих откачку внутренней полости, либо заполненных пробным газом, обнаружения и локализации мест нарушения герметичности (течей).

Течеискатель является комбинированным; позволяет работать в режиме «прямого потока» и «противотока». Использование режима «противоток» позволяет проверять на герметичность объекты значительного объема с большим газыделением, в широком диапазоне давлений. Может комплектоваться форвакуумными и высоковакуумными насосами различной производительности.

Область применения: атомная, авиационная и космическая, химическая промышленности, радиоэлектронная промышленность, научно-исследовательские работы и прочее.

Преимущества:

- единственный течеискатель в своём классе способный обнаружить течь при вакууме в изделии 70 мм рт.ст (метод обдува);
- высокая скорость отклика со щупом;
- возможность записи и загрузки параметров;
- полный спектр коммуникационных разъёмов ввода / вывода;
- интеграции с автоматизированными системами управления технологическим процессом (АСУТП);
- простое управление, интуитивно понятное меню и большой цветной сенсорный экран;
- возможность настройки интерфейса;
- легкий доступ ко всем узлам и агрегатам;
- широкие интервалы технического обслуживания за счет практически полного отсутствия расходных материалов;
- низкая стоимость расходных материалов масс-спектрометрической ячейки.

ООО «ДАНА ИНЖИНИРИНГ». Г. МОСКВА: УСТАНОВКА ВАКУУМНОГО НАПЫЛЕНИЯ SAHA

Универсальная лабораторная вакуумная напылительная установка на основе платформы Saha предназначена для напыления тонких плёнок при пониженном давлении вплоть до 10^{-6} Торр.

Установка служит для нанесения тонкопленочных покрытий в лабораторных условиях. Последующие исследования свойств полученных покрытий позволят отработать производственную технологию и повысить эксплуатационные качества выпускаемой продукции.

Внешний вид установки представлен на рисунке 5.



Рис. 5. Внешний вид установки вакуумного напыления SAHA

Области применения:
- электроника.

- оптическое производство.

- научные исследования.

Тип вакуумной камеры: цилиндр с возможностью вертикального перемещения.

Напыление: снизу-вверх.

Оснастка: карусельный держатель подложек.

Технологические устройства: магнетроны, терморезистивные испарители.

ООО «ЭРСТВАК», Г. МОСКВА. ВАКУУМНАЯ ПЕЧЬ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОЦЕССА АЗОТИРОВАНИЯ СЕРИИ EGN

Установки серии EGN представляют собой ретортную печь сопротивления с возможностью конвективного нагрева деталей в защитном газе. Основные технологические процессы, производимые в печах серии EGN – азотирование в среде диссоциированного аммиака с предварительным вакуумированием и отпуск в вакууме или защитной среде. Рабочая камера печи выполнена из коррозионностойкого сплава и имеет цилиндрическую форму.

Внешний вид вакуумной печи представлен на рисунке 6.



Рис. 6. Внешний вид печи серии EGN

Загрузка деталей осуществляется с помощью вилочного погрузчика. На первом этапе происходит процесс вакууммирования реторты согласно выставленным параметрам в системе управления. После этого происходит напуск защитного газа и подается команда на подачу питания на нагреватели. Если использовать функцию конвекционного нагрева, разогрев деталей происходит очень быстро и равномерно. Также конвекционный вентилятор используется для дополнительного перемешивания газа в процессе азотирования, что обеспечивает лучшую на сегодняшний день равномерность азотируемого слоя. Композиция газовой смеси в камере печи контролируется с помощью датчика водорода совместно с устройством диссоциации аммиака. Возможен ручной контроль состава газовой смеси. В печи применяется специальная система быстрого охлаждения реторты.

Печь может быть выполнена как в вертикальном, так и в горизонтальном исполнении.

ООО КБ ТУЛА-ТЕРМ, Г. ТУЛА: ШКАФ СУШИЛЬНЫЙ ВАКУУМНЫЙ СНВС-25/3,0

Шкаф сушильный вакуумный с подогреваемой полкой, имеющий программное управление предназначен для сушки в низком и среднем вакууме термочувствительных влажных (в том числе агрессивных) материалов.

Внешний вид сушильного шкафа представлен на рисунке 7.



Рис. 7. Внешний вид сушильного шкафа Тула-Терм

В изделии применено две интересные разработки компании:

- подогреваемая полка;
- вакуумная охлаждающая ловушка конденсаторного типа.

Подогреваемая полка предназначена для увеличения скорости сушки в вакууме термочувствительных продуктов, содержащих влагу.

Вакуумная ловушка предназначена для конденсации паров воды, растворителей, смол и других продуктов на внутренних полостях устройства с целью предотвращения их попадания вакуумный насос. Применение ловушек, позволяет существенно снизить расходы на ремонт и обслуживание вакуумных насосов пластинчато-роторного типа на предприятиях химической и фармацевтической промышленности.

ООО «ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ», Г. МОСКВА: ЛИНЕЙКА ВВОДОВ ВРАЩЕНИЯ В ВАКУУМ

Вводы вращения используются для передачи вращательного движения в объем вакуумных или герметичных камер, если нет возможности разместить привод внутри технологического объема оборудования.

Внешний вид вводов вращения производства ООО «Электривакуумные технологии» представлен на рисунке 8.



Рис. 8. Вводы вращения производства ООО «Электрoвакуумные технологии»

В линейке решений есть устройства с охлаждением корпуса, вала и исполнительных механизмов, а также вводы в комплекте с приводом: двигателем и редуктором.

Любая конструкция может быть изготовлена в точном соответствии с техническим заданием заказчика.

Вводы вращения изготавливаются по техническим условиям, что подтверждается наличием сертификата соответствия.

ООО «ОКБМ-ТО», Г. КАЛИНИНГРАД: ПОСТ ОТКАЧНОЙ АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ПОА-1 ЛБКЯ 42352012

Пост откачной автоматизированный ПОА-1 обеспечивает проведение в автоматизированном режиме процессов откачки, прогрева и тренировки оптических изделий. Использование поста позволяет резко повысить эффективность использования производственных площадей.

Внешний вид откачного поста представлен на рисунке 9.



Рис. 9. Внешний вид откачного поста ПОА-1

Основные технические данные

1. Рабочее пространство поста состоит из нескольких блоков: корпус, плиты с колпаками (3шт.), устройства подъема, агрегат вакуумный (размещенный внутри корпуса) и т.п.

2. Под каждым колпаком на приборном узле может размещаться до 2-х изделий, всего 6 штук.

3. Предельное разрежение в системе откачки изделий, не более – $6,7 \cdot 10^{-6}$ Па при $+20^{\circ}\text{C}$.

4. Рабочее пространство колпака поста - вертикальная цилиндрическая область диаметром 300 мм и высотой 500 мм.

5. Максимальная температура трубопроводов при проведении их предварительного обезгаживания $+1500^{\circ}\text{C}$.

6. Натекание в высоковакуумную часть системы откачки изделий, не более $6,65 \times 10^{-9}$ мЗПа/с.

7. Время непрерывной работы поста не менее 7 суток.

8. Основные технические характеристики:

- максимальная температура в рабочей зоне под колпаком в точке на уровне 300 мм по центральной оси колпака $+350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$.

- максимальная электрическая мощность, потребляемая постом, не более 12 кВА.

9. Управление технологическим процессом осуществляется автоматически по заданной оператором программе. Все режимы программы устанавливаются оператором в процессе подготовки к процессу.

10. Температура наружной части колпака в процессе работы не превышает $+50^{\circ}\text{C}$.

Все основные части и устройства поста сконструированы в едином корпусе, на котором размещены колпаки с устройством подъема/опускания. Большая часть электрооборудования и системы управления поста размещена внутри каркаса.

Конструктивно корпус поста представляет собой сварной каркас с навесными панелями. В зоне размещения изделий закреплены горизонтально 3 плиты и столешницы. В пазах пневмоцилиндра подъема - опускания колпака установлен датчик, блокирующий откачку камеры, если колпак не опущен до нижнего положения.

Автоматический выключатель электропитания поста закреплен на задней панели корпуса рядом с вводом сетевого кабеля в пост.

В 2021 году ООО «ОКБМ-ТО» поставлено 12 постов ПОА-1 для нового производственного участка предприятия квантовой электроники, выпускающего отечественные высокоточные навигационные системы, в том числе для нового пассажирского самолета МС-21.

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Г. КАЗАНЬ: ОБОРУДОВАНИЕ ВАКУУМНОЙ ИНФУЗИИ КОМ-ПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Оборудование предназначено для формования изделий методом вакуумной инфузии. В процессе формования должен проводиться процесс нагрева изделия и связующего до рабочей температуры, и вакуумирования разогретого изделия, с поддержанием постоянного вакуума, и проведением контроля температуры, вакуума и времени в процессе формования изделия, и подачи связующего из резервуаров для подготовки связующего к изделию под действием вакуума, создаваемого под вакуумным мешком.

Внешний вид установки представлен на рисунке 10.



Рис. 10. Внешний вид установки VATT ПО-650

Оборудование включает в себя:

1. Вакуумная система VATT ПО-560.
2. Инфузионный модуль VATT 1500-ВИП/15.
3. Модуль центральной системы управления.

Тип модуля - установка с резервуарами для подготовки и подачи связующего с нагревательными элементами, источниками вакуума и устройствами для проведения всего комплекса требуемых операций по проведению инфузии связующего. Количество резервуаров - 15 шт.

Максимальный объем связующего - 1500 кг.

Максимальное количество связующего в одном резервуаре - 100 кг, максимальный объем резервуара 120 кг.

Максимальная рабочая температура 140 °С.

Отклонение от заданной температуры ± 2 °С

Количество вакуумных линий для откачки формуемого изделия – 30 шт.

Полное автоматическое управление всеми резервуарами и вакуумными линиями с единого центра управления.

Степень локализации отечественными комплектующими – 70 %. Имеются разработки с 100% долей отечественных комплектующих.

Область применения – гражданская авиация (МС-21, CRJ929).

ООО «ЭПОС-ИНЖИНИРИНГ», Г. НОВОСИБИРСК: ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ИСПА-РИТЕЛЬ «EPOS BEAM»

ЭПОС-Инжиниринг с 1991г. разрабатывает и изготавливает вакуумное технологическое оборудование. Всего было выпущено более 100 оригинальных вакуумных установок, оснащенные такими устройствами как:

- электронно-лучевые, высоко- или низкотемпературные испарители;
- магнетроны, источники ВЧ плазмы, с полым катодом;
- ионные источники;
- зонды для диагностики плазмы и др.

Характеристики электронно-лучевого испарителя представлены в таблице 1.

Таблица 1
Характеристики электронно-лучевого испарителя
ООО «ЭПОС-Инжиниринг».

Характеристики	EPOS-BEAM-1	EPOS-BEAM-6
Материал тигля	Медь	Медь
Количество тиглей	1	6
Поворотная платформа с механизированным приводом вращения	-	В наличии
Расположение испарителя внутри камеры	произвольное	произвольное
Охлаждение	водяное	водяное
Объем ячейки тигля	не менее 36 см ³	не менее 15 см ³
Поворот электронного луча	270°	270°

Примеры оборудования производства ООО «ЭПОС-Инжиниринг» представлены на рисунке 11.



Рис. 11. Примеры оборудования производства ООО «ЭПОС-Инжиниринг»

АО «ВАКУУММАШ», Г.КАЗАНЬ: ТУРБОМОЛЕКУЛЯРНЫЙ ВАКУУМНЫЙ НАСОС НВТ-400 С АКТИВНЫМ МАГНИТНЫМ ПОДВЕСОМ РОТОРА

Внешний вид насоса представлен на рис. 12.



Рис. 12. Внешний вид турбомолекулярного насоса производства АО «Вакууммаш»

Насос работает в диапазоне 50 Па ($3,8 \times 10^{-1}$ мм рт. ст.) до 6×10^{-6} Па ($4,8 \times 10^{-8}$ мм рт. ст.). Быстрота действия по воздуху: 3200 л/с. Благодаря электроприводу с активным магнитным подвесом ротора, насос является абсолютно безмасляным и простым в эксплуатации. Турбомолекулярные вакуумные насосы широко используются во всех высоко- и сверх-высоковакуумных применениях.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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

На рисунке 13 представлены победители конкурса во время процедуры награждения.



Рис. 13. Победители конкурса выставки «Вакуумтехэкспо 2022»

**СЕКЦИЯ 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В
ВАКУУМЕ**

ДИНАМИКА ФОРМИРОВАНИЯ ВИХРЕВОЙ СИСТЕМЫ В СВЕРХТЕКУЧЕМ ГЕЛИИ

В.Б. Ефимов

АННОТАЦИЯ

Сверхтекучий гелий является модельной средой, имеющей свойства физического вакуума. В таком физическом вакууме возможно контролируемым образом за счет колебаний различных тел вводить такие возбуждения, как квантовые вихри, изучать процессы формирования вихревой системы, условия ее существования и характеристики распада. В данном докладе предлагается модель и приводятся расчеты перехода колебаний сетки от ламинарного движения к рождению одиночных вихрей и при дальнейшем увеличении возбуждений к квантовой турбулентности. Проводится сравнение вычислений с ранее полученными экспериментальными зависимостями свободного затухания сетчатой мембраны.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СВЕРХТЕКУЧИЙ ГЕЛИЙ, МОДЕЛЬ, ВИХРЕВАЯ СИСТЕМА, ВАКУУМ

DYNAMICS OF THE FORMATION OF A VORTEX SYSTEM IN SUPERFLUID HELIUM

V.B. Efimov

ABSTRACT

Superfluid helium is a model medium having the properties of a physical vacuum. In such physical vacuum, it is possible to introduce by any bodies vibration excitations such as quantum vortices in a controlled manner, and to study the process of formation of the vortex system, the conditions of its existence, and the characteristics of decay of a vortex tangle. In this report it offers a model and calculation for transition of grid vibration from laminar motion to creation single vortices and farther to quantum turbulence. It was done comparison results of calculation with earlier obtained data of free decay grid oscillation.

KEYWORDS

SUPERFLUID HELIUM, MODEL, VORTEX SYSTEM, VACUUM

Под вакуумом традиционно понимается пространство свободное от вещества. В технике и прикладной физике под вакуумом понимают среду, состоящую из газа при давлении значительно ниже атмосферного. Важным свойством абсолютного вакуума является отсутствие сопротивления движению тел из-за отсутствия частиц, увеличивающих свой импульс и энергию при взаимодействии с движущимся телом.

Под физическим вакуумом (вакуумное состояние) в квантовой физике понимают низшее (основное) энергетическое состояние квантованного поля, обладающее нулевым импульсом, моментом импульса и других квантовых чисел. При этом такое состояние не обязательно соответствует пустоте: поле в низшем состоянии может быть, например, полем квазичастиц в твердом теле. В этом смысле сверхтекучий гелий-4 является физическим вакуумом, в котором переход к сверхтекучести связан с образованием конденсата Бозе-Эйнштейна. Одно из наиболее ярких проявлений квантового поведения макроскопической

системы является существование сверхтекучего гелия в жидком состоянии при нулевых температурах при давлении меньше 25 атм. При фазовом λ -переходе концентрация нормальной компоненты и количество возбуждений в сверхтекучем гелии начинает уменьшаться и падает до нуля при нулевой температуре. Таким образом сверхтекучий гелий при температуре близкой к 0 К представляет из себя среду со свойствами физического вакуума с бесконечно малым количеством возбуждений. Сверхтекучий гелий при низких температурах (ниже 0,1 К), так же, как и вакуум, не создает реального сопротивления движению тел с малыми скоростями.

Ранее нами были проведены эксперименты по затуханию колебаний сетки, натянутой на круговую оправку диаметром в 100 мм и являющейся мембранным осциллятором. Для создания движения такого осциллятора к сетке прикладывалось высокое постоянное напряжение (500 В). С двух сторон от сетки на расстоянии по 1 мм находились два рабочих электрода. На один из двух электродов подавалось малое переменное напряжение (\sim мВ), что меняло электростатическую силу взаимодействия между сеткой и этим электродом и вызвало колебания сетки с частотой переменного напряжения. Амплитуда и скорость колебаний сетки измерялась по величине индуцированного тока на второй электрод, находящийся с противоположной стороны от высоковольтного электрода. Измерения проводились при резонансных колебаниях сетки ($fR \sim 1000$ Hz) при нулевой температуре ($T=10$ мК). В исследовании изучалось затухание колебаний после выключения резонансных возбуждений.

Колебания такой сетки в сверхтекучем гелии, как в физическом вакууме, при малых возмущениях определяются ламинарным обтеканием жидкостью движущегося объекта. Увеличение амплитуды и скорости колебаний выше критической v_{C1} приводит к рождению квантовых вихрей – возбуждений в физическом вакууме. Дальнейшее увеличение амплитуды и, соответственно, скорости выше второй критической скорости $v > v_{C2}$ движения сетки формирует турбулентное состояние сверхтекучей жидкости, аналогичное турбулентности обычной жидкости. При этом сила сопротивления движению тела (в нашем случае сетки) пропорциональна скорости в квадрате. Генерируемое при этом возбуждение – квантовые вихри – диссипирует на стенках сосуда, друг на друге или исчезают, испуская фононы.

Энергия единицы длины вихревой нити определяется кинетической энергией движения сверхтекучей компоненты

$$E_v = \int_{r_0}^r \pi \rho_s V_s^2 r dr = \frac{n^2 \rho_s \kappa^2}{4\pi} \ln \left(\frac{r}{r_c} \right),$$

где $r_c \approx 1,28 \pm 0,13$ Å при $T=0,28$ К, ρ_s – плотность сверхтекучей компоненты. При этом поток сверхтекучей компоненты вокруг кора вихря квантуется:

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

Квант циркуляции определяется как $\kappa = h/m_{4He} = 9.998 \cdot 10^{-8}$ м²/с, h – постоянная Планка, m_{4He} – масса атома гелия. Оценивая $n=1$ (вихрям энергетически выгодно принимать минимально возможное n , в ⁴He устойчивым является вихрь с одним квантом циркуляции $n=\pm 1$), $\ln(r/r_c) \sim 10$ (что вполне разумно при достаточно плотной упаковке вихрей), $\rho_s = 0.147$ г/см³, получаем энергию на единицу длины вихревой нити:

$$\frac{E}{L} = (\rho\kappa^2/4\pi) \ln(l/r_0) \approx 1.2 \times 10^{-12} \frac{\text{Дж}}{\text{м}} = 1.2 \times 10^{-18} \frac{\text{Дж}}{\text{мкм}}.$$

Таким образом для рождения вихря определенной длины требуется дополнительная энергия, которая забирается от энергии колеблющейся системы, уменьшая амплитуду колебаний последней.

В экспериментах регистрировалось временное уменьшение амплитуды колебания сетки при выключении накачки (Рис. 1). Приведенные графики были получены при последовательном увеличении напряжения внешней накачки, стабилизации начальной амплитуды и последующем выключении возбуждающего сигнала. При малых амплитудах накачки затухание колебаний сетки определялось добротностью механической системы и описывалось экспоненциальной зависимостью с временной константой близкой к затуханию колебаний сетки в вакууме $\tau \approx 50-100$ с. Увеличение накачки приводит к появлению затухания резко отличное от ламинарного движения, которое резко меняется во времени – область «convex decay» («выпуклый режим» затухания колебаний). Уменьшение амплитуды (и передача энергии в вихревую систему) продолжается вплоть до достижения величины скорости значений $v < v_{c1}$, затем происходит переход к экспоненциальному затуханию. Такое поведение затухания продолжается до начальных скоростей и амплитуд колебаний этой резонансной системы вплоть до v_{c2} . Увеличение накачки до начальных колебаний (и скоростей) с более высокой интенсивностью начинает генерировать турбулентное состояние сверхтекучего гелия. При этом затухание системы происходит по зависимости близкой к экспоненциальной с временной константой $\tau \approx 10-20$ с.

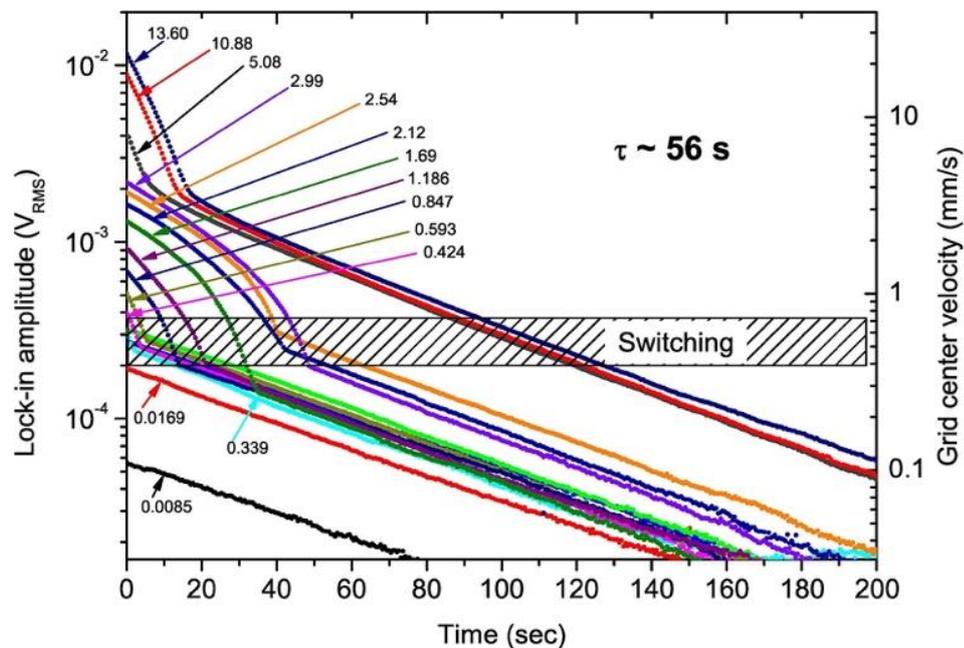


Рис. 1. Свободное затухание колебаний осциллятора в виде сетчатой мембраны в сверхтекучем гелии при различных амплитудах начальных осцилляций, $T=10$ мК, $P=5$ атм., $V_{DC}=500$ В. Регистрировался сигнал на измерительном электроде после выключения гармонического сигнала на рабочем электроде (указано на графике в V_{rms}).

После перехода системы в турбулентное состояние режим «convex decay» исчезает и для его появления снова необходимо было проделать «восстановительную» процедуру,

состоящую в том, чтобы перевести гелий в нормальное состояние и медленно его охладить до рабочей точки в $T=10$ мК.

Для объяснения такого поведения возбуждений в гелии в режиме «convex decay» при сверхнизких температурах нами была предложена следующая модель (рис. 2). В сверхтекучем гелии рождение вихрей возможно только при наличии остаточных вихрей (так называемое «remnant vorticity»), рождение вихрей «от стенки» (нуклиация вихрей) возможна лишь при больших скоростях сверхтекучей компоненты для преодоления «зеркального» потенциального барьера. Наличие таких вихрей, закрепленных на осцилляторе, при малых скоростях движения сетки приводит лишь к изменению силовых констант колеблющейся системы – вихри растягиваясь и сжимаясь меняют только собственную энергию и, естественно, имеют собственное натяжение. Аналогия с колебаниями массы на пружинном подвесе. Однако увеличение скорости движения точек закрепления вихрей приводит к образованию перегибов на вихрях, когда вихрь не успевает сократить свою длину, следуя за движением точки закрепления, что приводит к самопересечению вихря, отрыву от начального вихря вторичных вихревых колец. Увеличение длины вихревой системы связано с дополнительной потерей энергии колеблющейся системы на «рождение одиночных вихрей». При этом чем больше амплитуда колебаний, тем большую энергию накачивает осциллятор в вихревую систему и тем быстрее он теряет собственную кинетическую энергию.



Рис. 2. Поведение вихря в двух возможных режимах: при малых амплитудах колебания, когда вихрь только растягивается и сжимается при движении точки закрепления (а) и в случае образования перегибов, самопересечения и пересечения с соседними вихрями, формирование вихревых петель (б)

Оценим скорость уменьшения энергии $E(t)$ при первоначальной энергии колеблющейся системы E_0 . Для осцилляции сетки мы предполагаем, что амплитуда существенно не меняется в течении каждого колебания. Длина рождающихся при каждом колебании вихрей в этом случае будет пропорциональна разности $A-A_0$, где A_0 – амплитуда больше которой вихри начинают рождать одиночные петли. В этом случае временная зависимость энергии колеблющейся системы определяется как $E(t) = E_0 - f(A-A_0) \times t$, при этом энергия колеблющейся системы зависит от амплитуды как $E \sim A^2$ или $\sim v^2$. Для расчета предлагается, что уменьшение энергии происходит в результате суммы двух процессов: свободного затухания колебаний сетки с постоянной времени, как для ламинарного режима, и уменьшение энергии за счет передачи ее в одиночные вихревые петли. Результаты модельного расчета вы можете видеть на рис. 3.

При увеличении скорости движения осциллятора вихри начинают рождаться без наличия остаточных вихрей за счет преодоления потенциального барьера – нуклиационное зарождение вихрей от стенки [1]. Переход системы в турбулентное состояние, рождение большого количества вихрей приводит к очистке поверхности осциллятора от остаточных вихрей, что делает механизм рождения одиночных вихрей, как описано выше, невозможным, что и наблюдается в эксперименте.

Для турбулентного рождения вихрей зависимость силы сопротивления (что отвечает интенсивной перекачки энергии в вихревую систему) пропорциональна скорости в квадрате:

$$F \propto v^2.$$

Потери энергии при такой генерации вихрей можно описать следующим соотношением:

$$\Delta E \sim (v^2 - v_0^2) * t,$$

где v_0 – критическая скорость, выше которой происходит переход в турбулентное состояние. Кроме этого, так же, как и при генерации одиночных вихрей, учитывается собственное экспоненциальное затухание сетки.

Проведенные расчеты в рамках предложенных моделей представлены на рис. 3.

Из графиков видно, что предложенные модели достаточно хорошо описывают экспериментальные данные.

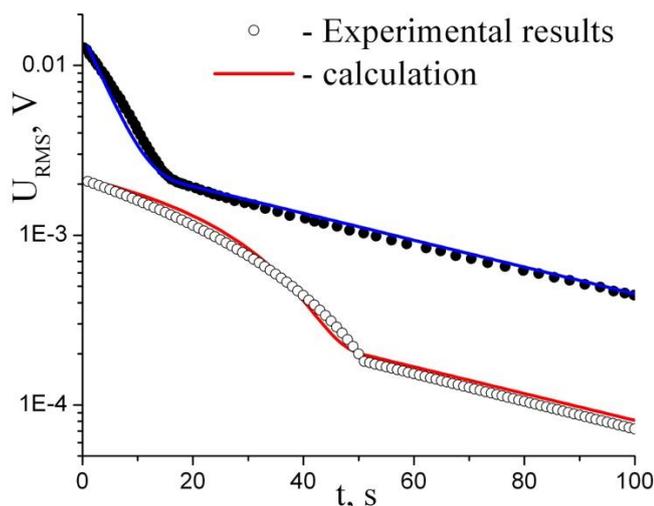


Рис. 3. Результаты вычислений процессов формирования вихрей в двух состояниях: открытые кружки – экспериментальные данные для «convex decay» типа затухания колебаний, соответствующие малым амплитудам и скоростям начальных колебаний, красная линия – расчетная кривая; черные точки – эксперимент при больших начальных амплитудах колебаний – синяя линия соответствуют рассчитанным величинам турбулентного затухания колебаний.

Таким образом эксперименты с мембранным сеточным осциллятором в сверхтекучем гелии при нулевой температуре ($T \approx 10$ мК) продемонстрировали два различных состояния гелиевой вихревой системы. State I («исходное состояние») существует при начальном увеличении осцилляции сетки от самой малой амплитуды колебаний (скорости) до более высоких без создания состояния развитой турбулентности. При совсем малых скоростях движения осциллятора затухание колебаний после выключения внешней накачки определяется добротностью системы с учетом присоединенной массы обтекающей жидкости и имеет экспоненциальный характер. Характерное время $\tau \sim 50-100$ сек определяется качеством системы, зависящее от предыстории и, как мы предполагаем, от количества

остаточных, закрепленных на сетке вихрей. Увеличение амплитуды и скорости движения сетки выше $v_{c1} \lesssim 0,4$ мм/с (скорость центра сетки) приводит к «выпуклому» («convex decau») типу затухания свободных колебаний сетки. Этот эффект, воспроизводимый до достижения скоростей перехода колебаний сетки в состояние развитой турбулентности $v \approx v_{c2}$. Превышение этой скорости $v > v_{c2}$ и переход в состояние турбулентности приводит к исчезновению режима затухания «convex decau». Состояние сверхтекучего гелия после перехода в состояние квантовой турбулентности мы назвали State II («обычное состояние»). Критическая скорость экспоненциального свободного колебания сетки после перехода в квантово-турбулентное состояние (состояние II) начинается с $v_{c2} \lesssim 4$ мм/с. Переход обратно в состояние I возможен только после некоторых ухищрений.

Это разделение на два разных поведения вихревой системы «исходное состояние» и «обычное состояние» соответствует более ранним наблюдениям в экспериментах с измерениями перепада давления и градиента температуры при постоянном тепловом потоке [2]. Изменение поведения вихрей при их распространении в пространстве наблюдалось также в опытах с детектированием вихрей, когда расстояние от кварцевого камертона, как генератора вихрей, до аналогичного в качестве детектора (но с несколько отличной частотой) составляло 1 см, что существенно больше размеров камертонов [3].

Оценка скорости передачи энергии в вихревую систему при «выпуклом» распаде показывает, что увеличение общей длины вихрей на несколько порядков превышает амплитуду колебаний [4]. Небольшое увеличение амплитуды колебаний сетки над ламинарным движением в этом режиме можно интерпретировать как появление изгибов на закрепленных вихрях, самопересечение вихрей и пересечение с соседними вихрями, процессы формирования вихревых свободных петель. Скорость уменьшения энергии колебания осциллятора (в нашем случае – сетчатая мембрана) определяется превышением амплитуды колебаний над максимальной ламинарной амплитудой $\sim A-A_0$.

Увеличение скорости сетки свыше v_{c2} формирует квантово-турбулентное состояние сверхтекучего гелия. Потери энергии в этом случае пропорциональны скорости (или амплитуде) в квадрате до перехода к ламинарному движению. Переход в состояние квантовой турбулентности изменяет распределение положения закрепленных вихрей на сетке и их концентрацию. В более ранних экспериментах по колебаниям сетки наблюдалась очистка сетки и возврат вихревой системы сверхтекучего гелия в «исходное состояние» [5] после очень энергичной встряски осциллятора.

Компьютерные расчеты процессов потери энергии в рамках предложенных моделей рождения вихрей достаточно хорошо коррелирует с экспериментальным поведением затухания свободных колебаний сетки из состояния I и из состояния II.

Работа была выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН.

ЛИТЕРАТУРА

1. Vinen W.F., Skrbek L., Proc. of the National Acad. of Scie., 111 Suppl 1 4699 (2014)
2. Ефимов В.Б. Квантовая турбулентность в сверхтекучем гелии, УФН, в печати (2022)
3. Deepak Garg, V. B. Efimov, M. Giltrow, et al, Mutual interactions between objects oscillating in isotopically pure superfluid ^4He in the $T \rightarrow 0$ limit, ФНТ, 38, 11, 1300-1305 (2012),
4. Victor Efimov, Quantum turbulence in superfluid helium – number of vortexes created by vibration of oscillators, J.of Phys.: Conf. Ser., in press (2022)

5. Nichol H. A., Skrbek L., Hendry P.C, McClintock P.E.V, Experimental investigation of the macroscopic flow of He II due to an oscillating grid in the zero-temperature limit, Phys. Rev. E 70 056307 (2004)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Ефимов Виктор Борисович – доктор физико-математических наук, профессор (ORCID: 0000-0002-9195-2458). Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл. e-mail: efimov@issp.ac.ru

АНОМАЛЬНОЕ РЕЗИСТИВНОЕ ПЕРЕКЛЮЧЕНИЕ VO₂ В ГЕТЕРОГЕННОЙ СТРУКТУРЕ ОКСИДОВ ВАНАДИЯ

С.И. Божко, А. А. Мазилкин, С.В. Чекмазов, Д.А. Шулятев, Н.В. Андреев, Н.Ю. Табачкова, А.М. Ионов

АННОТАЦИЯ

Вакуумный отжиг монокристалла V₂O₅(010) приводит к образованию фаз Wadsley и VO₂. Сопротивление изменяется в 20 раз при 342 К, что соответствует фазовому переходу металл-изолятор в VO₂. Предложен механизм перехода при аномально низком напряжении на основе протекания тока по перколяционным путям систем кристаллитов VO₂ и V₆O₁₃.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ТОНКИЕ ПЛЕНКИ, РЕЗИСТИВНЫЕ ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ, МЕМРИСТОР, ОКСИДЫ ВАНАДИЯ

ANOMALOUS RESISTIVE SWITCHING OF VO₂ IN HETEROGENEOUS STRUCTURE OF VANADIUM OXIDES

S.I. Bozhko, A.A. Mazilkin, S.V. Chekmazov, D.A. Shulyatev, N.V. Andreev, N.Yu. Tabachkova

ABSTRACT

Vacuum annealing a V₂O₅(010) single crystal results in Wadsley phases and VO₂. The resistance changes by a factor of 20 at 342 K, corresponding to the metal-to-insulator phase transition of VO₂. A mechanism of the transition at an anomalously low voltage based on the current in the percolation paths of the systems of VO₂ and V₆O₁₃ crystallites is proposed.

KEYWORDS

THIN FILMS, RESISTIVE SWITCHING, MEMRISTOR, VANADIUM OXIDES

Исследования оксидов ванадия представляют значительный интерес как с точки зрения физических процессов, протекающих в этих соединениях, так и возможности их практического применения в нейроморфных системах и устройствах памяти [1, 2]. В подавляющем большинстве оксидов ванадия наблюдается переход металл-изолятор. Одним из наиболее удобных с точки зрения практического применения является VO₂. Это связано с близкой к комнатной температуре перехода T_C и рекордным для оксидов ванадия изменением сопротивления на 9 порядков при переходе через критическую температуру [3]. Переход металл-изолятор в VO₂ может быть инициирован протеканием электрического тока и, как следствие, нагрева образца [4-8] или электрическим полем [9].

Одним из наиболее перспективных направлений исследований с точки зрения создания многофункциональных устройств является разработка методик формирования гетерогенных структур на основе оксидов ванадия и исследование их свойств. В этой работе представлены результаты по формированию гетерогенной структуры оксидов ванадия в приповерхностном слое монокристаллического V₂O₅ при отжиге в условиях вакуума.

Монокристаллы V₂O₅ были выращены методом бестигельной зонной плавки в потоке кислорода. Скорость перемещения зоны расплава составляла 8 мм/час. Методами

рентгеноструктурного анализа установлено, что поверхность полученных сколом образцов соответствует $V_2O_5(010)$. Электрическая проводимость и кристаллическая структура образцов контролировалась до и после их отжига в течение 16 часов при температуре 800 К в условиях вакуума ($P=10^{-5}$ mbar). Вольтамперные характеристики регистрировались методом четырехточки. Расстояние между контактами составляло 2 мм. На рис. 1 представлены результаты измерения удельного сопротивления образца до (черная кривая) и после (красная кривая) отжига в вакууме. Удельное сопротивление до отжига (3×10^3 Ом·см) соответствует литературным данным для V_2O_5 . Отметим, что изменение сопротивления образца после отжига происходит при переходе через критическую температуру перехода металл-изолятор VO_2 и составляет величину всего 20 раз.

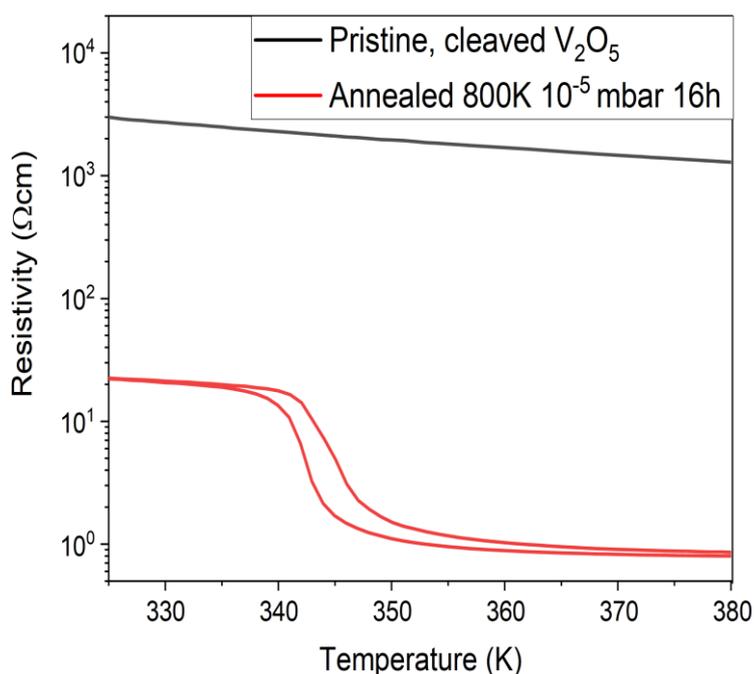


Рис. 1. Зависимость удельного сопротивления образца до и после отжига в течение 16 часов при температуре 800К в условиях вакуума ($P=10^{-5}$ mbar)

Данные рентгено-дифракционного анализа после отжига образца представлены на рис. 2. Наряду с мощными пиками, обусловленными дифракцией на кристаллической решетке V_2O_5 , рентгенограмма (рис. 2а) содержит значительное количество пиков, соответствующих другим оксидным фазам. С точки зрения резистивных переключений и интерпретации полученных экспериментальных данных, для нас является важным наличие кристаллитов VO_2 . Резистивное переключение именно в фазе VO_2 представлено на рис.1. Существенное влияние на электропроводность образца могут оказывать проводящие оксиды, например V_6O_{13} , которые обнаружены в сформированной в результате отжига гетерогенной структуре (рис. 2а). Участки обратного пространства вблизи узлов $V_2O_5(010)$ и $VO_2(011)$ представлены на рис. 2(b) и (c). Два пика узла $V_2O_5(010)$, сечения которых представлены на рис. 2(d) и (e) соответствуют не деформированной и деформированной кристаллическим структурам V_2O_5 с параметрами решетки 4.415\AA и 4.409\AA соответственно. Узел обратной решетки $VO_2(011)$ сильно анизотропен, что свидетельствует о мелкокристаллической структуре фазы VO_2 со случайной ориентацией зерен. Характерный размер зерен может

быть определен из ширины пика сечения 3 (рис. 2f) и составляет 34 нм. Структура фазы V_6O_{13} схожа со структурой фазы VO_2 . Исследования образца просвечивающей электронной микроскопией подтверждают мелкозернистую структуру фаз V_6O_{13} и VO_2 , при этом зерна расположены в приповерхностном слое случайным образом.

На рис. 3а представлены вольтамперные характеристики, измеренные при разных температурах вблизи T_C . I-V кривые демонстрируют гистерезис. При температурах ниже T_C , при малых напряжениях структура находится в изолирующем состоянии. При достижении порогового напряжения V_{th} происходит переключение в металлическое состояние. Обратное переключение при понижении напряжения происходит при напряжении существенно ниже V_{th} . Заметим, что переключение происходит при anomalously низких электрических полях (425 V/m) и V_{th} (0.85 V). В ранних работах [6-8] указанные величины были как минимум на порядок больше, а переход изолятор-металл инициированный электрическим полем происходил и вовсе при электрическом поле 10^7 V/m.

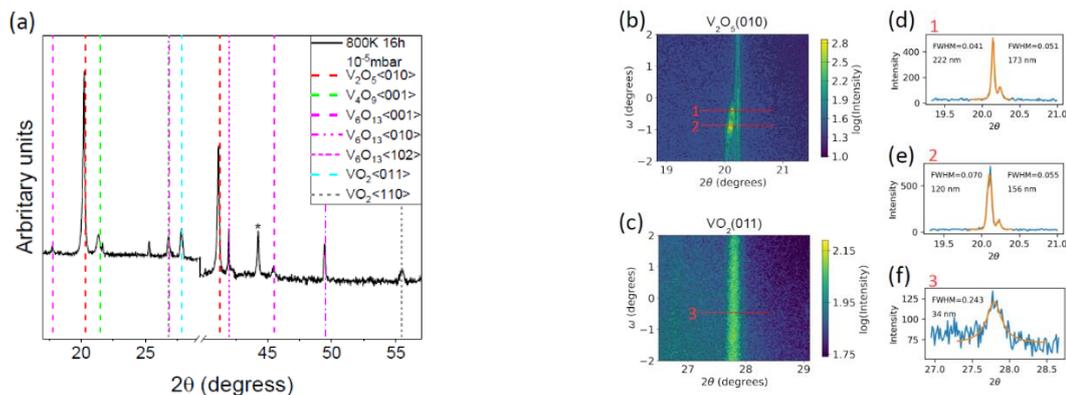


Рис. 2. (a) Θ - 2Θ рентгенограмма для отожженного кристалла. На рентгенограмме проиндексированы пики фаз V_2O_5 , V_6O_{13} , V_4O_9 and VO_2 . (b) и (c) участки обратного пространства вблизи узлов $V_2O_5(010)$ и $VO_2(011)$. Сечения обратного пространства вдоль линий 1-3 представлены на (d)-(f). Размеры кристаллитов определены из соотношений Ширера

Полагая, что переход обусловлен нагревом приповерхностного слоя протекающим электрическим током, запишем уравнение теплового баланса:

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{V^2}{R} - k(T_C - T_S),$$

где k – теплопроводность, T_S – температура образца. В стационарном режиме при $V=V_{th}$ поток тепла не изменяется, т.е. уравнение можно переписать в виде:

$$V^2 = Rk(T_C - T_S).$$

На рис.3b представлена экспериментально полученная линейная зависимость квадрата напряжения от температуры образца T_S подтверждающая справедливость предположения о резистивном нагреве приповерхностного слоя протекающим электрическим током.

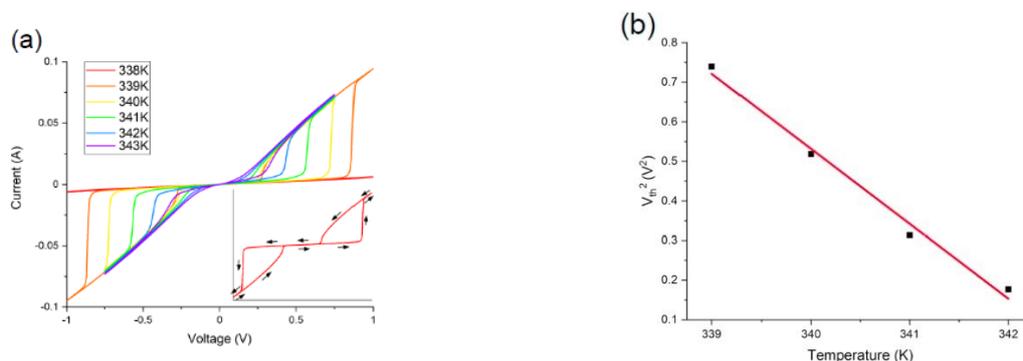


Рис. 3. (a) вольт-амперные характеристики образца после отжига измеренные при разных температурах вблизи T_C ; (b) зависимость квадрата напряжения переключения в металлическое состояние от температуры образца

Наиболее вероятным механизмом переключения в металлическое состояние является следующий. При температурах ниже T_C и напряжениях меньших V_{th} ток протекает через систему перколяционных путей, проводимость которых определяется низким сопротивлением нанозерен V_6O_{13} хаотически расположенных в приповерхностном слое образца. Протекание тока сопровождается тепловыделением, что приводит к разогреву приповерхностного слоя. Этому способствует низкая теплопроводность изолирующей кристаллической матрицы V_2O_5 . При повышении напряжения до V_{th} температура приповерхностного слоя достигает T_C и происходит переход изолятор-металл в нанозернах VO_2 . По этой причине сопротивление перколяционных путей, проводимость которых определяется низким сопротивлением нанозерен VO_2 , резко уменьшается и ток большей частью протекает по этим перколяционным путям. В силу параллельного соединения перколяционных путей сопротивление образца изменяется всего в 20 раз при переходе через T_C , несмотря на то, что изменение сопротивления нанозерен VO_2 может быть существенно большим (до 10^9).

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 19-29-03021 и Российского научного фонда (проект № 22-12-00193).

ЛИТЕРАТУРА

1. Z. Yang, C. Ko, and S. Ramanathan, Annual Review of Materials Research 41, 337 (2011).
2. Y. Zhou and S. Ramanathan, Proceedings of the IEEE 103, 1289 (2015).
3. L. A. Ladd and W. Paul, Solid State Communications 7, 425 (1969).
4. G. Guzman, F. Beteille, R. Morineau, and J. Livage, J.Mater. Chem. 6, 505 (1996).
5. J. Yoon, G. Lee, C. Park, B. S. Mun, and H. Ju, Applied Physics Letters 105, 083503 (2014).
6. B. S. Mun, J. Yoon, S.-K. Mo, K. Chen, N. Tamura, C. Dejoie, M. Kunz, Z. Liu, C. Park, K. Moon, and H. Ju, Applied Physics Letters 103, 061902 (2013).
7. G. M. Liao, S. Chen, L. L. Fan, Y. L. Chen, X. Q. Wang, H. Ren, Z. M. Zhang, and C. W. Zou, AIP Advances 6, 045014 (2016).
8. D. Li, A. A. Sharma, D. K. Gala, N. Shukla, H. Paik, S. Datta, D. G. Schlom, J. A. Bain, and M. Skowronski, ACS Applied Materials & Interfaces 8, 12908 (2016).
9. B. Wu, A. Zimmers, H. Aubin, R. Ghosh, Y. Liu, and R. Lopez, Physical Review B 84, 241410 (2011).

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

С.И. Божко – старший научный сотрудник, кандидат физ.-мат. наук, ИФТТ РАН

А.А. Мазилкин – старший научный сотрудник, кандидат физ.-мат. наук, ИФТТ РАН

С.В. Чекмазов – инженер исследователь, кандидат физ.-мат. наук, ИФТТ РАН

Д.А. Шулятев – заведующий лабораторией, технических наук, НИТУ «МИСиС»

Н.В. Андреев – старший научный сотрудник, кандидат физ.-мат. наук, НИТУ «МИСиС»

Н.Ю. Табачкова – старший научный сотрудник, кандидат физ.-мат. наук, НИТУ «МИСиС»

А.М. Ионов – ведущий научный сотрудник, доктор физ.-мат. наук, профессор, ИФТТ РАН

ТЕРМОДИНАМИКА ИСПАРЕНИЯ ВОЛЬФРАМАТОВ ЩЕЛОЧНЫХ ЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ В ВАКУУМЕ

Е.К. Казенас, Н.А. Андреева, Г.К. Астахова, В.А. Волченкова, О.А. Овчинникова, Т.Н. Пенкина, О.Н. Фомина

АННОТАЦИЯ

Приведены расчетные и полученные с помощью метода высокотемпературной масс-спектрометрии опытные масс-спектры (при температурах 1600-2000 К) вольфраматов щелочноземельных металлов. Получены давления паров и термодинамические свойства газообразных молекул вольфраматов $MgWO_{4(g)}$, $CaWO_{4(g)}$, $SrWO_{4(g)}$, $BaWO_{4(g)}$.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ, ВОЛЬФРАМАТЫ, СОСТАВ И ДАВЛЕНИЕ ПАРА, ЭНТАЛЬПИИ АТОМИЗАЦИИ И ОБРАЗОВАНИЯ

THERMODYNAMIC VAPORIZATION TUNGSTATES OF ALKALINE EARTH METALS IN VACUUM

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

ABSTRACT

Calculated and experimental mass spectra (at temperatures of 1600-2000 K) of alkaline earth metals tungstates are given. Vapor pressures and thermodynamic characteristic of gaseous alkaline earth metals tungstates are obtained.

KEYWORDS

ALKALINE EARTH METALS, TUNGSTATES, COMPOSITION AND PRESSURE VAPOR, ENTHALPIES OF ATOMIZATION AND FORMATION

Впервые в работах [1-3] при испарении оксидов магния, кальция, стронция, бария из вольфрамовых камер в области 1600-2300 К с помощью масс-спектрометрии найдены газообразные молекулы $MgWO_{4(g)}$, $CaWO_{4(g)}$, $SrWO_{4(g)}$, $BaWO_{4(g)}$.

Более подробно разные составы системы $BaO-WO_3$ в области 1440-1900 К исследовались в работах [4, 5] с использованием метода высокотемпературной масс-спектрометрии, где кроме известных ранее газообразных молекул, найдены $Ba_2WO_{5(g)}$, $BaW_2O_{7(g)}$, $(BaWO_4)_2(g)$.

Нами [6-11, 16] проведены систематические исследования по испарению вольфраматов щелочноземельных металлов с использованием метода высокотемпературной масс-спектрометрии. В таблице 1 и на рисунках 1-12 приведены опытные и расчетные масс-спектры изученных соединений, которые полностью совпадают, что однозначно доказывает существование в парогазовой фазе названных молекул.

Таблица 1
 Состав масс-спектров над вольфраматами щелочноземельных металлов

Соединение	$T_{пл}$, К (интервал)	Состав масс-спектра (ионы)	Литература
$MgWO_4$	1631 1600-1900	$MgWO_4^+$ (1,0); $MgWO_3^+$ (0,21); Mg^+ (2,08); $W_3O_9^+$ (12,29); $W_3O_8^+$ (5,42); $W_2O_6^+$ (23,96); $W_2O_5^+$ (12,8); WO_3^+ (68,05); WO_2^+ (27,12)	[9]
$CaWO_4$	1853 1850-2000	$CaWO_4^+$ (1,0); $CaWO_3^+$ (0,35); $W_2O_6^+$ (0,32); $W_2O_5^+$ (0,19); WO_3^+ (1,41); WO_2^+ (0,98)	[6, 7, 10]
$SrWO_4$	1808 1800-1900	$SrWO_4^+$ (1,0); $SrWO_3^+$ (0,32); Sr^+ (0,34)	[7,11]
$BaWO_4$	1748 1770-1910	$BaWO_4^+$ (1,0); $BaWO_3^+$ (0,33); WO_3^+ (0,03); BaO^+ (0,24); Ba^+ (0,22)	[7,8]

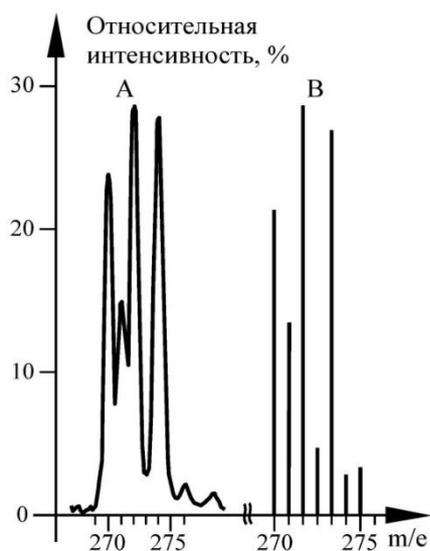


Рис. 1. Масс-спектр $MgWO_4^+$ (1700 К): А - экспериментальный, В - расчетный.

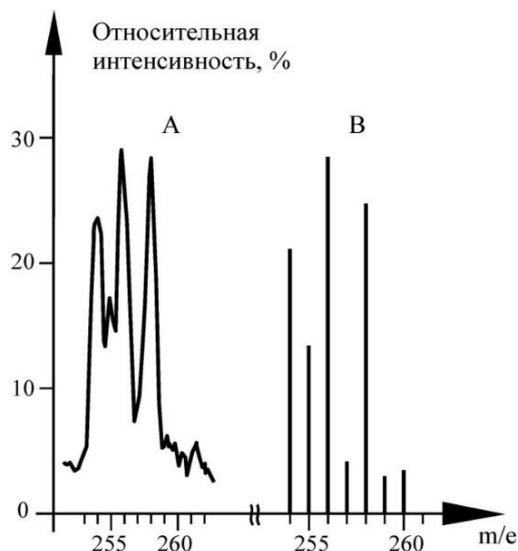


Рис. 2. Масс-спектр $MgWO_3^+$ (1700 К): А - экспериментальный, В - расчетный.

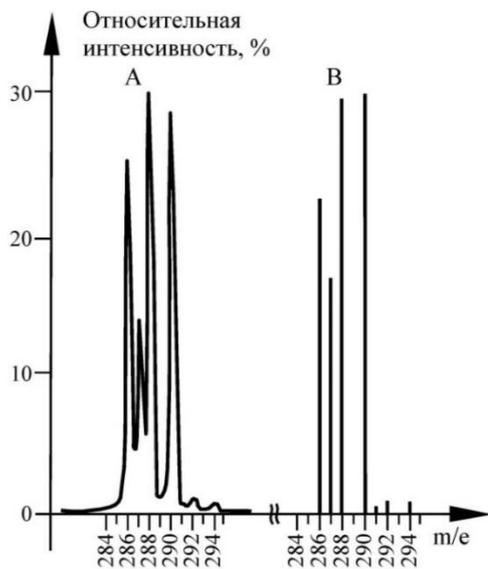


Рис. 3. Масс-спектр CaWO_4^+ (1860 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

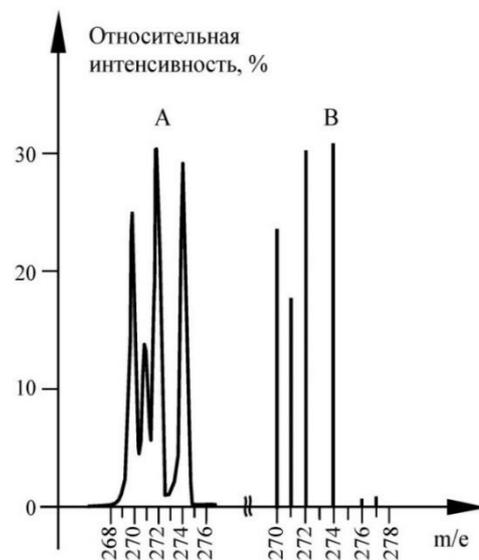


Рис. 4. Масс-спектр CaWO_3^+ (1860 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

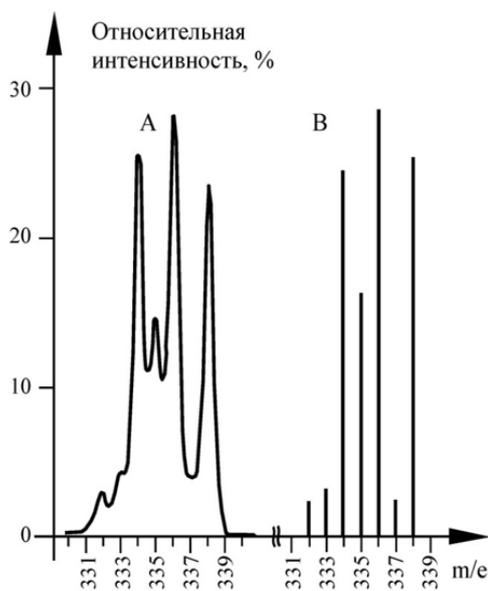


Рис. 5. Масс-спектр SrWO_4^+ (1850 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

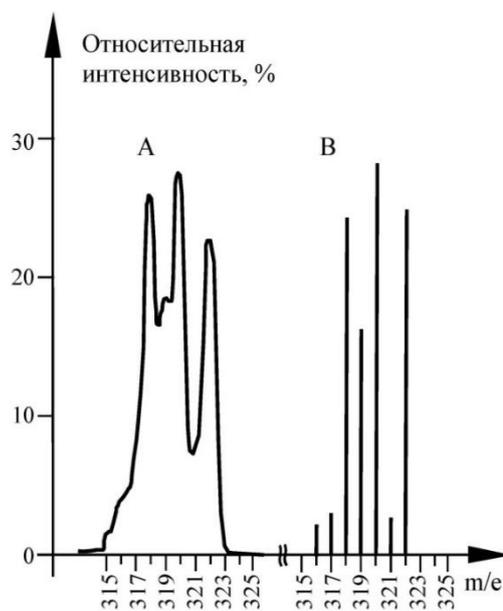


Рис. 6. Масс-спектр SrWO_3^+ (1850 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

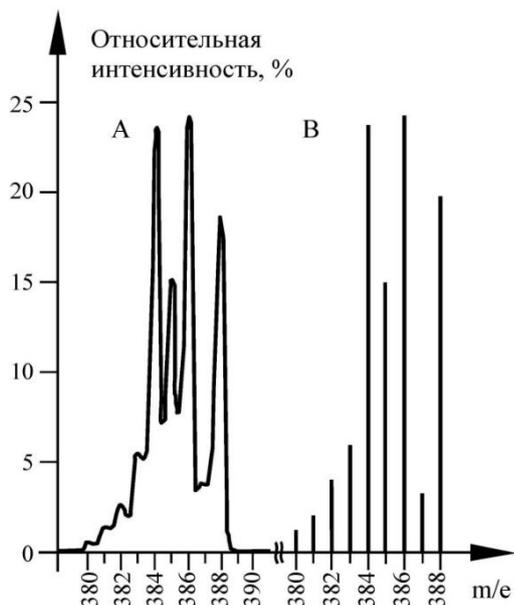


Рис. 7. Масс-спектр $BaWO_4^+$ (1870 K): А - экспериментальный, В - расчетный

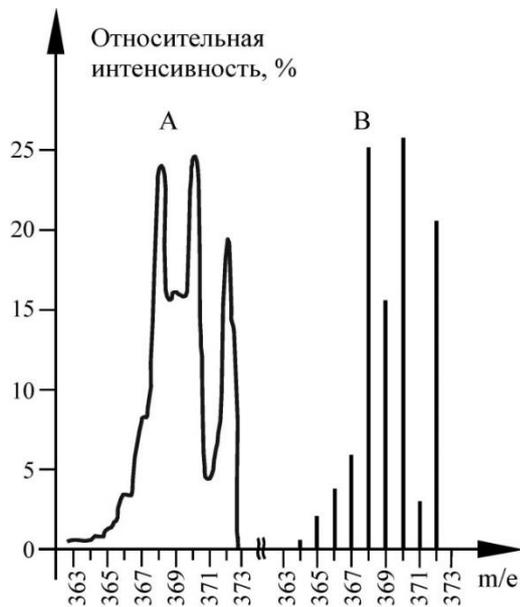


Рис. 8. Масс-спектр $BaWO_3^+$ (1870 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

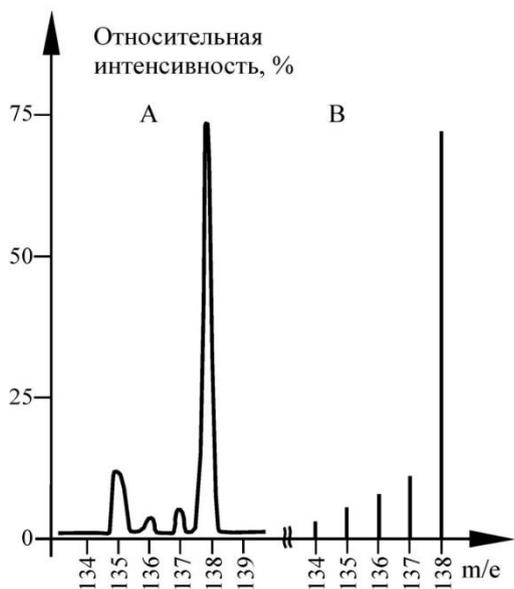


Рис. 9. Масс-спектр иона Ba^+ (1870 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

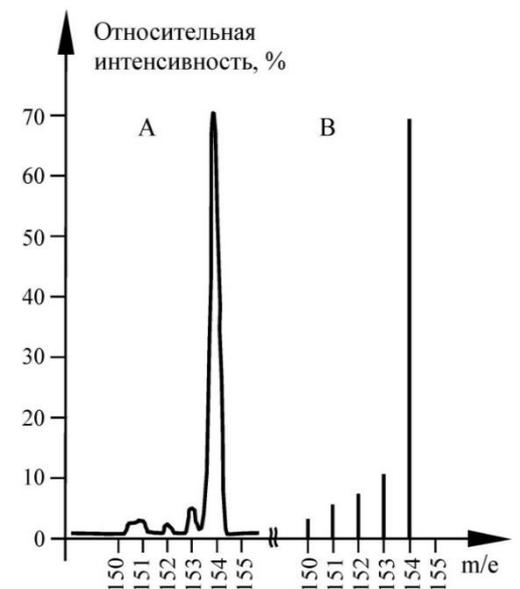


Рис. 10. Масс-спектр иона BaO^+ (1870 K): А - экспериментальный, В - расчетный.

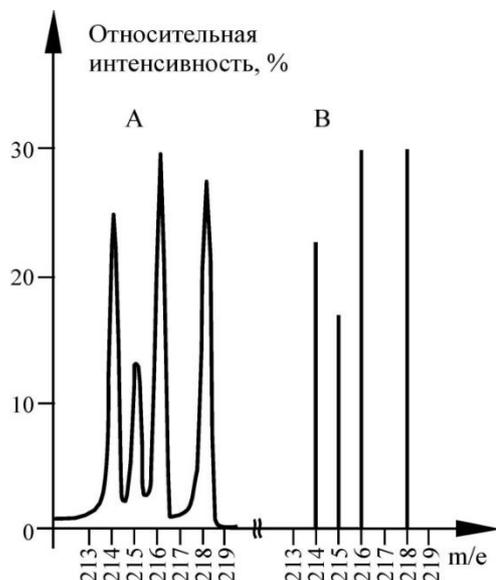


Рис. 11. Масс-спектр иона WO_2^+ (1700 К):
 А - экспериментальный, В - расчетный.

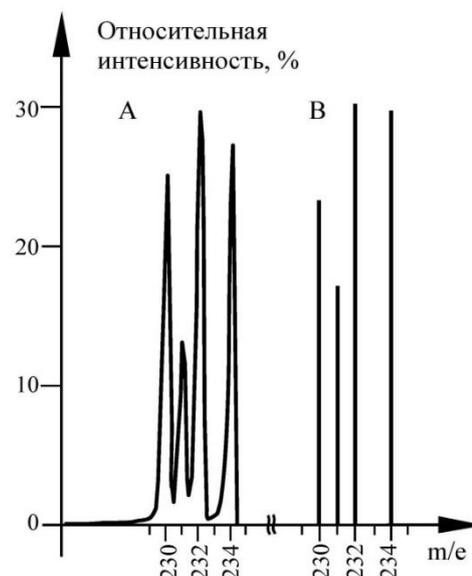


Рис. 12. Масс-спектр иона WO_3^+ (1700 К): А - экспериментальный, В - расчетный.

В таблице 2 и на рисунке 13 приведены температурные зависимости парциальных давлений и энтальпии испарения мономерных молекул вольфраматов щелочноземельных металлов.

Таблица 2
 Зависимость давления пара вольфраматов щелочноземельных металлов от температуры и энтальпии их испарения (P, атм) [7, 8, 9, 11]

Соединение	Т, К	lgP=-A/T+B		$\Delta H_{s,o}^0$, кДж/моль
		A	B	
MgWO ₄	1600-1900	28737	7,95	652±20
CaWO ₄	1850-2000	25265	6,13	644±20
SrWO ₄	1800-1900	25052	7,13	615±20
BaWO ₄	1770-1900	20570	4,58	548±20

В таблице 3 приведены энтальпии образования и диссоциации газообразных вольфраматов щелочноземельных металлов на оксиды и на элементы (ΔH , кДж/моль).

Таблица 3
 Термодинамические данные для газообразных вольфраматов Mg, Ca, Sr, Ba (ΔH , кДж/моль) ($\Delta H \pm 60$).

Соединение	Образование $\Delta H_{f,o}$	Диссоциация		Литература
		На оксиды	На элементы	
		$\Delta H_{дис,о}^0$	$\Delta H_{ат,о}^0$	
MgWO ₄	890	648	2855	[1, 7, 8, 9 11, 14,
CaWO ₄	974	732	2968	15]

Энтальпии образования твердых вольфраматов Mg, Ca, Sr, Ba из элементов и из оксидов приведены в таблице 4.

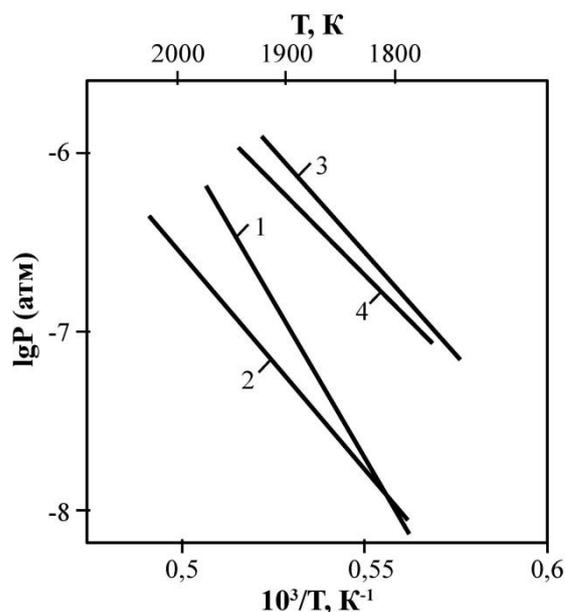


Рис.13. Сравнительные результаты по давлению пара над вольфраматами щелочноземельных металлов: 1- P(MgWO₄), 2- P(CaWO₄), 3- P(SrWO₄), 4- P(BaWO₄).

Таблица 4.
 Теплоты образования (ΔH , кДж/моль) твердых вольфраматов Mg, Ca, Sr, Ba из элементов и из оксидов [12].

Соединение	$-\Delta H_{f,298}^0$	
	из элементов	из оксидов
MgWO ₄	1518,3±10	73,9±5
CaWO ₄	1646,5±10	168,5±5
SrWO ₄	1651,3±10	217,9±5
BaWO ₄	1647,2±10	256,2±5

ВЫВОДЫ

Методом высокотемпературной масс-спектрометрии экспериментально доказано, что вольфраматы щелочноземельных металлов испаряются в расплавленном состоянии в виде мономерных молекул MeWO_{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, tungstates, molybdates and tungstates of magnesium, calcium, strontium and tin // Trans. Faraday. Soc. 1965. V. 61, N 511, pt 7. P. 1372-1375.
2. 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.
3. Aldrich L.T. The evaporation of BaO from Pt, Ta, W, Mo and Ni // Phys. Rev. 1951. V.81, N 2. P. 320-322.
4. Марушкин К.Н., Алиханян А.С., Гринберг Я.Х., Мелек Б.Т., Широков С.Р., Горгораки В.И. Состав пара в системе BaO-WO₃ // Журн. неорган. химии. 1987. Т.32, N 12. С. 3036-3042.

5. Алиханян А.С., Марушкин К.Н., Гринберг Я.Х., Лазарев В.Б., Горгораки В.И. Образование вольфраматов бария в системе BaO-WO_3 // Журн. неорган. химии. 1988. Т.33, N 6. С. 1558-1561.
6. Чижиков Д.М., Казенас Е.К., Ермилова И.О. Масс-спектрометрическое исследование испарения сложных окислов вольфрама и молибдена // Вторая Всесоюзная конференция по масс-спектрометрии. 1974. Тезисы докл. Л.:Наука. 1974. С.179-180.
7. 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.
8. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А. Масс-спектрометрическое исследование термодинамики испарения вольфрамата бария // Металлы. 2003. N 4. С. 34-37.
9. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А., Волченкова В.А. Термодинамика испарения вольфрамата магния // Металлы. 2004. N 4. С. 23-28.
10. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Самойлова И.О., Астахова Г.К., Петров А.А., Волченкова В.А. Исследование термодинамики испарения вольфрамата кальция // Металлы. 2005. N 3. С. 26-28.
11. Казенас Е.К., Цветков Ю.В., Астахова Г.К., Самойлова И.О., Волченкова В.А. Исследование термодинамики испарения вольфрамата стронция // Металлы. 2007. N 2. С. 19-22.
12. Guo Q.T., Kleppa O.J. Enthalpies of formation from component oxides of MgWO_4 , CaWO_4 (scheelite), SrWO_4 and BaWO_4 determined by high-temperature direct synthesis calorimetry // *Termochim. acta.* 1996. V.288, N 1-2. P. 53-61.
13. Pupp C., Y'mdagni R., Porter R.F. Mass spectrometric study of the evaporation of BaMoO_4 and BaWO_4 // *J. Inorg. And Nucl. Chem.* 1969. V.31, N 7. P. 2021-2029.
14. Pliis V. Zur thermo-chemie von gasformigen GeWO_4 and GeW_2O_7 // *Zeits. Anorgan. Alegen. Chemie.* 1982. V.484. N 1. P.165-172.
15. Лопатин С.И., Семенов Г.А., Шугуров С.И. Термохимическое исследование газообразных солей кислородосодержащих кислот. XIII. Молибдаты и вольфраматы щелочно-земельных металлов // *ЖОХ.* 2003. Т.73, N 2. С.187-193.
16. Казенас Е.К. Термодинамика испарения двойных оксидов // М.: Наука. 2004. 551 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Е.К. Казенас – главный научный сотрудник, доктор технических наук. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), Москва; e-mail: ekazenas@imet.ac.ru

Н.А. Андреева – научный сотрудник. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

Г.К. Астахова – научный сотрудник. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

В.А. Волченкова – ведущий научный сотрудник, кандидат химических наук. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

О.А. Овчинникова – старший научный сотрудник. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

Т.Н. Пенкина – старший научный сотрудник. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

О.Н. Фомина – ведущий научный сотрудник, кандидат технических наук. Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской Академии Наук (ИМЕТ РАН), г. Москва.

О ВОЗМОЖНОСТИ НАБЛЮДЕНИЯ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ДВУХ ТИПОВ ВОЗМУЩЕНИЙ В СВЕРХТЕКУЧЕМ ГЕЛИИ: ПОТЕНЦИАЛЬНОЙ И ВИХРЕВОЙ ТУРБУЛЕНТНОСТИ

А.А. Есина, В.Б. Ефимов

АННОТАЦИЯ

В данной работе формулируется задача и представлены характеристики измерительной ячейки для изучения взаимодействия волн второго звука и квантованных вихрей, т. е. взаимодействие потенциального и вихревого движений в сверхтекучем гелии. Первоначально гармонические волны второго звука за счет сильной нелинейности передают энергию через каскады кратных гармоник от частот накачки в область вязкостной диссипации – акустическая турбулентность потенциальных потоков. Реализация такой турбулентности возможно в цилиндрическом резонаторе волн второго звука. Для сверхтекучего гелия возможно существование квантованных вихрей и формирование квантовой турбулентности. Для создания квантовой турбулентности нами использовались кварцевые камертоны. Экспериментально были получены добротности резонатора волн второго звука и кварцевого камертона, использующегося в качестве генератора вихрей. Полученные спектры нелинейных волн второго звука в резонаторе демонстрируют возникновение энергетических потоков в квазиодномерной геометрии, а вольтамперные характеристики камертона в сверхтекучем гелии показывают переход от ламинарного к турбулентному режиму.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СВЕРХТЕКУЧИЙ ГЕЛИЙ, ВТОРОЙ ЗВУК, КВАНТОВАННЫЕ ВИХРИ, КВАРЦЕВЫЙ КАМЕРТОН

IF ON THE POSSIBILITY OF OBSERVING THE INTERACTION OF TWO TYPES OF EXITATIONS IN SUPERFLUID HELIUM: POTENTIAL AND VORTEX TURBULENCE

A.A. Esina, V.B. Efimov

ABSTRACT

The present work formulates the problem and the characteristics of the experimental cell for study the interaction of second-sound waves and quantized vortices, i.e., the interaction of potential and vortical motions in superfluid helium. Initially, harmonic waves of the second sound, due to strong nonlinearity, transfer energy through frequency cascades of multiple harmonics from the pumping region to the viscous dissipation region. This is acoustic turbulence of potential fluxes. Realization of such turbulence is possible in a cylindrical resonator of second-sound waves. For superfluid helium, the existence of quantized vortices and the formation of quantum turbulence are possible. We used quartz tuning forks for create quantum turbulence. The quality factors of the second-sound wave resonator and the quartz tuning fork used as a vortex generator were measured experimentally. The obtained spectra of nonlinear second-sound waves in the resonator demonstrate the occurrence of energy flows in a quasi-one-dimensional geometry. The current-voltage characteristics of a tuning forks in superfluid helium show a transition from a laminar to a turbulent regime.

KEYWORDS

SUPERFLUID HELIUM, SECOND SOUND, QUANTIZED VORTICES, QUARTZ TUNING FORK

ВВЕДЕНИЕ

Исследование турбулентных процессов – одна из актуальных задач в современной физике. Турбулентность – явление, имеющее место как в живой, так и неживой природе, и проявляется в стохастизации поведения диссипативной среды, возникающее при больших возбуждениях в нелинейных средах без диссипации (или со слабой диссипацией) с большим числом степеней свободы. Для турбулентности характерна передача энергии накачки через инерционный интервал, где преобладают нелинейные процессы, в область высоких (реже низких) частот, где она рассеивается из-за преобладающих диссипативных процессов т.е., в частности, турбулентность может возникать в системе взаимодействующих нелинейных волн в слабодиссипативных (бездиссипативных) средах.

Одной из таких систем является система нелинейных тепловых возмущений в гелии- 4 волн второго звука. Особенности поведения этих волн создают уникальные экспериментальные возможности для изучения явлений распространения, взаимодействия волн в достаточно простой геометрии (например, в квазиодномерной геометрии), исследовать процессы формирования и распада турбулентных состояний [1]. Для волн второго звука в сверхтекучем гелии характерны уникальные законы зависимости скорости волны от ее амплитуды, очень малое затухание волны и линейный закон дисперсии. Нелинейная зависимость скорости волн от амплитуды и возможность менять коэффициент нелинейности β_2 как по величине, так и по знаку изменением температуры позволяет изучать процессы взаимодействия нелинейных волн, формировать турбулентное состояние взаимодействующих волн, изучать процессы передачи энергии при такой турбулентности (турбулентность Бюргера).

На процессы перекачки энергии в частотном пространстве можно влиять, внося в систему возмущение. Для сверхтекучего гелия такой вид возбуждений существует – квантованные вихри, взаимодействие с которыми сильно нелинейных волн еще мало исследовано.

Генерация квантованных вихрей в сверхтекучем гелии может осуществляться различными способами, например, с помощью колеблющихся тел [2]. В последнее время в качестве такого генератора квантованных вихрей хорошо себя зарекомендовали кварцевые камертоны, преимуществами которых являются простота использования, дешевизна и высокая добротность. Кварцевые камертоны (кварцевые осцилляторы для электронных часов) способных генерировать вихри как в виде отдельных вихревых колец, так и в виде запутанных вихревых клубков. Особенности поведения кварцевых камертонов при переходе в турбулентный режим также изучены достаточно хорошо в широком диапазоне температур.

Исследование взаимодействия нелинейных волн второго звука с квантованными вихрями, генерируемыми кварцевым камертоном, позволят лучше понять, как квантовая вихревая турбулентность влияет на энергетический каскад в системе волн. В данной работе приводятся предварительные результаты изучения режимов работы резонаторов волн второго звука и кварцевых камертонов для дальнейшего применения для решения поставленной задачи.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Все измерения проводились в стеклянном криостате в диапазоне температур от 1,25 К до 2,05 К. Измерительная ячейка волн второго звука представляет собой кварцевый цилиндрический резонатор, размеры которого – $L = 7$ см (длина) и $D = 2$ см (диаметр). На одном торце резонатора находится пленочный никелевый нагреватель сопротивлением $R_H = 230 \Omega$, использующийся в качестве генератора тепловых волн, а на другом торце – сверхпроводящий детектор-болометр, представляющий собой пленку из оловянной бронзы с рисунком в форме меандра и сопротивлением $R_B = 2,3 \text{ k}\Omega$. Чувствительность болометра составляет примерно 1 В/К, что позволяет уверенно регистрировать изменения температуры в десятки милликельвин. В стенке резонатора имеется небольшое отверстие для помещения внутрь кварцевого камертона. Вид ячейки представлен на рис. 1.

В экспериментах использовались в основном заводские кварцевые камертоны с номинальной частотой $f_{vac} = 32,768$ кГц, а также камертон с частотой $f_{vac} \approx 31$ кГц и размером ножки примерно $0,5 \times 1 \times 3$ мм, характеристики которого и будут представлены в данной работе. Колебания камертона возбуждались с помощью переменного напряжения, возникающий при этом ток отклика пропусклся через I-V-преобразователь со встроенным усилителем и подавался на синхронный детектор.

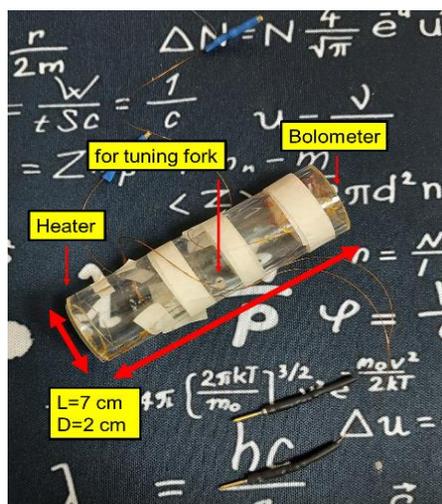


Рис.1. Резонатор волн второго звука для изучения взаимодействия акустической и квантовой турбулентности. Справа приведен кварцевый камертон, позволяющий создавать квантовые вихри

ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ РЕЗОНАТОРОВ

Характеристики резонатора волн второго звука были получены в области температур 1,55 - 1,65 К, где скорость распространения волн второго звука почти не зависит от температуры и составляет примерно 20 м/с. В соответствии со своими размерами, резонатор имеет набор собственных частот, значения и номера которых представлены на рис. 2а). Измерение этих частот проводилось при минимальной величине накачки, чтобы снизить нелинейные эффекты. В качестве рабочей была выбрана 25-я мода с частотой $f_{25} = 1,8228$ кГц, ее добротность составляет $\sim 10^3$. Резонансная кривая данной моды представлена на рис. 2б).

В данной области температур коэффициент нелинейности волн второго звука имеет большое положительное значение, из-за чего изначально гармоническая волна

преобразуется в ударную с разрывом на фронте, что представлено на рис.3а). При этом возникает перекачка энергии из основной моды в область высоких частот как показано на Фурье-спектрах регистрируемых сигналов (рис. 3б).

Показатель степени в зависимости энергии возникающих кратных гармоник от их частоты $E \sim f^m$ близок к значению $m = -5/3$, что говорит о реализации прямого каскада колмогоровского типа. Величины накачки выбраны так, чтобы не превысить критическую амплитуду (скорость) волн второго звука, при которой включится механизм Гортера-Меллинка и начнется процесс рождения квантованных вихрей. Мощности тепловых потоков такого процесса начинаются с величин ≈ 50 мВт/см². Таким образом, форма и амплитуда волн обусловлена только нелинейными искажениями без вклада затухания на вихревых клубках.

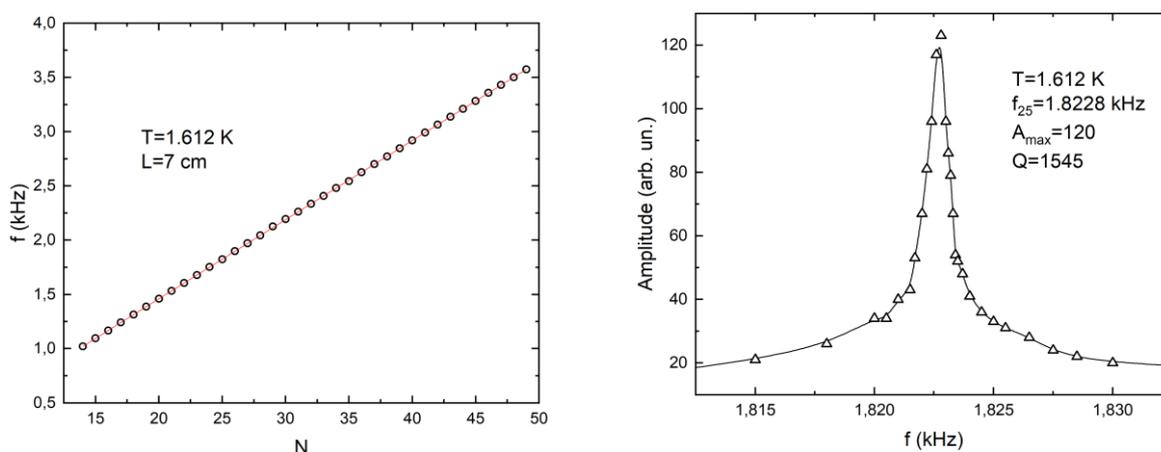


Рис. 2. а) Набор собственных мод резонатора волн второго звука; б) Резонансная кривая 25-й моды

В качестве генератора квантовой турбулентности выбран кварцевый камертон. Резонансная частота такого камертона в вакууме была $f=31\,169$ Гц при добротности $Q \approx 6 \cdot 10^3$. Характеристики этого камертона в сверхтекучем гелии представлены на рис.4. При достижении критической скорости колебаний камертона в сверхтекучем гелии (т. е. критической скорости обтекания гелием ножек камертона) начинают рождаться квантованные вихри. Это отражается на ВАХ камертона в виде изменения линейной зависимости отклика камертона от величины накачки, что характерно для ламинарного движения тела в жидкости, на квадратичную. Наиболее явно переход виден при самой низкой температуре, при более высоких температурах резкому переходу в турбулентный режим препятствует вязкость нормальной компоненты гелия.

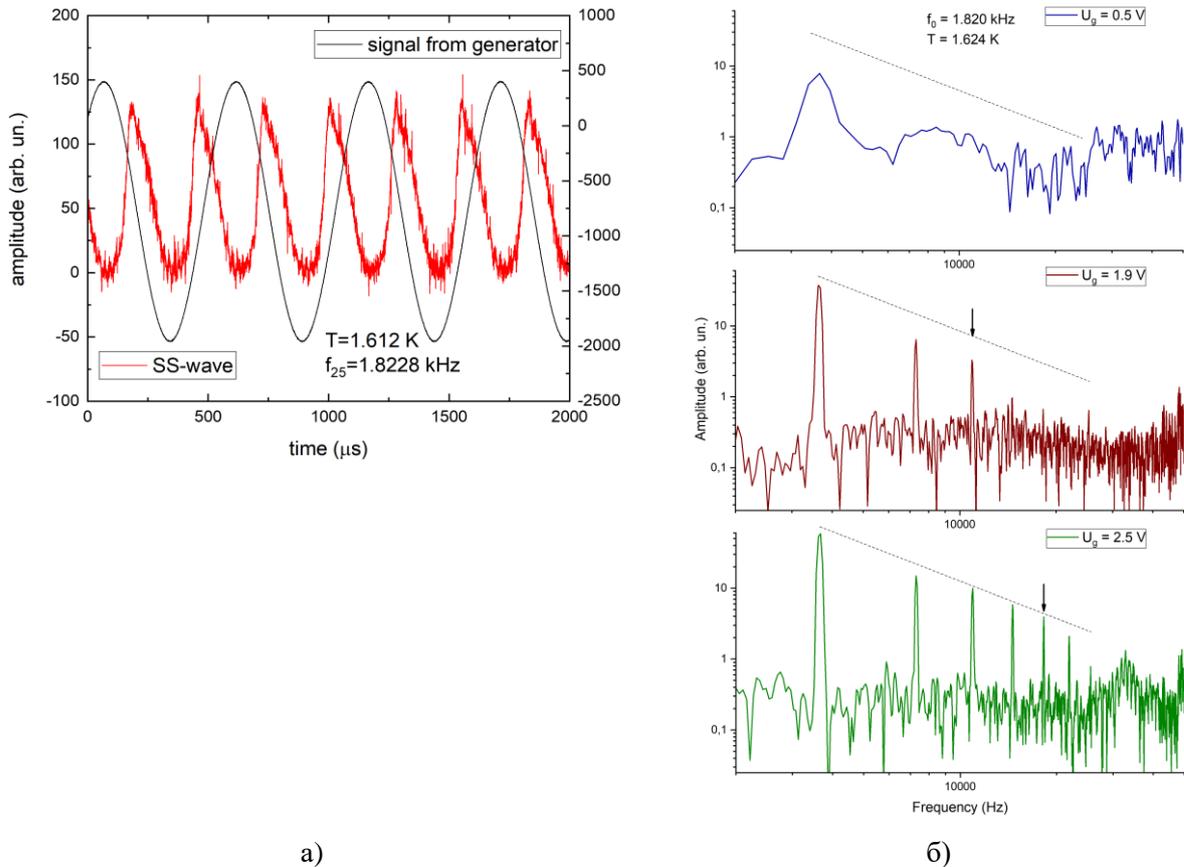


Рис.3. а) Гармонический сигнал, подаваемый на нагреватель, и генерируемая им нелинейно искаженная волна второго звука; б) спектры нелинейных волн второго звука при разных накачках, 25-я мода. Стрелочками обозначен конец инерциального интервала.

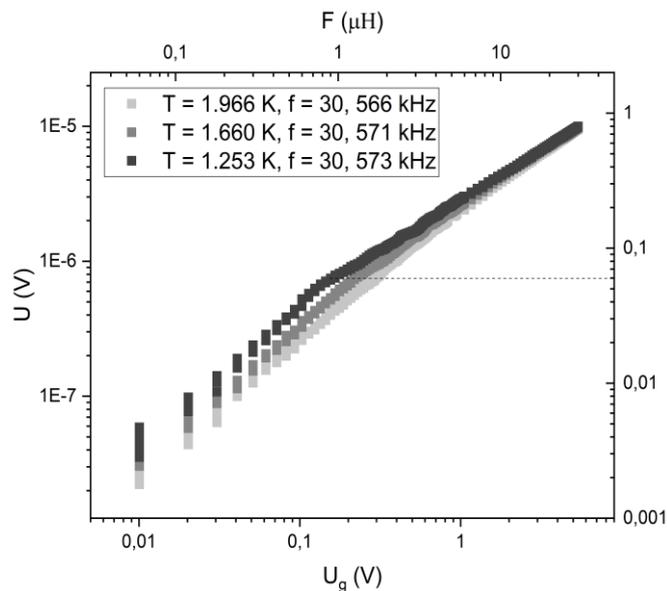


Рис.4. ВАХ камертона в сверхтекучем гелии при разных температурах. Пунктирной линией показан переход от линейной зависимости к квадратичной при критической скорости, составляющей примерно 6 см/с. Пересчет напряжения накачки в силу и тока отклика в скорость произведен в соответствии с электромеханической константой для этого камертона $a = 1,5 \cdot 10^{-5}$ Кл/м.

Для кварцевых осцилляторов величина приложенной силы F и скорость движения ножек камертона v определяется величиной приложенного переменного напряжения U_{ac} и тока в цепи I через электромеханическую константу a [3]. Так F вычисляется с помощью соотношения

$$F = \left(\frac{a}{2}\right) U_{ac},$$

а скорость движения ножек камертона v через выражение

$$I(t) = a \frac{dy(t)}{dx} = av(t),$$

где для вычисления электромеханической константы a необходимо измерить добротность такого осциллятора в идеальных условиях (в вакууме) и определить его электрическое сопротивление $R=U_0/I_0$ в условиях резонанса

$$a = \sqrt{\frac{2m\Delta\omega}{R}}.$$

В последнем уравнении неопределенна масса осциллятора, которая вычисляется из геометрических размеров ножки камертона. Сравнение вычисленной скорости движения ножки камертона в резонансе с непосредственно измеренной величиной показало близкие величины [4], что позволяет достаточно точно определять реальную скорость колебания кварцевого камертона.

ВЫВОДЫ

Полученные в экспериментах данные добротности резонатора волн второго звука и камертона имеют высокую чувствительность и обеспечивают возможность проведения запланированных исследований влияния квантованных вихрей на процессы передачи энергии при акустической турбулентности. Представленные в данной работе результаты хорошо согласуются с результатами, полученными ранее другими научными группами.

Работа была выполнена в рамках проекта РФФ 22-22-00718.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ефимов В.Б., УФН, 188, 10, 1025-1048 (2018)
2. R. Hanninen, M. Tsubota, W. F. Vinen, Phys. Rev. B75, 064502 (2007)
3. R. Blaauwgeers, M. Blazkova, M. Clovecko, et al, JLTP, 146, 5/6 (2007)
4. V.V. Efimov, Deepak Garg, O.Kolosov, P.V.E. McClintock, JLTP, 158, 3/4, 456-461 (2010)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Ефимов Виктор Борисович – доктор физико-математических наук, профессор (ORCID: 0000-0002-9195-2458). Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл. e-mail: efimov@issp.ac.ru

А.А.Есина – младший научный сотрудник (ORCID: 0000-0001-5700-3729). . Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл. e-mail: orlova_lkk@issp.ac.ru

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИНЖЕКТИРОВАННЫХ ЗАРЯДОВ С КВАНТОВЫМИ ВИХРЯМИ В СВЕРХТЕКУЧЕМ ГЕЛИИ В БЛИЗИ ПОВЕРХНОСТИ

М.Р. Султанова, И.А. Ремизов, А.А. Левченко

АННОТАЦИЯ

Экспериментально исследовано движение инжектированных отрицательных зарядов под свободной поверхностью жидкости, а также в объеме сверхтекучего He-II при температурах $T \approx 1.5$ К в статических электрических полях различной конфигурации. Обнаружено, что в случае конфигурации электрического поля, которая прижимает заряды к свободной поверхности He-II наблюдается заметное отклонение распределения плотности тока от той которая задается электрическим полем, а при конфигурации, когда заряды двигаются в объеме He-II плотность тока совпадает с силовыми линиями электрического поля.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СВЕРХТЕКУЧИЙ ГЕЛИЙ, ЗАРЯДЫ ПОД ПОВЕРХНОСТЬЮ, ЗАРЯЖЕННАЯ ПОВЕРХНОСТЬ ЖИДКОСТИ, КВАНТОВЫЕ ВИХРИ

INTERACTION OF INJECTED CHARGES WITH QUANTUM VORTICES IN SUPERFLUID HELIUM NEAR THE SURFACE

M.R. Sultanova, I. A. Remizov, A.A. Levchenko

ABSTRACT

The motion of injected negative charges under the free surface of a liquid, as well as in the volume of superfluid He-II at temperatures $T \approx 1.5$ K in static electric fields of various configurations, has been experimentally studied. It was found that in the case of an electric field configuration that presses the charges to the free surface of He-II, there is a noticeable deviation of the current density distribution from that specified by the electric field, and in the case of a configuration when the charges move in the volume of He-II, the current density coincides with the electric field lines.

KEYWORDS

SUPERFLUID HELIUM, SUBSURFACE CHARGES, CHARGED LIQUID SURFACE, QUANTUM VORTICES

ВВЕДЕНИЕ

В объеме жидкого гелия могут формироваться различные ионные комплексы наиболее распространенными являются положительные и отрицательные ионы, а также заряженные вихревые кольца [1]. Положительные ионы (катионы) в жидком гелии представляют собой атом гелия без одного электрона окруженного слоем затвердевшего гелия в следствии поляризационных эффектов. Радиус R^+ катиона около 6 Å, а эффективная масса M^+ складывается из массы атома гелия, сферы из твердого гелия, и присоединенной массы. Таким образом масса M^+ положительного иона составляет примерно $60-80 m_{He^4}$. Другую структуру имеют отрицательные ионы (анионы), которые образуются при введении в жидкий гелий электрона, который создает пузырек, локализуясь внутри сферической полости.

Образование электронных пузырьков связано с рядом причин. Во-первых, атом гелия является устойчивой квантовой системой, которая не может присоединить к себе лишний электрон, поэтому свободный электрон вынужден двигаться в межатомном пространстве вблизи отталкивающих его отдельных атомов, имея при этом большую энергию нулевых колебаний [1]. Во-вторых, гелий характеризуется малой величиной поверхностного натяжения на границе жидкость-пар. Таким образом электрону выгодно образовать пузырек и тем самым уменьшить свою энергию. Теоретические расчеты показывают, что радиус электронного пузырька R составляет примерно 17 \AA , а эффективная масса аниона практически совпадает с его присоединенной массой и составляет примерно $243 m_{\text{He}}^4$.

Дрейфовая скорость V_D положительных и отрицательных ионов в ведущем электрическом поле напряженностью E описывается следующей зависимостью

$$V_D = \mu * E,$$

где μ – подвижность иона в жидком гелии, которая зависит от температуры [2]. Механизм температурной зависимости подвижности иона в жидком гелии, а также ее зависимости от вида иона подробно описан в [1]. Стоит отметить, что при движении заряда в объеме жидкого гелия под действием ведущего электрического поля направление скорости иона в точке совпадает с вектором напряженности электрического поля, т. е. подвижность иона μ является скаляром. Таким образом имеет место локальное взаимодействие иона с тянущим электрическим полем.

Известно [3], что на ионы в жидком гелии вблизи поверхности со стороны жидкой фазы действует сила F поляризационного происхождения (сила изображения), которая отталкивает ионы от границы в объем. При наложении прижимающего ионы к поверхности электрического поля E_{\perp} , из-за конкуренции с силой изображения возникает потенциальная яма ее минимум соответствует координате z_0

$$z_0 = \frac{1}{2} \left[\frac{e(\epsilon - 1)}{E_{\perp} \epsilon (\epsilon + 1)} \right].$$

Поэтому ионы, введенные в гелий, локализуются на поверхности $z = z_0$, и превращая ионную систему в двумерную [3]. Заряженная поверхность может перевести к существенному рассеиванию зарядов, которые движутся вблизи неё.

В данной работе исследовано движение инжектированных отрицательных зарядов (электронных пузырьков) под свободной поверхностью жидкости, а также в объеме сверхтекучего He-II при температурах $T \approx 1.5 \text{ K}$ в статических электрических полях различной конфигурации. Обнаружено, что в случае конфигурации электрического поля, которая прижимает заряды к свободной поверхности He-II наблюдается заметное отклонение плотности тока от той которая задается электрическим полем, а при конфигурациях, когда заряды двигаются в объеме He-II, плотность тока совпадает с силовыми линиями электрического поля.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Эксперименты были проведены в рабочей ячейке, которая представляла собой прямоугольный параллелепипед с шестью электрически изолированными гранями внутренними размерами $50 \times 50 \times 3 \text{ мм}$. Верхняя грань ячейки была изготовлена из кварцевого стекла, на нижнюю поверхность которого напылили полупрозрачную металлическую пленку.

Расстояние поверхность жидкости – кварцевое стекло составляло 3 мм. Титано-третиевый радиоактивный источник зарядов диаметром 3 мм был установлен на одной из вертикальных граней ячейки, (1 на рис. 1). На противоположной стороне был размещен 5-сегментный коллектор (3 на рис. 1). Ширина сегмента составляла 9 мм, а высота 30 мм. Каждый сегмент был подключен к независимому усилителю тока, а выходные сигналы отцифровывались аналого-цифровым преобразователем (АЦП) и записывались в память компьютера. В экспериментах измерялась зависимость от времени тока коллекторов при включении и выключении возбуждения волн плунжерами. Для оценки постоянной составляющей тока коллекторов $I_i(t)$ полученные экспериментальные зависимости подвергались Фурье-фильтрации на низких частотах.

Постоянное электрическое напряжение прикладывали к граням параллелепипеда от независимых источников относительно общей земли, так чтобы инжектированные отрицательные заряды перемещались от источника зарядов к коллектору.

Возбуждение волн производилось с помощью двух плоских плунжеров (2 на рис.1), установленных параллельно двум смежным граням ячейки на расстоянии 3 мм. Каждый плунжер приводился в движение своим электромагнитным приводом, переменное напряжение на который подавалось от двухканального функционального генератора. Плунжеры совершали поступательно-возвратное движение в горизонтальной плоскости.

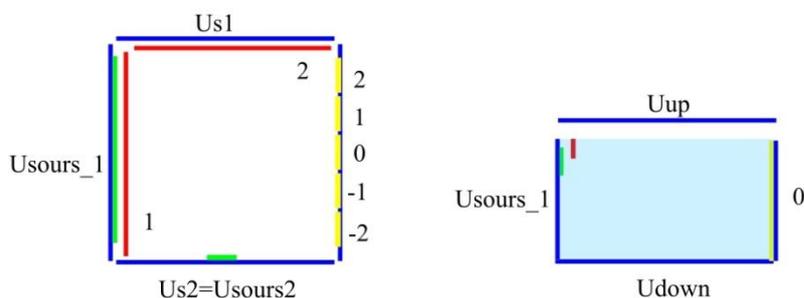


Рис. 1. Схема ячейки: 1 – источник зарядов, 2 – плунжеры, 3 – принимающий секционный коллектор

РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. (2-4) показаны экспериментальные зависимости тока от времени на сегментах приемного коллектора $I_i(t)$ до включения возбуждения волн на поверхности сверхтекучего гелия, во время работы плунжеров и после выключения накачки. Представленные зависимости были получены при следующих напряжениях на гранях ячейки: напряжение на источниках $U_{sours1,2} = -100$ В, на боковой грани $U_{side1} = 0$ В, напряжение на верхней грани и нижней грани менялось входе эксперимента. В представленных экспериментах гармоническая накачка волн на поверхности жидкости осуществлялась двумя плунжерами на частоте 49.8 Гц. Разность фаз электрических сигналов, подаваемых на приводы, составляла 90° . Крутизна генерируемых на поверхности волн составляла $kH = 0.05$.

На рис. 2. представлена зависимость, полученная при следующих напряжениях на верхней $U_{up} = -50$ В, и нижней $U_{Down} = -100$ В, гранях ячейки. Видно, что до включения накачки ток распределен между первыми тремя сегментами -1, 0, 1, и заметно меняется с

включением накачки. Ток на сегменте -1 увеличивается при включении накачки, а на сегментах 1, 0 уменьшается, при этом суммарный ток заметно увеличивается.

На рис. 3. представлена зависимость, полученная при следующих напряжениях на верхней $U_{up} = -100$ В, и нижней $U_{Down} = -50$ В, гранях ячейки. Видно, что до включения накачки ток в основном приходит на -1 сегмент приемного коллектора, и примерно равен суммарному току. С включением накачки распределение токов и суммарный ток существенно не меняются. Ток на 0,1 сегментах в течении всего времени измерения остаётся примерно равным нулю.

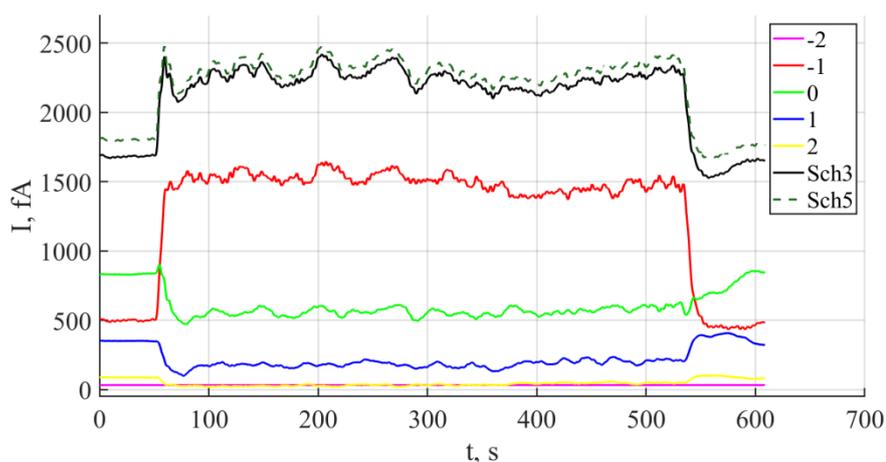


Рис. 2. Зависимости от времени тока на принимающих коллекторах в сверхтекучем гелии He-II

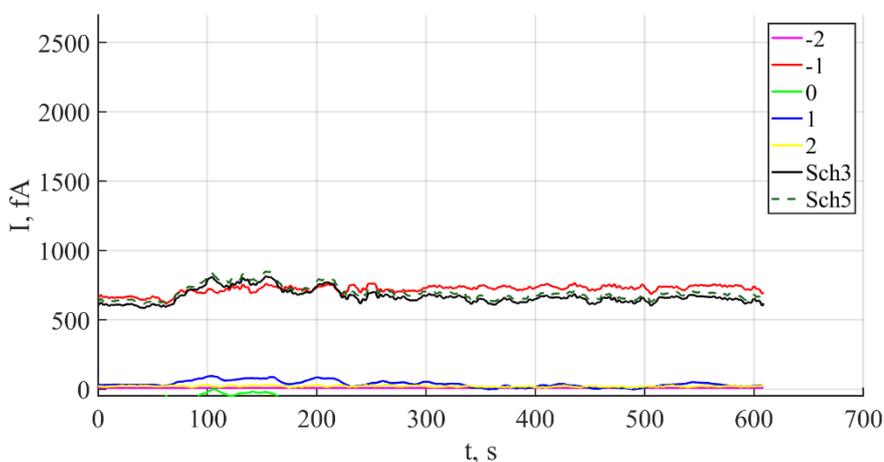


Рис. 3. Зависимости от времени тока на принимающих коллекторах в сверхтекучем гелии He-II

На рис. 4. представлена зависимость, полученная при следующих напряжениях на верхней $U_{up} = -50$ В, и нижней $U_{Down} = -100$ В, гранях ячейки, и при полностью заполненной ячейке без свободной поверхности. В этом случае полученные зависимости тока от времени выглядят более зашумленными чем в предыдущих случаях, также при включении накачки наблюдается всплеск тока на -1 сегменте приемного коллектора, и суммарного тока. Однако в целом картина распределения тока выглядит аналогично представленной на рис. 3.

Зависимости, представленные на рис 2,3 получены в экспериментах с различной конфигурацией электрического поля, поэтому заряды двигались на разном расстоянии от

свободной поверхности, а в экспериментах, результаты которых представлены на рис. 4, свободная поверхность отсутствует.

Моделирование электрического поля показывает, что при напряжениях на верхней $U_{up} = -50$ В, и нижней $U_{Down} = -100$ В, гранях ячейки заряды двигаются вблизи двумерной заряженной поверхности, а при $U_{up} = -100$ В, $U_{Down} = -50$ В их траектории проходят в объеме жидкого гелия вдали от поверхности.

Следует отметить, что когда заряды двигаются вдали от поверхности, или в ситуации, когда ячейка полностью заполнена сверхтекучим гелием временные зависимости тока от времени выглядят одинаково, а суммарный ток в основном приходит на -1 сегмент приемного коллектора. Однако, когда заряды двигаются вблизи поверхности, то распределение тока до включения накачки суммарный ток распределяется следующим образом -1 сегмент приходит 33% на 0 сегмент 46%, и на 1 сегмент 21%. Включение накачки приводит к увеличению суммарного тока 35% и существенному изменению его распределения на -1 сегмент приходит 65% на 0 сегмент 22%, и на 1 сегмент 13% после выключения накачки распределение возвращается к исходному. Таким образом наличие свободной поверхности существенно влияет на транспорт заряда в сверхтекучем гелии, что можно связать с рассеиванием зарядов на заряженной двумерной поверхности жидкости.

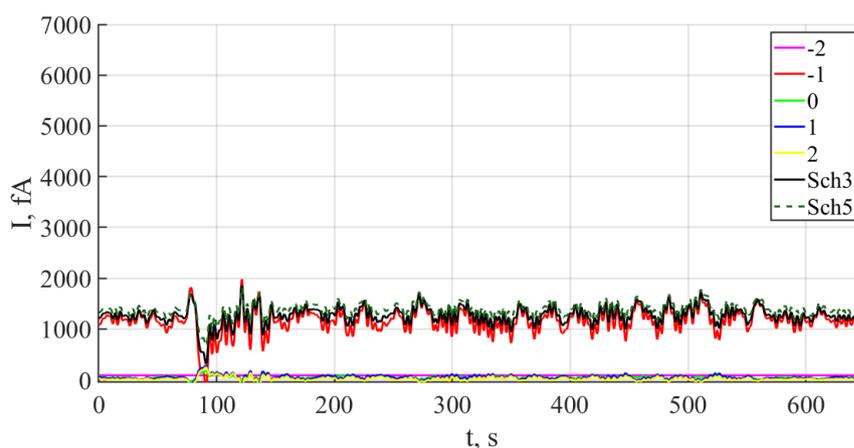


Рис. 4. Зависимости от времени тока на принимающих коллекторах в сверхтекучем гелии He-II

Рассеивание инжектированных в жидкий гелий зарядов при возбуждении волн на поверхности жидкого гелия ранее исследовалось в нашей работе [4], которое состоит в следующем волна на поверхности жидкости согласно [5] приводят к формированию эйлеровой завихренности, а при высоких амплитудах накачки отдельные вихри начинают перекрываться и образуя валы завихренности на которых рассеиваются инжектированные заряды.

ВЫВОДЫ

В работе было экспериментально установлено, что двумерная заряженная поверхность сверхтекучего гелия существенно влияет на транспорт инжектированных электронов.

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства науки и высшего образования РФ #075-15-2019-1893

ЛИТЕРАТУРА

1. Шикин В Б УФН 121 457–497 (1977)
2. Russell J. Donnelly and Carlo F. Barenghi Journal of Physical and Chemical Reference Data 27, 1217 (1998); <https://doi.org/10.1063/1.556028>
3. Шикин В Б УФН 164 995–997 (1994)
4. I.A. Remizov, M.R. Sultanova, A.A. Levchenko, L.P. Mezhov-Deglin // Low Temperature Physics/Fizika Nizkikh Temperatur. – 2021. – Vol. 47, Iss. 5. – P. 378–382/409–413
5. S. V. Filatov, V. M. Parfenyev, S. S. Vergeles, M. Y. Brazhnikov, A. A. Levchenko, and V. V. Lebedev, Phys. Rev. Lett. 116, 054501 (2016).

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

М.Р. Султанова – аспирант. Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, г. Черногоровка Московской обл. e-mail: mabinkaifft@issp.ac.ru

И.А. Ремизов – научный сотрудник. Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, г. Черногоровка Московской обл.

А.А. Левченко – доктор физико-математических наук, директор Института физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, г. Черногоровка Московской обл.

СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

ОТЕЧЕСТВЕННЫЕ ВЫСОКОВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ ДЛЯ ЦКП «СКИФ»

А.А. Краснов, А.М. Семенов

АННОТАЦИЯ

В настоящее время в вакуумных системах ускорителей заряженных частиц получение вакуума нельзя представить себе без применения магниторазрядных насосов и сосредоточенных вакуумных насосов на базе нераспыляемых геттеров (non-evaporable getters, NEG). Данные насосы будут применяться в синхротроне 4+ поколения ЦКП «СКИФ». В ИЯФ СО РАН были изготовлены и протестированы прототипы компактных магниторазрядных насосов триодного типа с быстротой откачки 20 л/с и 40 л/с и геттерных насосов с быстротой откачки по водороду 300 л/с, 600 л/с, 900 л/с и 1300 л/с. Конструкция насосов, а также результаты испытаний представлены в данной статье.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ, НЕРАСПЫЛЯЕМЫЙ ГЕТТЕР, НАКОПИТЕЛЬ, ИСТОЧНИК СИ

THE DOMESTIC HIGH VACUUM PUMPS FOR SRF «SKIF»

A.A. Krasnov, A.M. Semenov

ABSTRACT

At present, the compact sputter ion pumps of triode type and lumped vacuum pumps based on the non-evaporable getters (NEG) have got wide application in accelerator vacuum systems. These pumps are one of the types using for vacuum obtaining in the synchrotron source of 4th generation SFR “SKIF”. In BINP, the compact putter ion pump prototypes with pumping speed of 20 l/s and 40 l/s and NEG prototypes with pumping speed of 300 l/s, 600 l/s, 900 l/s and 1300 l/s for hydrogen were created and investigated. The pumps construction and test results are presented here.

KEYWORDS

ULTRA-HIGH VACUUM, NON-EVAPORABLE GETTER, STORAGE RING, SOURCE SR

ВВЕДЕНИЕ

ЦКП «СКИФ» — уникальный по своим характеристикам источник синхротронного излучения «4+» поколения с энергией 3 ГэВ и с рекордным эмиттансом пучка около 75 пм·рад, который создается в рамках национального проекта «Наука и университеты» и программы «Академгородок 2.0» в наукограде Кольцово Новосибирской области. Для получения сверхвысокого вакуума в условиях чрезвычайно тесного расположения элементов в накопительном синхротроне СКИФ, принято решение разработать и применить малогабаритные специализированные магниторазрядные насосы и малогабаритные насосы на базе нераспыляемых геттеров отечественного производства [1]. В данной комбинации, основная задача магниторазрядного насоса – откачка инертных газов, выделяющихся из сварных швов и проникающих через микротечи, практически неизбежные в больших вакуумных установках. Задача же геттерных насосов - обеспечить большую скорость откачки по химически активным газам, основным источником которых, является стимулированная

десорбция под воздействием интенсивного синхротронного излучения на стенки вакуумной камеры.

Мировая практика производства магнитоэрозийных насосов показала, что наибольшей эффективностью откачки по инертным газам обладают триодные насосы со специфической геометрией катода, благодаря которой повышается коэффициент распыления катодного материала на поверхности неподверженные бомбардировке ионов и электронов. Первые в России малогабаритные однопотенциальные неохлаждаемые магнитоэрозийные насосы подобного типа разработаны и произведены в АО «Катод» (Новосибирск) и ООО «Призма» (Новосибирск) при тесном сотрудничестве с ИЯФ СО РАН. В настоящей статье представлены краткое описание и результаты тестирования этих насосов.

Также в мире многие производители магнитоэрозийных насосов предпринимали и предпринимают попытки создать магнитоэрозийные насосы с сильным магнитным полем. Важным преимуществом данных насосов заключается в том, что можно либо уменьшить массогабаритные размеры насоса при сохранении скорости откачки насоса, либо увеличить скорость откачки за счет размещения большего количества анодных ячеек, т.к. чем больше величина магнитного поля, тем в меньшем размере анодной ячейки возможно «возникновение» разряда. Начиная с 2020 г. в ИЯФ СО РАН были возобновлены работы по созданию магнитоэрозийных насосов с сильным (до 0,3 Тл) магнитным полем [2]. К сожалению, пока не удалось устранить недостаток, связанный с предельным вакуумом самого насоса (минимальное давление равняется 10^{-9} Торр).

Материалы в геттерных насосах связывают газ за счет хемосорбции. Таким образом, они должны быть химически активны по отношению к остаточным газам, доминирующим в высоковакуумных системах, таким как H_2 , CO, CO_2 и т. д. Геттеры, по способу применения, подразделяются на два типа: нераспыляемые геттеры (НГ) и распыляемые геттеры. Нераспыляемые геттеры используются в основном в тех случаях, когда нежелательно распыление металлов в вакууме или недостаточно свободной поверхности в установке для достижения требуемой сорбционной емкости. НГ помещаются в вакуумную систему или наносятся на ее элементы до вакуумирования и, по определению, изготавливаются из химически активных металлов, таких как титан, цирконий, ванадий, алюминий или из их сплавов, а также порошковых смесей. Сосредоточенные геттерные насосы обычно представляют из себя картриджи, состоящие из прессованных спеченных порошков в виде дисков или пластин [3]. В нормальных условиях поверхность геттера, как и любого другого металла, покрыта тонким слоем естественного окисла с примесями карбидов (содержание зависит от способа производства) и гидро-оксидов (физадсорбция воды). Естественный окисел надежно защищает металл от дальнейшего окисления на воздухе и делает некоторые металлы, например, титан, химически стойкими по отношению ко многим химически-активным средам, что, наряду с механическими свойствами, обуславливает их широкое применение в промышленности. После размещения геттерного материала в вакууме и откачки молекул воздуха, пассивирующий слой необходимо удалить, чтобы очистить геттерную поверхность для дальнейшего процесса хемосорбции. Это достигается термической обработкой, называемой «активацией», при которой происходит диффузия химически связанных атомов кислорода, углерода и азота с поверхности в объем газопоглотителя.

Ключевой особенностью НГ является их большая скорость откачки на единицу объема. Дополнительными особенностями являются малый вес, отсутствие вибрации (отсутствие движущихся частей), малое энергопотребление, и незначительное влияние на

магнитное поле (магнитная проницаемость наиболее часто используемых геттеров $<1,001$). Кроме того, геттерные насосы практически не нуждаются в техническом обслуживании.

Основными недостатками геттеров являются их малая сорбционная емкость по всем сорбируемым газам за исключением водорода, который диффундирует в объем геттера при комнатной температуре, и избирательность при сорбции газов, т.е. химически пассивных газов, не вступающих в реакцию с геттерным материалом, таких как инертные газы и насыщенные (предельные) углеводороды (метан, этан и т.д.) [4].

Первые в России образцы геттерных насосов, состоящих из отечественных спеченных геттерных дисков, уложенных в картридж с внутренним нагревателем, были созданы и успешно испытаны в ИЯФ СО РАН. Описание конструкции и результаты тестирования представлены в данной статье.

ОПИСАНИЕ РАБОТЫ ТРИОДНОГО НАСОСА

Схема устройства магниторазрядного насоса триодного типа показана на рис. 1.

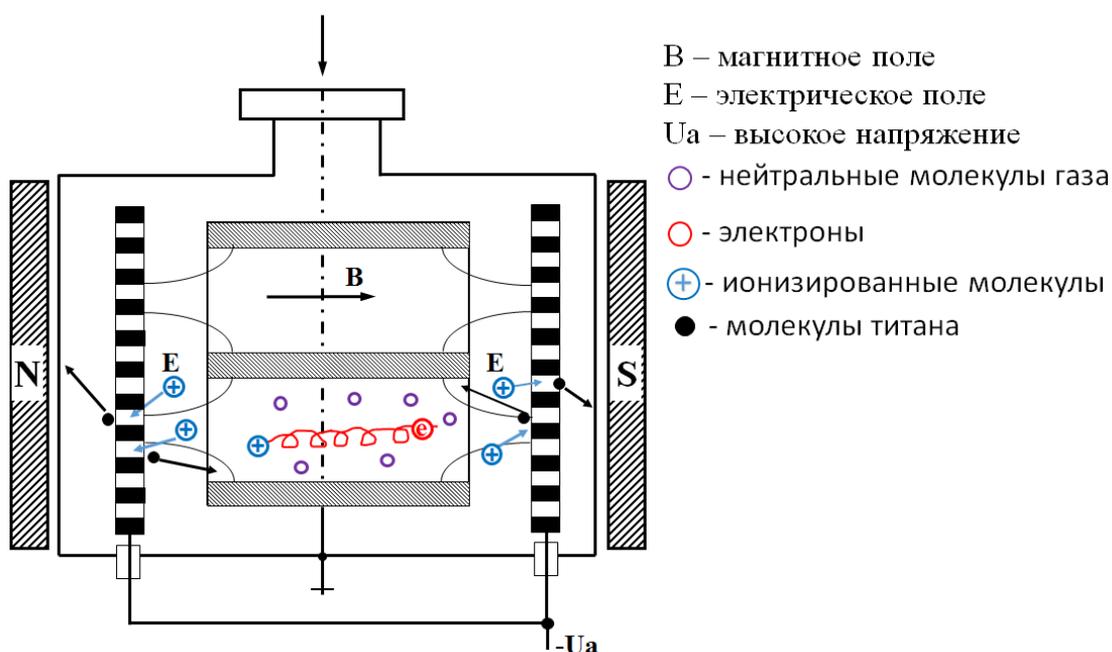


Рис. 1. Схема устройства магниторазрядного насоса триодного типа

Насос состоит из анода, катода в виде сеточной или звездочной структуры с меньшим, чем у анода, размером ячеек и третий электрод, которым, обычно, является корпус самого насоса. Анод и сам насос находятся под нулевым потенциалом. На катод подается отрицательное напряжение от -3 до -7 кВ. Катод изготавливается из титана, а насос и анод из нержавеющей стали.

Механизм откачки газов в магниторазрядных насосах основан на двух основных явлениях:

- химическое связывание газов распыленным титаном;
- абсорбция газов в результате прямого молекулярного контакта с поверхностью электродов.

В зависимости от рода газа преобладает тот или другой механизм. Химическим способом откачиваются активные газы, такие как азот, кислород и т. п. Положительные ионы

этих газов, попадая на катоды, вырывают атомы титана. Атомы титана не заряжены и потому нечувствительны к электрическому и магнитному полям. В основном они осаждаются на поверхности анода, так как именно анод составляет большую часть поверхности, видимой с катода. Ионы и активные радикалы (результат диссоциации молекул в разряде) гораздо легче вступают в химические реакции, чем стабильные молекулы, из которых состоит газ в отсутствие разряда. В результате образуются твердые устойчивые соединения с низким давлением паров.

Легкие газы, такие как водород, гелий не дают заметного распыления титана. Для них более существенным является второй механизм откачки, из-за малых молекулярных размеров, ионы легких газов могут внедряться в тело катода и диффундировать вглубь. Заметная откачка водорода продолжается в течение некоторого времени после выключения разряда, т. е. нейтральные атомы водорода адсорбируются чистой поверхностью катода.

Титан и водород хорошо взаимодействуют друг с другом, образуя гидрид титана. Считается, что один атом титана способен связать до двух атомов водорода, т.е. теоретическая формула равняется TiH_2 , но наибольшее измеренное экспериментально содержание водорода в пленке титана соответствует составу $TiH_{1,76}$. В обычных условиях быстрота откачки для водорода в 2,5 ÷ 3 раза больше, чем для воздуха.

Были протестированы триодные насосы двух производителей АО «Катод» (Новосибирск) и ООО «Призма» (Новосибирск). АО «Катод» изготовил магниторазрядные насосы (40 л/с и 20 л/с по азоту) триодного типа с ячейкой так называемой «StarCell» (НМТ-К-0,04 и НМТ-К-0,02). Диаметр анодной ячейки 20 мм. Длина ячейки - 25 мм. Зазор между анодом и катодом составляет 5 мм, а количество таких ячеек - 33 шт для НМТ-К-0,04 и 23 шт для НМТ-К-0,02. Полный размер анодного блока: ширина - 120 мм для НМТ-К-0,04 или 80 мм для НМТ-К-0,02, длина в обоих случаях - 80 мм. Величина магнитной индукции - 0,12 Тл. Каждый катод представляет из себя сваренные между собой титановые пластины толщиной 1,5 мм с выдавленными двенадцатью «ребрами» под углом 30° относительно друг друга (рис. 2).



Рис. 2. Внешний вид электродного блока с катодами в виде «StarCell»

Триодный насос производства ООО «Призма» (НМТР-20) имеет диаметр и длину анодной ячейки аналогичные как у триодного насоса фирмы АО «Катод». Но зазор между анодом и катодом составляет 4 мм, а количество ячеек - 23 шт. Полный размер анодного блока: ширина - 90 мм, длина - 100 мм. Величина магнитной индукции - 0,12 Тл. Каждый катод представляет из себя сваренные между собой титановые пластины толщиной 1,0 мм в виде «жалюзи» под углом 10° к торцу катода.

Более наглядно основные параметры всех магниторазрядных насосов представлены в Таблице 1.

Таблица 1.
Основные параметры магниторазрядных насосов.

Название насоса	Диаметр ячейки (d), мм	Длина ячейки (h), мм	Зазор между анодом и катодом (b), мм	Габариты анодного блока (a/l), мм	Кол-во ячеек	Магнитное поле (B), Тл	Напряжение (Ua), кВ	Тип насоса
НМТ-К-0,04	20	25	5	185/80	33	0,12	4,0	StarCell
НМТ-К-0,02	20	25	5	129/80	23	0,12	4,0	StarCell
НМТР-20	20	25	4	90/110	23	0,12	4,0	Триод

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ МАГНИТОРАЗРЯДНЫХ НАСОСОВ

Экспериментальные данные были получены в соответствии с методикой, изложенной в Международном стандарте ISO DIS 3556.

Магниторазрядный насос является насыщенным, когда поглощается порядка 0,6 л·Торр газа для насоса с быстротой действия 20 л/с или 1,2 л·Торр газа для насоса с быстротой действия 40 л/с.

Экспериментальные результаты для всех трех триодных насосов приведены на рис 3-9.

ОПИСАНИЕ ПРОТОТИПОВ ВАКУУМНЫХ НАСОСОВ НА БАЗЕ NEG

Фирма АО «Полема» производит нераспыляемые газопоглотители в промышленных масштабах для атомной энергетики и нефтегазовой отрасли [5]. Первые вакуумные насосы на базе геттеров Ti-Zr-Al производства фирмы АО «Полема» были изготовлены из таблеток следующих размеров: диаметром 13±0,5 мм, толщиной 3±0,5 мм и пористостью 60%. Более подробно с результатами можно ознакомиться в [6, 7].

Основные параметры насосов представлены в Таблице 2. Насосы изготовлены из дисков, спеченных из прессованного порошка состава Ti-Zr-Al. Внешний диаметр каждого диска 25 мм, толщина 1,6 мм, пористость 30%, внутренний диаметр 8 мм для размещения нагревателя. Диски установлены последовательно в ряд с зазором 1,5 мм в количестве 30 шт в каждой «колонне». Высота (от фланца до торца геттерного насоса) не превышает 130

мм. Температура контролируется термопарой типа «К». Для снижения мощности нагревателя и предотвращения перегрева корпуса насоса используется один защитный экран снаружи картриджа. Геттерные насосы располагаются на фланцевых соединениях типа Conflat.

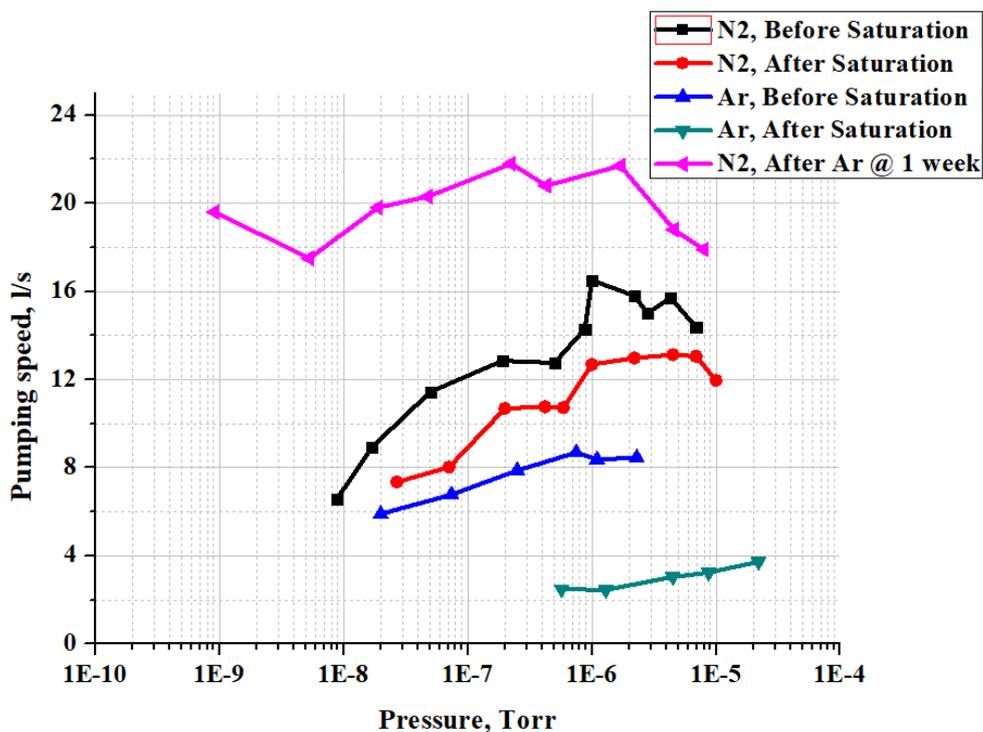


Рис.3. Зависимость быстроты откачки магниторазрядного насоса НМТР-20 от давления

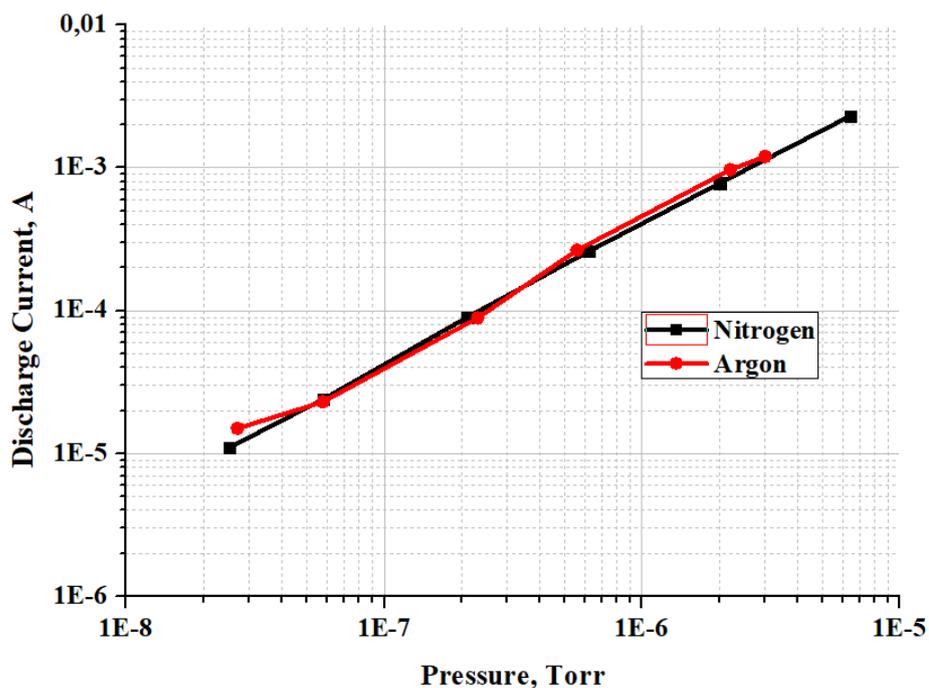


Рис. 4. Зависимость тока разряда магниторазрядного насоса НМТР-20 от давления

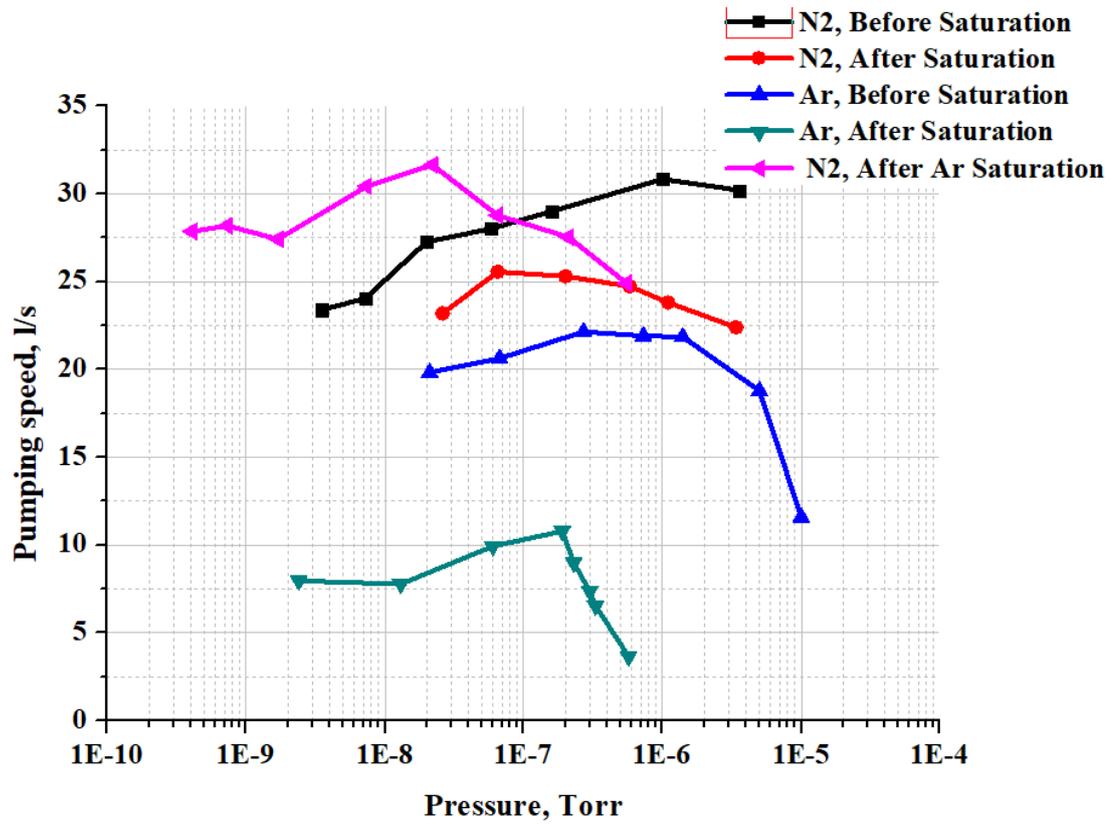


Рис. 5. Зависимость быстроты откачки магниторазрядного насоса НМТ-К-0,04-СF35 от давления

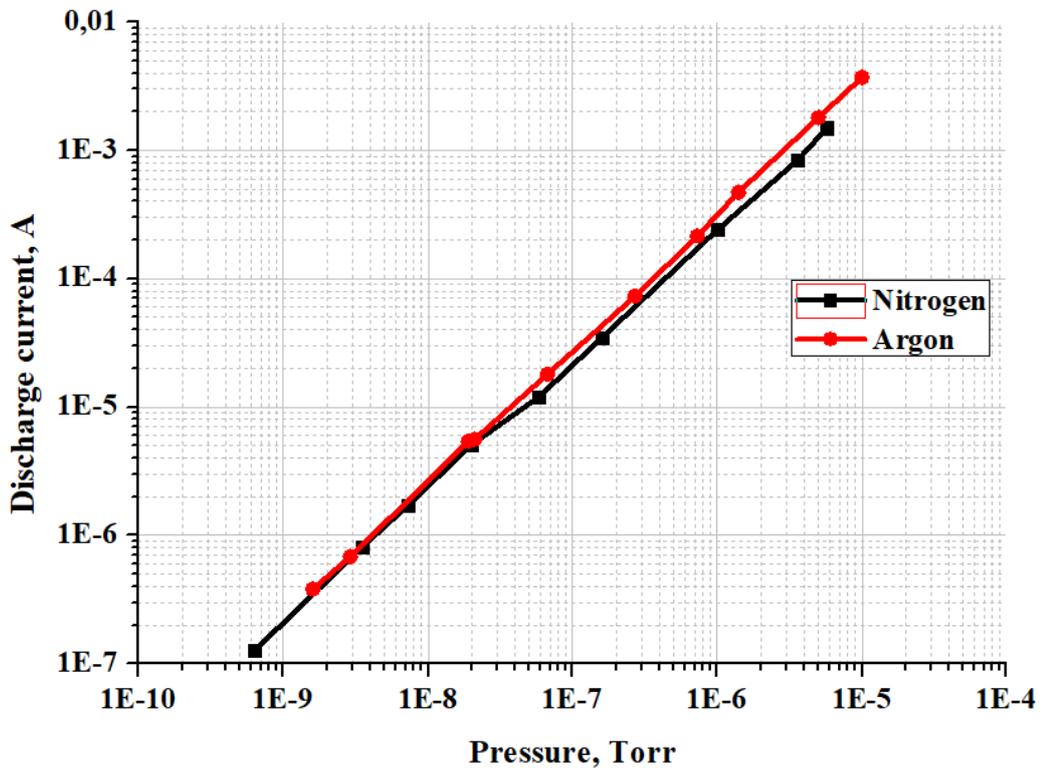


Рис. 6. Зависимость тока разряда магниторазрядного насоса НМТ-К-0,04-СF35 от давления.

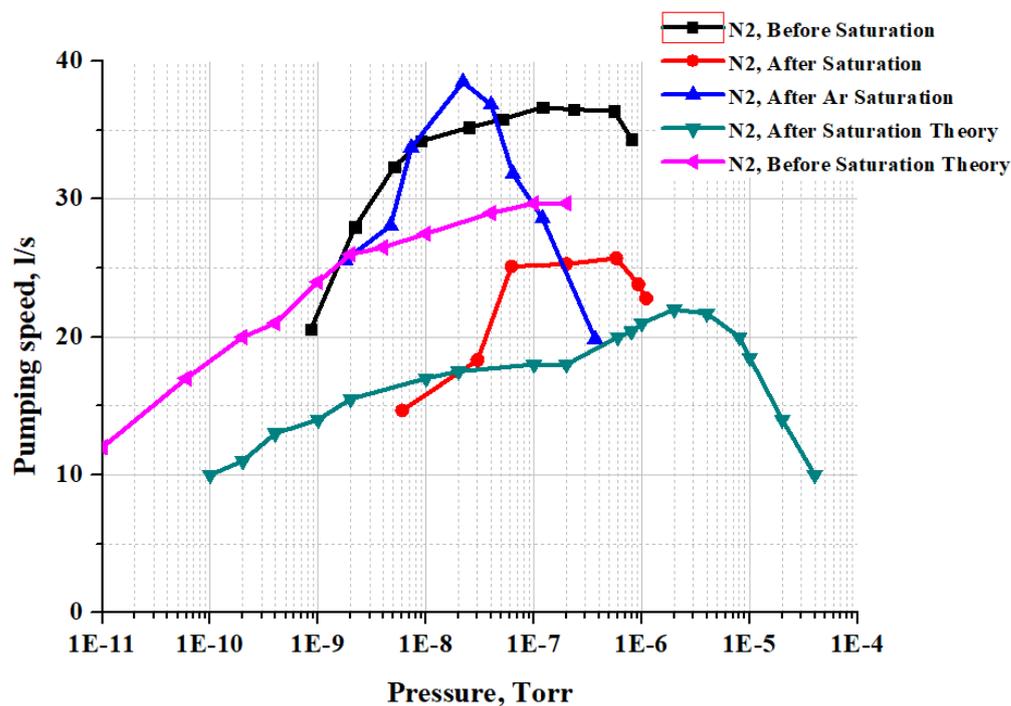


Рис. 7. Зависимость быстроты откачки от давления азота для магниторазрядного насоса НМТ-К-0,02-СF35

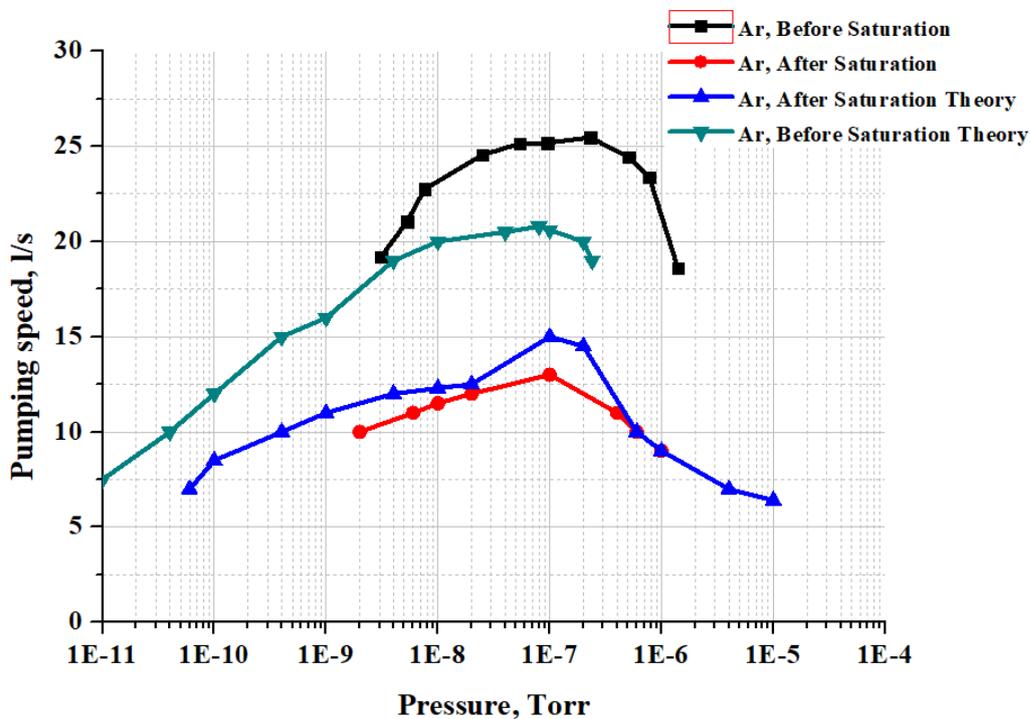


Рис. 8. Зависимость быстроты откачки от давления аргона магниторазрядного насоса НМТ-К-0,02-СF35

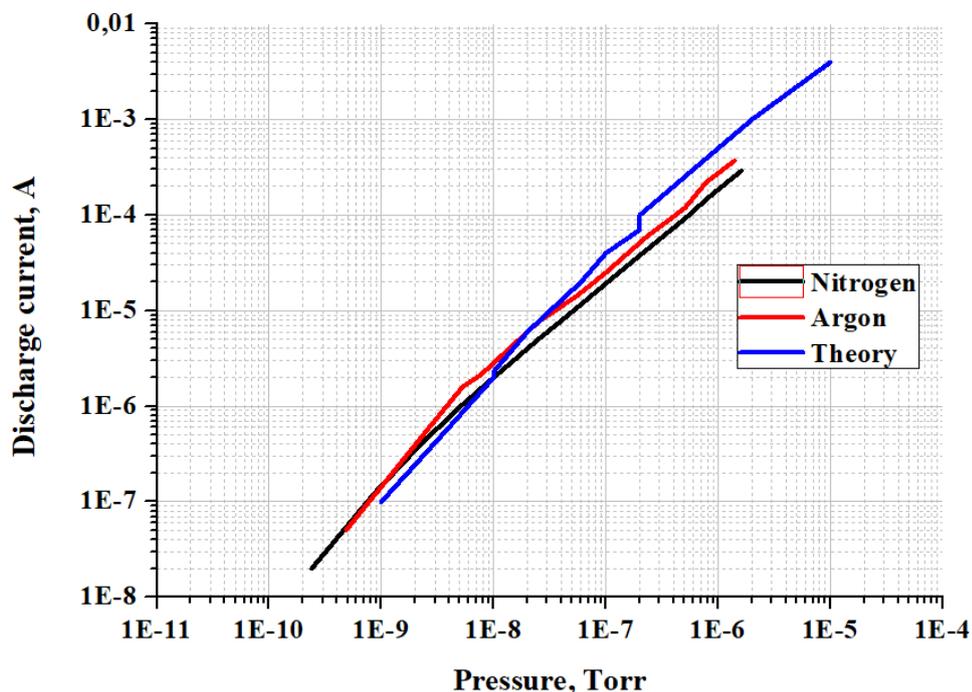


Рис. 9. Зависимость тока разряда магниторазрядного насоса НМТ-К-0,02-CF35 от давления

Таблица 2

Основные параметры геттерных насосов

Прототип	Мах температура активации, °C	Кол-во «колонн», шт	NEG поверхность, см ²	Вес геттера, г	Пористость, %	Тип фланца
NEG300	650	1	300	60	30	Ду 40
NEG600		2	600	120		Ду 63
NEG1000		4	1200	240		Ду 100
NEG1200		6	1600	360		Ду 100

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ ГЕТТЕРНЫХ НАСОСОВ

До начала измерений весь стенд прогревался при температуре 230 °C в течение 24 часов для уменьшения фонового вакуума. После охлаждения до комнатной температуры, геттер активировался при максимальной температуре (650 °C) в течение 20 часов, затем пассивировался в атмосфере воздуха в течение не менее трех часов.

Измерения скорости откачки по водороду и моно-оксиду углерода, а также сорбционной емкости по моно-оксиду углерода выполнялись при комнатной температуре после активаций геттеров при температуре от 350 до 650 °C через каждые 50 °C. Сорбционная емкость по моно-оксиду углерода принималась равной количеству газа, при поглощении которого скорость откачки уменьшалась до 10% от первоначального значения после активации. Сорбционная емкость по водороду не измерялась. По оценкам сорбционная емкость по водороду в тысячи раз превышает сорбционную емкость по моно-оксиду углерода.

Зависимость скорости откачки от поглощенной дозы по водороду и моно-оксиду углерода для каждого геттерного насоса представлены на рис.10.

Скорость откачки по водороду и моно-оксиду углерода при различных температурах активации для четырех геттерных насосов показаны на рис. 11.

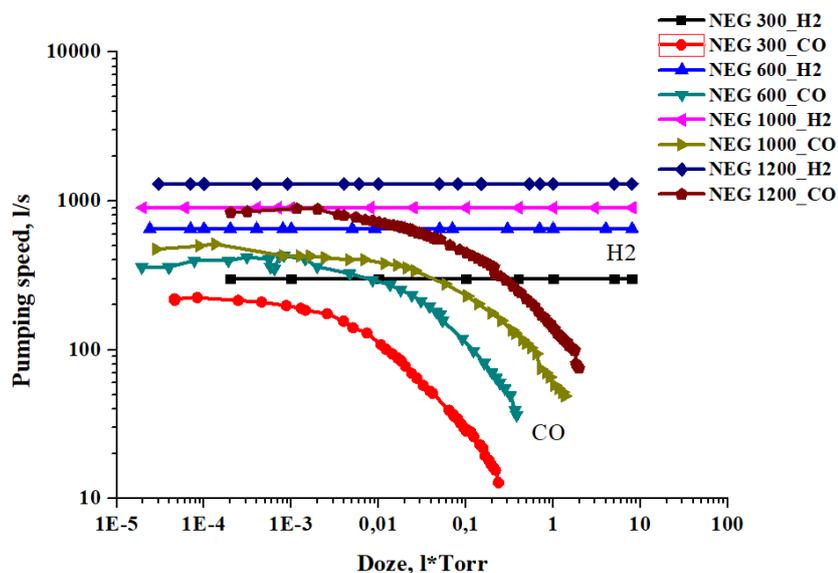


Рис. 10. Зависимость быстроты откачки от поглощенной дозы по водороду и моно-оксиду углерода.

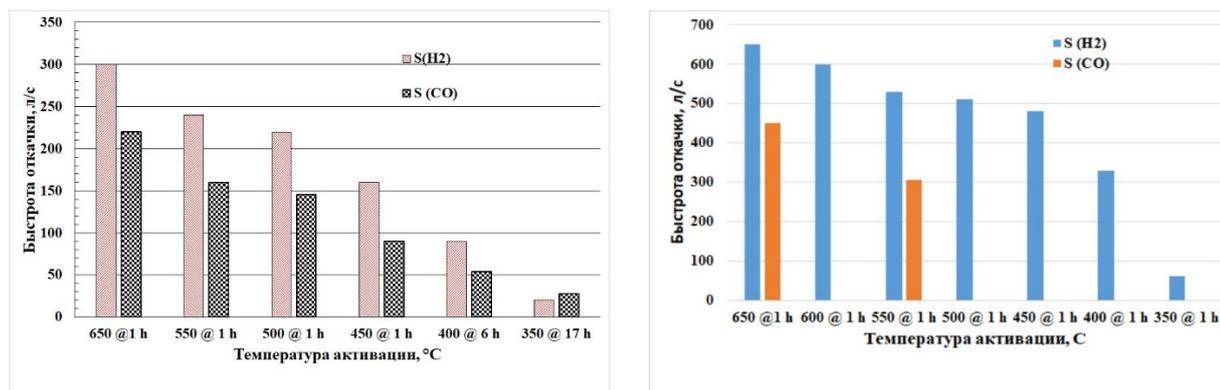


Рис. 11. Скорость откачки геттерных насосов по водороду и CO при различных температурах активации

Также в таблице 3 представлены результаты тестирования геттерных насосов производства ИЯФ СО РАН и, для сравнения, параметры геттерных насосов фирмы SAES Getters [8].

Таблица 3.

Экспериментальные результаты для геттерных насосов
производства ИЯФ СО РАН и параметры насосов фирмы SAES Getters

	NEG насос	Мак скорость откачки по H ₂ , л/с	Мак скорость откачки по CO, л/с	Сорбционная емкость по CO, л·Торр	Мощность активации @ 650 °C, Вт	Мощность активации @ 550 °C, Вт	Отношение скорости откачки по H ₂ к площади геттера
ИЯФ СО РАН	300	300	220	0,24	124	78	1,0
	600	650	450	0,38	273	160	1,08
	1000	900	500	1,4	270	180	0,83
	1300	1300	850	2,0	370	255	0,81
SAES Getters	Capaci Torr 200	200	125	0,6	-	58	0,84
	Capaci Torr 1000	1000	600	4	-	190	0,88

ВЫВОДЫ

1. Триодные насосы фирмы АО «Катод» соответствуют мировым стандартам и насосы с быстрой откачки 40 л/с будут применены в инжекционной части ЦКП «СКИФ».
2. Прототипы вакуумных насосов на базе нераспыляемых геттеров с быстрой откачки 300 л/с, 600 л/с, 900 л/с и 1300 л/с по водороду были изготовлены и протестированы.
3. Данные насосы соответствуют зарубежным аналогам по своим характеристикам, таким как температуре активации, скорости откачки и сорбционной емкости.
4. Газопоглотители фирмы АО «Полема» могут быть применены не только в ускорительной технике, но и в любых других сверхвысоковакуумных установках, где требуется поддержание глубокой степени разрежения без вскрытия на атмосферу в течение длительного времени.
5. Следующий, естественный шаг в унификации сверхвысоковакуумных отечественных насосов – разработка комбинированного компактного магниторазрядного и геттерного насоса в едином корпусе.

ЛИТЕРАТУРА

1. A. Krasnov, Conception of vacuum system for SRS «SKIF», Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application, 13 July - 17 July 2020, Novosibirsk, Russia.

2. A. Semenov, V. Anashin, and A. Krasnov. Development of sputter ion pump with strong magnetic field for obtaining of ultrahigh vacuum. AIP Conference Proceedings 2299, 020010 (2020); <https://doi.org/10.1063/5.0030428>.
3. G.L. Saksaganskii, Getter and Getter-Ion Vacuum Pumps (Harwood Academic Publishers, Chur, 1994), p. 258.
4. Смирницкая Г.В., Рейхрудель Э.М., Характеристики разряда с осциллирующими электронами и его применение в магниторазрядных насосах (обзор), Электроника и его применение, Т. 8, стр. 43-65, 1976.
5. Официальный сайт АО «Полема», <http://www.polema.net/oblasti-primeneniya.html>
6. Драничников А.Н., Краснов А.А., Семенов А.М. // Прикладная физика. 2017. № 2. С. 73.
7. В.В. Анашин, А.А. Краснов, А.М. Семенов // ПТЭ, 2020, № 6, с. 109–114; V.V. Anashin, A.A. Krasnov, A.M. Semenov // Instruments and Experimental Techniques, 2020, Vol. 63, No. 6, pp. 893–897.
8. Официальный сайт фирмы SAES Getters <https://www.saesgetters.com/sites/default/files/CapaciTorr%20UHV%20general%20%2B%20D%20%20pumps.pdf>

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

А.А. Краснов – кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск. e-mail: a.a.krasnov@inp.nsk.su

А.М. Семенов – кандидат технических наук, доцент; старший научный сотрудник ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск. e-mail: a.m.semenov@inp.nsk.su

ВЫБОР УСЛОВИЙ УСТОЙЧИВОЙ ГЕРМЕТИЗАЦИИ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫХ ПРОГРЕВАЕМЫХ РАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Л.К. Кузнецова, Ю.С.Шпанский

АННОТАЦИЯ

Рассмотрены изменения упруго-пластичных деформируемых герметизируемых поверхностей в процессе термоциклирования. Для устойчивого поддержания герметичности соединения рекомендуется радиальное взаимодействие, повышение упругости системы нагружения и ограничение растекания уплотнителя из участка герметизации. Разработаны чертежи рекомендуемых соединений.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

РАЗЪЕМНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ, СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ, КОНТАКТНЫЕ
ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ, ГЕРМЕТИЗАЦИЯ, ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЕ

SELECTION OF CONDITIONS FOR STABLE SEALING OF ULTRA- HIGH VACUUM HEATED DETACHABLE JOINTS

L.K. Kuznetsova, Y.S. Shpanskiy, A.E. Vyazovetskova, V.V. Vyazovetskov

ABSTRACT

The changes of elastic-plastic deformable sealed surfaces in the process of thermal cycling are considered. Radial interaction, increasing the elasticity of the loading system and limiting the spreading of the sealer from the sealing area are recommended to sustainably maintain the tightness of the joint. Drawings of recommended connections have been developed.

KEYWORDS

JOINTS, ULTRA-HIGH VACUUM, CONTACT INTERACTIONS, SEALING, MULTIPLE
THERMAL CYCLING

В сверхвысоковакуумных установках количество коммутационных устройств (фланцевые соединения, клапаны) может достигать 40 % от общего числа комплектующих изделий. На долю арматуры приходится до 57 % отказов в работе вакуумного оборудования [1].

Особенностью фланцевых соединений является способность устройств изначально достигать требуемую степень герметичности (поток натекания $\sim 1 \cdot 10^{-11}$ м³Па/с). Эксплуатация данных устройств при комнатной температуре происходит без увеличения проводимости соединений. Однако при проведении обезгаживающих прогревов вакуумных систем возможно образование повышенного натекания, ликвидируемого подтягиванием крепежа соединения или заменой уплотнителя. Такое положение приводит к большим финансовым и временным затратам при эксплуатации сверхвысоковакуумных комплексов.

С увеличением размеров прогреваемых соединений в процессе термоциклирования для большинства соединений появление натекания становится закономерным. Э.А. Тренделенбург [2, сс. 235,237] в начале шестидесятых годов прошлого века прямо высказывался о таком явлении: «Качество фланцевого соединения в общем случае определяется числом

возможных циклов нагрева. Фланцы описанного вида с золотым уплотнением выдерживают, по крайней мере, 50 циклов нагрева, если они были тщательно собраны и их диаметр не превышает 250 мм. При увеличении размеров фланцев надёжность значительно падает. Причины этого пока неясны. Можно считать, что в настоящее время ещё не существует надёжного фланцевого соединения большого диаметра».

К девяностым годам прошлого века установлена низкая надёжность фланцевых соединений с диаметром проходного отверстия 250 мм и более, выполненных согласно ГОСТ 26526-85 и работающих в условиях высокотемпературного термоциклирования. А.С. Шувалов [3, с. 5] указывает на низкую надёжность при стендовых испытаниях соединений конструкций Ду 250 КФ, которые дают течь уже при первом, втором прогреве. Там же он утверждает, что «основным недостатком является растекание уплотнителя из зоны уплотнения, обусловленное гарантированным зазором между посадочным местом во фланцах и наружным диаметром плоского уплотнителя».

Изготовление разъёмных соединений по ГОСТ 26526-85 вводилось для присоединения к зарубежному оборудованию, в котором по общему соглашению устанавливались запатентованные фирмой Varian симметричные фланцевые соединения [4].

В 2006 году О.К. Курбатов пишет [5, с. 31]: «В образцах соединения типа «conflat» Ду- 200 мм появлялись течи в среднем после 5-го термоцикла. Во всех образцах фланцевых соединений других типов появлялись течи, как правило, после нескольких циклов». На основании проведённых исследований был разработан стандарт СТП НИИВТ им. Векшинского С.А. на разъёмные соединения, охватывающий условные проходы с Ду 10 – 250 мм.

Известны призывы потребителей к необходимости разработки новых прямопролётных сверхвысоковакуумных затворов и фланцев по причине низкой надёжности таких устройств, применяемых на ускорителе при высокотемпературном термоциклировании от 25 °С до 300 °С [6].

В справочнике по вакуумной технике [7, с. 411] указано на низкую надёжность соединений Conflat с проходными сечениями более Ду 250 мм и осторожно предлагается использовать соединение Helicoflex. В заключение описания коммутационных устройств Нил Т.Пикок пишет [7, с. 412]: «Разработка металлических уплотнителей, вероятно, будет продолжаться под влиянием тенденций использования ещё более низких значений давлений для производства полупроводниковых устройств, а также в результате строительства больших ускорителей-накопителей, где большое значение имеют как крайне низкие значения давлений, так и высокая надёжность».

Обычно исследования узлов герметизации заключались в контроле усилия и течи до и после прогрева. Результатом было решение «проходит – не проходит» [8]. В одной из последних работ по изучению фланцевых соединений [9] конструкция типа «Helicoflex» с проходным сечением Ду 528 мм имела повышенное значение потока натекания ($>1 \cdot 10^{-10}$ л·мбар/с). Была рекомендована известная деформационная схема с упругой С-образной оболочкой, покрытой тонким пластичным уплотнителем и установленной между полированными герметизирующими поверхностями фланцев.

Предлагалось в качестве критерия сравнения использовать величину удельного усилия герметизации [10, 11]. Данный показатель широко используется многими авторами при описании деформационных схем коммутационных устройств. Этот подход справедлив при равенстве других показателей качества и полностью игнорирует анализ формирования вакуумной плотности соединения и причин появления натекания в устройстве.

Многолетнее отсутствие реальных продвижений в разработках крупногабаритных сверхвысоковакуумных коммутационных устройств, эксплуатируемых в нестационарных термических условиях, свидетельствует о наличии проблемной ситуации. Решение таких задач требует дополнительных представлений о природе явлений, более тщательного анализа процессов, происходящих в зоне герметизации при термоциклировании соединения.

Вакуумная плотность соединения достигается силовым взаимодействием герметизирующих участков пластичного уплотнителя и герметизирующей поверхности. При снижении прикладываемого усилия герметизации упругие контактные напряжения отталкивают взаимодействующие герметизирующие поверхности, раскрывая газопроводящие каналы между разделяемыми объёмами. Понижение упругих напряжений в зоне герметизации происходит также за счёт повышенной ползучести пластического уплотнителя, вызванного высокими герметизирующими напряжениями и снижением предела текучести материала уплотнителя при прогревах. Кроме этого, при термоциклировании соединения важным является возникновение радиальных расшатающих напряжений, неизбежно возникающих при неравенстве термического изменения размеров герметизирующих элементов и уплотнителя.

Радиальное взаимодействие герметизирующих поверхностей позволяет не только понижать аксиальные усилия формирования герметизирующего контакта, но и поддерживать вакуумную плотность контакта «клинящим» воздействием при некотором снижении усилия герметизации.

В настоящее время актуальными является две задачи. Первой задачей является стыковка со стандартными фланцами Ду 250 мм и более, а вторая задача состоит в создании нового устройства для надёжного соединения крупногабаритных вакуумпроводов.

Принципиально важным отличием предлагаемых конструктивных решений выполнения деформационных схем сверхвысоковакуумных разъёмных соединений является сохранность условий вакуумной плотности при любом количестве термоциклов эксплуатации соединений.

Считаем, что для устойчивого воспроизведения процесса герметизации достаточным является обеспечение условия

$$U_{i+1} \leq U_i \leq U_{\text{доп.}},$$

где U_{i+1} - величина проводимости соединения в $i+1$ цикле срабатывания; U_i - величина проводимости соединения в i цикле срабатывания; $U_{\text{доп.}}$ - величина допустимого значения проводимости соединения.

Также считаем, что условием отсутствия текучести пластичного материала является неравенство:

$$(\sigma_{\text{max}} + \Delta\sigma_{\text{max}}) - (\sigma_{\text{min}} + \Delta\sigma_{\text{min}}) \leq \beta \sigma_s,$$

где σ_{max} , σ_{min} - первоначальное значение максимального и минимального значения напряжений в элементарной прямоугольной ячейке; $\Delta\sigma_{\text{max}}$, $\Delta\sigma_{\text{min}}$ - величины изменения напряжений; σ_s - предел текучести материала уплотнителя; β - коэффициент, зависящий от величины среднего напряжения, равный ($1 \leq \beta \leq 2 / \sqrt{3} = 1,155$).

Перемещение не произойдёт, если близлежащий участок находится под напряжением, близким по значению с наибольшим. В работе [12] рекомендуется без зазоров нагружать деформационную область уплотнителя.

Под подвижностью приповерхностного герметизирующего слоя уплотнителя $\bar{\eta}_{гер}$ мы понимаем его свойство перемещения $\bar{\varepsilon}$, зависящее от деформационной схемы D и свойств материала уплотнителя M , под воздействием прикладываемого к уплотнителю энергии \bar{E}_{np} :

$$\bar{\eta}_{гер} = \frac{\bar{\varepsilon}(D, M)}{\bar{E}_{np}}$$

Подвижность перемещения приповерхностного герметизирующего слоя уплотнителя $\bar{\eta}_{гер}$ определяется как часть всего поля смещения уплотнителя $\bar{\Pi}_{\Sigma}$, которое зависит от всей прикладываемой к уплотнителю энергии \bar{E}_{Σ} , геометрии Γ и свойств материала уплотнителя M деформационной схемы $D(\Gamma, M)$

$$\bar{\eta}_{гер} \in \bar{\Pi}_{\Sigma} \{ \bar{E}_{\Sigma}; D(\Gamma, M) \}$$

На этапе образования вакуумной плотности соединения используется наибольшая подвижность приповерхностного слоя уплотнителя для наиболее полного заполнения канавок шероховатостей наклонной герметизируемой поверхности. Окончание деформационного формирования соединения заканчивается созданием механических барьеров по границам участка герметизации, препятствующих растеканию уплотнителя из зоны герметизации при термоциклировании соединения.

При неизбежном микротечении уплотнителя в закрытом состоянии устройства важным является сохранение площади взаимодействия герметизирующих поверхностей соединения при достаточном напряжении взаимодействия.

Для надёжной эксплуатации устройства изменения величин деформации и проходящего потока в зоне герметизации должны выходить на плато согласно рисунку 1 [12, 13].

На рисунке 1 кривая ABCGH – направление кривой графика при герметизации соединения, кривая HGCD E – направление кривой графика при снижении прикладываемых усилий к разъёмному соединению. Q_{min} – наименьшее значение потока натекания, проходящего через соединение. I – зона активного заполнения газопроводящих каналов при герметизации; II – зона перераспределения прикладываемой к соединению энергии с поверхностной деформации на объёмную; III- зона объёмной деформации герметизирующих элементов.

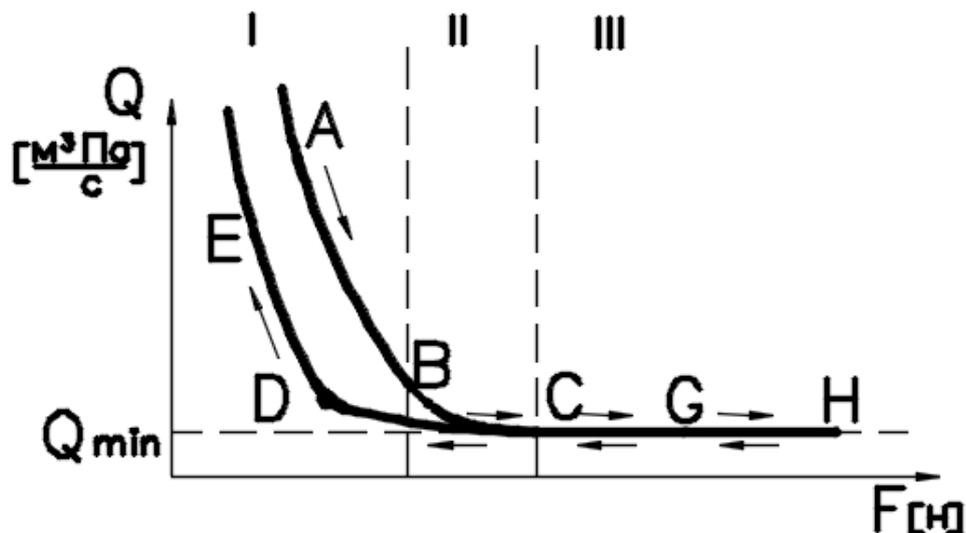


Рис. 1. График обобщённой зависимости потока натекания Q от прикладываемого аксиального усилия F в разъёмном соединении

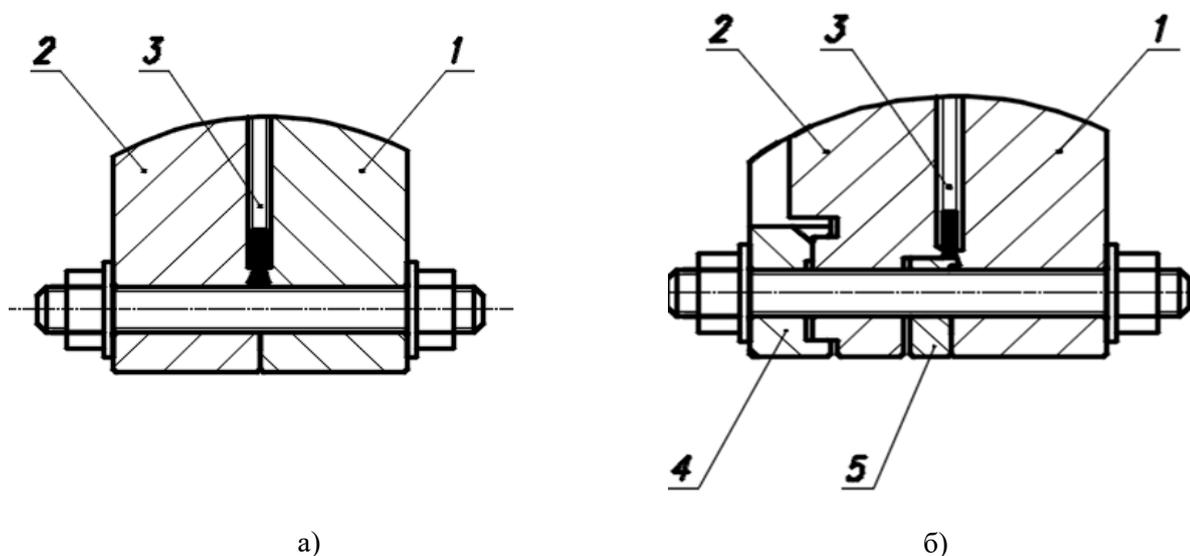
На рисунке 2б показан один из вариантов конструкции узла стыковки к стандартному фланцу 1 [12, 14]. В отличие от соединения, выполненного по ГОСТ 26526-85 и представленного на рисунке 2а, имеются следующие отличия:

- во фланец 1 вставлено жёсткое центрирующее кольцо 5, которое позволяет осуществлять совмещение фланцев соединения по более протяжённой стальной направляющей поверхности и снизить деформационное перемещение уплотнителя 3 в радиальном направлении;

- усилие герметизации передаётся посредством упругого накладного кольца 4, которое увеличивает рабочую зону упругости системы нагружения и более равномерно передаёт усилия по сравнению с системой шпилек;

- затяжка соединения осуществляется с выходом зависимости потока натекания от прикладываемого усилия герметизации на плато, при этом сохраняется герметичность соединения при некотором снижении напряжения деформирования уплотнителя (смотри положение точки G на рис.1).

Для магистральных вакуумпроводов жёсткое центрирующее кольцо 5 можно использовать для юстировки оси трассы. Применение накладного упругого фланца 4 позволяет более равномерно поддерживать продолжительные упругие контактные напряжения на участке герметизации. Возможно сделать более гибкой герметизирующую поверхность верхнего фланца, что повышает надёжность сохранения вакуумной плотности соединения при прогревах соединения.



а) – соединение, выполненное согласно ГОСТ 26526-85
б) – модифицированное присоединение к стандартному фланцу
1, 2 – фланцы, 3 – уплотнение, 4 – накидной упругий фланец, 5 – жёсткий направляющий фланец

Рис.2. Модификация присоединения к стандартному фланцу [13, 14]

В СССР повсеместно применялись канавочно-клиновые соединения, охватывающие соединения с Ду 10 мм по Ду 750 мм [15, с. 267-271]. Эти соединения по сравнению с остальными в наибольшей мере обладают признаками, позволяющими получать высокие показатели герметичности. К общеизвестным недостаткам этих соединений относят жесткие допуски на размеры посадочных мест и уплотняющего профиля, сложность контроля геометрии профиля, наличие в пространстве между выступом и дном канавки замкнутого объёма, который при определённых условиях может стать источником газовой выделений, большие габариты и масса фланцев, а также их несимметричность.

На рисунке 3 показан путь эволюции деформационной схемы канавочно-клиновой системы. На рисунке 3а условно показано соединение с серебряной фольгой, размещённой между шипом и пазом [16, с. 270]. Причём угол наклона паза больше угла наклона шипа с уплотнителем. Схема выполнения деформационной схемы с равными углами наклона герметизирующего выступа и канавки, представленная на рисунке 3б, изучалась в работах [17, 18]. Отсутствие пластической деформации уплотнителя не позволяет получить достаточную проводимость, предлагалось использовать для более низкой проводимости контакта охранной вакуум [18]. Этот недостаток был устранён внедрением запечки, размещённых у подножия герметизирующего выступа, и по сравнению с углом герметизирующего выступа, равным 90° , снижением угла наклона канавки α до 80° [19, с.63]. а затем до 60° [15, с.267]. Последнее соединение широко применялось, несмотря на определённые сложности выполнения.

В обзорной статье [20] предлагается схема с одним деформационным участком, представленная на рисунке 3г. Большая протяжённость герметизирующего участка с их малым углом наклона и строение фланцев сделало устройство чувствительным к точности выполнения соединения. Для больших перекрываемых отверстий важным является обеспечение равномерного нагрева обоих фланцев соединения.

Предлагаемая деформационная схема на большие проходные сечения (Ди 250 мм и более) представлены на рисунках 3д и 3е. С целью повышения напряжения текучести пластичного уплотнителя при термоциклировании часть канавки выполнена с углом наклона герметизирующей поверхности, близким к углу наклона герметизирующей поверхности выступа β .

Авторы модернизировали конструкцию канавочно-клинового соединения, используя вместо двух один участок герметизации с торможением растекания уплотнителя по обеим его границам [21]. На рисунке 4 показан вариант выполнения деформационной схемы зоны герметизации модернизированного канавочно-клинового соединения. Главной идеей данной схемы является создание малого участка герметизации между наклонными поверхностями выступа 3 и канавки 7, который с обеих сторон запирается обжатием уплотнителя 11 посредством деформационных выступов 5 и 10. Деформационные выступы могут быть выполнены в различных конструктивных сочетаниях по границам узкого наклонного участка герметизации с высоким напряжением сжатия. Такое решение способствует созданию более высокой концентрации напряжений на участке герметизации посредством более эффективного торможения растекания уплотнителя. Появилась возможность увеличить наклон герметизирующих поверхностей, повышая упругую радиальную составляющую усилия герметизации. В некоторых случаях становится возможным сохранить герметичность соединения с уменьшением прикладываемого усилия герметизации, позволяя этим снизить габариты и массу всего соединения. Важным является ликвидация замкнутой полости на дне канавки стандартного соединения.

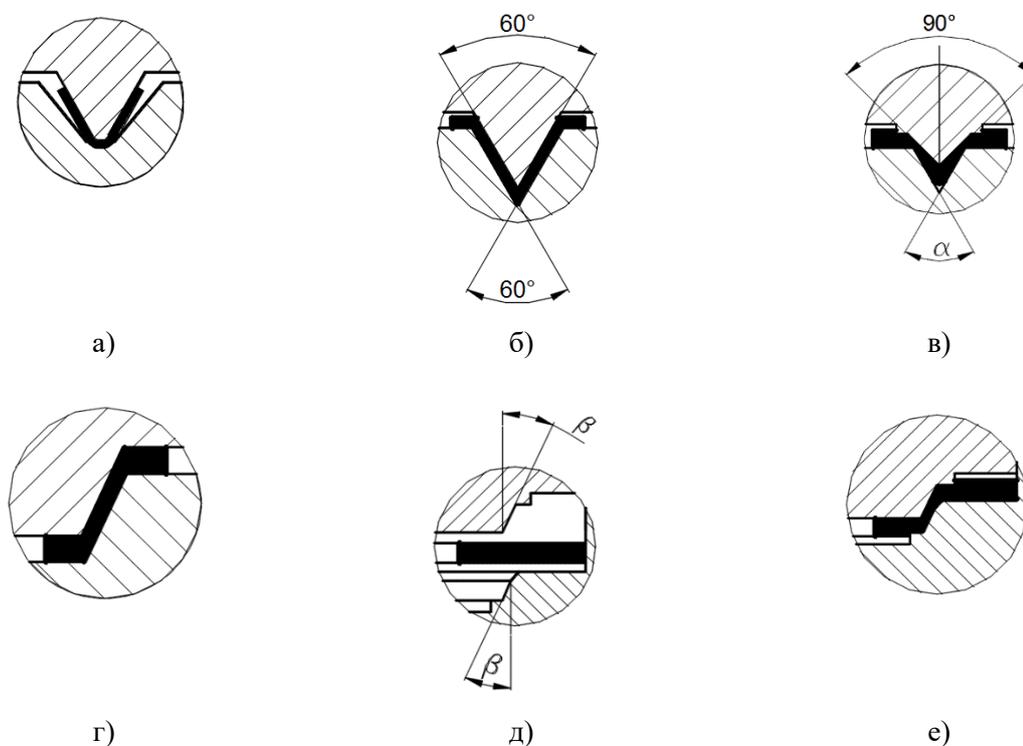
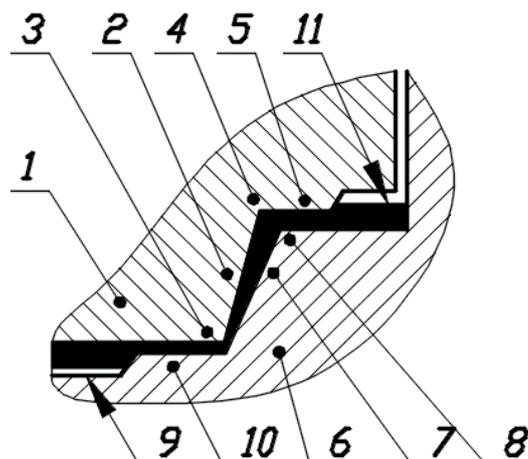


Рис. 3. Эволюция деформационной схемы канавочно-клинового соединения



1 – Верхний фланец с клиновым герметизирующим выступом, 2 – Клиновая наклонная герметизирующая поверхность выступа, 3 – Герметизирующий выступ, 4 – Основание наклонной герметизирующей клиновой поверхности, 5 – Верхний деформационный выступ, 6 – Нижний фланец с герметизирующей канавкой, 7 – Наклонная герметизирующая поверхность канавки, 8 – Основание канавки, 9 – Дно канавки, 10 – Нижний деформационный выступ, 11 - Уплотнитель
Рис.4. Деформационная схема зоны герметизации канавочно-клинового соединения:

По предлагаемому решению, представленному на рисунке 4, изготовили фланцы Ду 10 - 250 мм и фланцевое соединение Ду 250 мм, выполненное согласно рисунку 2б. Была проведена проверка этих соединений на герметичность при комнатной температуре. Величина натекания находилась за пределами чувствительности средств измерения. Поиск течи в процессе термоциклирования не проводился.

ВЫВОДЫ

Проведённая работа, позволила сделать следующие выводы:

В настоящее время отсутствуют надёжные разъёмные сверхвысоковакуумные коммутационные устройства на большие проходные сечения, многократно прогреваемые до 300 – 450 °С.

Установлены явления, приводящие к разгерметизации прогреваемых разъёмных соединений, и условия, требуемые для повышения количества рабочих термоциклов.

Приведены примеры выполнения разъёмных соединений, в которых существенно повышается упругость системы нагружения соединения, ограничивается растекание материала уплотнителя из локального участка герметизации и сохраняется площадь деформации уплотнителя.

Изготовленные макетные образцы разъёмных соединений успешно прошли испытания на герметичность при комнатной температуре.

На протяжении многих лет отсутствует финансирование работ на проведение оценки надёжности герметичности разъёмных сверхвысоковакуумных коммутационных соединений в процессе их термоциклирования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Состояние и перспективы разработок вакуумной арматуры. О.К. Курбатов, К.Д. Данилов, Л.А. Филатовский. Отраслевая научно-техническая конференция «Состояние и

- перспективы развития вакуумной арматуры». Тезисы докладов. 29-30 мая 1979г. Москва.
2. Э. Тренделенбург «Сверхвысокий вакуум», перевод с немецкого под редакцией М.И. Меньшикова, - М. «Мир», 1966 г.
 3. А.С.Шувалов «Соединительные элементы сверхвысоковакуумных систем». Вакуумная техника и технология, 1994, т.4, № 4, с.2-25.
 4. United States Patent Office № 3,208, 758 , Cl. 277-171, Metal vacuum joint, patented Sept, 28, 1965, Maurice A. Carlson and William R. Wheeler
 5. О.К. Курбатов «Физико-технические основы создания оптимизированных высоковакуумных магниторазрядных насосов, герметизирующих элементов и устройств для вакуумного технологического и аналитического оборудования электронной техники». Автореферат диссертации на соискании учёной степени доктора технических наук. Москва. 2006 г.
 6. C.L. Foerster and D. Mc Cafferty “Selection and evaluation of ultrahigh vacuum gate valve for ISABELLE beam line vacuum system”. J. Vac. Sci. Technol. April 1981, p.997-1000.
 7. «Справочник по вакуумной технике и технологиям», под ред. Д. Хоффмана, Б. Сингха, Дж. Томаса III. Перевод с английского под редакцией В.А. Романько, С.Б. Нестерова. М. «ТЕХНОСФЕРА», 2011, – 736 с.
 8. A. Rot «Sealing mechanisms in bakeable vacuum seals». Journal of Vacuum Science & Technol. A1 (2), 1983, Apr-June, pp.211-219.
 9. В.В. Анашин, А.А. Краснов, А.М. Семёнов, С.Р. Шарафеева «Вакуумно-плотные соединения для получения сверхвысокого вакуума в вакуумных системах ускорителей с широкоапертурными камерами», ПТЭ. 2019 № 3, 134-138.
 10. А.А. Глазков, И.Ф. Малышев, Г.Л. Саксаганский «Вакуумные системы электрофизических установок». - М.: «Атомиздат», 1975 г.
 11. Л.Н. Розанов «Вакуумная техника». 2 изд. М. «Высшая школа», 1990г. –320с.
 12. В.В. Вязовецков, Л.К. Кузнецова, Ю.С. Шпанский «Сверхвысоковакуумное прогретаемое соединение», патент на полезную модель №208698, приоритет с 29 июня 2021 г.
 13. А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков «Пути совершенствования сверхвысоковакуумных коммутационных устройств», Вакуумная техника и технология, т.25, № 2, 2015, с.104-105.
 14. Патент на полезную модель RU № 169 119 U1 «Сверхвысоковакуумное уплотнительное соединение». Авторы: А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков. Опубликовано: 03.03.2017 г. Бюл. №7.
 15. А. В. Балицкий «Технология изготовления вакуумной аппаратуры», М. «Энергия», Изд.3, 1974 г.
 16. Р. Яккель «Получение и измерение вакуума». Перевод с немецкого Е.Н. Мартина, под редакцией М.И. Меньшикова, Издательство иностранной литературы. 1952 г.
 17. Von Heinrich Hintenberger «Erfahrungen mit Metallfolien als Hochvakuumdichtungen», Zeitschrift fur naturforschung, Band 6a, Juli 1951, Heft 7, p. 459 – 463.
 18. Д.Б. Зворыкин «Вопросы расчёта и конструирования цельнометаллических высоковакуумных систем и их элементов». Диссертация на соискание учёной степени к. т. н. М., 1955 г.
 19. В.А. Ланис, Л.Б. Левина «Техника вакуумных испытаний», под редакцией М.И. Меньшикова, Государственное энергетическое издательство, М.-Л. 1963 г.

20. R. Brymner and W. Steckelmacher “Demountable vacuum seal for operation at temperatures from – 180°C to 800 °C”, Journal of scientific instruments, vol.36, June 1959, p. 278 – 281.
21. Патент на изобретение RU № 2573 081 С2 «Канавочно-клиновое уплотнительное соединение» Авторы: А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков. Опубликовано: 20.01.2016 г. Бюл. № 26

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Лариса Константиновна Кузнецова – Учёный секретарь Курчатовского комплекса термоядерной энергетики и плазменных технологий (ККТЭиПТ), НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва.

Юрий Сергеевич Шпанский – Начальник отдела термоядерных реакторов, Отделение Токамаков, ККТЭиПТ, НИЦ «Курчатовский институт»; Национальный исследовательский университет МЭИ, г. Москва.

Анна Евгеньевна Вязовецкова – ведущий инженер лаборатории научного приборостроения, Курчатовского центра синхротронного излучения, НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва. В настоящее время на пенсии.

Владимир Владимирович Вязовецков – старший научный сотрудник отдела термоядерных реакторов, Отделение Токамаков, ККТЭиПТ, НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва.

ОСОБЕННОСТИ ОТКАЧКИ ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ СВЧ X ДИАПАЗОНА ДЛИН ВОЛН

Д.А. Комаров, Ю.Н. Парамонов, В.М. Саблин, Д.А. Калашников

АННОТАЦИЯ

В работе рассматриваются особенности откачки приборов СВЧ X диапазона. Представлены результаты масс-спектрометрии мощного клистрона КИУ-283.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ, ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫЕ ПРИБОРЫ, СВЧ, КЛИСТРОН, X ДИАПАЗОН ДЛИН ВОЛН, ОТКАЧКА

PECULIARITIES OF PUMPING OF ELECTRIC VACUUM X-BAND MICROWAVE DEVICES

D.A. Komarov, Yu. N. Paramonov, V.M. Sablin, D.A. Kalashnikov

ABSTRACT

The paper considers the pumping features of X-band microwave devices. The results of mass spectrometry of a powerful klystron KIU-283 are presented.

KEYWORDS

MASS SPECTROMETRY, MICROWAVE DEVICES, KLYSTRON, X-BAND, PUMPING

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных тенденций развития СВЧ-техники является увеличение частоты СВЧ сигнала при сохранении высоких значений импульсной мощности. Размеры резонаторных систем обратно пропорциональны значению частоты, следовательно, и сами приборы на большие частоты будут обладать меньшими габаритами. С увеличением частоты сигнала СВЧ так же будут уменьшаться размеры ускорителей. Кроме того, большие частоты СВЧ-сигнала улучшают разрешающую способность досмотровых комплексов и точность медицинского оборудования, при этом в ускоряющих структурах повышаются эффективность ускорения и предельно допустимый темп набора энергии.

В то же время, уже при переходе от С к X диапазону длин волн возникают технологические трудности как изготовления миниатюрных резонаторных систем с жесткими допускными требованиями на частоты, так и сохранения требуемой точности размеров на протяжении всего производственного цикла – сборки, сварки, пайки узлов, настройки и откачки. Малейшие геометрические отклонения могут приводить к значительным ухудшениям качества изделия – падению мощности и КПД.

Как и в обычных ЭВП СВЧ изделие должно пройти стандартную операцию откачки, чтобы во время тренировки чрезмерная величина паров остаточных газов не приводила к ухудшению токопрохождения, не вызывала искрений и пробоев, которые могут вывести из строя прибор, а иногда и оборудование испытательного стенда. В то же время, в результате длительного нагрева во время откачки геометрические размеры резонаторной системы

могут выйти за пределы допустимых значений. При этом, не существует эффективных способов настройки резонаторной системы во время динамических испытаний. В данном случае, необходимо было бы вскрывать прибор, заменять деформированные узлы, заново заваривать и вновь подвергать откачке.

Доминирующим остаточным газом в приборах ЭВП СВЧ является водород, который содержится в медных деталях. В связи с этим, возникают дополнительные трудности при откачке многолучевых клистронов X диапазона, так как относительно большие медные резонаторы связаны с насосом откачной камеры (и с встроенным электроразрядным насосом (ЭРН) во время динамических испытаний и эксплуатации) через миниатюрные пролетные каналы, в результате эффективность откачки внутренних полостей значительно уменьшается. Согласно основному уравнению вакуумной техники эффективная скорость откачки $S_{эфф}$ связана со скоростью откачки насоса S_n и пропускной способностью откачиваемого объекта U следующим выражением:

$$\frac{1}{S_{эфф}} = \frac{1}{S_n} + \frac{1}{U},$$

а пропускная способность круглой трубы прямо пропорционально диаметру трубы в четвертой степени:

$$U = 1.36 \cdot 10^3 \cdot \frac{d^4}{L} \cdot \frac{p_1 + p_2}{2} + 121 \cdot \frac{d^3}{L} \cdot \frac{1 + 1.9 \cdot 10^4 \cdot d \cdot \frac{p_1 + p_2}{2}}{1 + 2.35 \cdot 10^4 \cdot d \cdot \frac{p_1 + p_2}{2}}.$$

Это значит, что данная конструктивная особенность многолучевых клистронов может приводить к тому, что эффективность откачки будет определяться исключительно пропускной способностью пролетных каналов, какие бы мощные насосы не использовались бы для откачки.

В связи с описанными особенностями приборов X диапазона длин волн, выбор оптимального режима откачки является критическим параметром для стабильной работы изделия. Для оценки качества откачки применяется измерение парциальных давлений остаточных газов методом масс-спектрометрии.

РЕЗУЛЬТАТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ МОЩНОГО ИМПУЛЬСНО-ГО МНОГОЛУЧЕВОГО КЛИСТРОНА X ДИАПАЗОНА

На рис.1 представлена резонаторная система многолучевого клистрона X диапазона КИУ-283, разработанного на предприятии АО «НПП «Торий» для медицинских комплексов иностранного производства в 2022 году. В данном приборе, 6 резонаторных блоков внешним диаметром 36 мм и длиной 6 мм связаны между собой и с откачным штенгелем 25-ю пролетными каналами диаметром 3 мм.

Технология откачки состояла в обезгаживании резонаторной системы при температуре корпуса 600 °С в течение 5 часов и обезгаживании катода при температуре резонаторного блока 500 °С и токе накала 18 А в течение 5 часов. По результатам масс-спектрометрии (рис.2) был отмечен разный характер изменения парциального давления водорода, угарного и углекислого газа при нагреве изделия до 600 °С.

Так как, источниками соединений СО и СО₂ являются детали катодного узла, изготовленные из никеля, молибдена и нержавеющей стали, локализованные в одном месте относительно насоса, то откачка данных газов имеет стандартный характер, свойственный откачки остаточных газов приборов L, S и C диапазона. Характерный пик СО обусловлен

началом активации катода. При этом, быстрое падение парциального давления окиси углерода обусловлено значительной скоростью уменьшения концентрации углерода в тонких деталях катодного узла, температура которых достигает 1000 °С. В то же время, несмотря на равномерный нагрев медных деталей резонаторной системы, видно характерные спады парциальных газов водорода, что можно объяснить слабой пропускной способностью пролетных каналов и накоплением водорода в резонаторах. Тем не менее, в результате длительной откачки, характер изменения парциального давления водорода приобретает стандартный вид. Видно, что к началу активировки катодного узла прибор обезгажен и время обезгаживания катода можно сократить на 3-4 часа.

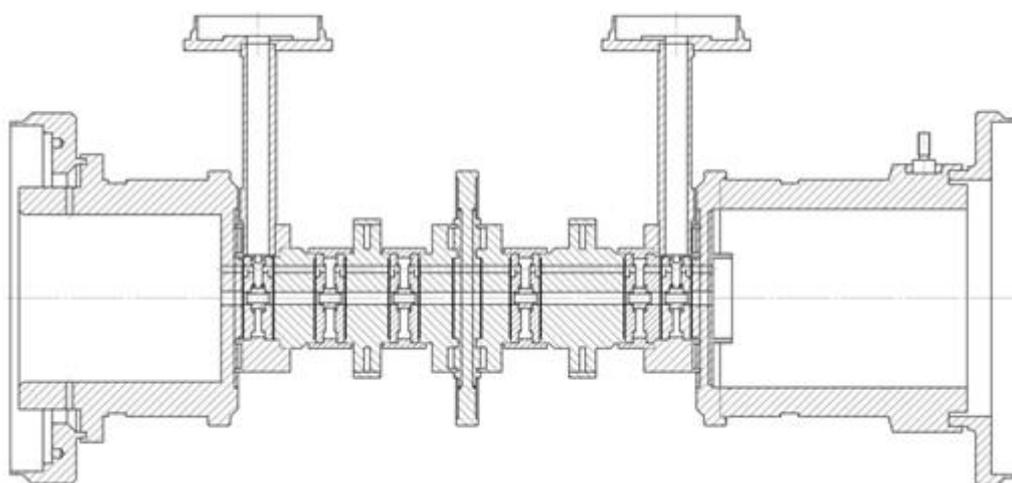


Рис.1 Эскиз резонаторного блока клистрона КИУ-283

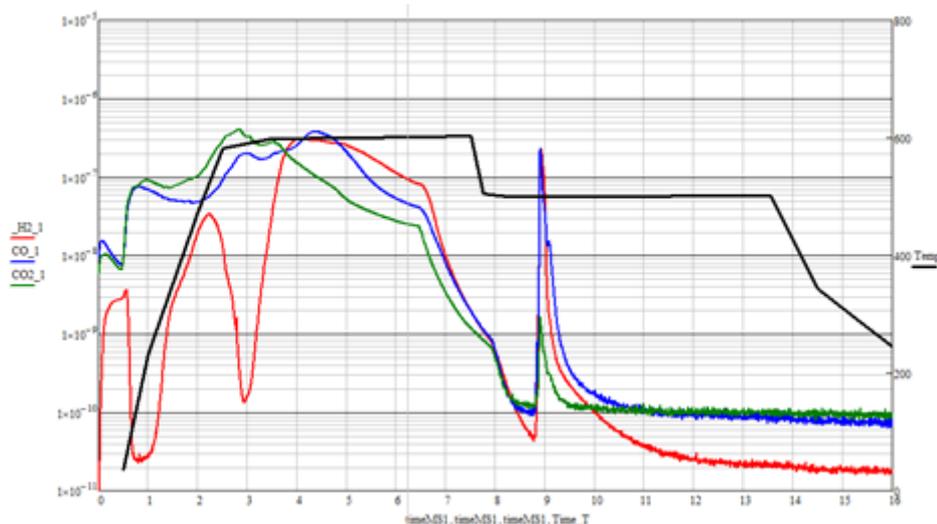


Рис.2. Результаты масс-спектрометрии клистрона КИУ-283 (Т – температура прибора, °С)

В дальнейшем, планируется использовать результаты масс-спектрометрии для анализа процессов газоотделения различных элементов и узлов изделий СВЧ для разработки программы моделирования процесса откачки электровакуумных приборов, которая

позволила бы выбирать оптимальные режимы откачки уже на этапе проектирования приборов и оценивать конструктивные решения на возможность эффективного обезгаживания.

ВЫВОДЫ

Было проведено измерение парциального давления остаточных газов во время откачки мощного импульсного многолучевого клистрона КИУ-283 X диапазона длин волн. По результатам масс-спектрометрии было уменьшено время обезгаживания катода.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Д.А. Комаров – доктор технических наук, заместитель генерального директора – директор по научной работе АО «НПП «Торий», г. Москва.

Ю.Н. Парамонов – кандидат технических наук, заместитель директора по научной работе АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: paramonov.yn@toriy.ru

В.М. Саблин – начальник лаборатории приборов с распределенным взаимодействием АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: sablin.vm@toriy.ru

Д.А. Калашников – начальник лаборатории магнетронов АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: kalachnikov.da@toriy.ru

АНАЛИЗ ПРОБЛЕМ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ГЕРМЕТИЧНОСТИ ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ НА СТАДИЯХ ИХ ЖИЗНЕННОГО ЦИКЛА

С.А. Бушин, С.Г. Давыдов, В.О. Ревазов, Р.Х. Якубов

АННОТАЦИЯ

Представлены результаты работ по анализу связанных между собой стадий жизненного цикла электровакуумных приборов (ЭВП) с определением факторов и причин, приводящих к потере герметичности оболочек данных приборов. Сформулированы основные требования, предъявляемые на этапах проектирования ЭВП, позволяющие снизить вероятность возникновения течей в приборах и возникновение недопустимых отклонений от заданных показателей рабочего (остаточного) давления в их полостях.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

КОНТРОЛЬ ГЕРМЕТИЧНОСТИ, ДЕФЕКТ СПЛОШНОСТИ МАТЕРИАЛА, СКВОЗНОЙ КАНАЛ

ANALYSIS OF THE PROBLEMS OF ENSURING THE HERMETICITY OF ELECTROVACUUM DEVICES AT THE STAGES OF THEIR LIFE CYCLE

S.A. Bushin, S.G. Davydov, V.O. Revazov, R.Kh. Yakubov

ABSTRACT

The results of work on the analysis of the interconnected stages of the life cycle of electrovacuum devices (EVD) with the determination of the factors and causes leading to the loss of tightness of the shells of these devices are presented. The main requirements for the design stages of the EEW are formulated, which make it possible to reduce the likelihood of leaks in devices and the occurrence of unacceptable deviations from the specified indicators of the working (residual) pressure in their cavities.

KEYWORDS

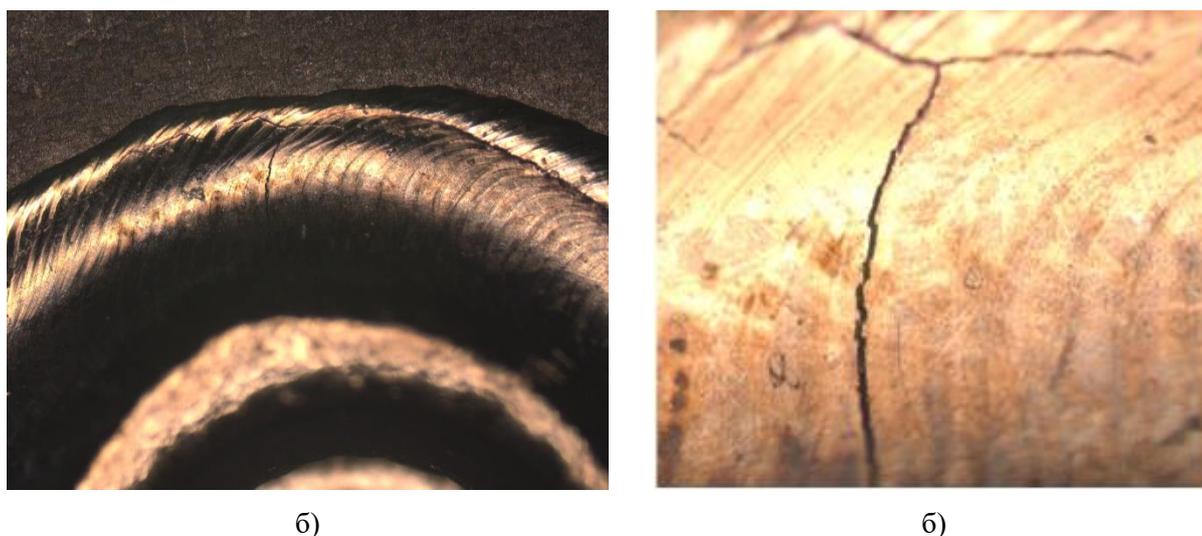
TIGHTNESS CONTROL, MATERIAL CONTINUITY DEFECT, THROUGH CHANNEL

ВВЕДЕНИЕ

Одними из ключевых задач при разработке и выпуске ЭВП являются как обеспечение технических характеристик приборов, так и надежности на всех стадиях их жизненного цикла, что обуславливает необходимость обеспечения глубокой проработки в вопросах контроля герметичности. Как показывает практика на каждой из основных стадий жизненного цикла прибора, таких как: проектирование, изготовление, сборка, эксплуатация и хранение приборов, вероятно существование различных причин, которые впоследствии вызывают появление течей. Понимание причин возникновения течей в оболочке в свою очередь может позитивно повлиять на процесс совершенствования характеристик прибора в целом.

Исключение причин, вызывающих нарушение целостности оболочек приборов, возможно именно на основе анализа совокупности различных процессов и воздействий, которым подвергается прибор на всех стадиях их жизненного цикла [1].

Целью данной работы являлось проведение анализа основных проблем обеспечения герметичности электровакуумных приборов и выработку основных требований к их конструкциям и технологиям в аспекте реализации высокочувствительного контроля герметичности, где особый интерес вызывает, так называемый масс-спектрометрический метод течеискания. Метод основан на обнаружении пробного вещества в смеси веществ, проникающих через течи, путем ионизации веществ с последующим разделением ионов отношению их массы к заряду под действием электрического поля с регистрацией потоков от 10^{-14} до 10^{-2} Па·м³/с.



а) – разветвленная трещина в месте сварного шва с увеличением $\times 50$, б – $\times 100$
Рис.1 – Вид типичного дефекта

СТАДИИ ЖИЗНЕННОГО ЦИКЛА ПРИБОРА

Стадии жизненного цикла электровакуумного прибора, включают следующую последовательность периодов. К ним относятся:

– исследования в рамках научно-исследовательской работы (НИР), связанные с получением необходимого объема научных и экспериментальных данных, доказывающих возможность создания прибора;

– по результатам НИР проводится опытно-конструкторская разработка (ОКР). В состав вышеназванных работ входит создание экспериментальных и опытных образцов прибора, испытания которых подтверждают заявленные требования, разработка конструкторской документации и на ее основе разработка технологической документации;

– производственный процесс начинается с процедуры внедрения. На данной стадии также возможны доработки в части совершенствования прибора с обязательным отражением в конструкторской и технологической документации.

– процесс эксплуатации прибора.

На каждой стадии жизни прибора определенного типа возможно появление различных причин негерметичности, вот почему необходимо их детальное рассмотрение.

Начиная с проектирования прибора, наличие потенциальных течей в нем обуславливается, прежде всего, правильностью выбора материала на уровне его химического и лигирующего (примесного) составов. Дефекты сплошности также могут определяться и

структурой кристаллической решетки, и размерами зерна, пор, а также поверхностными покрытиями (окислами, пленками, разного рода включениями). На данном этапе разработчику требуется проработать вопросы технологических принципов, на которых строится основная концепция герметизации прибора, что должно учитывать следующие факторы: типы зон разъёмных(неразъёмных) соединений, виды технологических приливов, конфигурации и толщины стенок деталей корпуса, применяемых материалов с учетом их температурных коэффициентов расширения, возможных продуктов разложения (распада) в процессе эксплуатации, а также наличия в рабочем объеме прибора остаточных газовых сред.

На следующих стадиях проектирования также формируются технические требования, которые призваны сформулировать и обеспечить требования по герметичности прибора, с указанием нормы герметичности. Также в отдельных случаях желателен установление требований и для промежуточного контроля герметичности отдельных узлов приборов (сварных, паяных, участков с нанесенными пластификатами, «технологических» пу-стот, включений и др.). Устанавливаемая величина нормы герметичности при этом должна определять возможность работоспособности прибора на протяжении всего гарантийного срока службы прибора.

При изготовлении приборов наличие дефектов, связанных с утратой целостности конструкции в результате образования сквозных трещин или отверстий, ведущих к беспрепятственному проникновению через перегородки корпуса окружающей среды, таких как проиллюстрировано на рисунке 1, могут быть обусловлены особенностями исходного материала детали, точностью производимых деталей, их условиями сборки, технологическими особенностями монтажа.

Важно отметить, что в период проведения производственных операций в числе причин, вызывающих нарушения герметичности прибора, стоят проблемы связанные с подготовкой прибора к испытаниям на герметичность, что сопряжено, с механической и термической обработками наружных поверхностей деталей прибора, разного рода повреждениями, и вместе с тем наличием разного рода покрытий в виде окисных пленок, паров воды на поверхностях, следов растворителей и других промывочных (проводящих) активных и нейтральных сред. Проведению надежного контроля на герметичность в таких случаях должны предшествовать вакуумная сушка, обезгаживание, очистка, устранение возможных следов твердых (пластичных) покрытий (лаков, красок, и т.п.). Процесс испытаний на герметичность в свою очередь требует дифференцированного подхода к поиску и локализации сравнительно больших и малых течей, поскольку это обуславливает использование различных способов контроля.

Кроме вышеназванного, среди основных факторов необходимых для обеспечения герметичности прибора можно выделить:

- важность наличия взаимозаменяемости¹ узлов и сборочных единиц прибора;
- непрерывное изучение явлений и процессов при технологических операциях подготовки и изготовлению приборов и явлений в процессе жизненного цикла прибора;
- строгое соблюдение требований сопроводительной технической документации (ГОСТы, ОСТы, стандарты предприятий);

¹ Здесь следует рассматривать парные взаимодействия (или матрицу взаимодействий), что подразумевает возможность всех элементов прибора, в процессе взаимодействия друг с другом вызывать негативные последствия [2]

– неукоснительной соблюдение норм в области управления качеством продукции на производстве.

Если делать некоторую обобщенную оценку по «весомости вклада» в появление отказов в каждый из периодов жизненного цикла приборов, то начиная с проектирования, в качестве одной из главных причин, можно обозначить «искусство» конструктора в создании прибора наименее подверженного влиянию различных случайных факторов. Примером такого влияния в конструкторской практике, и, в частности, внезапных отказов, может служить применение технологических «карманов», т.е. искусственно созданных пустот. Кажущиеся на первый взгляд, например, защитные функции в виде закрытия шва – размещение дополнительной герметизируемой перегородки над поверхностью, ограничивающей рабочий объем прибора от внешней среды, – может существенным образом повлиять на чувствительность испытаний на герметичность.

При эксплуатации приборов одним из весомых факторов выхода из строя прибора являются внешние атмосферные условия и условия, в которых прибор применяется. Например, в условиях термических ударов или при сравнительно значимых вибрациях, а также в условиях динамической нагрузки, ударах и других внешних воздействиях появление дефектов, оцениваемых по параметру – нарушение герметичности, будет для одних и тех же приборов тем интенсивней, чем выше по величине данные показатели. Кроме того, в период эксплуатации прибора по мере увеличения его наработки естественным образом возникают скрытые процессы, обусловленные деструкцией и износом материалов, а также их коррозионной усталостью. Это в свою очередь после определенного накопительного интервала времени ведет к необратимому росту повреждений, среди которых и нарушение герметичности, что в итоге приводит к отказам приборов.

Дополнительно следует отметить, что ошибочные действия со стороны обслуживающего персонала также могут приводить к возникновению дефектов. При этом их появление, к сожалению, нельзя полностью исключить.

ОСНОВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОНСТРУКЦИЯМ И ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГЕРМЕТИЗИРУЕМЫХ ПРИБОРОВ

Конструкции приборов и производственные технологии должны обеспечивать герметичность оболочек приборов и возможность их контроля с требуемой чувствительностью. Для этого необходимо придерживаться соблюдения следующих сформулированных основных требований, выдвигаемых при проектировании, изготовлении и сборки приборов:

1) техническая документация по проведению контроля герметичности должна разрабатываться с учётом конструкторских и технологических особенностей поверяемых приборов и испытательного оборудования;

2) конструкция приборов должна быть проверяема, то есть должна быть обеспечена возможность прохождения пробного газа ко всем поверхностям, отделяющим внутренний объём прибора от атмосферы, сварным швам, разборным и неразборным соединениям;

3) при разработке конструкции герметизируемых приборов необходимо исключать образование внутренних плохо откачиваемых полостей. Такие полости могут быть образованы, например, за резьбовым крепежом внутренних деталей, за их сопряжением по плотной посадке, во фланцевом соединении при неравномерном поджиге фланцев. Малые

внутренние течи из таких полостей являются источниками длительного и стабильного поступления воздуха в откачиваемый объём прибора.

В местах явного образования внутренних полостей должны предусматриваться прорезы или специальные проточки, способные ускорить удаление из них газа. Трудно или практически невозможно выявить течи в соединениях, заваренных с двух сторон, например, электрический ввод, из-за наличия внутренней полости. Поэтому необходимо всячески исключать образование внутренних полостей и дефектов в оболочках приборов, что может быть достигнуто только совершенствованием конструкции и технологии;

4) при изготовлении приборов необходимо учитывать возможность перекрытия течей с последующим неконтролируемым их вскрытием. Перекрытие течей может происходить в результате попадания в них пыли, технологических жидкостей и атмосферной влаги;

5) максимально снизить возможность перекрытия течей, которое в некоторой степени возможно при соблюдении определённых условий: проведения контроля герметичности сразу после высокотемпературного прогрева приборов (в тех случаях, где это допустимо), сокращение до минимума возможного времени пребывания приборов в условиях влажного атмосферного воздуха, проведение специальной подготовки приборов к контролю герметичности.

ВЫВОДЫ

Проведенный анализ различных стадий жизненного цикла электровакуумных приборов в части их герметичности показал, что исследования по выявлению совокупности связей между составом работ при разработке и производстве приборов, могут привести к оптимизации конструкции и технологии изготовления деталей, узлов, составных частей и приборов.

С точки зрения надёжности контроля герметичности, для обеспечения полной проверяемости контролируемых оболочек, предложены и сформулированы основные требования, предъявляемые к конструкциям и технологиям изготовления герметизируемых электровакуумных приборов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Локтев И. И. Обеспечение герметичности изделий на всех этапах жизненного цикла. Локтев И. И. // Научн.-техн. семинар «Вакуумная техника и технология»: матер. семинара. – Санкт-Петербург, 2003. – С.17–22.
2. I.I. Loktev, Y. General behavior of leaky fuel rod depending on defect size / Loktev, Y. Bibilashvily K. // International Topical Meeting on Light Water Reactor Fuel Performance, Park City, 9"13 April 2000.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

С А Бушин – ведущий научный сотрудник, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», г. Москва. e-mail: vniia4@vniia.ru

Все авторы – сотрудники ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», г. Москва.

СИСТЕМА АКТИВНОЙ ВИБРОИЗОЛЯЦИИ ДЛЯ ПРЕЦИЗИОННОГО ВЫСОКОВАКУУМНОГО ОБОРУДОВАНИЯ

В.П. Михайлов, А.А. Копылов, А.В. Казаков

АННОТАЦИЯ

Дано описание системы активной виброизоляции на основе магнитоологических (МР) эластомеров для прецизионного высоковакуумного оборудования. Представлены результаты экспериментальных исследований системы активной виброизоляции и определены коэффициенты передачи амплитуды виброперемещений в низкочастотном диапазоне.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СИСТЕМА АКТИВНОЙ ВИБРОИЗОЛЯЦИИ, ВЫСОКОВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАГНИТОРЕОЛОГИЧЕСКИЙ ЭЛАСТОМЕР, ЗАМКНУТАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ, КОЭФФИЦИЕНТ ПЕРЕДАЧИ АМПЛИТУДЫ ВИБРОПЕРЕМЕЩЕНИЙ

ACTIVE VIBRATION ISOLATION SYSTEM FOR PRECISION HIGH VACUUM EQUIPMENT

V. P. Mikhailov, A. A. Kopylov, A.V. Kazakov

ANSTRACT

A description of an active vibration isolation system based on magnetorheological (MR) elastomers for precision high-vacuum equipment is given. The results of experimental studies of the active vibration isolation system are presented and the transmission coefficients of the amplitude of vibration displacements in the low-frequency range are determined.

KEYWORDS

ACTIVE VIBRATION ISOLATION SYSTEM, HIGH VACUUM EQUIPMENT, MAGNETORHEOLOGICAL ELASTOMER, CLOSED-LOOP CONTROL SYSTEM, TRANSMISSION COEFFICIENT OF VIBRATION DISPLACEMENT AMPLITUDE

ВВЕДЕНИЕ

Интенсивное развитие нанотехнологий и разработка современного прецизионного высоковакуумного технологического и аналитического оборудования (оборудования для микро- и нанолитографии, прецизионной обработки электронными и ионными пучками, электронных микроскопов, сканирующих зондовых микроскопов и др.) приводит к необходимости его защиты от внешних вибраций. В настоящее время применяются различные типы виброзащитных систем (пружинных, резиновых, пневматических, гидравлических, пьезоэлектрических и др.) которые подразделяются на пассивные и активные [1-3]. Пассивные системы эффективно защищают от вибраций при частотах более 50 Гц. При этом, в низкочастотной области от 0,3 до 50 Гц такие системы малоэффективны, так как не могут скомпенсировать резонансные явления, определяемые конструкцией защищаемого оборудования. Для виброзащиты в низкочастотном диапазоне применяют активные системы, использующие энергию дополнительного источника и работающие, как правило, в противофазе к возмущающим вибрационным воздействиям. Наибольшей эффективностью

обладают современные системы, объединяющие в себе пассивную и активную виброизоляцию [4-12] и работающие в широком диапазоне частот от 0,3 до 100 Гц и более. Представленная работа является продолжением исследований авторов, ранее описанных в ряде статей [13-15].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СТЕНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СИСТЕМЫ АКТИВНОЙ ВИБРОИЗОЛЯЦИИ

Экспериментальный стенд для исследования системы активной виброизоляции представляет собой платформу, содержащую следующие элементы: две плиты, между которыми располагаются четыре узла упругой подвески квазиулевого жёсткости с массовыми корректорами и четыре активных демпфера на основе магнитоэлектрических (МЭ) эластомеров [10-15]. Общий вид стенда показан на рис. 1, а схема на рис. 2.

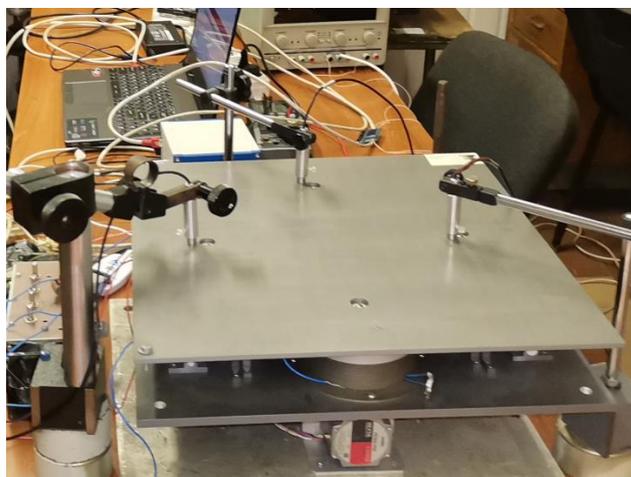
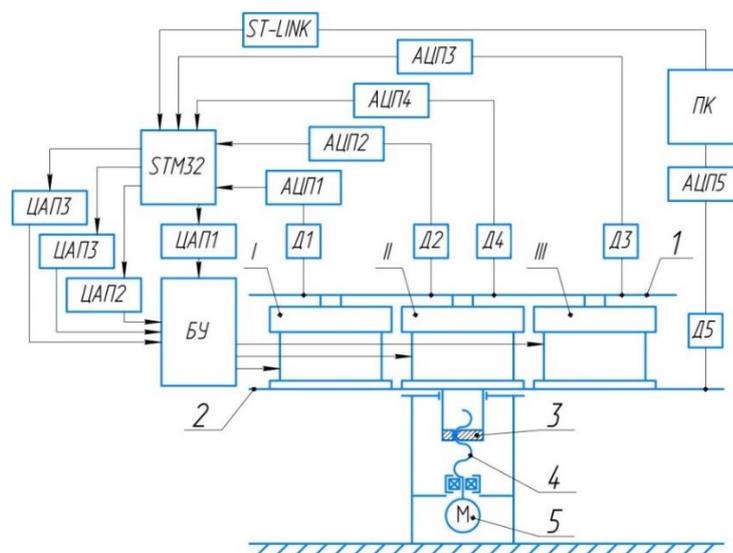


Рис. 1. Общий вид стенда с установленными датчиками



I, II, III – активные демпферы, IV демпфер не показан; 1 – верхняя плита; 2 – нижняя плита; 3 – гайка с толкателем; 4 – винт ходовой; 5 – шаговый двигатель; БУ – блок усилителей; Д1, Д2, Д3, Д4, Д5 – датчики емкостные; ПК – персональный компьютер; ЦАП1, ЦАП2, ЦАП3, ЦАП4 – цифро-аналоговые преобразователи микроконтроллера; АЦП1, АЦП2, АЦП3, АЦП4 – аналогово-

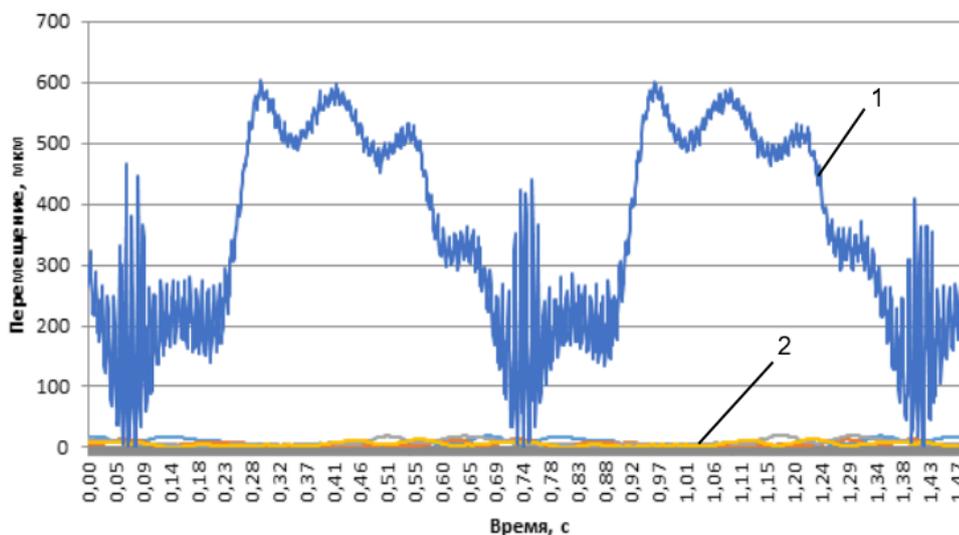
цифровые преобразователи микроконтроллера; АЦП5 – аналогово-цифровой преобразователь ПК;
ST-LINK – программатор; STM32 – микроконтроллер

Рис. 2. Схема экспериментального стенда для исследования системы активной виброизоляции с управлением на основе микроконтроллера STM32

В состав замкнутой системы автоматического управления платформы активной виброизоляции входит микроконтроллер на отладочной плате, усилитель, 4-х канальный АЦП и делитель напряжения для чтения показаний каждого датчика перемещения, 4-х канальный ЦАП для передачи аналогового сигнала на усилитель, дисплей для вывода отладочной информации. САУ обеспечивает обработку показаний каждого из четырех емкостных датчиков перемещения, а также выдачу управляющего сигнала, передаваемого на усилитель и затем поступающего в катушку соответствующего активного демпфера, располагаемого под соответствующим датчиком, тем самым создавая необходимое противофазное колебание. Для оценки эффективности работы платформы активной виброизоляции используются показания с емкостных датчиков Д1-Д4, передаваемые на персональный компьютер и сравниваемые с показаниями датчика Д5 установленного на основании платформы. Данные с датчиков записываются в файл и обрабатываются по заданному алгоритму. Используемое оборудование: датчики перемещения емкостные с контроллером датчиков DL6220/ECL2; блок усилителей; блок АЦП/ЦАП USB-6009; регулируемый источник постоянного тока Gratten APS3005S-3D; генератор сигналов Rigol DG1022; микроконтроллер STM32F407VET6 на отладочной плате; персональный компьютер ПК.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Были проведены эксперименты в диапазоне частот от 0,3 до 100 Гц, при максимальной амплитуде вибрационных перемещений до 300 мкм. На рис. 3 представлен график зависимости перемещения от времени для платформы активной виброизоляции на частоте 1,5 Гц, демонстрирующий снижение амплитуды вибрации с 300 до 10–15 мкм.



1 - сигнал с датчика Д5 (без активной виброизоляции); 2 – сигналы с датчиков Д1, Д2, Д3, Д4
Рис. 3. График зависимости перемещения от времени для платформы активной виброизоляции на частоте 1,5 Гц

Для всего диапазона частот рассчитаны коэффициенты передачи амплитуд виброперемещений (КПАВ), как отношение средней амплитуды перемещения с датчиков Д1, Д2, Д3, Д4 к амплитуде перемещения с датчика Д5. Результаты расчётов приведены на рис. 4 (пунктирной линией показана зависимость КПАВ от частоты с базовой настройкой пассивной виброизоляции).

На рис. 4 видна резонансная частота платформы активной виброизоляции с базовой настройкой пассивной виброизоляции, равная 43 Гц. Зона наибольшей эффективности работы платформы в активном режиме располагается в области частот от 0,3 до 36 Гц и от 58 до 100 Гц, где значение КПАВ меньше 0,6.

Для снижения КПАВ в области выявленных резонансных частот была проведена перенастройка системы пассивной виброизоляции, после чего повторно проведены эксперименты в диапазоне частот от 0,3 до 100 Гц, с максимальной амплитудой вибрационных возмущений до 300 мкм (на рис. 4 сплошной линией показана зависимость КПАВ от частоты с перенастроенной пассивной системой виброизоляции).

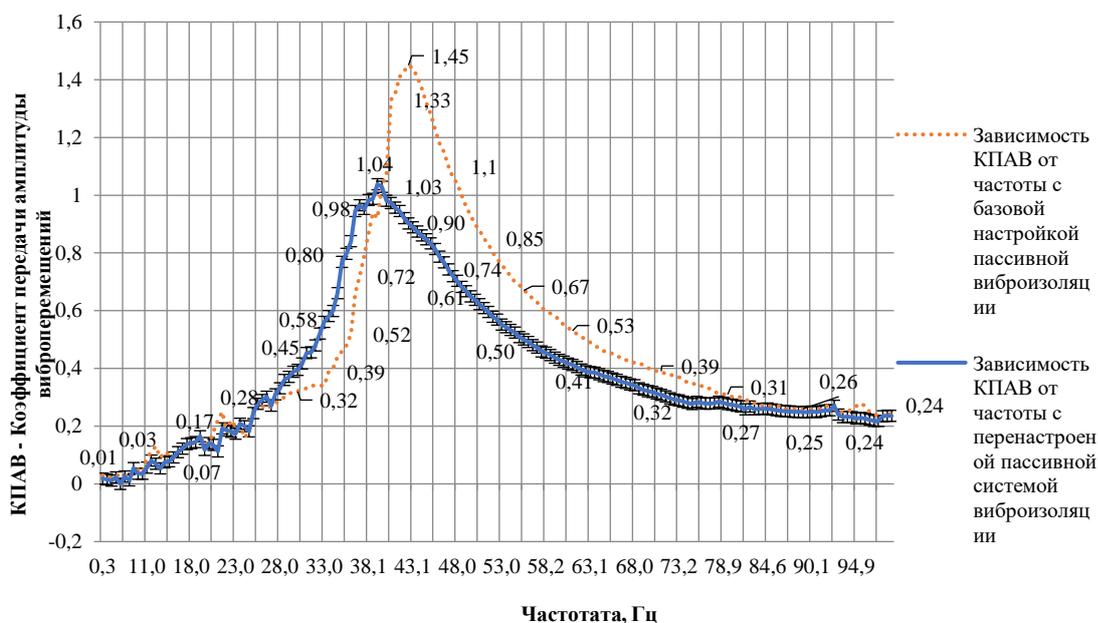


Рис. 4. График зависимости КПАВ от частоты внешних возмущений для базовой настройки пассивной виброизоляции (пунктирная линия) и перенастроенной пассивной системы (сплошная линия) для замкнутой САУ на основе микроконтроллера STM32

График на рис. 4 демонстрирует заметное смещение резонансной частоты платформы активной виброизоляции от 43 до 40 Гц, в результате чего при более низких частотах происходит повышение эффективности работы платформы активной виброизоляции, при этом максимальная величина КПАВ снижается с 1,45 до 1,04.

Полученные результаты показывают, что платформа активной виброизоляции с замкнутой системой управления на основе микроконтроллера STM32 способна эффективно уменьшать амплитуду виброперемещений в диапазоне опасных для высокочувствительного технологического и аналитического оборудования частот 0,3–33 Гц и от 51–100 Гц с КПАВ менее 0,6. При этом в диапазоне частот от 0,3–10 Гц КПАВ составляет величину 0,01–0,1.

ВЫВОДЫ

Система, объединяющая пассивную и активную виброизоляцию, в частности, пассивную систему квазиулевого жёсткости на основе упругой подвески с массовыми корректорами и активную систему на основе МР эластомеров с замкнутой системой управления на основе микроконтроллера, эффективно уменьшает амплитуду виброперемещений в диапазоне опасных для прецизионного высоковакуумного технологического и аналитического оборудования частот 0,3-33 Гц и от 51-100 Гц с КПАВ менее 0,6. При этом в диапазоне частот от 0,3–10 Гц КПАВ составляет величину 0,01–0,1.

Пассивная система виброизоляции на основе упругой подвески квазиулевого жёсткости с массовыми корректорами позволяет регулировать резонансную частоту платформы активной виброизоляции, в частности смещать её от 43 до 40 Гц, в результате чего при более низких частотах происходит повышение эффективности работы платформы активной виброизоляции, при этом максимальная величина КПАВ снижается с 1,45 до 1,04.

ЛИТЕРАТУРА

1. W. Wigglesworth, S. Jordan. *Semicond. Int.*, 2009, 32, 10, pp 4–26
2. Böse Holger Würzburg, Röder Rene Grossenlupnitz. US Patent No. 20080318045 A1. Appl. No. 11/574397, 25.08.2005, Date of Patent 27.08.2004
3. Yu. K. Gruzevich, V. A. Soldatenkov, V. M. Achil'diev, A. D. Levkovich, A. N. Bedro, M. N. Komarova, and I.V.Voronin. *Journal of Optical Technology*. Vol. 85, Issue 5, pp 308-313 (2018) <https://doi.org/10.1364/JOT.85.000308>
4. Active Vibration Isolation. Accurion. <http://www.accurion.com>.
5. Ovchinnikov I., Brancevich P. 2017 *Procedia Engineering*. 176, pp 610-617 DOI: 10.1016/j.proeng.2017.02.304
6. Krestnikovskiy K.V., Panovko G.Ya., Shokhin A.E. 2016 *Vibroengineering Procedia*. 8, pp 208-212
7. Panovko G., Shokhin A., Eremeykin S. 2016 *Vibroengineering Procedia*. 8, pp 174-178 (in Russian)
8. Chernikov, S.A. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. (2015) 44: 439. <https://doi.org/10.3103/S1052618815050052>
9. Micro-Epsilon capaNCDT 6200 // URL: <https://www.microepsilon.com/download/manuals/man--capaNCDT-6200--en.pdf> (дата обращения: 16.05.2019)
10. Borin D.Y., Bergmann C., Odenbach S. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2020. T. 497. P. 165959
11. Zubarev A., Chirikov D., Borin D. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2020. T. 498. P. 166129
12. Zubarev A., Chirikov D., Stepanov G., Borin D., Lopez-Lopez M.T. *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*. 2018. T. 498. pp 86-95
13. V.P. Mikhailov, A.M. Bazinenkov, A.V. Kazakov, A.P. Rotar' and D.A. Ivanova. Active vibration isolation of high-vacuum nanotechnology equipment // *Journal of Physics: Conf. Series* 1313 (2019) 012041 doi: 10.1088/1742-6596/1313/1/012041
14. V.P. Mikhailov, A.M. Bazinenkov and A.V. Kazakov. Active vibration isolation of nanotechnology equipment // *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 709 (2020) 044046 doi:10.1088/1757-899X/709/4/044046

15. В.П. Михайлов, А.А. Копылов. Исследование платформы для активной виброизоляции нанотехнологического оборудования // Наноиндустрия. 2022. Т. 15, № 3-4. С. 232–240. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.3-4.232.238>

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

В.П. Михайлов – доктор технических наук, профессор кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва. e-mail: mikhailov@bmstu.ru

А.А. Копылов – аспирант кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва. e-mail: wertyoz@bk.ru

А.В. Казаков – аспирант кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва. e-mail: kazalexander@mail.ru

ДАТЧИК ДАВЛЕНИЯ ДДС-1 ДЛЯ МИНИАТЮРНЫХ ЛИНЕЙНЫХ УСКОРИТЕЛЕЙ С ГАЗОРАЗРЯДНЫМИ ИСТОЧНИКАМИ ИОНОВ

С.В. Сыромуков

АННОТАЦИЯ

Разработан удобный и компактный датчик давления ДДС-1 для газонаполненных вакуумных приборов. Представлены результаты его испытаний. Датчик позволяет регулировать давление в миниатюрных линейных ускорителях с газоразрядными источниками ионов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ИЗМЕРЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ, ВАКУУМНЫЕ ПРИБОРЫ

PRESSURE SENSOR FOR MINIATURE LINEAR ACCELERATOR OF IONS WITH GAS-DISCHARGE ION SOURCES

S. V. Syromukov

ABSTRACT

The convenient and compact sensor of pressure of DDS-1 is developed for gas-filled vacuum devices. Results of its tests are presented. The sensor allows to regulate pressure in tiny linear accelerators with gas-discharge sources of ions.

KEYWORDS

PRESSURE MEASUREMENT, VACUUM DEVICES

Генераторы нейтронов используются в нефтеразведке, обнаружении опасных веществ, термоядерных исследованиях, медицине. Современные генераторы — это регулируемые электрофизические источники излучения. Основным устройством генератора является вакуумный, высоковольтный прибор - запаянная трубка [1]. Трубка включает источник ионов, систему ускорения, мишень, размещенные в герметичном запаянном корпусе, в котором также находится регулируемый геттер, насыщенный дейтерием. В процессе нагревания геттера, дейтерий выделяется в объем трубки. Образованные в газоразрядном источнике ионы ускоряются на мишень насыщенную тритием и образуют нейтроны в результате реакции ${}^3\text{H}(d,n){}^4\text{He}$.

Давление рабочего газа является одним из основных параметров газонаполненной трубки. Неконтролируемое изменение давления может привести к выходу трубки из строя. Основной проблемой автоматизации работы таких устройств является контроль и регулирования давления в вакуумном объеме.

В миниатюрных линейных ускорителях с мишенью под высоким потенциалом в качестве датчика давления используется источник ионов. Устройства такого типа имеют потоки до 10^9 нейтр/с. В ускорителях с большими потоками, где требуется принудительное охлаждение мишени, источник ионов находится под высоким потенциалом. В этом случае с необходимо использовать специальный датчик давления, размещенный в области мишени [2]. Такой датчик должен измерять давление в диапазоне 10^{-4} - 10^{-1} Тор, иметь простую и прочную конструкцию, простую схему питания, малые по сравнению с трубкой габариты и

не требовать специальной настройки после сборки, отжига и отпайки трубки. Работа датчика не должна оказывать влияния на работу трубки.

Удовлетворяющие этим требованиям датчики не промышленностью не выпускаются. Наиболее подходящими по диапазону измерения являются инверсно-магнетронные манометрические преобразователи. Однако, имеющиеся датчики, например, широко используемый датчик ПММ-32-1[3], предназначены для работы в откачных вакуумных установках, имеют значительные габариты и избыточную сложность.

Здесь представлен инверсно-магнетронный датчик ДДС-1 разработанный специально для контроля давления в миниатюрных линейных ускорителях с газоразрядными источниками ионов.

Особенностью датчика ДДС-1 являются рекордно малые размеры и простота питания. Его фотография показана на рис.1. ДДС-1 представляет собой цилиндр на одном конце которого находится металлокерамический ввод анодного напряжения, а другой конец соединен с объемом нейтронной трубки. Датчик имеет центральный анод, а его катодом служит внутренняя поверхность трубчатого корпуса. Снаружи датчик охватывается кольцевым магнитом. После создания в трубке давления и включения датчика, в его объеме зажигается разряд в скрещенных полях. По току разряда можно судить о величине давления в трубке.

Размеры газоразрядной камеры и диаметр анода были выбраны экспериментально. Калибровочная кривая датчиков этого типа подчиняется закону $I = S \cdot P^n$ [4]. Степенная зависимость усложняет задачу автоматического регулирования давления в трубке. Поэтому для получения более линейной зависимости в рабочем диапазоне давлений газонаполненных трубок в схему питания введен резистор, корректирующий вид этой зависимости. Сопротивление резистора является одинаковым для всех датчиков. Оно обеспечивает близкий к линейному вид калибровочной кривой при максимальных значениях тока и не требует.



Рис. 1. Внешний вид датчика давления ДДС-1

На рис. 2 представлены калибровочные кривые, измеренные при различных угловых положениях магнита на датчике. Как было показано экспериментально, калибровочные кривые датчика практически не зависят от угла поворота магнита на оси прибора. Изменения тока разряда датчика относительно средней величины не превышает 6 %. Это ниже характерной для датчиков инверсно-магнетронной системы, систематической погрешности [4]. В типичном рабочем диапазоне запаянных газонаполненных трубок 100 – 300 мкА калибровочные кривые имеют близкий к линейному характер. Это обеспечивает надежное регулирование давления в трубках с заземленной мишенью. Проведенные испытания показали, что датчик ДДС-1 может быть рекомендован для систем регулирования давления в газонаполненных запаянных трубках.

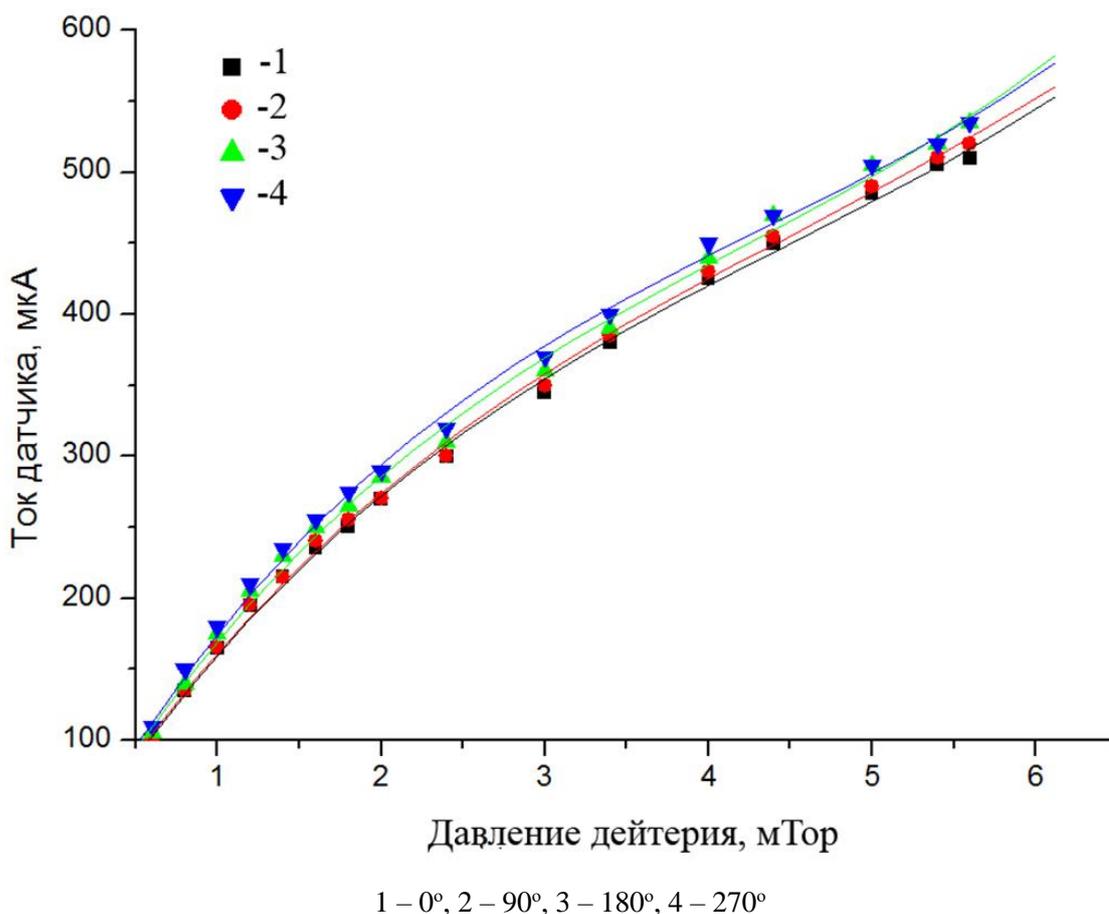


Рис. 2. Калибровочные кривые датчика давления ДДС-1 для различных углов поворота магнита вокруг оси датчика

Процесс регулирования давления в объеме трубки иллюстрируют диаграммы, представленные на рис. 3. Обратная связь по току датчика давления обеспечивает управление током геттера. Это позволяет устанавливать и поддерживать заданный уровень давления в трубке. Верхняя, кривая на рисунке относится к току геттера, а нижняя к датчику давления. До начала работы давление в трубке практически отсутствует. Включается питание геттера и через небольшой промежуток времени ток датчика начинает быстро увеличиваться. Обратная связь уменьшает ток геттера и давление начинает уменьшаться. Ток геттера увеличивается и в конечном итоге система выходит на уровень рабочего давления

Пример включения НГ-14 представлен на рис. 4. Показаны зависимости ускоряющего напряжения и тока трубки от времени при включении генератора нейтронов. В момент включения наблюдаются небольшие колебания тока трубки. Они обусловлены процессами регулирования давления в момент включения источника ионов.

Рис. 5 демонстрирует использование датчика давления ДДС-1 [5- 7]. На рисунке показаны генераторы НГ-14 и НГ-24. Отмечены датчики давления ДДС-1.

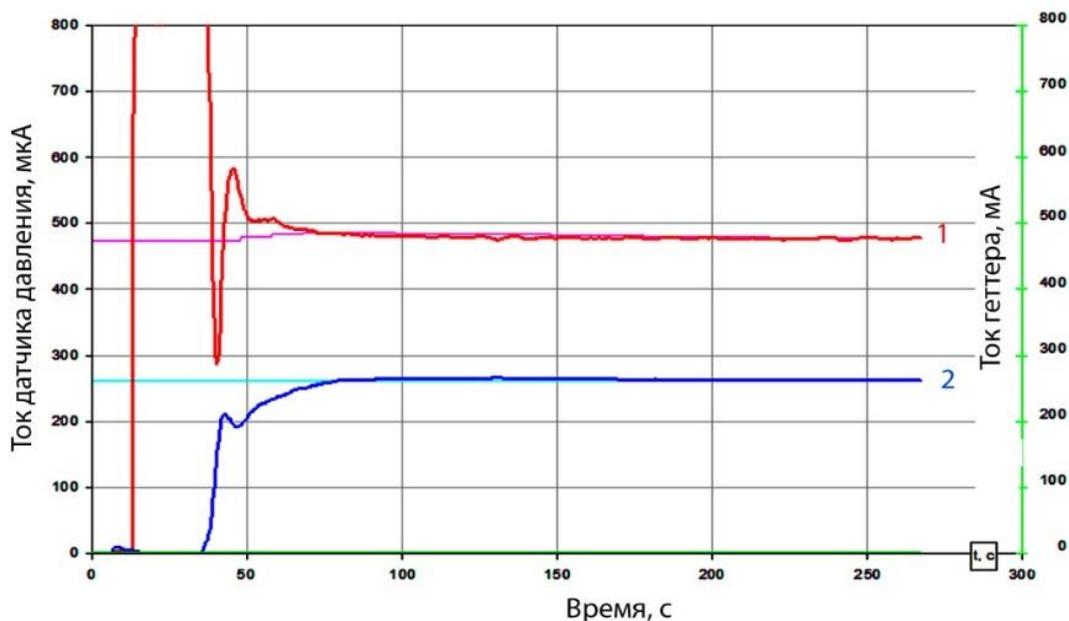
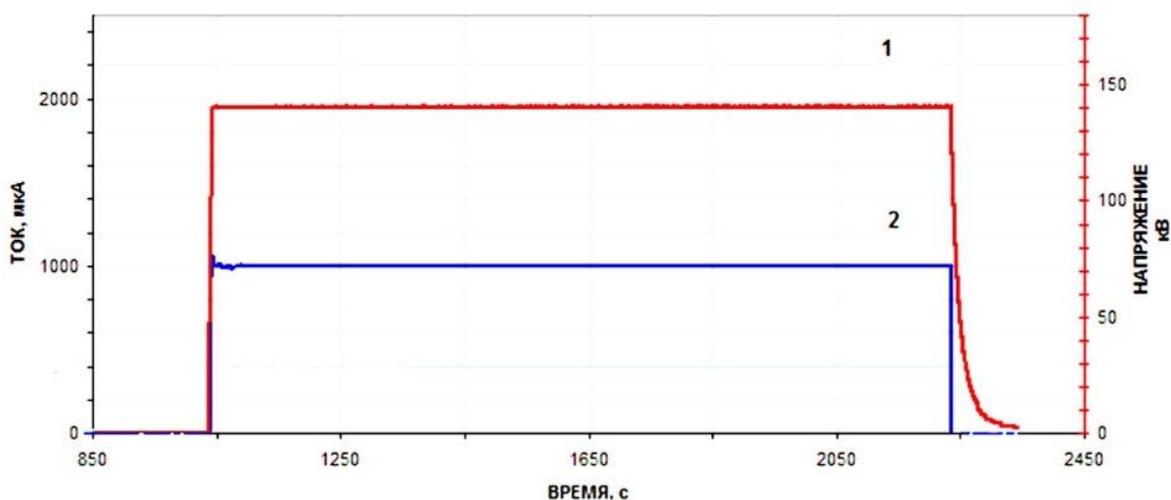
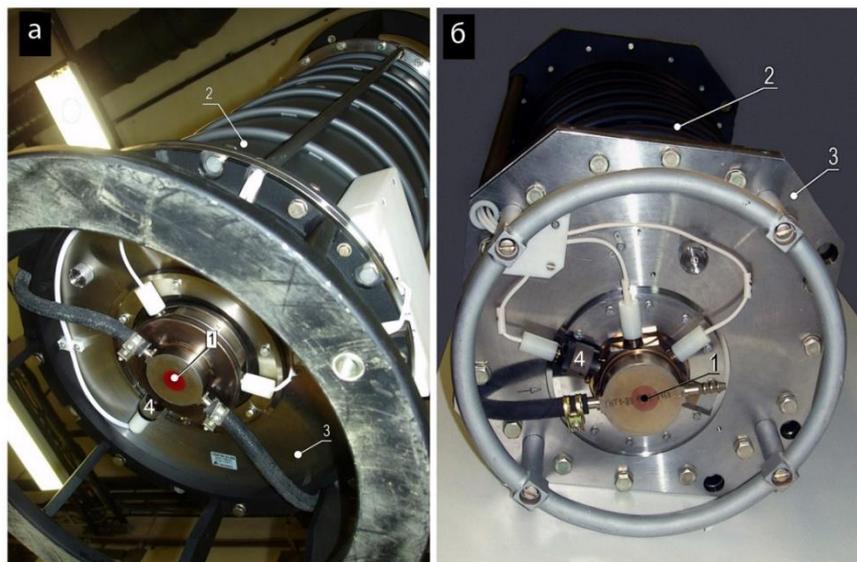


Рис. 3. Диаграммы зависимости тока датчика давления от времени при регулировании давления в приборе



1 – ускоряющее напряжение; 2 – ток трубки

Рис. 4. Зависимости ускоряющего напряжения и тока трубки от времени при включении линейного ускорителя ионов



1 – мишень трубки, излучающая нейтроны, 2 – блок трубки (излучатель нейтронов),
3 – заземленный фланец, 4 – датчик ДДС-1
Рис. 5. Пример использования датчика ДДС-1 в генераторах нейтронов НГ-24(а) и НГ-14(б)

Таким образом, разработан удобный и компактный датчик давления ДДС-1 для газонаполненных запаянных нейтронных трубок. Датчик показал свою эффективность при работе в составе запаянных электровакуумных приборов с газоразрядными источниками ионов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Боголюбов Е.П., Сыромуков С.В. Запаянные ускорительные нейтронные трубки ВНИИА для лучевой терапии // В материалах научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», Сочи (Дагомыс), октябрь 2008 г., с. 155-160.
2. Сыромуков С.В. Регулирование давления в газонаполненных запаянных трубках генераторов нейтронов.// Сб. докладов 22-й научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», 2015, Россия, Крым, Феодосия, с. 211 -213.
3. www.nd-gsi.ru
4. Вакуумная техника: Справочник / Е.С. Фролов, В.Е. Минайчев, А.Т. Александров и др.: Под общ. Ред. Е.С. Фролова-М.: Машиностроение, 1992. – 480 с.
5. www.vniia.ru
6. Сыромуков С.В., Добров Р.В., Мельник А.В., Степнов В.В., Старостин А.Н., Сысоев В.И., Богатиков К.В., Летичевский Р.Д. Генератор нейтронов НГ-24 для ядерной медицины и термоядерных исследований. – Атомная энергия, 2015, т. 119, вып. 1, с. 58-60.
7. Сыромуков С.В., Добров Р.В., Мельник А.В., Степнов В.В., Сысоев В.И. Мощный генератор нейтронов НГ-14 с запаянной трубкой для ядерных технологий. – Атомная энергия, 2014, т. 117, вып. 6, с. 350-352.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ

С.В. Сыромуков – кандидат технических наук, главный специалист,
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л.
Духова», г. Москва. e-mail: vnii4@vnii.ru.

КАЛИБРОВКА ДАВЛЕНИЯ В МИНИАТЮРНОМ ЛИНЕЙНОМ УСКОРИТЕЛЕ

Н.В. Мамедов, С.П. Масленников, А.А. Солодовников

АННОТАЦИЯ

Представлены исследования калибровки давления в миниатюрном линейном ускорителе (МЛУ) по току разряда пеннинговского ионного источника (ПИИ). Исследовались зависимости вольтамперных характеристик ПИИ в составе МЛУ от давления газа, величины и конфигурации магнитного поля, параметров системы импульсного/стационарного электропитания. На основе полученных результатов создана и отработана методика определения давления в объеме запаянного МЛУ на основе получения амплитудных значений тока разряда в ионном источнике.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ПЕННИНГОВСКИЙ ИОННЫЙ ИСТОЧНИК, МИНИАТЮРНЫЙ ЛИНЕЙНЫЙ УСКОРИТЕЛЬ

PRESSURE CALIBRATION IN MINIATURE LINEAR ACCELERATORS

N.V. Mamedov, S.P. Maslennikov, A.A. Solodovnikov

ABSTRACT

Studies of pressure sensor calibration in a miniature linear accelerator (MLA) by the penning ion source (PIS) discharge current are presented. The voltage-ampere characteristics dependences of the PIS MLA on gas pressure, magnitude and configuration of the magnetic field and parameters of the pulsed/stationary power supply system were investigated. Based on the obtained results, the method for determining the pressure in the gas sealed MLA volume was created and tested.

KEYWORDS

MINIATURE LINEAR ACCELERATOR, PENNING ION SOURCE

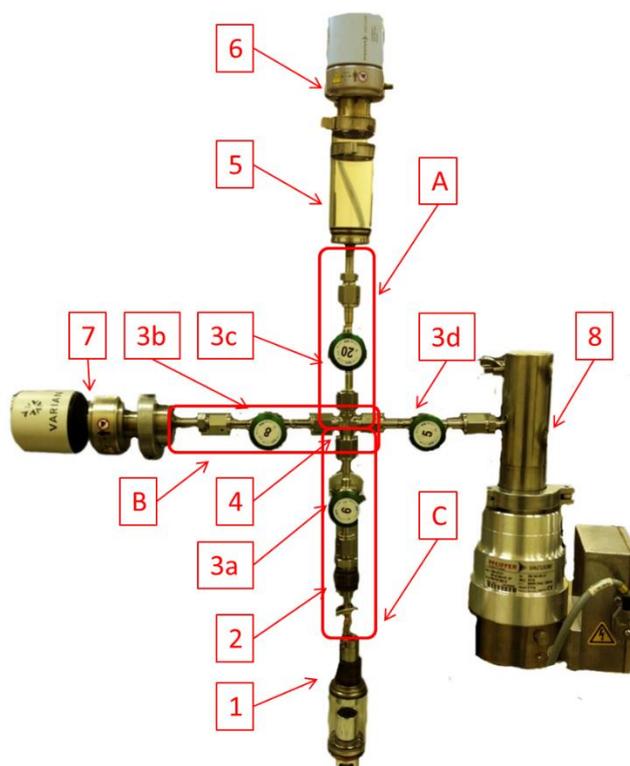
ВВЕДЕНИЕ

Миниатюрные линейные ускорители (МЛУ) широко используются в различных областях науки и техники [1,2]. МЛУ — это запаянный электровакуумный прибор, который состоит из пеннинговского ионного источника (ПИИ) [3], ионно-оптической системы (фокусирующего и ускоряющего электродов) [4] и мишени [5].

Знание реального давления внутри запаянного МЛУ необходимо для определения рабочих режимов разряда, позволяющих достичь стабильности его горения (т.е. стабильности тока разряда и вытягиваемого ионного тока). Помимо этого, калибровка величины давления по току разряда позволит оптимизировать параметры электропитания МЛУ (в частности, питание нагревателя геттера для десорбции рабочего газа). Также, знание величины давления позволит аналитически оценить степень влияния вторичных процессов взаимодействия ионного пучка с газовой средой МЛУ. Поскольку при движении к мишени ускоренного пучка ионов происходят его потери за счет упругого рассеяния, резонансной перезарядки и ионизации ионным ударом.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Опытные образцы МЛУ подключаются к вакуумной системе диагностического комплекса, внешний вид которой представлен на рис.1, с помощью стандартных откачных штенгелей. Данная система состоит из вакуумного креста (трубный обжимной фитинг Swagelok SS-400-4), четырех клапанов (Swagelok SS-4H), двух широкодиапазонных датчиков давления Pfeiffer PKR 251 и Varian FRG-702. Откачная система состоит из турбомолекулярного насоса Pfeiffer TC600 (скорость откачки 33 л/с по азоту) и безмасляного мембранного насоса Vacuubrand MZ-2D. Также для проведения измерений был изготовлен «мерный» металлостеклянный баллон с присоединенным к нему манометром Pfeiffer PKR 251. Внутри «мерного» баллона установлен геттер ГПТ – 1 (газогенератор рабочего газа, аналогичный установленному в ПИИ МЛУ). Рабочий газ дейтерий.



1 – МЛУ (насыщенный D2), 2 – Стандартный откачной штенгель, 3a,b,c,d – Клапаны (вентили) Swagelok SS-4H, 4 – Крест – трубный обжимной фитинг Swagelok SS-400-4, 5 – «Мерный» объем (металлостеклянный баллон), 6 – Широкодиапазонный датчик давления Varian FRG-702, 7 – Широкодиапазонный датчик давления Pfeiffer PKR 251, 8 – Турбомолекулярный насос Pfeiffer TC600. А, В, С – соединительные вакуумные трубопроводы

Рис.1 Внешний вид диагностического стенда

Разработанная система электропитания комплекса обеспечивает возможности для проведения исследований ПИИ в режимах постоянного или импульсного тока, а также позволяет в режиме реального времени регистрировать катодный, анодный и вытягиваемый токи МЛУ [6]. Система измерений комплекса полностью автоматизирована, для создания управляющего контура с обратной связью по давлению в программе управления реализован виртуальный пропорционально-интегрально-дифференцирующий (ПИД) регулятор.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ В МЛЮ

Объем «мерного» баллона практически равен объему МЛЮ и отличия состоят лишь в соединительных элементах к вакуумной установке (А В С – на рис. 1), то найдя связь между давлением, измеряемым датчиком Varian (служит основным средством измерения), и давлением, измеряемым датчиком Pfeiffer (определяет давление в «мерном» объеме), можно в первом приближении оценить связь между давлением, измеряемым датчиком Varian, и реальным давлением внутри МЛЮ. Как известно [7], давление P в полости откачиваемого через штенгель любого электровакуумного прибора определяется как:

$$P = P_{\text{изм}} + \Delta p = P_{\text{изм}} + \frac{Q'}{U}, \quad (1)$$

где $P_{\text{изм}}$ – давление, измеряемое в вакуумной системе, Δp – перепад давления на откачном штенгеле изделия, Q' – поток газа, проходящий через откачной штенгель ($Q' = \Delta(pV)/\Delta t$), U – проводимость штенгеля.

На основании внутренних геометрических размеров всех соединительных трубопроводов (А В С – на рис. 1) рассчитаны их проводимости в предположении течения газа в молекулярном режиме. При среднем диаметре трубопровода 3 мм, для выполнения критерия Кнудсена в молекулярном режиме измеряемое давление должно быть не выше ~5 Торр. Поскольку характерных рабочих давлениях в МЛЮ (10^{-4} - 10^{-2} Торр) [8-10] критерий Кнудсена для молекулярного режима выполняется. Таким образом, при нахождении системы в квазистационарном режиме (нет существенного изменения давления за время измерений) можно воспользоваться методом «постоянного давления» для нахождения давления в МЛЮ (в «мерном» объеме) [7]. Связь давления в МЛЮ («мерном» объеме) с показаниями датчика Varian определяется оценочными выражениями [7]:

$$p_{\text{МЛЮ}} = p_{\text{varian}} \cdot (1 + U_B/U_C) = p_{\text{varian}} \cdot (1 + 0,075/0,05) = 2,5 \cdot p_{\text{varian}} \quad (2)$$

$$p_{\text{м.о.}} = p_{\text{varian}} \cdot (1 + U_B/U_C) = p_{\text{varian}} \cdot (1 + 0,075/0,075) = 2 \cdot p_{\text{varian}}, \quad (3)$$

где P_{varian} – давление, измеряемое датчиком давления, $P_{\text{МЛЮ}}$ – давление внутри МЛЮ, $P_{\text{м.о.}}$ – давление внутри «мерного» объема.

Для оценки давления в МЛЮ (в «мерном» объеме) при изменении давления воспользуемся методом «постоянного объема» [7]. Оценку величины потока из геттера произведена с помощью «метода накопления с дифференциальным анализом изменения давления» Из основного уравнения вакуумной техники для МЛЮ следует (в предположении, что за время проведения измерений, натекание и газовыделение в системе малы по сравнению с потоком из геттера) с учетом выражения (1):

$$p_{\text{МЛЮ}} = \frac{V_{\text{изм}}}{U_{\text{МЛЮ}}} \cdot \frac{dp_{\text{varian}}}{dt} + p_{\text{varian}} \quad (4)$$

$$p_{\text{м.о.}} = \frac{V_{\text{изм}}}{U_{\text{м.о.}}} \cdot \frac{dp_{\text{varian}}}{dt} + p_{\text{varian}}, \quad (5)$$

где $V_{\text{МЛЮ}}$ – объем МЛЮ, $P_{\text{МЛЮ}}$ – давление внутри МЛЮ, $p_{\text{м.о.}}$ – давление внутри «мерного» объема, $V_{\text{изм}}$ – характерный объем присоединенной вакуумной системы ($V_{\text{изм}} \approx 0,012$ л), p_{varian} – давление, измеряемое датчиком давления Varian, U_i – проводимость соответствующего трубопровода. Таким образом, по графику изменения давления (т.е. в каждый момент времени t определяется значение p_{varian} и dp_{varian}/dt) определяется давление в МЛЮ (или «мерном» объеме).

На рисунке 2 показаны зависимости, связывающие показания датчика Varian (служит основным средством измерения МЛУ) с показаниями датчика Pfeiffer (определяет давление в «мерном» объеме) при подаче и откачке рабочего газа с помощью геттера для нескольких напряжений на геттере. Показано, что величина напряжения на геттере (тока, текущего через геттер) определяет только скорость изменения давления и значение максимального достижимого давления. Из рисунка видно, что вне зависимости от напряжения на геттере связь показаний датчиков одинакова. Поэтому в первом приближении при «включенном» геттере в диапазоне давлений от 10^{-4} до 10^{-2} Торр можно оценить реальное давление внутри «мерного» объема в ≈ 2 раза выше показания датчика давления ($p_{m.o.} = p_{pfeiffer} \approx 2 \cdot p_{varian}$). Данное соотношение совпадает с формулой (3). Погрешность измерений можно оценить через формулу «переноса» ошибок, позволяющую вычислить погрешность косвенных измерений через погрешность прямых измерений $\Delta p_{МЛУ} / p_{МЛУ} = 42\% (= 30\% \cdot \sqrt{2})$ (погрешность двух датчиков по 30%).

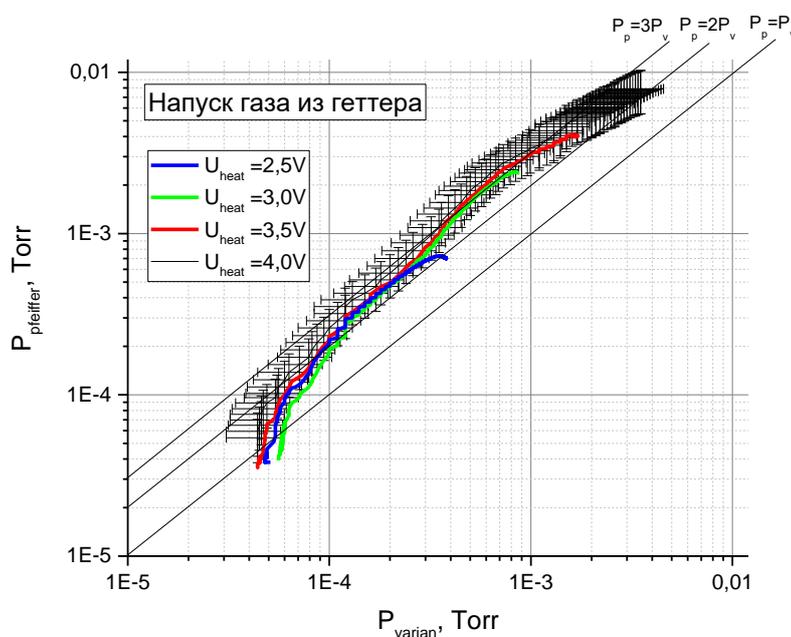


Рис. 2 Зависимости, связывающие показания датчика Varian (служит основным средством измерения давления в МЛУ) с показаниями датчика Pfeiffer (определяет давление в «мерном» объеме) при подаче рабочего газа с помощью геттера для нескольких значений напряжения на геттере

КАЛИБРОВКА ДАВЛЕНИЯ В МЛУ ПО ТОКУ РАЗРЯДА ПИИ

На рисунках 3 и 4 представлены характерные зависимости тока разряда I_d от давления в МЛУ (давление в МЛУ определялось пересчетом давления, измеряемого датчиком Varian) для различных напряжений разряда U_d от 1 до 3кВ и вытягивающем напряжении $U_{ex.} = 20$ кВ. Напряжение на геттере было постоянным и держалось на уровне $U_{heat} \approx 2,8$ В (при токе, проходящем через геттер $I_{heat} \approx 170$ мА). Как видно, общий характер кривых одинаков при этом видно, что I_d ($P_{МЛУ}$) не линейна. Зависимость на рисунке 3 можно условно разбить на 6 частей (соответствующих различным модам горения разряда и переходным областям [11, 12]):

- А – $P_{МЛУ} \sim 0,03 \cdot \text{мТорр}$ – область зажигания разряда, ток разряда $I_d \approx 10\text{-}30\text{мкА}$;
- В – $0,03 \cdot \text{мТорр} < P_{МЛУ} < 0,2 \text{ мТорр}$ – область линейного роста тока разряда при увеличении давления, видны флуктуации разрядного и вытягиваемого токов, ток разряда $I_d \approx 30\text{-}50\text{мкА}$;
- С – $0,15 \cdot \text{мТорр} < P_{МЛУ} < 0,7 \text{ мТорр}$ – область линейного роста тока разряда при увеличении давления, разряд при этом **стабилен**, ток разряда I_d увеличивается с 40 до 300мкА;
- D – $0,8 \text{ мТорр} < P_{МЛУ} < 2 \cdot \text{мТорр}$ – происходит понижение тока разряда I_d с $\sim 300\text{мкА}$ до $\sim 200\text{мкА}$ при увеличении;
- E – $2 \cdot \text{мТорр} < P_{МЛУ} < 6 \cdot \text{мТорр}$ – область линейного роста тока разряда при увеличении давления, ток разряда I_d с 200 до 400мкА;
- F – $6 \cdot \text{мТорр} < P_{МЛУ}$ – область экспоненциального роста тока разряда, при увеличении давления в ~ 2 раза (с 6 мТорр до 12 мТорр) тока разряда увеличивается в ~ 30 раз (с 0,4 до 12мА).

Следует обратить внимание, что при постоянных напряжениях на аноде в пределах 2,5-3,0 кВ кривая зависимости тока разряда от давления смещается в сторону уменьшения давления, при этом ток разряда находится в диапазоне 200-800мкА при давлениях ниже 1мТорр.

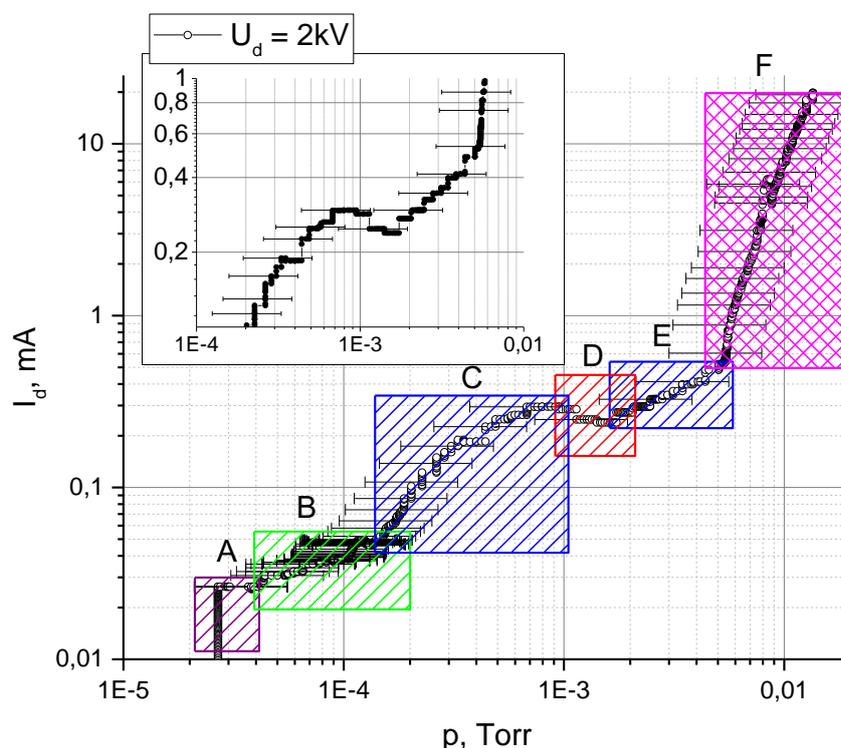


Рис. 3 Характерная зависимость тока разряда I_d от давления в ГНТ при фиксированном напряжении разряда $U_d = 2\text{кВ}$ и вытягивающем напряжении $U_{ex.} = 20\text{кВ}$ ($U_{heat} \approx 2,8\text{В}$)

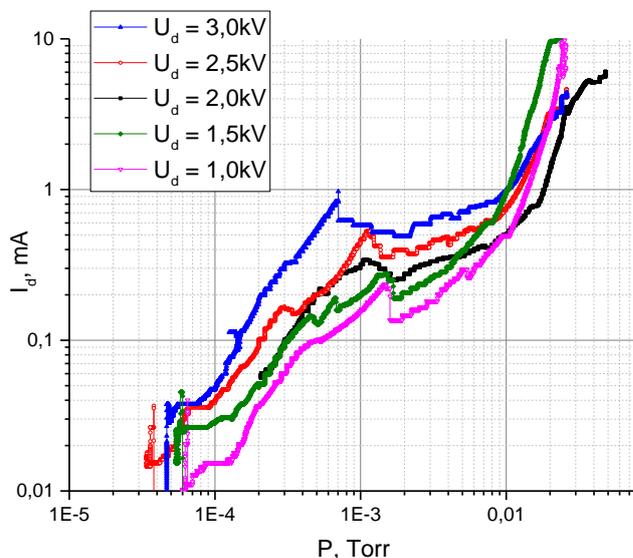


Рис. 4 Зависимости I_d ($P_{\text{МЛУ}}$) для различных напряжений разряда U_d от 1 до 3кВ при фиксированном вытягивающем напряжении $U_{\text{ex.}}=20\text{кВ}$ (напряжение на геттере 2,7В)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Собран высоковакуумный стенд, позволяющий проводить исследования различных неотпаянных макетов МЛУ;
2. Измерены зависимости разрядного и вытягиваемого тока от давления внутри МЛУ при различных напряжениях разряда, напряжения на геттере;
3. Получены вольт–амперные характеристики разряда МЛУ при работе в стационарном режиме питания, при контроле давления.
4. На основании полученных экспериментальных данных показано, что:
 - Относительная погрешность в определении давления составляет не более 45%;
 - Рабочие давления в отпаянной нейтронной трубке находятся в диапазоне $1 \cdot 10^{-3}$ - $6 \cdot 10^{-3}$ Торр;
 - Зависимость I_d ($P_{\text{МЛУ}}$) не линейна состоит из нескольких зон, соответствующих различным модам горения разряда и переходным областям.
 - При постоянных напряжениях на аноде в пределах 2,5-3,0 кВ кривая зависимости тока разряда от давления смещается в сторону уменьшения давления, при этом ток разряда находится в диапазоне 200-800мкА при давлениях ниже 1мТорр

ЛИТЕРАТУРА

1. V. Vladivoj, 14 MeV Neutrons. Physics and Applications, CRC Press Taylor & Francis Group, New York (2016)
2. Neutron Generators for Analytical Purposes In IAEA Radiation Technology Reports No. 1. Vienna: International Atomic Energy Agency, 2012. 145 pp. ISBN 978-92-0-125110-7,
3. Mamedov N.V., Gubarev A.V., et al, Plasma Sources Sci. Technol. (2020), <https://doi.org/10.1088/1361-6595/ab6758>

4. I.A. Kanshin // Proceeding of 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE). 978-1-7281-2685-2/20/\$31.00 2020. IEEE. doi: 10.1109/EFRE47760.2020.9241976. pp. 474-478,
5. S.V. Syromukov, Atomic Energy, Vol. 128, No. 1, 2020 doi: 10.1007/s10512-020-00647-x
6. Н.В. Мамедов и др. ЖТФ, 2019, том 89, вып. 9 стр.1367-1374 doi 10.21883/JTF.2019.09.48062.34-19
7. Пипко А.И., Плисковский В.Я., Пенчко Е.А. / Конструирование и расчет вакуумных систем/ Москва, Энергия, 1979, 504стр.
8. В.Г. Марков и др. / Успехи прикладной физики -2013 - том 1, № 1 - С. 23-29
9. W. Liu, et al, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 768 (2014) 120–123, doi: 10.1016/j.nima.2014.09.052
10. B.K. Das, et al, AIP Conf. Proc. 1349, 447-448 (2011); doi: 10.1063/1.3605926
11. Schuurman W. // Physica. 1967. Vol. 36. P. 136–160.
12. Н.В. Мамедов и др. ЖТФ, 2018, том 88, вып. 8 стр.1164-1171 doi 10.21883/JTF.2018.08.46304.2396

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Н.В. Мамедов – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. ДУХОВА» (ВНИИА), г. Москва

С.П. Масленников – доктор технических наук, главный специалист ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. ДУХОВА» (ВНИИА), г. Москва; МИФИ, г. Москва.

А.А. Солодовников – инженер ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. ДУХОВА» (ВНИИА), г. Москва; МФТИ, г. Москва.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ НА ВЫХОДНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОПОРЦИОНАЛЬНЫХ ГАЗОВЫХ КЛАПАНОВ

Д.М. Иванков, А.С. Ломакин, С.П. Бычков, А.А. Копылов

АННОТАЦИЯ

В данной статье представлен анализ результатов экспериментов по исследованию влияния температуры окружающей среды на основные технические характеристики пропорциональных газовых клапанов – выходной расход газа и ширину петли гистерезиса. Проведен сравнительный анализ результатов измерений выходного расхода газа при различных температурах окружающей среды для разрабатываемого российского клапана и наиболее востребованных моделей зарубежных клапанов – ASCO 202 и Norgren IMI FAS.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ГАЗОВЫЙ КЛАПАН, ХАРАКТЕРИСТИКИ, ТЕМПЕРАТУРА

STUDY OF THE EFFECTS OF AMBIENT TEMPERATURE ON THE OUT-PUT CHARACTERISTICS OF PROPORTIONAL GAS VALVES

D.M. Ivankov, A.S. Lomakin, S.P. Bychkov, A.A. Kopylov

ABSTRACT

This article describes the results of experiments to study the effects of the temperature of a proportional gas valve on its main technical characteristics - the output gas flow and the width of the hysteresis loop. A comparative analysis of the results of measurements of the output gas flow rate for the Russian valve being developed and the most popular models of foreign valves - ASCO 202 and Norgren IMI FAS was carried out.

KEYWORDS

GAS VALVES, CHARACTERISTICS, TEMPERATURE

ВВЕДЕНИЕ

Широкое применение пропорциональных газовых клапанов диктует необходимость проведения дополнительных испытаний при различных условиях работы.

Одним из важнейших внешних факторов, оказывающим влияние на работу такого клапана, является температура окружающей среды, при которой эксплуатируется клапан.

Целью данной работы является исследование влияния температуры клапана на его ключевые характеристики, а именно на выходной расход газа, ширину петли гистерезиса и линейность работы. Результаты исследований позволят скорректировать режимы испытаний на этапе производства.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальная установка, по определению расхода газа пропорционального клапана в зависимости от температуры окружающей среды, схема которой представлена на рисунке 1, представляет собой камеру тепла и холода, в которой установлен

пропорциональный газовый клапан. Камера тепла и холода позволяет устанавливать необходимую рабочую температуру среды. В камеру вводятся газовая магистраль, клеммы подключения клапана к питанию и шуп термопары. Входное давление регулируется с помощью фильтра-регулятора. Расход воздуха из клапана фиксируется расходомером, установленном на выходе из камеры тепла и холода. С помощью мультиметра, принимающего сигнал с термопары, определяется температура самого клапана.

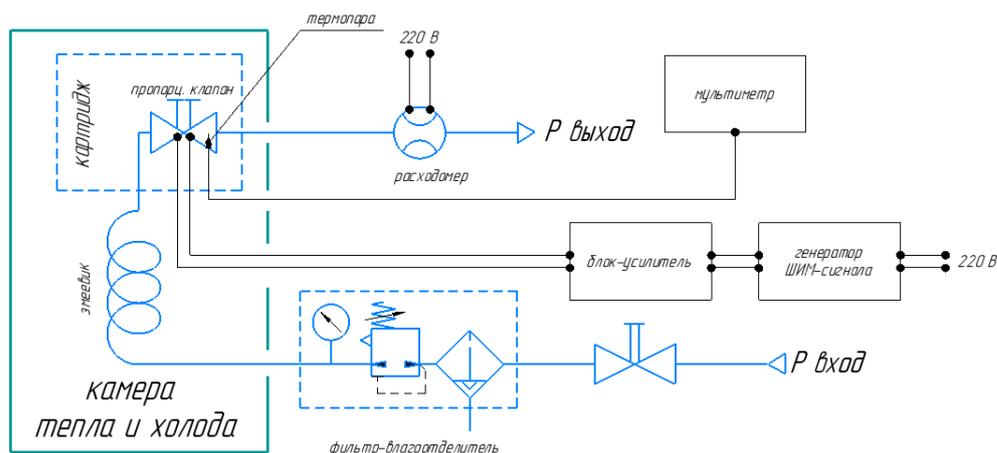


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

Эксперимент проводился в камере тепла и холода КТХ-20М (рисунок 2), позволяющей точно задавать температуру окружающей среды и рабочую температуру пропорционального клапана (рисунок 3).



Рис. 2. Внешний вид камеры тепла и холода КТХ-20М

В камере был установлен манифольд с подключенным к нему клапаном. Воздух в манифольд попадает через газовую трубку-змеевик, намотанную на подставку манифольда. Такое расположение трубки позволяет установить температуру воздуха, поступающего в клапан, близкой к температуре воздуха в камере. На выходе из клапана воздух через ламинатор потока поступает в расходомер CITREX H4 [1].

Эксперименты проводились для трех клапанов: Norgren IMI FAS [2], ASCO 202 [3] и клапана, разрабатываемого АО «Плутон». Для каждого клапана в диапазоне температур от 0 до 60°C с шагом в 5°C были получены графики зависимости расхода от установленной на генераторе Tektronix AFG3021C скважности управляющего ШИМ-сигнала [4]. Чтобы температура в камере и на клапане стабилизировалась, измерения начинались только через

25 минут после установки температуры на панели управления КТХ-20М. Сквозность изменялась от 0 до 99% с шагом в 5%. Для каждого графика также фиксировались температуры на клапане до и после проведения измерений.



Рис. 3. Положение клапана в камере тепла и холода

РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты измерений представлены на диаграммах (рис. 4-9).

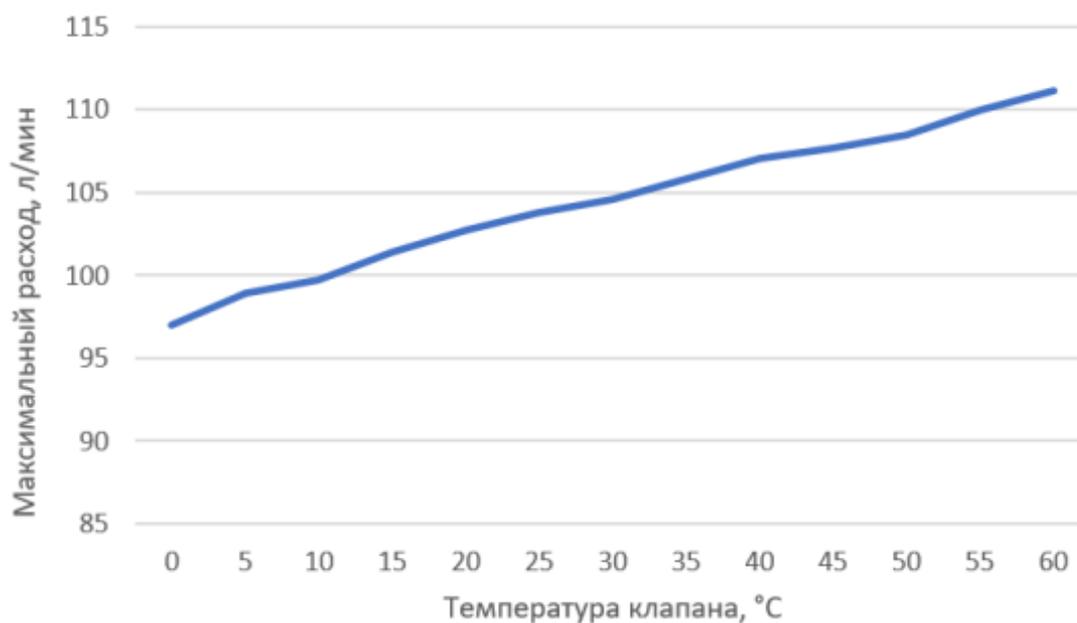


Рис. 4. Зависимость максимального потока от температуры для клапана Norgren IMI FAS



Рис. 5. Зависимость максимального потока от температуры для клапана ASCO 202



Рис. 6. Зависимость максимального потока от температуры для клапана АО «Плутон»

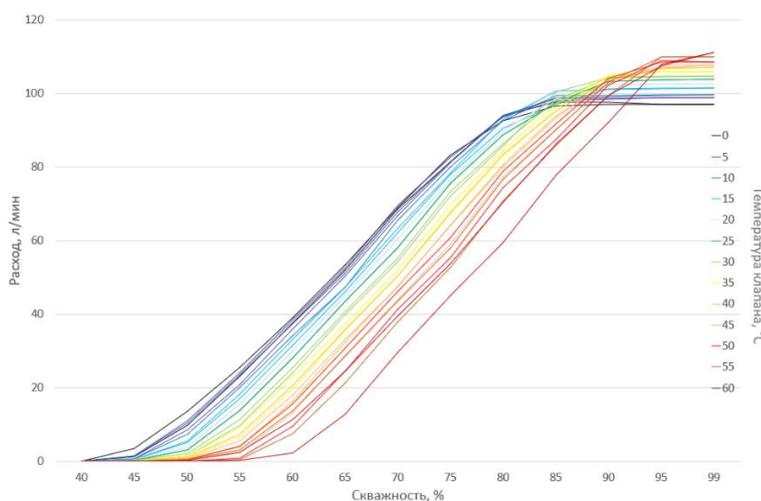


Рис. 7. График зависимости выходного расхода газа от скважности и температуры для Norgren IMI FAS

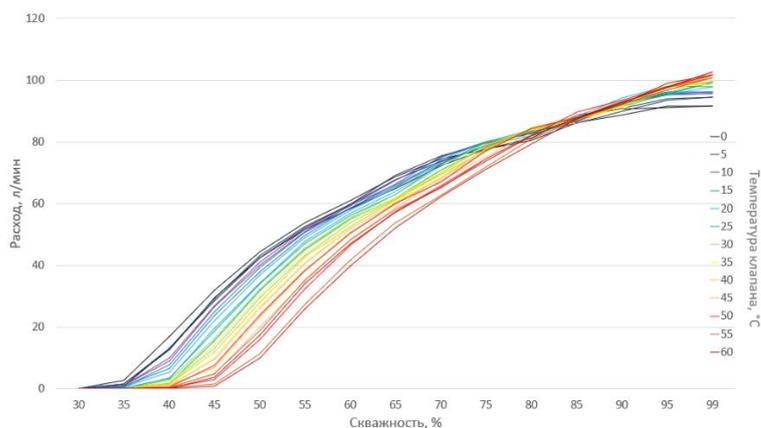


Рис. 8. График зависимости выходного расхода газа от скважности и температуры для клапана ASCO 202

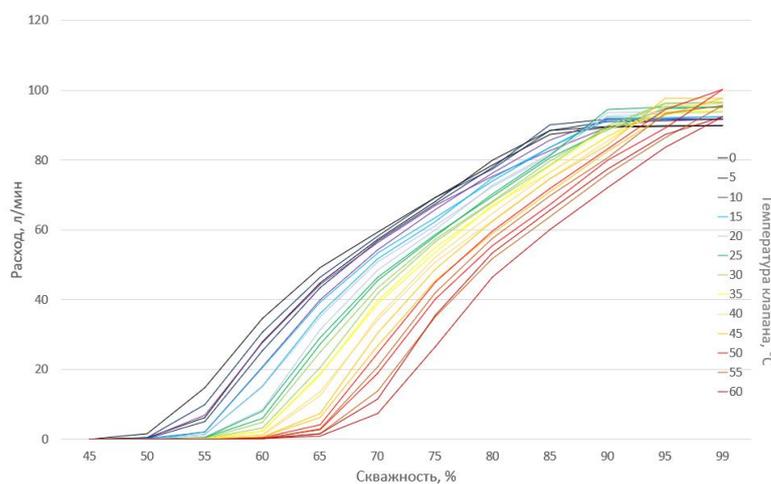


Рис. 8. График зависимости выходного расхода газа от скважности и температуры для клапана АО «Плутон»

ВЫВОДЫ

Проведенные в рамках данной работы исследования выявили увеличение выходного расхода газа с увеличением температуры окружающей среды. Однако при этом увеличение температуры окружающей среды отрицательно сказывается на стабильности работы пропорциональных газовых клапанов.

С увеличением температуры максимальный поток линейно рос только у клапана Norgren IMI FAS (рис. 3). Для клапанов ASCO и АО «Плутон» характерно скачкообразное повышение максимального потока (рис. 4 и 5).

С увеличением температуры окружающей среды значение скважности, при которой клапаны начинают работать линейно, смещается ближе к 99% (рис. 6-8). Это говорит о том, что при высоких температурах пропорциональные клапаны хуже открываются на низких значениях скважности.

Повышение температуры окружающей среды негативно сказывается на магнитных свойствах материалов деталей магнитозамкнутого контура [5], а также на сопротивлении обмотки катушки индуктивности, что приводит к снижению ее магнитодвижущей силы, открывающей клапан.

ЛИТЕРАТУРА

1. CITREX H4 IMT Analytics AG. - URL: https://www.imtanalytics.com/en/Analyser/CITREX_H4 (дата обращения: 27.04.2022).
2. IMI FAS - IMI Precision Engineering - Norgren. - URL: <https://www.norgren.com/ru/ru/imi-fas> (дата обращения: 18.12.2021).
3. ASCO | Серия 202-precі | Пропорциональные клапаны. - URL: <https://www.emerson.ru/ru-ru/catalog/asco-202-precі-ru-ru> (дата обращения: 18.12.2021).
4. Sun J. Pulse-width modulation // Dynamics and control of switched electronic systems. – Springer, 2012. – С. 25-61.
5. Дружинин В.В. Магнитные свойства электротехнической стали. – Госэнергоиздат, 1962

ПУСКО-НАЛАДОЧНЫЕ РАБОТЫ СИСТЕМЫ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ВАКУУМИРОВАНИЯ КОМПЛЕКСА ВАКУУМНОЙ УСТАНОВКИ

С.Б. Нестеров, Е.В. Жировов, А.М. Зверев, В.А. Кобзев, К.В. Сметанин

АННОТАЦИЯ

На техническом комплексе космодрома Восточный специалисты подрядной организации под руководством Центра эксплуатации объектов наземной космической инфраструктуры и его филиалов — Космический центр «Восточный» и НИИ стартовых комплексов им В.П. Бармина (входят в Госкорпорацию «Роскосмос») приступили к пуско-наладочным работам системы технологического вакуумирования комплекса вакуумной установки.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ВАКУУМНАЯ УСТАНОВКА, КОСМОДРОМ

COMMISSIONING OF THE TECHNOLOGICAL VACUUMING SYSTEM OF THE VACUUM INSTALLATION COMPLEX

S.B. Nesterov, E.V. Zhiron, A.M. Zverev, V.A. Kobzev, K.V. Smetanin

ABSTRACT

At the Vostochny Cosmodrome technical complex, specialists of a contracting organization under the leadership of the Center for the Operation of Ground—based Space Infrastructure Facilities and its branches - the Vostochny Space Center and the V.P. Barmin Research Institute of Launch Complexes (part of the Roscosmos State Corporation) the commissioning of the technological vacuuming system of the vacuum installation complex has begun.

KEYWORDS

VACUUM TOOL, SPACEPORT

Для создания необходимой среды внутри установки необходимо более 30 вакуумных насосов пяти типов. Первая партия таких насосов была поставлена на космодром в декабре 2021 года. Все они изготовлены на отечественных предприятиях в городах Казань и Омск.

В понедельник, 28 марта 2022 года, специалисты предприятий Роскосмоса приступили к настройке аппаратуры, отработке запорной арматуры (всех клапанов и заглушек технологической системы вакуумирования) и к пробным включениям вакуумных насосов.

Вакуумная установка длиной 14 метров и диаметром 9 метров — это агрегат, необходимый для проверки на герметичность отсеков пилотируемых транспортных кораблей и других космических аппаратов. Внутри неё имитируется давление, с нагрузкой на все элементы конструкции корабля, аналогичное тому, которое создается в орбитальном полете. Это позволяет оценить механическое взаимодействие элементов до старта и посмотреть, как ведет себя конструкция в космическом вакууме».

Источник: www.roscosmos.ru

Основные технические характеристики корпуса вакуумной установки:

- рабочее давление в герметизируемом объеме, не более $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па ($1,0 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.);

- норма герметичности не более $6,7 \cdot 10^{-3}$ Па·м³/с (50,25 мкм рт. ст. л/с).

Для проведения испытаний корпуса камеры в соответствии с методиками проведения испытаний на герметичность, специалистами АО «ЦЭНКИ» и АО «ВАКУУММАШ» разработана Технологическая система вакуумирования (ТСВ).

В состав ТСВ входит:

- вакуумное откачное оборудование;
- электрооборудование ТСВ;
- пневмооборудование ТСВ;
- система обратного водоснабжения ТСВ.

На полностью собранной на месте эксплуатации ТСВ специалистами АО «Криоген-монтаж», АО «Вакууммаш», АО "НТК "КРИОГЕННАЯ ТЕХНИКА" и АО «ЦЭНКИ» выполнена отладка в объеме требований технических условий.

Таблица 1
 Состав вакуумного откачного оборудования
 производства АО «Вакууммаш»

Наименование	Параметры
Насос вакуумный винтовой НВВ-630 (2 шт.)	
Быстрота действия при рабочем давлении 500 Па (4 мм рт. ст.), м ³ /ч	630
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	5 ($3,8 \cdot 10^{-2}$)
Наибольшее рабочее давление, кПа (мм рт. ст.)	107 (800)
Масса, кг (не более)	800
Мощность электродвигателя, не более кВт	15
Охлаждение	водяное
Насос вакуумный двухроторный НВД-2100 (2 шт.)	
Быстрота действия при рабочем давлении 30 Па, ($2 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст.), м ³ /ч	2100
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	$6,7 \cdot 10^{-1}$ ($5 \cdot 10^{-3}$)
Наибольшее рабочее давление, кПа (мм рт. ст.)	10 мм
Масса, кг (не более)	480
Мощность электродвигателя, не более кВт	15
Охлаждение	водяное
Агрегат вакуумный двухроторный АД-50/10 (2 шт.)	
Быстрота действия при рабочем давлении 30 Па, ($2 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст.), м ³ /ч	200
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	$6,7 \cdot 10^{-1}$ ($5 \cdot 10^{-3}$)
Наибольшее рабочее давление, кПа (мм рт. ст.)	107 (800)
Масса, кг (не более)	80
Мощность электродвигателя, не более кВт	5
Охлаждение	воздушное
Насос вакуумный турбомолекулярный НВТ-400 (2 шт.)	

Целью отладки на месте эксплуатации являлись проверка совместного функционирования и работоспособности составных частей ТСВ, проверка взаимодействия его механизмов, устранение выявленных конструктивных и производственных недостатков.

Состав вакуумного откачного оборудования (разработчик и изготовитель АО «Вакумаш», г. Казань, генеральный директор Капустин Евгений Николаевич) приведен в таблице 1.

Продолжение таблицы 1

Быстрота действия при рабочем давлении 1×10^{-2} Па, ($7,5 \times 10^{-5}$ мм рт.ст.), л/с	3200
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	$6,0 \times 10^{-6}$ ($4,5 \times 10^{-8}$)
Наибольшее рабочее давление, кПа (мм рт. ст.)	1,3 (1×10^{-2})
Масса, кг (не более)	180
Мощность электродвигателя, не более кВт	1,9
Охлаждение	водяное

Состав вакуумного откачного оборудования (разработчик и изготовитель АО «НТК «Криогенная техника», г. Омск, генеральный директор Громов Анатолий Владимирович) приведен в таблице 2.

Таблица 2

Состав вакуумного откачного оборудования
производства АО «НТК «Криогенная техника»

Наименование	Параметры
Насос вакуумный криогенный НВК Ду 630-К (1 шт.)	
Быстрота действия по аргону (азоту) в диапазоне давлений от 5×10^{-2} до от $1,33 \times 10^{-2}$ Па, м ³ /с, не менее	12
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	$1,3 \times 10^{-3}$ ($1,0 \times 10^{-5}$)
Наибольшее давление запуска, Па (мм рт. ст.)	5 ($3,8 \times 10^{-2}$)
Масса, кг (не более)	285
Мощность, потребляемая от сети переменного трехфазного тока	16,5
Охлаждение	водяное
Время выхода на режим, мин	90
Насос вакуумный криогенный НВК Ду 900-30 (1 шт.)	
Быстрота действия по аргону (азоту) в диапазоне давлений от $1,33 \times 10^{-3}$ до от $5,0 \times 10^{-2}$ Па, м ³ /с, не менее	30
Предельное остаточное давление, Па (мм рт. ст.)	$1,3 \times 10^{-4}$ ($1,0 \times 10^{-6}$)
Наибольшее давление запуска, Па (мм рт. ст.)	5 ($3,8 \times 10^{-2}$)
Масса, кг (не более)	360
Мощность, потребляемая от сети переменного трехфазного тока	16,5
Охлаждение	водяное
Время выхода на режим, мин	260

Последовательность запуска откачного оборудования при вакуумировании корпуса вакуумной установки приведена в таблице 3.

График вакуумирования корпуса вакуумной установки представлен на рисунке 1. За 12 часов корпус вакуумной установки откакумирован до остаточного давления $2,5 \times 10^{-4}$ Па ($1,9 \times 10^{-6}$ мм рт. ст.).

Проведен контроль нормы герметичности корпуса вакуумной установки манометрическим методом. Через определенные промежутки времени сняты показания вакуумметра (вакуумметр комбинированный МЕРАДАТ-ВИТ, преобразователь манометрический

ионизационный ПМИ-2) и построен график зависимости суммарного потока газовой выделенности от внутренних поверхностей изделия и потока натекания через течи от времени (рисунок 2).

Таблица 3
Последовательность запуска откачного оборудования

Тип насоса	Количество	Давление запуска, Па (мм рт. ст.)	Время от начала вакуумирования корпуса
НВВ-630	2	100 000 (760)	0
НВД-2100	2	4400 (33)	3
НВК Ду 630-К	1	1×10^{-1} ($7,5 \times 10^{-4}$)	7
НВК Ду 900-30	1	1×10^{-1} ($7,5 \times 10^{-4}$)	7
НВТ-400 (ф/в АД-50/10)	2	$5,0 \times 10^{-4}$ ($7,5 \times 10^{-5}$)	8,5

Суммарный поток газовой выделенности рассчитывается по формуле:

$$Q = \frac{\Delta P}{\Delta t} \times V,$$

где V – расчетный объем корпуса, м^3 ; ΔP – изменение давления за время наблюдения, Па; Δt – время наблюдения, с.

Суммарный поток газовой выделенности от внутренних поверхностей изделия и поток натекания через течи в корпус камеры, измеренный манометрическим методом, составляет $6,2 \times 10^{-4} \text{ м}^3 \text{ Па /с}$, при норме герметичности $6,7 \times 10^{-3} \text{ м}^3 \text{ Па /с}$ и менее.

На примере реализации вышеизложенной работы подтверждается эффективность применения вакуумного оборудования отечественного производства для выполнения ответственных и сложных проектов.

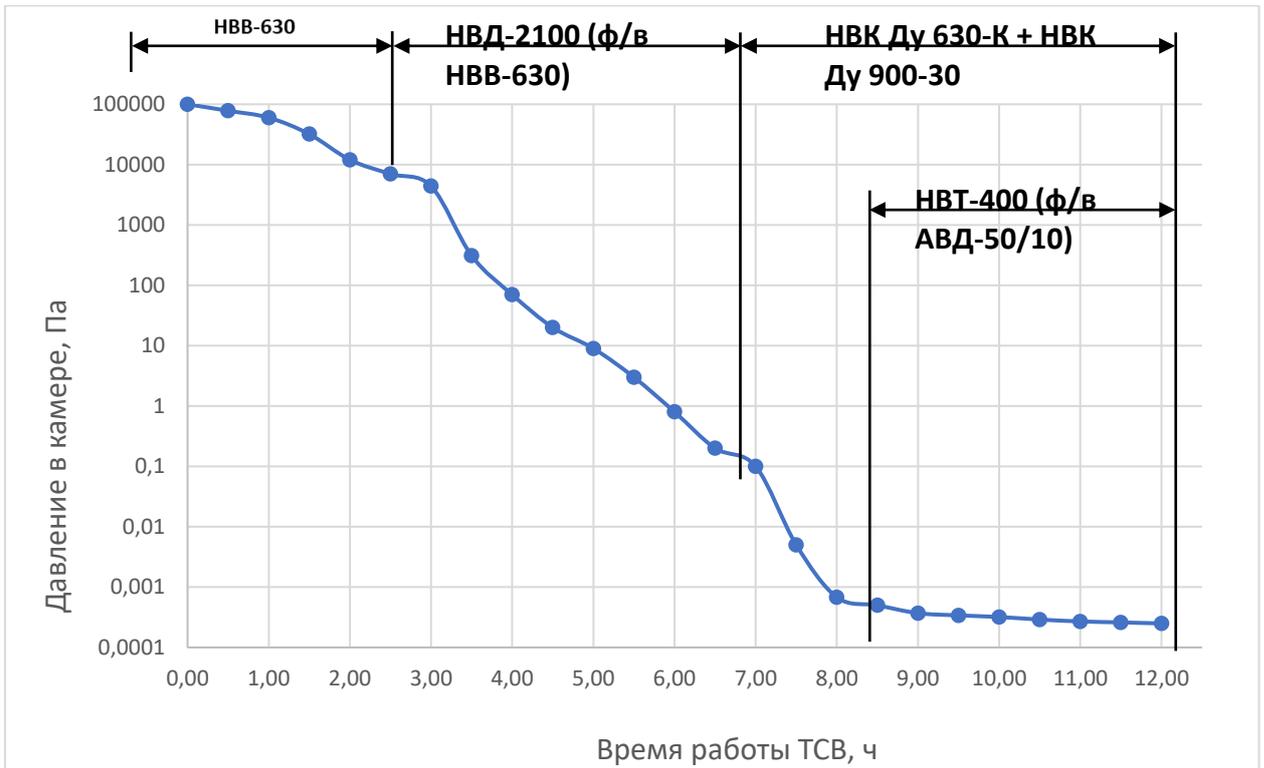


Рис. 1. График вакуумирования корпуса вакуумной установки объемом 850 м³

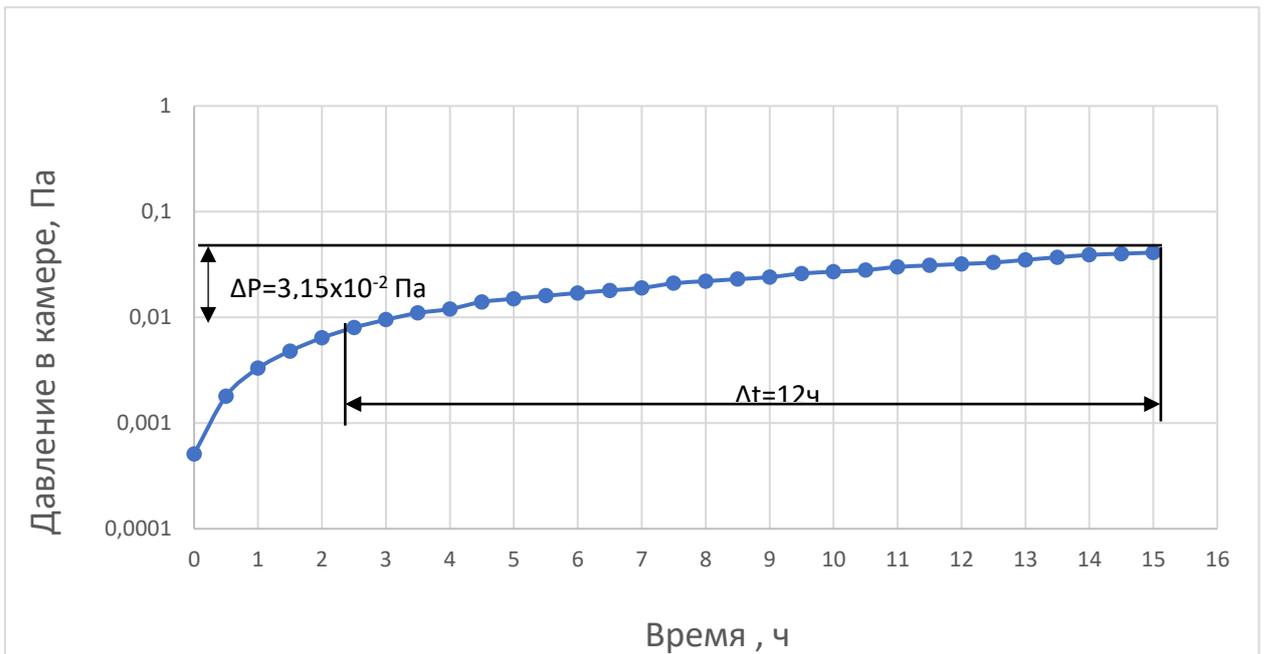


Рис. 2. График зависимости суммарного потока газовой выделений от внутренних поверхностей изделия и потока натекания через течи от времени



Рис. 3. Внешний вид вакуумной камеры длиной 14 метров и диаметром 9 метров



Рис. 4. Внешний вид насоса вакуумного двухроторного НВД-200 (слева) и насоса вакуумного спирального НВСп-35 (производство АО «Вакууммаш», г. Казань)

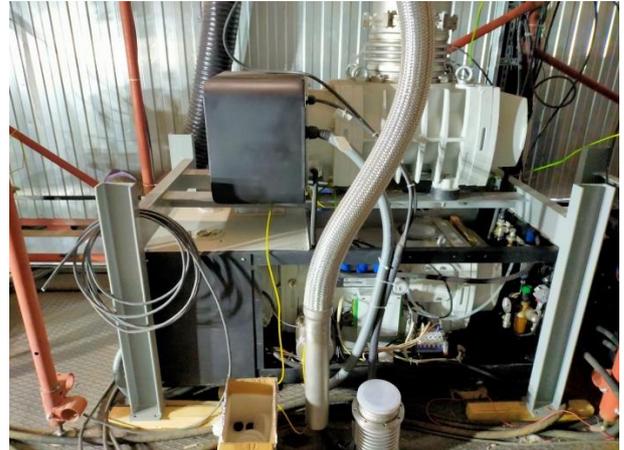


Рис. 5. Внешний вид насоса вакуумного винтового НВВ-630 (слева) и насос вакуумного двухроторного НВД-2100 (производство АО «Вакууммаш», г. Казань)



Рис. 6. Внешний вид насоса вакуумного турбомолекулярного НВТ-400 (производство АО «Вакууммаш», г. Казань)



Рис. 7. Внешний вид насосов вакуумных криогенных НВК-900 и НВК-630
(производство АО «НТК Криогенная техника», г. Омск)

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЕ И КАЛИБРОВКА ХАРАКТЕРИСТИК НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕПЛООБМЕННИКА-ТЕПЛОМЕРА С ЦЕЛЬЮ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕПЛОВОГО ИНТЕРФЕЙСА В ТЕПЛО ВАКУУМНЫХ ИСПЫТАНИЯХ

А.Ю. Кочетков, Е.Ю. Котляров, А.Ф. Шабарчин, Е.В. Шеметова

АННОТАЦИЯ

Исследуются характеристики изготовленного опытного образца теплообменника-тепломера, концепция и конструкция которого были предложены авторами на предшествующем этапе работы, который освещался ранее и посвящен расчетно-экспериментальным оценкам характеристик имитатора теплового интерфейса, с помощью которого предполагается «воспроизводить» соединение тепловыделяющего оборудования и теплоотводящего тракта космического аппарата (КА) в тепловакуумных испытаниях при температуре около минус 100°С. Фактически, изготовленный теплообменник-тепломер должен обеспечивать поддержание заданной в технических требованиях температуры контактной поверхности теплового интерфейса и, одновременно, осуществлять контрольное измерение регламентированной величины теплового потока от полезной нагрузки к интерфейсу. При разработке теплообменника-тепломера и определении методики его применения первоочередной была сформулирована задача достижения стабилизации требуемой температуры имитатора интерфейса в процессе испытаний. Не менее важной, но сопутствующей была обозначена задача обеспечить возможность количественной оценки стационарного теплового потока, проходящего через интерфейс. Последнее достигается в результате совмещения мощностей полезной нагрузки (тепловыделяющего оборудования) и электронагревателя тепломера, с одновременным подбором мощности второго, целенаправленно, до достижения требуемой температуры на контактной поверхности интерфейса. Так двойное требование к интерфейсу (к потоку и к температуре) обеспечиваются одновременно. При адаптации теплообменника-тепломера к выполнению конкретных режимов испытаний, в его конструкции изменяют количество болтов, соединяющих теплообменник с контактной пластиной интерфейса. Это позволяет заданным образом подстраивать термическое сопротивление тепломера. Авторы представляют результаты, выполненных на этапе калибровки тепломера экспериментальных работ, которые подтверждают успешное решение поставленных задач.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

КОСМИЧЕСКИЙ АППАРАТ, ТЕПЛО ВАКУУМНЫЕ ИСПЫТАНИЯ, ТЕПЛОВЫЕ НАГРУЗКИ, ТЕПЛООБМЕННИК-ТЕПЛОМЕР

EXPERIMENTAL INVESTIGATION AND CALIBRATION OF THE CHARACTERISTICS OF THE LOW-TEMPERATURE HEAT METER IN ORDER TO CONTROL THE PARAMETERS OF THE THERMAL INTERFACE IN HEAT AND VACUUM TESTS

A.Y. Kochetkov, E.Y. Kotlyarov, A.F. Shabarchin, E.V. Shemetova

ABSTRACT

The characteristics of the manufactured prototype heat exchanger-heat meter. The concept and design of which were proposed by the authors at the previous stage of the work. Which was covered earlier and is

devoted to computational and experimental assessments of the characteristics of the thermal interface simulator. With the help of which it is supposed to “reproduce” the connection of the fuel equipment and the heat removal path of the spacecraft (SC) in heat and vacuum tests at a temperature of about minus 100 ° C. In fact, the heat exchanger manufactured must maintain the temperature of the contact surface of the thermal interface specified in the technical requirements and, at the same time. Carry out a control measurement of the regulated value of the heat flow from the payload to the interface. When developing the heat exchanger-heat meter and determining the procedure for its use, the primary task was formulated to achieve stabilization of the required temperature of the interface simulator during the tests. No less important, but concomitant, was the task of providing the ability to quantify the stationary heat flux passing through the interface. The letter is achieved as a result of combining the power of the payload (fuel equipment) and the electric heater of the heat meter, with simultaneous selection of the power of the second, purposefully, until the required temperature is reached on the contact surface of the interface. Thus, a double requirement for the interface 9 to flow and to temperature is provided simultaneously. When the heat exchanger-heat meter to specific test modes, to the interface contact plate is changed in its design. The allows the thermal resistance of the heat to be adjusted in a predetermined manner. The authors present the results of the experimental works performed at the stage of calibration of the heat meter, which confirm the successful solution of the set tasks.

KEYWORDS

SPACECRAFT, THERMAL VACUUM TESTS, THERMAL LOADS, HEAT EXCHANGED-HEAT METER

ВВЕДЕНИЕ, ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ И ОПИСАНИЕ ОБЪЕКТА ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе [1] обсуждались некоторые особенности и сложности проведения тепловакуумных испытаний (ТВИ) маломощного низкотемпературного оборудования (МНО) космического назначения, в частности, было отмечено, что существуют технические сложности, которые препятствуют выполнению качественных стационарных тепловых режимов, обеспечивающих адекватные оценки тепловых параметров МНО. Для повышения эффективности и достоверности таких ТВИ авторы [1] предложили концепцию теплообменника-тепломера (Т/О-Т/М), а также специальную методику его применения и с помощью расчетно-экспериментального исследования обосновали эффективность предложенных мер.

Перед представлением очередной части работ, связанной с автономными испытаниями теплообменника-тепломера (в целях его подготовки к дальнейшему применению, в качестве имитатора теплового интерфейса в ТВИ), необходимо напомнить, что в процессе работ по созданию систем терморегулирования КА применяют, так называемые «пофрагментные тепловакуумные испытания» [2]. Такой подход необходим для эффективного проектирования систем обеспечения теплового режима (СОТР) КА, а также для диагностики теплотехнических характеристик СОТР. При этом, в практике создания СОТР широко применяется понятие «тепловой интерфейс» с целью формального описания тепловых граничных условий в зоне стыка (взаимодействия) составных частей или subsystem космического аппарата КА при их тепловом проектировании [3, 4].

В нашем случае, интерфейс (механический и тепловой) со стороны МНО представляет собой плоскую контактную поверхность, имеющую габариты 140x85 мм, к которой с помощью тепловых труб [5] от сборки МНО (фактически, это - полезная нагрузка) поступает тепловой поток не более 15 Вт. В разных конфигурациях штатного применения

рассматриваемой полезной нагрузки (ПН) тепловой поток может принимать, также, меньшие значения, например, 5 Вт. Причем, во всех случаях регламентируемый тепловой поток «привязывается» к температуре контактной поверхности интерфейса, которая составляет минус 110°С.

Рисунок 1 демонстрирует объект исследований - теплообменник-тепломер. Он же является имитатором теплового интерфейса. Из представленного изображения следует, что контактная пластина с установленным на нее нагревателем с помощью нескольких болтов крепится к теплообменнику. Основной температурный напор между контактной пластиной и теплообменником создается с помощью болтов, количество которых подбирают таким, чтобы можно было однозначно связать заданную температуру контактной пластины с «востребованным» (ожидаемым от ПН) значением теплового потока. В нашем случае поток для удержания температуры пластины при -110°С должен отвечать условию $Q \geq 15 \text{ Вт}$ (либо, для нескольких частных вариантов применения ПН, допустимо условие

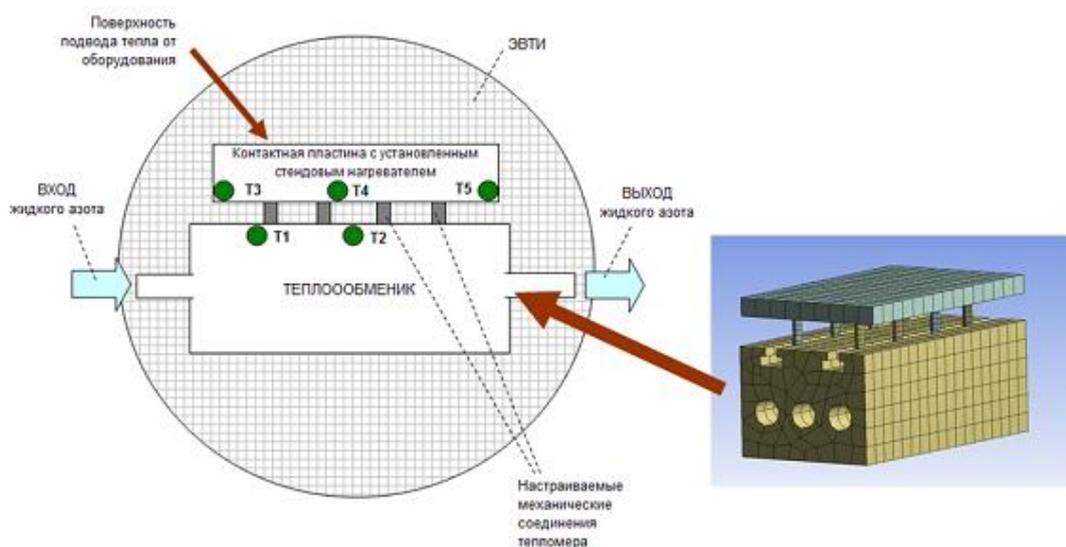


Рис. 1. Схема объект испытаний: теплообменника-тепломера

Стабилизация температуры самого теплообменника достигается за счет стабилизации температуры охлаждающего теплоносителя и установки высоких значений его расхода. Т.е. теоретически, при проведении ТВИ ПН, теплообменник-тепломер должен обеспечивать граничные условия 1-го рода как для контактной пластины, так и для теплообменника. Для проведения автономных испытаний Т/О-Т/М закрывается экранно-вакуумной теплоизоляцией (ЭВТИ), чтобы исключить влияние стендовых теплопритоков. Задача автономных ТВИ Т/О-Т/М - снять характеристики тепломера, а также откорректировать их при необходимости, меняя количество болтов (механических соединений тепломера, см. Рис.1). На контактной пластине установлены три температурных датчика T3, T4 и T5, на корпусе теплообменника со стороны, обращенной к пластине установлены два датчика: T1 и T2.

УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ, РЕЖИМЫ ИСПЫТАНИЙ И РЕЗУЛЬТАТЫ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Исследование влияния рабочего уровня температуры теплообменника и градиентов температуры сборки Т/О-Т/М на контактные термические сопротивления (которые

доминируют преимущественно, в резьбовых соединениях между пластиной и теплообменником), проводилось на двух уровнях температуры: «низком» (при охлаждении жидким азотом) и «нормальном» (при охлаждении сжатым воздухом). Во втором случае воздух имеющий температуру около 17°C подавался на вход теплообменника под давлением 1.2 кгс/см². Для проведения низкотемпературных испытаний подача жидкого азота обеспечивалась созданием давления на входе в теплообменник величиной 0.8 кгс/см², чего оказалось достаточно для поддержания двухфазного стабилизированного теплообмена внутри теплообменника. Таким образом, при выполнении различных режимов испытаний Т/О-Т/М обеспечивалась стабилизация температуры конструкции теплообменника на двух уровнях: $\approx +17^\circ\text{C}$ и $\approx -180^\circ\text{C}$. В процессе выполнения ТВИ Т/О-Т/М давление в вакуумной камере поддерживалось на уровне не превышающем 1×10^{-4} мм рт.ст.

С помощью электронагревателя установленного на контактной пластине к объекту испытаний (сборке Т/О-Т/М) поочередно подводились нагрузки 10 Вт, 15 Вт и 20 Вт, при этом, за счет выдерживания неизменными всех параметров влияющих на режим испытаний, обеспечивалась необходимая стабилизация температуры. При охлаждении воздухом режимы выдерживались около 2 час, при охлаждении азотом – около 3 час.

Ход эксперимента и результаты температурных измерений иллюстрируют рисунки 2 и 3. Рисунок 2 демонстрирует температуры Т1-Т5, полученные при охлаждении внутренних каналов теплообменника воздухом. Рисунок 3 – при их охлаждении жидким азотом. В целом, к достигнутому качеству температурной стабилизации на контактной пластине Т/О-Т/М критических замечаний не выявлено.

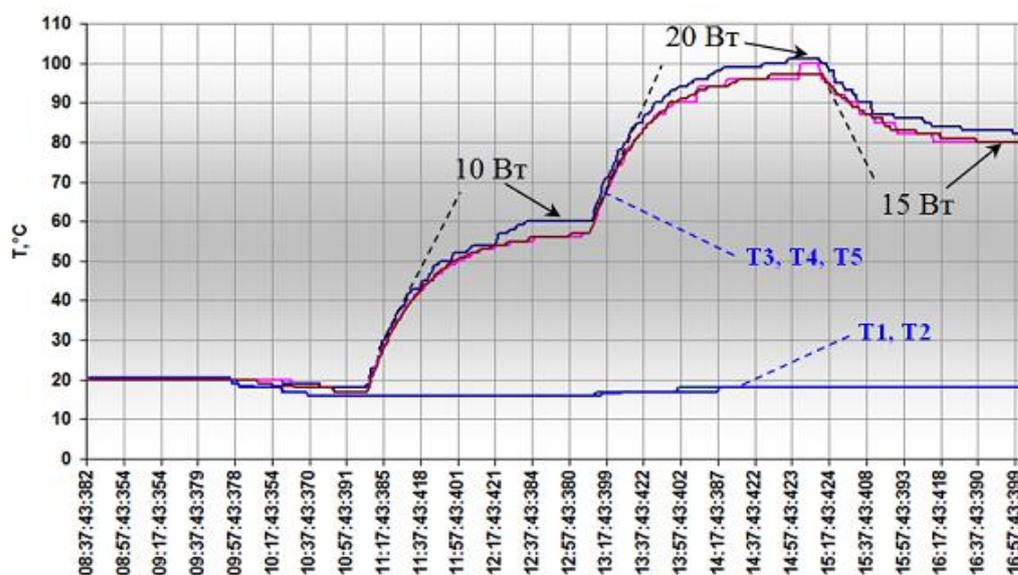


Рис. 2. Циклограммы температуры, полученные в ТВИ теплообменника-тепломера при охлаждении устройства сжатым воздухом.

Регистрируемые температурными датчиками градиенты температуры в пределах пластины и в пределах корпуса теплообменника при общем рассмотрении можно классифицировать как малозначимые в сравнении с перепадом температуры по тепломеру.

В результате проведения низкотемпературного эксперимента (см. Рис.3) было выявлено, что тепловой поток к контактной пластине при температуре на ней минус 110°C будет

слишком низким. Для исправления этого, концепция применения Т/О-Т/М предусматривает целенаправленное увеличение термического сопротивления тепломера. Было решено увеличить количество болтовых соединений (пластины с теплообменником), доведя его до 13 шт. от изначально установленных 9 шт. Достигнутые результаты демонстрируют рисунки 4 и 5.

Ожидается, что температура пластины стала ниже (при тех же тепловых нагрузках 10/15/20 Вт) как при охлаждении азотом, так и при охлаждении воздухом. Теперь, в низкотемпературных испытаниях, температуре минус 110°C соответствует тепловой поток около 12 Вт. Его можно получить из линейной аппроксимации по зафиксированным в испытаниях парам значений: -119°C/10Вт и -95°C/15Вт, см рис.5.

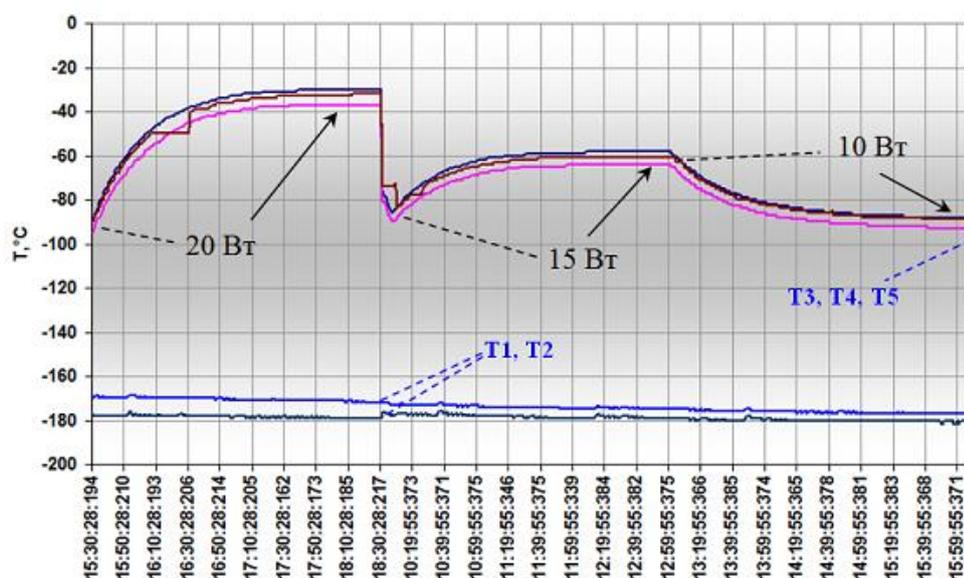


Рис. 3. Циклограммы температуры, полученные в ТВИ теплообменника-тепломера при охлаждении устройства жидким азотом

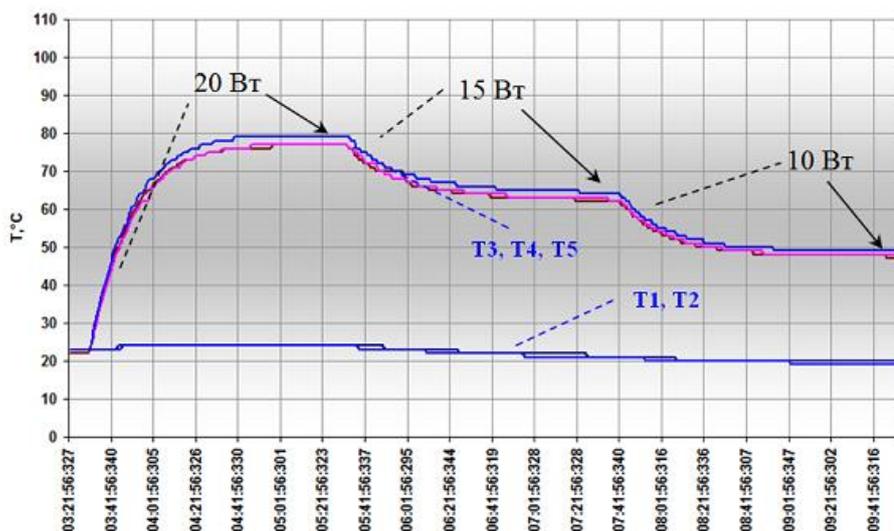


Рис. 4. Циклограммы температуры, полученные при охлаждении воздухом после корректировки термического сопротивления тепломера

В дальнейшем, при проведении ТВИ ПН, т.е. после подсоединения ПН к контактной пластине имитатора интерфейса (Т/О-Т/М), тепловой поток от ПН можно будет определить как

$$Q_{\text{ПН}} = 12 - W_{\text{Н}},$$

где $W_{\text{Н}}$ – мощность электронагревателя контактной пластины имитатора интерфейса, Вт, подобранная при ТВИ ПН (! не ТВИ Т/О-Т/М) для достижения температуры пластины минус 110°C. Такой метод измерений («метод одной точки») не требует детального исследования термического сопротивления тепломера в широком диапазоне температур и потоков. Однако, требуется чтобы в одной точке («зачетной») характеристика Т/О-Т/М стабильно удерживалась и воспроизводилась, а действия и процедуры мешающие этому не допускались, как минимум между этапами калибровки тепломера и проведением ТВИ ПН. Теоретически, на этапе калибровки тепломера величина «12 Вт» может быть определена точно, а не с помощью аппроксимации, но практический опыт показывает, что увеличение количества режимов в исследуемом интервале может отразиться на «качестве» выполнения отдельных стационарных режимов и, в этом случае, дополнительные точки на графике не будут гарантировать повышения достоверности результатов.

Всего при калибровке тепломера было выполнено 12 режимов испытаний, отраженных в таблице 1.

Таблица 1
 Перечень режимов испытаний Т/О-Т/М

Режим	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Q _н , Вт	110	115	220	110	115	220	110	115	220	110	115	220
T _{т/о} ≥ °C	+17	+17	+17	-180	-180	-180	+17	+17	+17	-180	-180	-180
Nbolts	9	9	9	9	9	9	13	13	13	13	13	13

Здесь, каждый режим однозначно идентифицируется «тройкой» параметров: мощность, температура, количество болтов.

АНАЛИЗ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕПЛООБМЕННИКА-ТЕПЛОМЕРА И РЕКОМЕНДАЦИИ К ИХ ПРИМЕНЕНИЮ

Для анализа характеристик тепломера, полученных в автономных ТВИ Т/О-Т/М рассмотрим следующие зависимости (применительно к установившимся режимам):

- $Q=f(\Delta T)$ - поток через тепломер, как функция температурного перепада по тепломеру;
- $Q=f(R)$ - поток через тепломер, как функция термического сопротивления тепломера;
- $Q=f(T_{пл})$ - поток через тепломер, как функция температуры пластины;
- $R=f(\Delta T)$ - термическое сопротивление тепломера, как функция температурного перепада по тепломеру;
- $R=f(Q_{н})$ - термическое сопротивление тепломера, как функция мощности электронагревателя;
- $R=f(T_{пл})$ - термическое сопротивление тепломера, как функция температуры пластины.

Здесь, R выражает отношение перепада температуры по тепломеру к мощности электронагревателя ($\Delta T/Q$). ΔT - средняя температура пластины минус средняя температура теплообменника.

Сформулированные зависимости изображены графически на рисунках 6 и 7 как а), б), в), г), д), е), соответственно. Маркер на любом из графиков отражает один из стабилизированных режимов испытаний, перечисленных в Таблице 1.

Из полученных результатов следует, что термическое сопротивление тепломера способно возрасти почти в 2 раза при переходе из температурной зоны функционирования Т/О-Т/М [+17..+100°C] в зону [-180..-30°C]. В зоне только низкотемпературных испытаний, т.е. когда температура теплообменника стабилизируется с помощью кипящего азота, термическое сопротивление тепломера R также заметно зависит от температуры пластины. Однако, в узком диапазоне, т.е. при небольших отклонениях температуры пластины от регламентированного значения температуры интерфейса, данные зависимости (учитывая их монотонность) можно учитывать с помощью аппроксимаций. Например, с помощью полиномов «линий тренда» показанных на графиках Рис. 6 и 7.

С учетом сказанного, поток $Q_{пн}$, который необходимо определять при ТВИ ПН, можно оценивать, применяя зависимость $R = f(T_{пл})$ как

$$Q_{пн} = \frac{\Delta T}{R(T_{пл})} - W_{н} = \frac{T_{пл} - T_{то}}{A(T_{пл})^2 + B(T_{пл}) + C} - W_{н}$$

где $T_{пл}$ - температура пластины (в испытаниях ПН), $T_{то}$ - температура теплообменника, $\Delta T=(T_{пл}$ минус $T_{то})$, $W_{н}$ – мощность электронагревателя контактной пластины, «добавленная» (к потоку от ПН) для достижения температуры пластины \approx минус 110°C. $R(T_{пл})$ – интерполяционный полином (построенный по экспериментальным точкам автономных испытаний Т/О-Т/М). A, B, C - постоянные коэффициенты.

Если пренебречь тем, что отклонение температуры корпуса теплообменника (при переходе от испытаний Т/О-Т/М к испытаниям ПН) может несколько исказить ΔT тепломера, тогда можно аппроксимировать не R , а непосредственно $Q=f(T_{пл})$ (тепломера):

$$Q_{ПН} = Q(T_{пл}) - W_H = D(T_{пл})^2 + E(T_{пл}) + F - W_H.$$

Здесь D, E, F – постоянные коэффициенты, $T_{пл} \approx -110^\circ\text{C}$.

Подбирая R (т.е. меняя количество болтов) так, чтобы компенсирующая мощность электронагревателя W_H стремилась к 0 Вт (отрицательные значения не допускаются) можно добиваться повышения точности определения $Q_{ПН}$. Однако, неидеальное поддержание температуры пластины $T_{пл}$, например, в силу наличия градиентов по самой пластине, также влияет на (методическую) точность. Так отклонение $T_{пл}$ на 5К даст, для тепломера, откалиброванного на 15 Вт, отклонение потока $Q_{ПН} \approx 1$ Вт. Поэтому, если режим ТВИ ПН был выполнен, например, при $T_{пл} = \text{минус } 115^\circ\text{C}$, (а не -110°C) тогда можно рассмотреть два пути уточнения $Q_{ПН}$.

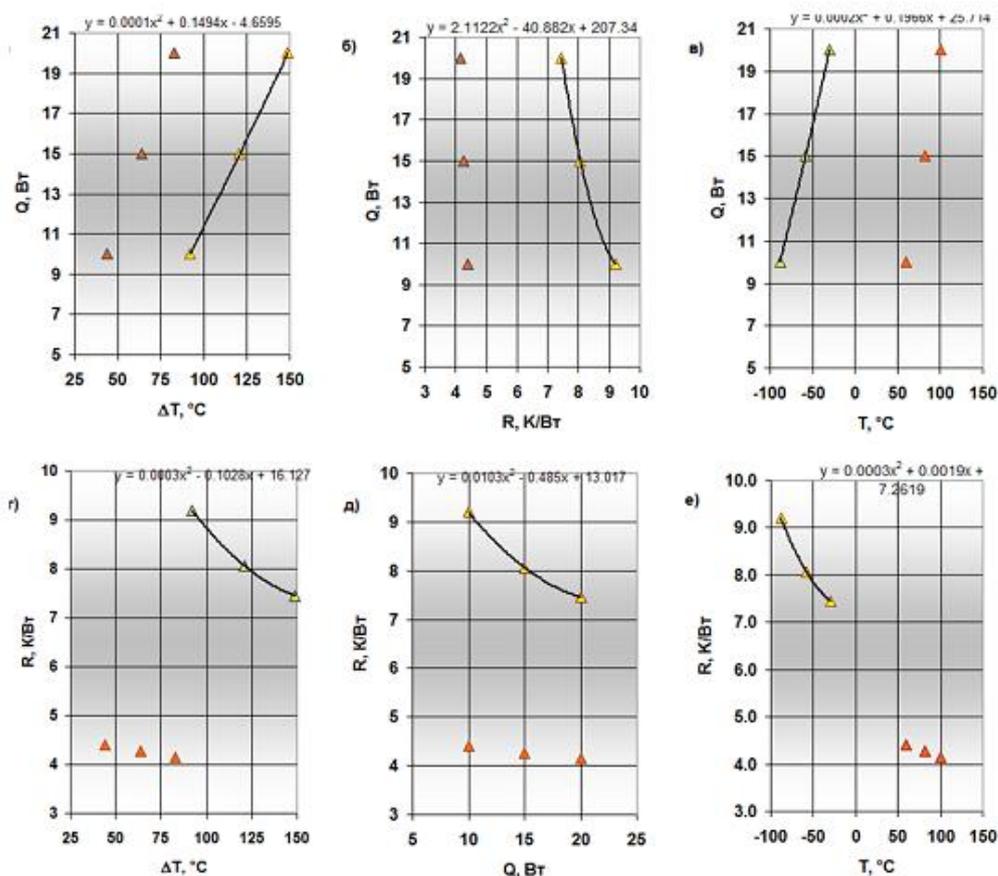


Рис. 6. Зависимость термического сопротивления тепломера и передаваемого потока от различных факторов: $T_{пл}$, Q_H , R , ΔT . (В тепломере 9 болтов)

В первом случае, делаем допущение, что незначительные отклонения $T_{пл}$ незначительно влияют на поток от ПН (или влияют в запас) и «пересчитываем» (пропорционально) результат на минус 110°C :

$$Q_{\text{ПН}(110)} = (D(-110)^2 + E(-110) + F) \cdot \left(1 - \frac{W_{\text{H}}}{D(T_{\text{ПЛ}})^2 + E(T_{\text{ПЛ}}) + F} \right)$$

Во втором случае учитываем то, что $Q_{\text{ПН}}$ растет при понижении $T_{\text{ПЛ}}$ (исходя из физических принципов работы МНО) и выполняем еще один режим, например, для минус 105°C . Далее, имея два значения W_{H} , вычисляем два значения $Q_{\text{ПН}}$ и аппроксимируем результат для минус 110°C :

$$Q_{\text{ПН}} = \frac{Q_{\text{ПН}}(T_{\text{ПЛ2}}) - Q_{\text{ПН}}(T_{\text{ПЛ1}})}{T_{\text{ПЛ1}} - T_{\text{ПЛ2}}} \cdot (110 + T_{\text{ПЛ1}}) + Q_{\text{ПН}}(T_{\text{ПЛ1}})$$

Второй способ позволяет учесть то, что с повышением уровня температуры стыка (интерфейса) поток через тепломер растет, а доля теплового потока от ПН в нем падает и, наоборот, с понижением температуры стыка абсолютное значение и доля $Q_{\text{ПН}}$ – растут, хотя поток через тепломер снижается.

ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ

Полученные в данной работе результаты дополнительно демонстрируют, что разработанный способ стабилизации температуры и регистрации теплового потока, фактически, ориентирован на одну рабочую точку. Калибровка тепломера должна выполняться применительно к данной точке (как правило, этой точкой является регламентированная температура контактной поверхности теплового интерфейса) с минимально возможными отклонениями. В случае, когда планируется подготовка работы имитатора интерфейса на другом уровне рабочей температуры (или для существенно отличающегося значения заданного теплового потока к интерфейсу) все предусмотренные методикой процедуры следует выполнить (повторить) индивидуально, «как для новой точки».

С учетом свойств тестируемого в ТВИ МНО (в котором собственное тепловыделение и теплопритоки соизмеримы), добиться повышения точности измерения $Q_{\text{ПН}}$ на контактной пластине можно выполнив два теста: для $T_{\text{ПЛ}} = -110 - \delta$ и $T_{\text{ПЛ}} = -110 + \delta$. В этом случае контроль требования к теплому интерфейсу для $T_{\text{ПЛ}} = -110$ будет более корректным. Отклонение температуры δ от $T_{\text{ПЛ}} = -110$ определяется возможностями испытательного оборудования и (из опыта проведения подобных ТВИ) может быть представлен величиной $\approx 2-5\text{K}$.

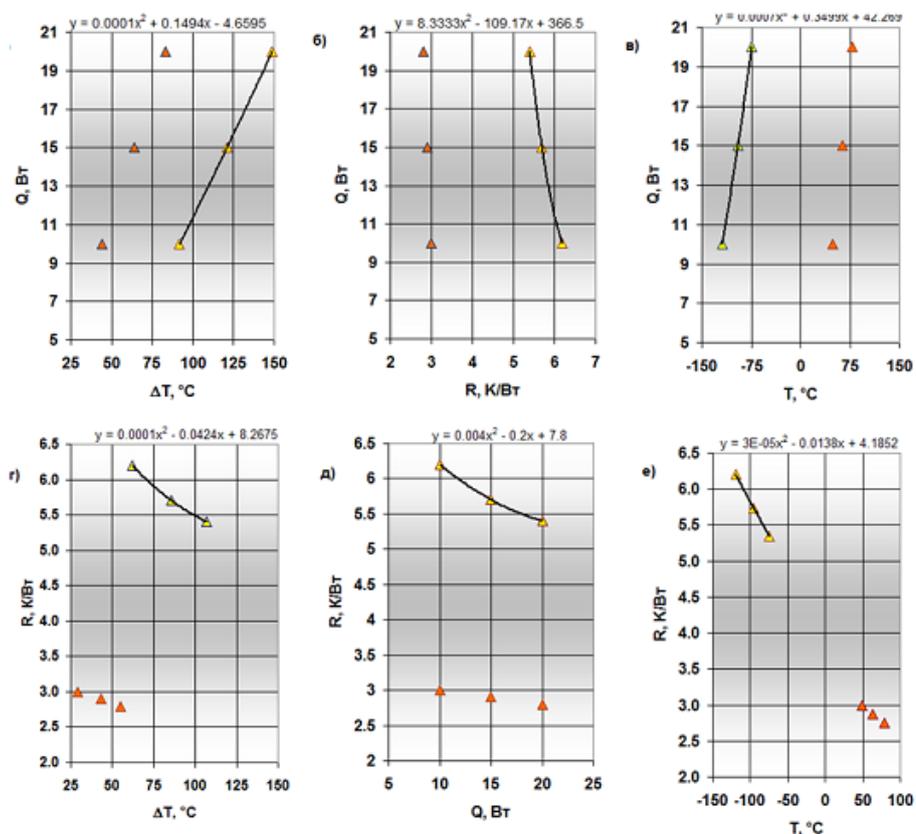


Рис. 7. Зависимость термического сопротивления тепломера и передаваемого потока от различных факторов: Tпл, Qн, R, ΔT. (В тепломере 13 болтов).

Технология сборки и установки теплообменника-тепломера в вакуумную камеру, а затем «доустановка» туда же тестируемого оборудования (т.е. ПН) должна быть организована так, чтобы настройки тепломера не были нарушены. Т.е. любая частичная сборка или разборка имитатора интерфейса (или сопряженных элементов, которые могут оказать влияние) потребуют новой калибровки тепломера. В некоторых случаях факторы, которые способны оказать влияние на механические соединения контактной пластины и теплообменника могут оказаться не столь очевидными, поэтому калибровку теплообменника-тепломера, а затем, проведение ТВИ ПН с его помощью целесообразно проводить последовательно и одновременно, т.е. без перерывов и промежуточных работ. В случае выявления отклонений в сценарии проведения режимов ТВИ, либо в полученных результатах, повторная автономная проверка характеристик тепломера, непосредственно после ТВИ ПН, также вполне обоснована.

Чувствительность тепловых контактных сопротивлений Т/О-Т/М в вакууме к температурному уровню и градиентам температуры убедительно компенсируется применением «метода одной точки», однако, разработка альтернативных вариантов настраиваемой тепловой связи теплообменника с интерфейсной пластиной может представлять интерес с целью расширения возможностей применения предлагаемой концепции Т/О-Т/М. Рисунок 8 показывает, что функцию болтов могут выполнить тонкие теплопроводящие паяные проводочки.

Если подобные «проводнички» изготовить в избыточном количестве, тогда настройку тепломера можно выполнять «перекусывая лишние» проводочки. В такой

постановке настройка возможна только «в сторону» повышения термического сопротивления тепломера, однако, влияние на R тепломера многочисленных контактных соединений будет минимизировано.

Применительно к рассмотренному здесь варианту исполнения Т/О-Т/М (с болтовыми соединениями) все требования, которые были сформулированы к разработанной и изготовленной конструкции имитатора теплового интерфейса - выполнены. Заданный уровень температуры можно поддерживать стабильно, компенсируемый и измеряемый диапазон тепловых потоков способен «перекрывать» искомый $Q_{ПН}$. В заключительной фазе работ (для которых создан уникальный Т/О-Т/М) будут проведены ТВИ ПН, осуществлен их анализ, а также сформулированы выводы, предметно касающиеся Т/О-Т/М.

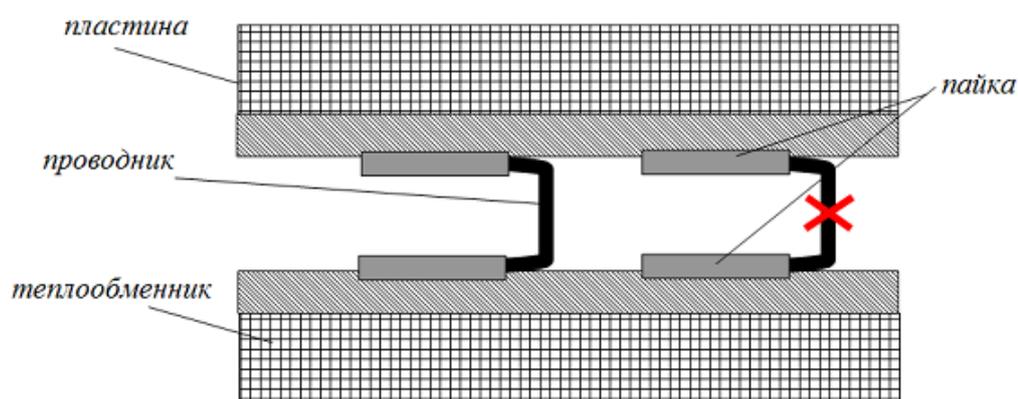


Рис. 8 Схема альтернативного варианта тепломера, создающего основной температурный перепад в конструкции Т/О-Т/М

ЛИТЕРАТУРА

1. А.Ю. Кочетков, Е.Ю. Котляров, А.Ф. Шабарчин, Е.В. Шеметова «Разработка концепции и расчетно-экспериментальный анализ рабочих характеристик теплообменника-тепломера для проведения тепловакуумных испытаний низкотемпературной полезной нагрузки КА», XXVIII Научно-технич. конференция «Вакуумная наука и техника», Судак, 16-21 сентября 2021 г.
2. 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
3. Jianyin Miao, Qi Zhong, Qiwei Zhao, Xin Zhao *Spacecraft Thermal Control Technologies*, 2020, Springer, 372p
4. Чеботарев В.Е., Косенко В.Е. Основы проектирования космических аппаратов информационного обеспечения. Красноярск: Сиб. гос. аэрокосмич. ун-т, 2011. 488 с.
5. Дан П.Д., Рэй Д.А. Тепловые трубы пер. с англ.: -М.: Энергия, 1979г. -272с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

А.Ю. Кочетков – начальник отдела тепловакуумных испытаний АО «Научно-производственное объединение имени С.А. Лавочкина», г. Химки Московской обл. e-mail: kochetkov@laspace.ru

Е.Ю. Котляров – кандидат технических наук, ведущий математик, АО «Научно-производственное объединение имени С.А. Лавочкина», г. Химки Московской обл.

А.Ф. Шабарчин – кандидат технических наук, ведущий конструктор, АО «Научно-производственное объединение имени С.А. Лавочкина», г. Химки Московской обл.

Е.В. Шеметова – кандидат технических наук, инженер по испытаниям 1 кат. АО «Научно-производственное объединение имени С.А. Лавочкина», г. Химки Московской обл.

УНИФИЦИРОВАННЫЕ ШЛЮЗОВЫЕ ЗАГРУЗОЧНЫЕ УСТРОЙСТВА ДЛЯ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Ю.В. Панфилов, Л.Л. Колесник

АННОТАЦИЯ

Проанализированы варианты шлюзовых загрузочных устройств для вакуумного технологического оборудования. Приведены результаты расчетов изменения давления и времени откачки рабочих камер для различных вариантов шлюзовых загрузочных устройств. Показаны способы уменьшения газовыделения из узлов трения сверхвысоковакуумных механизмов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ШЛЮЗОВЫЕ ЗАГРУЗОЧНЫЕ УСТРОЙСТВА, ВЫСОКИЙ И СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ, УЗЛЫ ТРЕНИЯ, ГАЗОВЫДЕЛЕНИЕ, ВРЕМЯ ОТКАЧКИ

UNIFIED LOAD LOCK DEVICES FOR ULTRA-HIGH VACUUM EQUIPMENT

Y.V. Panfilov, L.L. Kolesnik

ABSTRACT

Types of load lock devices for vacuum technological equipment were analyzed. Calculation results of pressure and pumping time for different types of load lock devices were represented. Methods of gas desorption decrease from friction surfaces of ultra-high mechanisms were shown.

KEYWORDS

LOAD LOCK DEVICES, HIGH AND ULTRA-HIGH VACUUM, FRICTION PAIR, GAS DESORPTION, PUMPING TIME

Актуальность статьи связана с перспективой открытия Программы «Вакуумное оборудование для научных исследований» Федерального проекта «Научное приборостроение» [1], в которой предполагается создание четырех вакуумных технологических установок с унифицированными шлюзовыми загрузочными устройствами. Целью статьи является анализ структурно-компоновочных вариантов вакуумных установок по критерию минимального времени загрузки полупроводниковых подложек из атмосферы в высокий и сверхвысокий вакуум. Время загрузки в основном зависит от способа шлюзования (индивидуальное или групповое) и длительности откачки шлюза.

На рисунке 1 приведены схемы вакуумных технологических установки шлюзового типа, разработанных в НИИ точного машиностроения г. Зеленоград [2] со шлюзовой камерой на одну подложку (а), со шлюзованием кассеты (б) и с дополнительной шлюзовой камерой (в).

При индивидуальном шлюзовании подложек (см. рис. 1а) шлюзовая камера имеет небольшой объем, что обеспечивает небольшое время его откачки. Шлюзовая камера, в которую загружается кассета с подложками (см. рис. 1б) имеет существенно больший объем по сравнению с первым вариантом, и время ее откачки зависит от вместимости кассеты.

Выбор между первым и вторым вариантами шлюзовой загрузки можно вести по критерию минимального времени, затрачиваемому на доставку подложек из атмосферы в рабочую камеру.

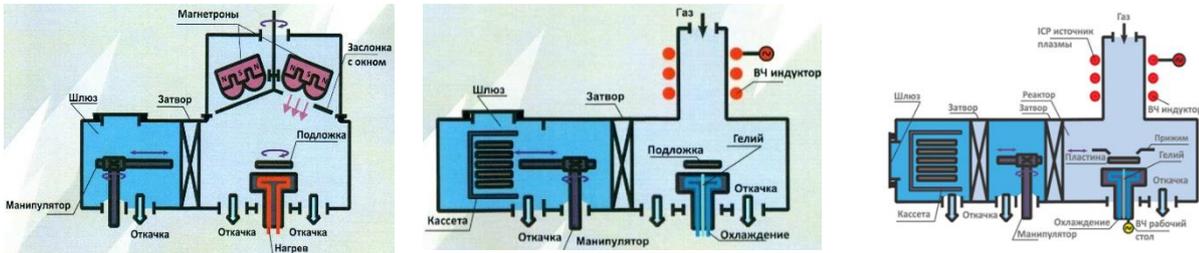


Рис. 1. Схемы установок: а – магнетронного распыления «Магна ТМ 200-01», б – плазмохимического травления «Плазма ТМ 200-01К», в – атомно-слоевого осаждения «Плазма ТМ 200-04К»

Методика сравнения способов шлюзовой загрузки и нахождение оптимального по критерию минимального времени загрузки варианта приведена в [3]. При определенном соотношении составляющих времени загрузки, не зависящих от количества n помещаемых в шлюз подложек t_n , например, времени перегрузки подложки из шлюза в рабочую камеру, кратно уменьшаемого времени t_k , например, времени открытия затвора (не закрывается пока не перегрузятся все подложки) и зависящих от количества помещаемых в шлюз подложек t_3 , например, длительности откачки шлюзовой камеры.

Степень зависимости m длительности откачки шлюзовой камеры от величины n определяет оптимальное количество одновременно загружаемых подложек $n_{\text{опт}}$, при котором время шлюзовой загрузки $t_{\text{ш}} = t_n + t_k/n + n^{m-1}t_3$ будет минимальным. Величину $n_{\text{опт}}$ можно рассчитать по следующей формуле:

$$n_{\text{опт}} = \left[\frac{t_k}{t_3(m-1)} \right]^{1/m}.$$

Сокращение длительности откачки рабочей камеры до необходимого для проведения технологического процесса давления особенно актуально для сверхвысоковакуумного оборудования. При проектировании такого оборудования приходится решать следующую задачу: как при шлюзовой загрузке рассчитать время, необходимое для достижения в рабочей камере после закрытия вакуумного затвора давления, при котором можно начинать технологическую операцию. Для решения этой задачи необходимо разрешить противоречие между необходимостью проведения обезгаживающего прогрева рабочей камеры и достижением нужного давления без прогрева при минимальных потоках газовыделений со стенок шлюзовой и рабочей камер.

Характер изменения давления p в вакуумной камере зависит от эффективной скорости откачки S_0 и потока газовыделений Q_v со стенок камеры, причем S_0 и Q_v зависят от p . Наиболее характерно эта зависимость проявляется при сверхвысоком вакууме при давлении близком к предельному давлению насоса и при количестве адсорбированных на стенках вакуумной камеры молекул газа меньше числа молекул в одном монослое. Удельный поток десорбционных газовыделений с внутренних поверхностей стенок вакуумной камеры в зависимости от давления можно рассчитать по следующей формуле [4]:

$$q_v = \frac{p}{f + \frac{v}{a_m d m p^{m-1}}},$$

где $v=V/S_0$, $f=F/S_0$, V – объем вакуумной камеры, m^3 ; F – площадь внутренней поверхности стенок вакуумной камеры, m^2 ; a_m – количество адсорбированных молекул воды в монослое, m^3Pa ; d и m – коэффициенты из уравнения Фрейндлиха. При определенных v и f удельный поток паров воды со стенок камеры может соответствовать представленному на рисунке 2 а.

При открытии вакуумного затвора между шлюзовой и рабочей камерами адсорбционное равновесие в камерах устанавливается очень быстро. Если в шлюзе было давление, например, 10^{-2} Па, то удельный поток паров воды со стенок рабочей камеры согласно рис. 2 а при определенных v и f может составлять $10^{-3} m^3Pa/(m^2c)$.

Время t образования монослоя сорбата зависит от давления p в вакуумной камере [5]:

$$t = 3 \cdot 10^{-4} / p,$$

т.е. при установившемся давлении p на стенках рабочей камеры монослой сорбата образуется за t секунд: при $p=10^{-2}$ Па – за $3 \cdot 10^{-2}$ с., при $p=10^{-3}$ Па – за 0,3 с, при $p=10^{-5}$ Па – за 30 с, при $p=10^{-6}$ Па – за 300 с. Если принять время перемещения изделия из шлюза в рабочую камеру 30 с, то монослой сорбата за это время образуется при давлении $p=10^{-5}$ Па.

Если рабочая камеры при давлении, например, 10^{-5} Па, находится более 30 с., то, согласно теории БЭТ, на ее стенках адсорбируется (сконденсируется) более одного монослоя молекул, а если менее 30 с или шлюз откачивается до более высокого вакуума, то, уравнения БЭТ переходят в уравнение Ленгмюра, и на стенках адсорбируется менее одного монослоя молекул. Это скажется на времени откачки рабочей камеры после закрытия затвора до начала проведения технологической операции.

Для сверхвысокого вакуума время откачки определяется скоростью удаления паров воды со стенок, а затем и из объема вакуумной камеры. Время откачки паров воды из камеры из нержавеющей стали при комнатной температуре до давления p можно рассчитать по следующей формуле [4]:

$$t = 8,6 \cdot 10^{-3} \frac{F}{S_0 \cdot p^{0,7}} \text{ с}, \quad (1)$$

где F – площадь внутренней поверхности вакуумной камеры, m^2 ; S_0 – эффективная быстрота откачки, m^3/c ; p – давление в вакуумной камере, Па.

Кривые откачки паров воды для камер из нержавеющей стали представлены на рисунке 2 б, из которых следует, что большое влияние на характер кривых откачки оказывает параметр $f=F/S_0$, поэтому для типовых вакуумных камер ($v<10$) влияние газов в объеме камеры сказывается только на первые 100 с откачки.

Для вакуумных камер с небольшой площадью внутренних стенок ($f=1$) время откачки t составляет: до $p=10^{-6}$ Па – 400 с, до $p=10^{-8}$ Па – 1100 с. С увеличением f , например, до 100 (см. Рис. 2 б) время откачки увеличится соответственно до 14300 с (4 часа) и до 70000 с (19,4 часа).

Для сокращения времени шлюзовой загрузки изделий в сверхвысоковакуумную рабочую камеру традиционным является способ уменьшения потоков газовой выделений, в том

числе и паров воды, термическим прогревом стенок вакуумных камер. Однако, существует и другой способ сокращения времени достижения сверхвысокого вакуума в рабочей камере путем включения в состав установки дополнительной шлюзовой камеры (см рис. 1 в).

Согласно (1) время откачки 1-го шлюза от атмосферного давления до 10^{-1} Па может составить порядка 100 с, а время откачки рабочей камеры без прогрева от 10^{-1} до 10^{-8} Па при $f=10$ может составить порядка 11000 с (3 часа). Для второго шлюза, который постоянно откачан, например, до давления 10^{-5} Па, удельный поток газовыделения на два порядка меньше, чем в первом шлюзе (см. рис. 3), что дает возможность откачать его от 10^{-1} до 10^{-5} Па за 660 с. Соответственно, рабочую камеру после закрытия затвора между ней и вторым шлюзом можно откачать до давления 10^{-8} Па согласно (1) за 4400 с (1,2 часа).

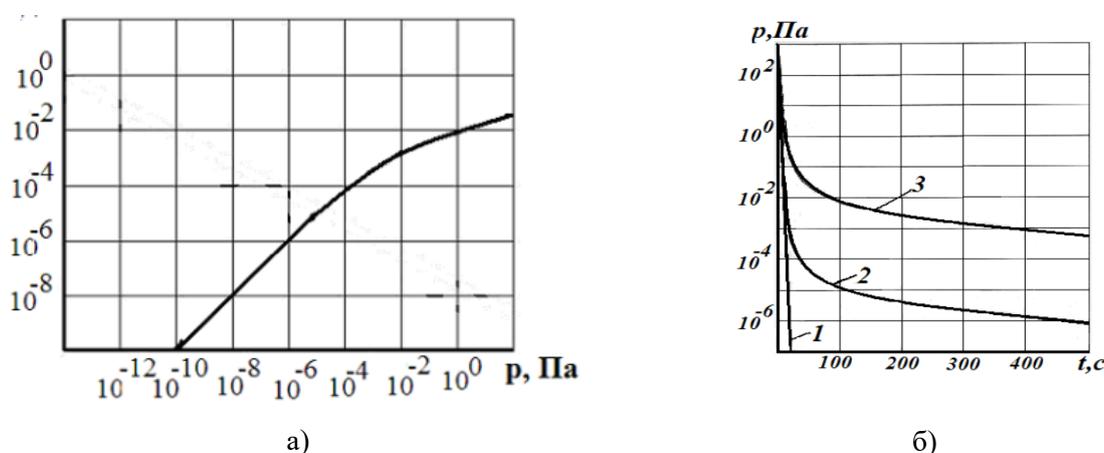


Рис. 2. Удельное десорбционное газовыделение паров воды с поверхности нержавеющей стали при 298 К (а) и кривые откачки паров воды из вакуумной камеры при температуре 298 К
1 – $\nu=1, f=0$; 2 – $\nu=1, f=1$; 3 – $\nu=1, f=100$ (б) [4]

Таким образом, по приблизительным расчетам при соотношении размеров вакуумной камеры и эффективной быстроты откачки $f=10$ сравнение времени загрузки подложек из атмосферы в сверхвысоковакуумную рабочую камеру с одним (рис. 1 б) (порядка 3 часов) и двумя (рис. 1 в) (1,43 часа) шлюзами показывает возможное сокращение времени загрузки при втором варианте более, чем на 50 %.

Для перемещения изделий из шлюзовых камер в сверхвысоковакуумные камеры широко используются магнитные манипуляторы, передающие движение через сплошную стенку и имеющие минимальное количество пар трения. Магнитные манипуляторы не заменимы с точки зрения минимального потока газовыделений, но имеют существенный недостаток, связанный с очень малой жесткостью передачи движения, что не позволяет использовать их в качестве прецизионных механизмов с высокой плавностью перемещения и точностью позиционирования.

Сверхвысоковакуумная установка молекулярно-лучевой эпитаксии «Цна» (Рис. 3 а), разработанная в НИТИ г. Рязань в 80-е годы прошлого столетия, имела как магнитные манипуляторы для загрузки и выгрузки изделий в рабочие камеры, так и электромеханические приводы для перемещения изделий между шлюзовой и рабочими камерами. Для надежной работы транспортных механизмов и манипуляторов в рабочих камерах было разработано твердосмазочное покрытие на основе дисульфида молибдена [6], которое наносилось на детали узлов трения магнетронным распылением мишени из MoS_2 . Основными достоинствами такого покрытия были сверхнизкий коэффициент трения скольжения (до 0,002) в

сверхвысоком вакууме и очень низкий поток газовыделений из пар трения манипуляторов и направляющих скольжения с полным отсутствием в его спектре даже при температуре 773 К следов серы и ее соединений (Рис. 3 б), что оказалось приемлемо для процессов молекулярно-лучевой эпитаксии.

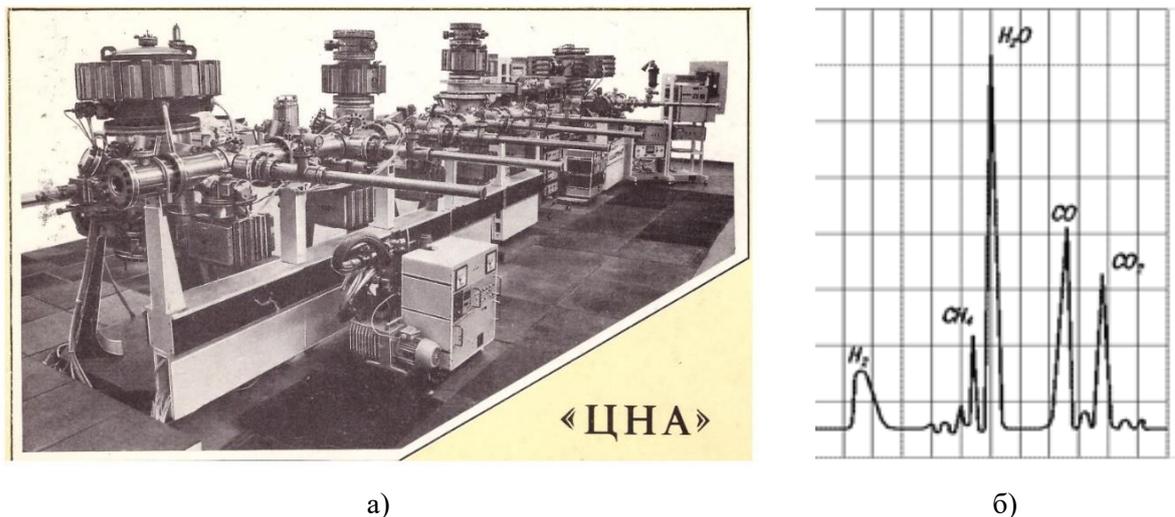


Рис. 3. Фотография установки молекулярно-лучевой эпитаксии «Цна» (а) и спектр газовыделения покрытий из MoS_2 после 1 часа прогрева при $T=773$ К

Примером привода для манипулятора перемещения и загрузки изделий в сверхвысоковакуумном оборудовании может служить привод линейного манипулятора, разработанный в ООО «Электровакуумные технологии».

Внешний вид манипулятора представлен на рис. 4.

Основные технические характеристики манипулятора:

- Максимальный вылет штока от присоединительного фланца — 200 мм;
- Вид штока — комбинированный цилиндрический облегченный;
- Внешний диаметр штока — $22 \pm 0,1\%$ мм;
- Тип перемещения штока — линейное вдоль оси симметрии;
- Точность позиционирования штока по оси перемещения — не хуже 10 мкм;
- Изгиб края штока (провисание) в любом положении при максимальной величине хода — не более 200 мкм;
- Максимальная поперечная и продольная нагрузка на шток — не менее 1 кг.
- Шток съемный, крепится к фланцу корпуса;
- Присоединительный фланец штока — DN40CF;
- Тип уплотнения (корпуса) — тарельчатый сильфон;
- Манипулятор оснащается моторизованным приводом и управляется с помощью панели оператора.

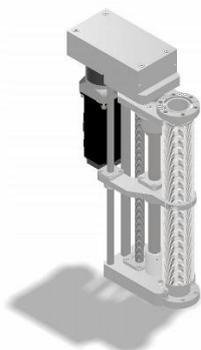


Рис. 4. Внешний вид привода высоковакуумного манипулятора, разработанного в ООО «Электровакуумные технологии»

Анализ структурно-компоновочных вариантов вакуумных установок показал, что для уменьшения времени подготовки рабочей камеры сверхвысоковакуумной установки к работе не обязательно применять обезгаживающий прогрев. Приведенные в статье расчеты показывают, что использование двух последовательных шлюзовых камер может вдвое сократить время шлюзовой загрузки по сравнению с однократным шлюзованием без применения обезгаживающего прогрева. Хорошо показали себя твердосмазочные покрытия на основе дисульфида молибдена, нанесенные магнетронным распылением, что позволяет электромеханическому приводу конкурировать с точки зрения работы в сверхвысоком вакууме с магнитными манипуляторами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Панфилов Ю.В., Родионов И.А., Колесник Л.Л., Бабурин А.С. Стратегические проекты развития МГТУ им. Н.Э. Баумана и импортозамещение вакуумного оборудования / Вакуумная техника и технология – 2022 /Труды 29-й всероссийской науч.-тех. конф. с междунар. участием, СПб, 2022, С. 68 – 72
2. www.niitm.ru
3. Панфилов Ю.В., Хрусталева И.И. Влияние способа загрузки подложек на производительность автоматизированного вакуумного технологического оборудования / Электронная техника. Серия 7 ТОПО. Вып. 1 (158), 1990, С. 36 – 40
4. Вакуумная техника: учебник для вузов / Л.Н. Розанов. 3-е издание, перераб. и доп. – М.: Высшая шк., 2007. – 391 с.
5. Вакуумная техника: справочник / К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова и Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с.
6. Панфилов Ю.В., Беликов А.И. Улучшение антифрикционных свойств поверхностей вакуумными технологическими методами / Электронные, ионные и плазменные технологии /Приложение №1 к журналу «Справочник. Инженерный журнал», 2000, №1, С. 22 – 24

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Ю.В. Панфилов – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой электронных технологий в машиностроении, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: panfilov@bmstu.ru

Л.Л. Колесник – кандидат технических наук, доцент кафедрой электронных технологий в машиностроении, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; генеральный директор ООО «Электровакуумные технологии», г. Москва\$ e-mail: kolesnik@bmstu.ru; l.kolesnik@m-i.ru

ПРИМЕНЕНИЕ МОДЕЛИ ЧЕРЧИНЬЯНИ-ЛАМПИС ДЛЯ МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРОЦЕССА ТЕЧЕНИЯ ГАЗА В ПРОТОЧНОЙ ЧАСТИ ТУРБОМОЛЕКУЛЯРНОГО НАСОСА

У.С. Гордеева, Ф. Шарипов

АННОТАЦИЯ

В данной работе модель Черчиньяни-Лампис (ЧЛ) использовалась в качестве новых граничных условий при расчете вероятности перехода молекул через одну ступень турбомолекулярного вакуумного насоса (ТВН) методом Монте-Карло. Произведен расчет вероятности перехода молекул через лопаточный канал в прямом и обратном направлениях, результирующей вероятности перехода, степени повышения давления.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ, ТУРБОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ ВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ, МЕТОД МОНТЕ-КАРЛО, ДИНАМИКА РАЗРЕЖЕННОГО ГАЗА, МОДЕЛИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ГАЗА С ПОВЕРХНОСТЬЮ, МОДЕЛЬ МАКСВЕЛЛА, МОДЕЛЬ ЧЕРЧИНЬЯНИ-ЛАМПИС

APPLICATION OF THE CERCIGNANI-LAMPIS MODEL FOR MATHEMATICAL MODELING OF THE GAS FLOW IN THE MAIN STAGE OF A TURBOMOLECULAR VACUUM PUMP

U.S. Gordeeva, F. Sharipov

ABSTRACT

In this paper, the Cercignani-Lampis (CL) model was used as new boundary conditions for calculating the molecules' transition probability through one stage of the turbomolecular vacuum pump (TMP) by using Direct Simulation Monte Carlo method. The molecules' transition probability through the blade channel in the forward and reverse directions, the resulting transition probability and the compression ratio were calculated.

KEYWORDS

MATHEMATICAL MODELLING, TURBO MOLECULAR VACUUM PUMPS, MONTE-CARLO METHOD, RAREFIED GAS DYNAMICS, GAS-SURFACE INTERACTION MODELS, MAXWELL MODEL, CERCIGNANI-LAMPIS MODEL

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время существуют численные и аналитические методы моделирования процесса течения газа в проточной части турбомолекулярного вакуумного насоса (ТВН). Аналитические модели, разработанные К.Е. Демиховым, Т. Sawada, [1,2], а также численные модели, разработанные Ф.М. Шариповым, Joong-Sik Heo и Young-Kyu Hwang [3,4] позволяют проводить моделирование процесса течения газа в проточной части ТВН, однако в этих математических моделях (ММ) в качестве граничного условия использовалось диффузное взаимодействие газа с поверхностью, при котором различные аспекты

взаимодействия газа с твердой поверхностью учитываются только одним параметром (коэффициентом аккомодации).

В данной работе одной из важнейших составляющих ММ является использование новой модели процесса взаимодействия газа с поверхностью. В большинстве работ используется диффузно-зеркальное отражение. В работе Ф.М. Шарипова [5] исследовано применение ядра рассеяния Черчиньяни–Лампис для расчета течений разреженного газа. Проводилось исследование плоского течения между двумя параллельными пластинами.

Показано, что модель Черчиньяни–Ламписа (ЧЛ) точнее описывает процесс взаимодействия газа с твердой поверхностью. В данной работе модель ЧЛ использовалась в качестве новых граничных условий при расчете вероятности перехода молекул через одну ступень ТВН методом Монте-Карло. Моделирование проводилось в молекулярном режиме. Произведен расчет вероятности перехода молекул через лопаточный канал в прямом K_I и обратном K_{II} направлении, результирующей вероятности перехода K_{max} , степени повышения давления τ_{max} .

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В ходе исследования моделировалась вероятность прямая K_I и обратная K_{II} вероятности прохождения молекул через межлопаточное пространство ТМН.

При моделировании использовались следующие допущения:

- пространственное распределение молекул на стороне высокого вакуума – равномерное;
- высота межлопаточного пространства является бесконечной;
- скорости молекул подчиняются распределению Максвелла;
- взаимодействие молекул газа со стенками ТМН описывается моделью Черчиньяни–Лампис или моделью Максвелла.

Расчётная схема представлена на рисунке 1.

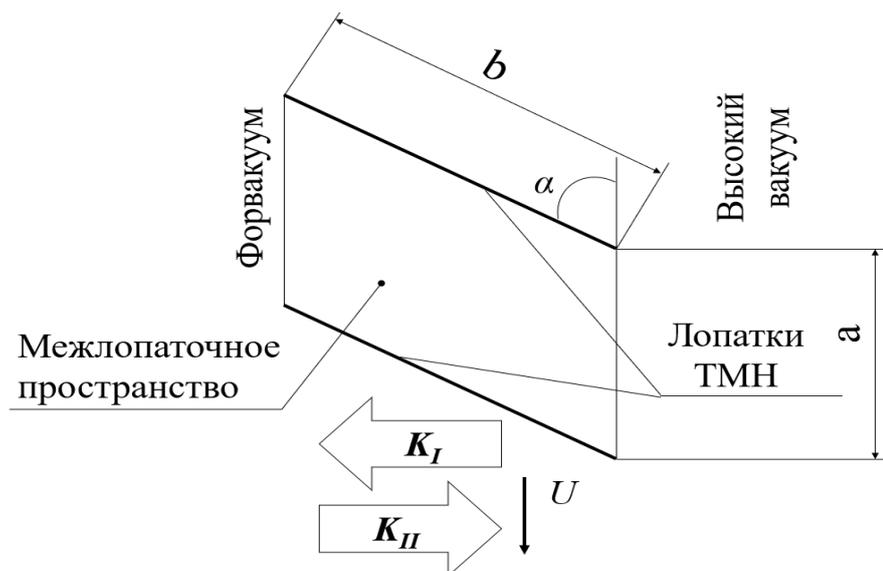


Рис. 1 – Расчетная схема

Скорости молекул после столкновения со стенкой рассчитываются исходя из модели Черчиньяни–Лампис:

$$\begin{aligned}c_{ct1} &= \sqrt{\alpha_t \cdot (2 - \alpha_t)} \cdot c_* \cdot \cos \theta + (1 - \alpha_t) \cdot c'_{t1} \\c_{ct2} &= \sqrt{\alpha_t \cdot (2 - \alpha_t)} \cdot c_* \cdot \sin \theta + (1 - \alpha_t) \cdot c'_{t2} \\c_n &= \left[\alpha_n \cdot c_*^2 + (1 - \alpha_n) \cdot c_n'^2 + 2 \cdot \sqrt{\alpha_n \cdot (1 - \alpha_n)} \cdot c_* \cdot c'_n \cdot \cos \theta \right]^{\frac{1}{2}}\end{aligned}$$

где c'_{t1} , c'_{t2} , c'_n – компоненты скорости молекул до взаимодействия со стенкой; c_{t1} , c_{t2} , c_n – компоненты скорости молекул после взаимодействия со стенкой; α_t , α_n – аккомодации тангенциального импульса и нормальной энергии, соответственно.

При моделировании использовался общепринятый метод пробной частицы, описанный в [7].

Алгоритм метода пробной частицы был реализован на языке Fortran.

Вероятность перехода через межлопаточный канал в прямом направлении рассчитывается по следующей формуле:

$$K_I = \frac{N_I}{N},$$

где N_I – количество частиц, которые перешли со стороны высокого вакуума на сторону форвакуума; N – общее количество частиц при моделировании.

Вероятность перехода через межлопаточный канал в обратном направлении рассчитывается по следующей формуле:

$$K_{II} = \frac{N_{II}}{N},$$

где N_{II} – количество частиц, которые перешли со стороны форвакуума вакуума на сторону высокого.

Расчеты были проведены для следующих значений коэффициентов аккомодации тангенциального импульса и нормальной энергии, равных 0,9 и 1,0.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты моделирования сравнивались с результатами, в которых в качестве граничного условия использовалось диффузное взаимодействие газа с поверхностью. Моделирование проводилось для различных сочетаний угла наклона лопатки α , соотношения сторон канала лопатки a/b , а также отношения скорости вращения ротора к наиболее вероятной тепловой скорости молекул c . В результате были выявлены существенные расхождения в вероятностях перехода молекул через межлопаточный канал при соотношении межлопаточного канала менее 1.

ОБСУЖДЕНИЕ

При малом соотношении сторон межлопаточного канала a/b значительно возрастает количество частиц, ударяющихся о стенки межлопаточного канала, скорости которых после столкновения рассчитываются при помощи модели Черчиньяни-Лампис, которая значительно отличается от модели Максвелла (диффузное рассеяние). Следовательно, чем больше относительная длина межлопаточного пространства, тем больше будет разница между результатами моделирования с граничным условием Черчиньяни-Лампис и граничным условием Максвелла. Следует учитывать данное обстоятельство при расчетах и проектировании насосов турбомолекулярных вакуумных насосов. В дальнейших исследованиях

необходимо провести сравнение характеристик турбомолекулярных насосов, полученных с использованием граничных условий Максвелла и Черчиньяни-Лампис в различных режимах течения газа, включая переходный и вязкостный режим.

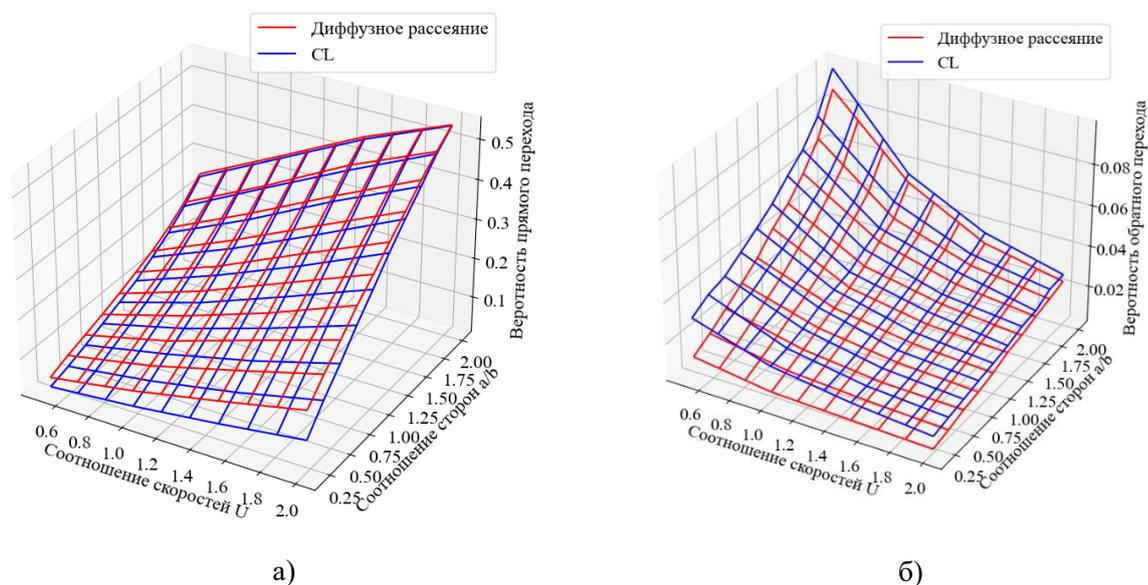


Рис. 1. Вероятность перехода молекул через межлопаточный канал в прямом (а) и обратном (б) направлениях

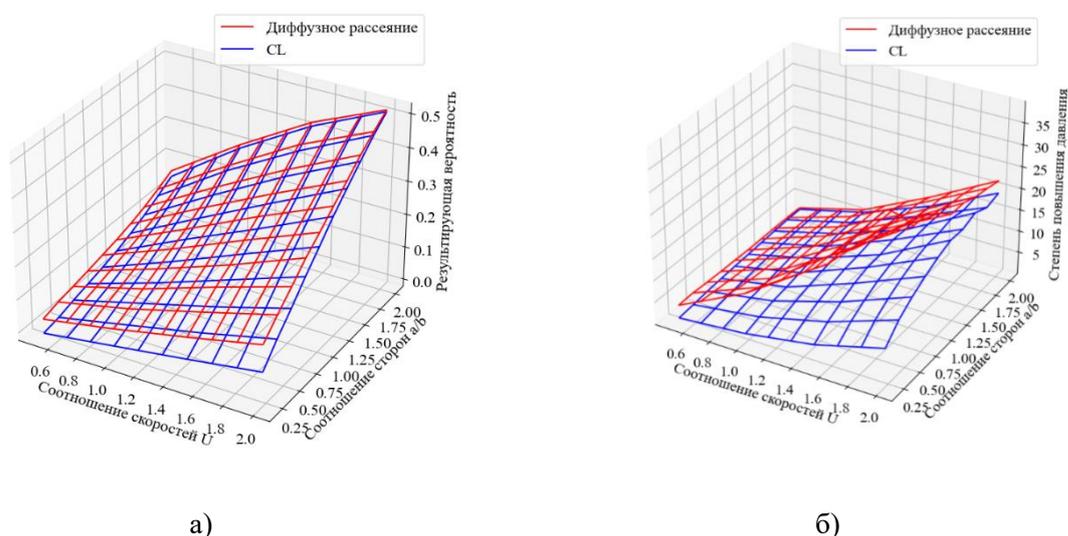


Рис. 2. Результирующая вероятность перехода молекул через межлопаточный канал (а) и степень повышения давления (б)

ВЫВОДЫ

Таким образом, использование модели Черчиньяни-Ламписа для моделирования течения газа в проточной части ТВН в молекулярном режиме позволяет повысить точность математического моделирования, что сокращает цикл разработки новых образцов ТМН для полупроводниковой промышленности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Handbook of Semiconductor Manufacturing Technology, second edition. Ed. By R. Doering and Y. Nishi. // CRC press, 2008, 1722 pages.
2. Демихов К.Е., Рыжов И.И., <https://doi.org/10.1007/BF01152913>.
3. Tadashi Sawada, <https://doi.org/10.1299/jsme1958.16.993>.
4. Sharipov F., [doi:10.1017/S0022112004000710](https://doi.org/10.1017/S0022112004000710)
5. Joong-Sik Heo, Young-Kyu Hwang, [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(99\)00181-5](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(99)00181-5).
6. Felix Sharipov, [https://doi.org/10.1016/S0997-7546\(01\)01160-8](https://doi.org/10.1016/S0997-7546(01)01160-8)
7. Bird G. A. Molecular gas dynamics and the direct simulation of gas flows //Molecular gas dynamics and the direct simulation of gas flows. – 1994

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Ульяна Гордеева – аспирантка кафедры вакуумной и компрессорной техники, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва, 105005, Россия, tests.ibmes@gmail.com

Felix Sharipov – Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, Caixa Postal 19044, 81531-990 Curitiba, Brazil

РАЗРАБОТКА СВЕРХМОЩНОГО КЛИСТРОНА X ДИАПАЗОНА ДЛИН ВОЛН С ВЫХОДНОЙ ИМПУЛЬСНОЙ МОЩНОСТЬЮ 3 МВТ

Д.А. Комаров, Е.П. Якушкин, Ю.Н. Парамонов, С.В. Сурков, В.М. Саблин,

АННОТАЦИЯ

В работе представлены результаты численного моделирования многолучевого клистрона X-диапазона длин волн. Даны результаты экспериментального исследования разработанного клистрона КИУ-283, с пиковой мощностью 3.0 МВт и КПД 57%.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МНОГОЛУЧЕВОЙ КЛИСТРОН, X-ДИАПАЗОН ДЛИН ВОЛН, ВЫСОКАЯ МОЩНОСТЬ, КПД

DEVELOPMENT OF HIGH-POWER X-BAND KLYSTRON WITH OUTPUT PULSE POWER 3 MW

D.A. Komarov, E.P. Yakushkin, Yu.N. Paramonov, S.V. Surkov V.M. Sablin

ABSTRACT

The paper presents the results of numerical simulation of X-band multibeam klystron. The results of an experimental study of the developed klystron KIU-283 with a peak power of 3.0 MW and an efficiency of 57% are given.

KEYWORDS

MULTIBEAM KLYSTRON, X-BAND, HIGH POWER, EFFICIENCY

ВВЕДЕНИЕ

В самое последнее время наметился большой интерес к вопросам повышения КПД сверхмощных клистронных усилителей гражданского применения. В ряде работ рассматриваются новые методы группировки электронного потока, использование резонаторов не только второй, но и третьей гармоники и т.д. (к примеру, [1]). Появление новых методов группирования пучка, безусловно, представляет интерес в СВЧ электронике, однако необходимо отметить, что предложенные способы не всегда могут быть использованы в принципе в многолучевых клистро́нах (МЛК) [2]. Действительно, радиальные размеры МЛК определены не столько электродинамическими свойствами резонатора, сколько необходимыми требованиями на катодный узел: плотность тока катода не должна превышать 20 А/см². Этот важный параметр сразу же определяет диаметр катода МЛК, а необходимость конструктивного запаса для конструкций с числом лучей более 18 накладывает жесткие ограничения на диаметр катодной обоймы, что накладывает наиболее жесткие требования при разработке сверхмощных клистро́нов в коротковолновом диапазоне. В подобных условиях конструктивно создать резонатор второй гармоники сложно, а третьей почти невозможно. Кроме того, используемые, как правило, кольцевые резонаторы не имеют сколь-нибудь эффективных методов настройки прибора в динамическом режиме, но имеют жесткие допусковые требования на значения частоты. Минимальные отклонения приводят,

фактически, к исключению данных резонаторов из пространства взаимодействия и резкому спаду КПД.

АО «НПП «Торий» в 2022 г. закончил ОКР «Батист» по разработке клистрона X-диапазона длин волн с выходной мощностью 3 МВт, в котором использован новый принцип построения пространства взаимодействия.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Численный анализ пролетного клистрона осуществлен в программе KLYS-5.63 [3]. Программа KLYS-5.63 предназначена для расчета выходных характеристик одно- и многолучевых пролетных клистронов с одноззорными (ОЗР) и симметричными двухззорными (ДЗР) резонаторами. Конструкции рассчитываемых клистронов могут содержать 15 тороидальных и кольцевых резонаторов, собственные частоты которых могут располагаться в диапазонах первых трех гармоник входного сигнала, каждый резонатор может иметь многозвенную фильтровую систему.

Программа KLYS-5.63 реализует достаточно сложный и разветвленный алгоритм расчета. Используется одномерная дискретная трехпериодная модель электронного пучка с независимой переменной время t . Частицы электронного пучка представляют собой диски конечной толщины, на длине λ одного периода располагается N_{part} частиц (максимально $N_{\text{part}} = 200$). На каждом шаге λ/N_{stp} (максимально $N_{\text{stp}} = 250$) интегрирования релятивистского уравнения движения для каждой частицы рассчитываются внутреннее (кулоновское) $E_q(t_0, t)$ и внешнее $E_i(t_0, t)$ электрические поля. Кулоновское поле вычисляется из решения 2-мерного уравнения Пуассона методом быстрого преобразования Фурье для двух дисков, отстоящих друг от друга на длине $3 \cdot \lambda$ и, затем, суммируется (с учетом периодизации) по всем частицам, учитывая их взаимное расположение. По мере увеличения времени t , цуг частиц из 3-х периодов продвигается от первого резонатора к последнему, при этом последовательно в каждом i -м резонаторе ($1 \leq i \leq N_{\text{рез}}$) решается задача определения самосогласованных значений наведенных токов $I_{\text{нави}}$ и напряжений $U_{\text{нави}}$ на его зазорах. Если электродинамические характеристики резонаторной системы (резонатор с учетом наличия фильтра, внешней нагрузки и источника входного сигнала) моделировать с помощью схем с сосредоточенными элементами, то самосогласованная задача сводится к итеративному решению матричного уравнения. В наиболее простом случае (для возбуждения промежуточного резонатора) это уравнение имеет вид закона Ома:

$$U = Z \cdot I \quad (1)$$

Использование модели электронного пучка с независимой переменной время t позволяет рассматривать возвратные и колебательные движения частиц в выходном резонаторе. Это, с одной стороны, усложняет сходимость итерационного процесса, но, с другой стороны, повышает точность и достоверность расчета КПД клистрона при больших амплитудах в выходном резонаторе, что подтверждено многолетней положительной практикой использования KLYS-5.63 в разработках, осуществляемых АО «НПП «Торий».

В качестве модельного клистрона была выбрана 6-и резонаторная схема, позволяющая обеспечить коэффициент усиления более 60 дБ. Величина микропервеанса на луч была ограничена значением 0.3, что определялось необходимой предельной плотностью тока катода. В типичных конструкциях электронных пушек катоды располагаются аксиально-симметрично относительно продольной оси симметрии пушки и общее число катодов (при

«плотной упаковке») выбирается из следующего ряда: 6, 12, 18, 36, 60... Т. е. в каждом следующем ряду число катодов увеличивается на 6. При этом увеличение числа рядов свыше двух – трех нежелательно, так как это приводит к увеличению перепада характеристического сопротивления между рядами электронных лучей и снижению эффективности группирования в клистроне. Исходя из этих соображений, было выбрано для проектируемого клистрона двухрядное расположение катодов с их общим числом равным 25 (10 катодов в первом ряду и 15 во втором). Такое количество электронных лучей позволяет работать в интервале анодных напряжений (50...55) кВ с величиной плотности тока катода не более 16 А/см² и суммарным током катода 100 А.

Выбранные параметры электрического режима на данном этапе расчетов позволяют определить внутренние диаметры труб дрейфа и ширину ВЧ зазоров резонаторов.

Как правило, критерием максимально возможного электронного КПД выбирают достижение предельного значения амплитуды первой гармоники конвекционного тока, при минимальном разбросе скоростей электронов в сгустке.

Задача оптимизации многорезонаторного клистрона по данному критерию не является тривиальной в связи с большой вариативностью параметров (пролетные длины, расстройки частот, нагруженная добротность входного и выходного резонатора и т.д.). Была осуществлена следующая методическая схема моделирования: последовательно рассчитывались двух резонаторный, трех резонаторный и т.д. до шести резонаторного, клистроны.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Был проведен анализ возможности разработки сверхмощного клистрона X-диапазона длин волн со следующими основными характеристиками:

- выходная импульсная мощность – не менее 2,5 МВт;
- напряжение катода, импульсное – не более 55 кВ;
- ток катода, импульсный – не более 100 А;

Анализ последних результатов разработок сверхмощных клистронов ведущей зарубежной фирмой CPI показывает, что зарубежные клистроны в X-диапазоне частот имеют существенно большие значения напряжения катода, и сравнительно низкие величины электронного КПД (табл. 1).

Таблица 1
Характеристики прибора – аналога

Тип прибора	Напряжение катода, кВ	Ток катода, А	Выходная мощность, МВт	КПД, %	Скважность
VKX-8253A	110.0	71.0	3.2	41.0	1000

Представленный прибор в качестве фокусирующей системы имеют электромагнит и жидкостное охлаждение. Массогабаритные параметры прибора с электромагнитом превышают 250 кг.

Техническое задание показывает, что необходимо, по сравнению с приборами аналогами, снизить потребляемую мощность в 1.4 раза, что возможно только путем резкого увеличения электронного КПД.

При 25-и лучевом исполнении и X-диапазоне очевидным выбором к использованию в конструкции клистрона является коаксиальный резонатор на основной моде колебаний E₀₁₀. Преимущества данного вида резонатора заключаются, прежде всего, в возможности расположения рядов пролетных каналов по радиусу таким образом, чтобы минимизировать

перепад характеристического сопротивления. Кроме того, конструктивно удобно сохранить основные геометрические размеры резонатора (внешний радиус, диаметр вылета втулки с пролетными каналами) и осуществлять настройку только диаметром внутреннего проводника. При этом, исходя из требуемого коэффициента усиления и вычисленных значений характеристического сопротивления, была выбрана шести резонаторная схема прибора. Использование резонатора второй гармоники было исключено: коаксиальный резонатор невозможно перестраивать в динамическом режиме, а его значение частоты должно быть обеспечено с точностью 2 МГц, что практически не реализуемо. В этой связи была рассмотрена классическая схема клистрона, в котором амплитуда второй гармоники нарастает увеличением пролетного пространства между четвертым и пятым резонатором до необходимого уровня электронного КПД. Рабочим режимом питания был выбран режим 55 кВ при токе 100 А, что привело к величине микропервеанса на луч равной 0.31. На рис. 1. представлен эскиз парциальной электронной пушки и результаты моделирования транспортировки парциального электронного луча в канале клистрона в магнитной фокусирующей системе (МФС).

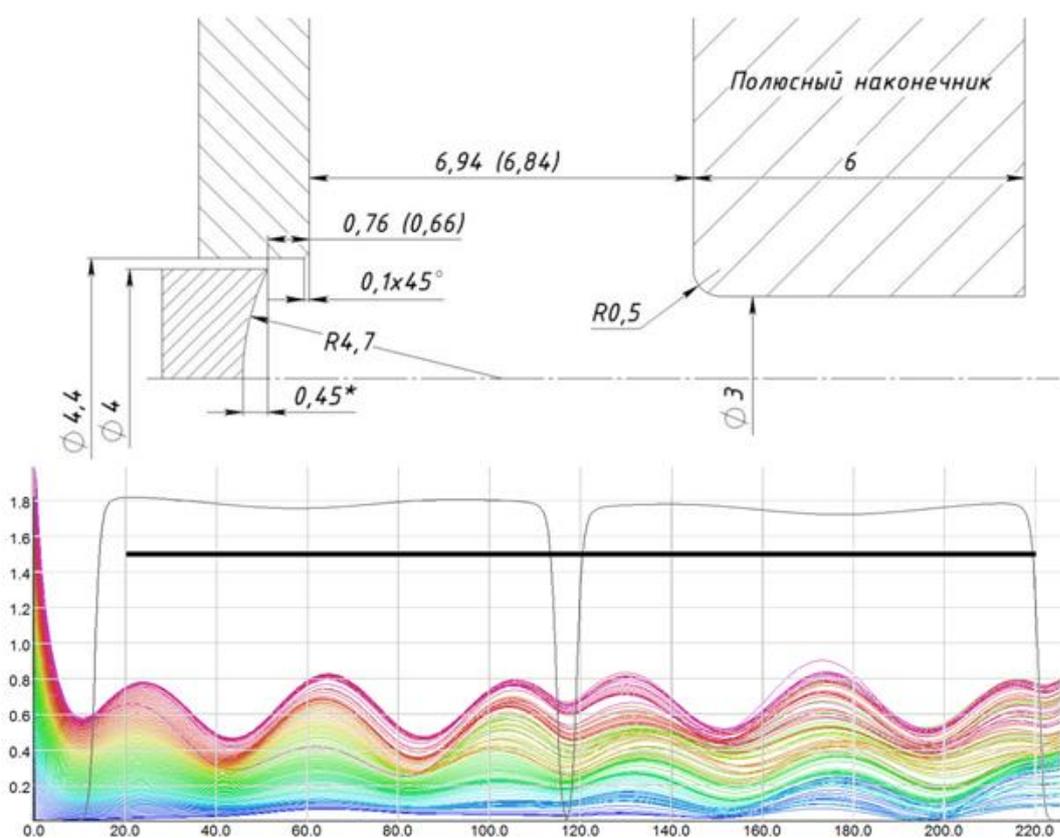


Рис.1. Эскиз парциальной пушки и результаты моделирования транспортировки парциального электронного луча в канале клистрона в магнитной фокусирующей системе

Результаты моделирования классической схемы клистрона привели к набору параметров так называемой упорядоченной группировки [2]: каждый, следующий за входным, резонатор настроен на более высокую частоту, предвыходной резонатор отстроен от центральной частоты вверх диапазона на максимальную величину, наибольшая длина пролета соответствует пролету между четвертым и пятым резонатором, что обеспечивает

необходимый рост второй гармоники конвекционного тока. Оптимальная добротность выходного каскада составила 90 единиц. В результате оптимизации были получены следующие результаты: КПД в режиме насыщения составил 65,3%, что хорошо соответствует известному предельному значению КПД клистронов при микропервансе на луч более 0.3. Моделирование производилось последовательно для 48, 64, 72 и 124 групп частиц с целью контроля точности результатов.

Следующим шагом для повышения КПД, предполагается использование резонаторов второй гармоники [1], что позволяет поднять расчетное значение КПД на 10 – 12%. Очевидно, однако, что в электронном потоке повышение амплитуд первой, второй и третьей гармоники возможно в пролетных пространствах, свободных от СВЧ полей. Анализ показал, что увеличение длины пролетной трубы между третьим и четвертым резонатором приводят к росту амплитуд трех гармоник конвекционного тока вплоть до оптимального значения, что позволило поднять КПД до 70.7%. Попытки дальнейшего улучшения электронного КПД не дали результата, при условии того, что модель сохраняет классическую структуру. Однако, величины амплитуд гармоник конвекционного тока уже являются предельно возможными [2], что позволяет говорить о достижении оптимальных параметров. Тем не менее, достижение оптимального гармонического состава не говорит о качестве сгустка, т.е. об энергетическом разбросе. В [2] предполагалось, что оптимум первой гармоники уже определяет минимальный разброс по энергии в сформированном сгустке. Численный анализ показал, что в данном случае вторая и третья гармоника конвекционного тока фактически вплоть до 4-го резонатора минимальна, и только последние пролеты поднимают амплитуду до значения 1,4...0,99. Для того чтобы обеспечить экспоненциальный рост уровня второй и третьей гармоники, четвертый резонатор был «отстроен» по частоте выше, чем предвыходной (инверсия частот). Кроме того, был использован «тейперинг» – по вычисленным значениям наведенного напряжения на зазорах были скорректированы значения угла пролета третьего, четвертого и пятого резонаторов, соответствующие торможению электронного потока. Результаты моделирования представлены на рис.2.

Прежде всего, обращает внимание то, что максимальные значения амплитуд гармоник тока для классического варианта настройки и предложенного «тейперинга» и инверсии резонаторов мало отличаются по абсолютному значению. Однако, вторая и третья гармоника существенно выше во всем пространстве взаимодействия. Это приводит к тому, что энергетический спектр пучка в зазоре выходного резонатора представляет собой, фактически, моноэнергетическое распределение, симметричное относительно некоторой средней скорости, в котором более 80% электронов имеют минимальный энергетический разброс, чего не наблюдается для классической схемы – спектр энергий не симметричен относительно центра сгустка. Расчет амплитудной характеристики показывает достижение КПД в нагрузку 74,5%.

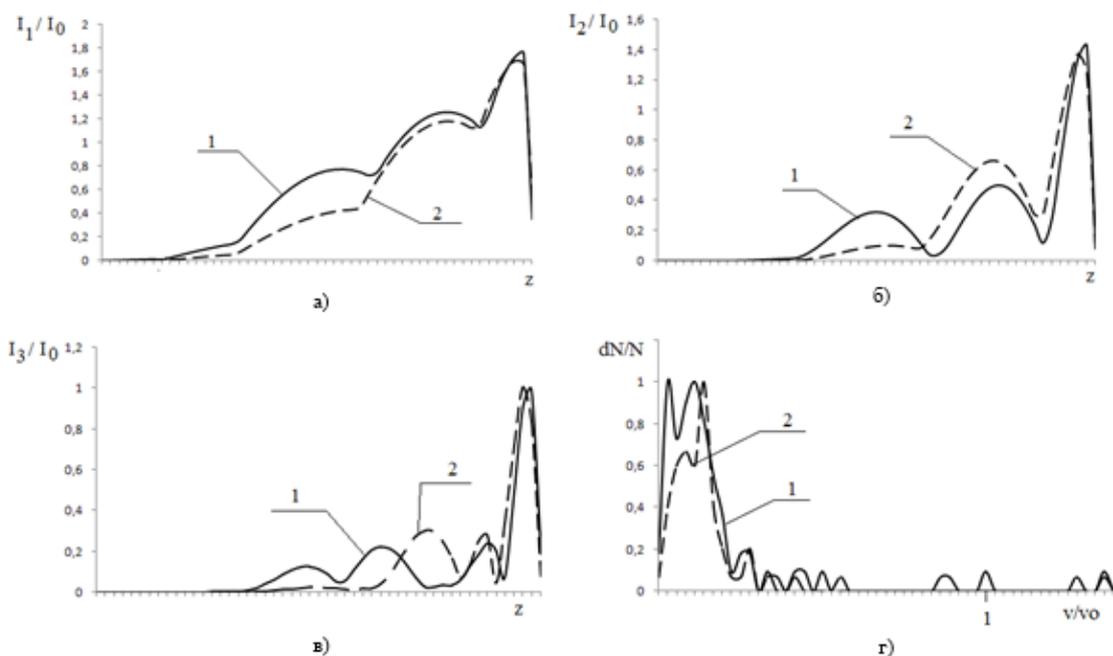


Рис.2. Результаты моделирования изменения формы первой а), второй б) и третьей в) гармоники конвекционного тока для классического (1) и инверсного (2) пространства взаимодействия. Энергетический спектр г) для классического (1) и инверсного (2) пространства взаимодействия.

Данный клистрон был изготовлен в АО «НПП «Торий» (КИУ-283) в рамках договора с КНР (рис.3).

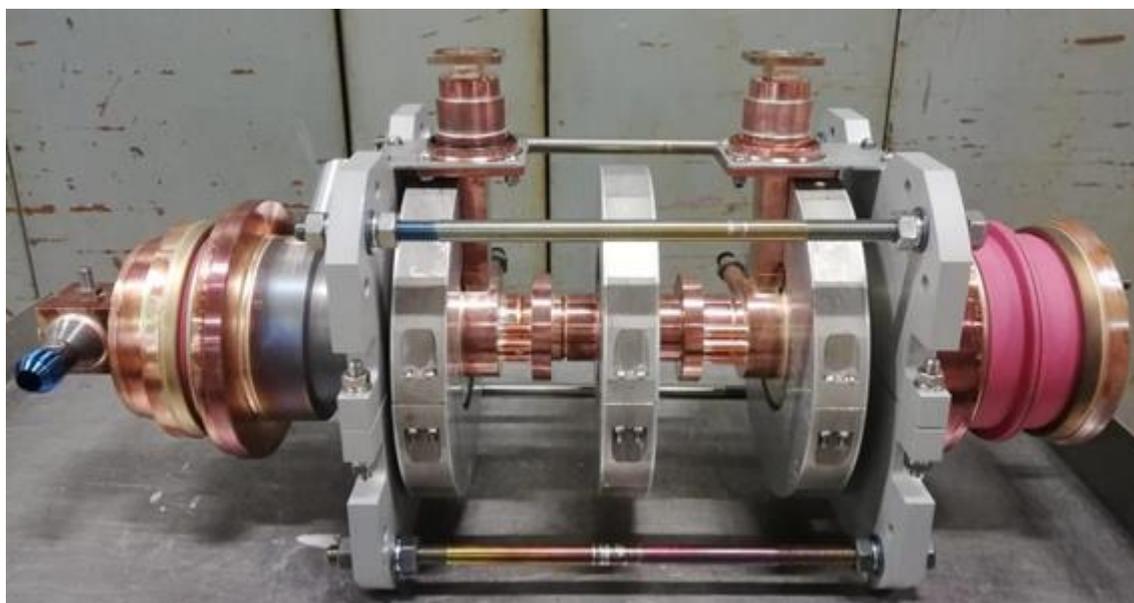


Рис.3. Внешний вид разработанного клистрона КИУ-283

На рис.4 представлены результаты сопоставления экспериментальных АХ и результатов моделирования на частоте 9300 МГц.

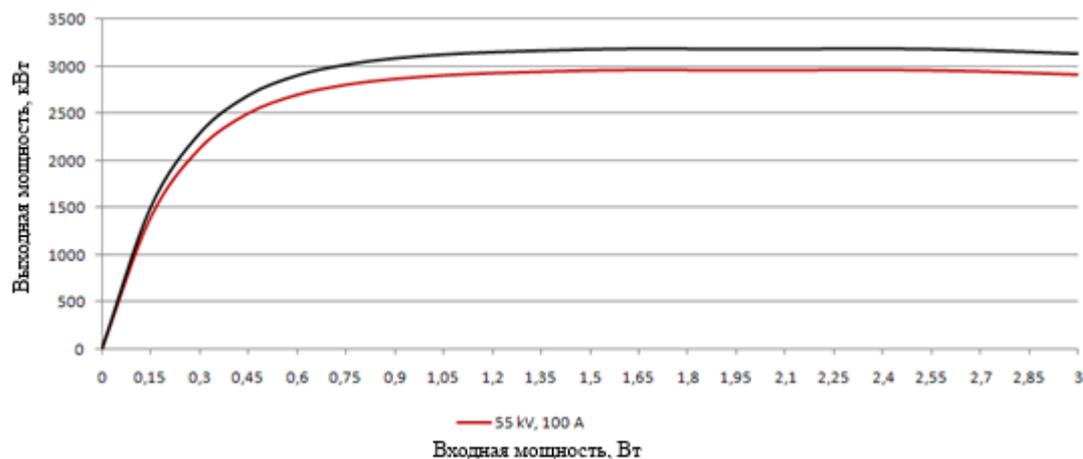


Рис.4. Амплитудная характеристика КИУ-283 на частоте 9.3 ГГц. Красная кривая – эксперимент, черная - моделирование

Экспериментальный КПД насыщения составил 57%, что удовлетворительно соответствует результату моделирования. На линейном и нелинейном участке АХ (до режима насыщения) относительная ошибка расчета не превосходит 3%. Увеличение погрешности моделирования в режиме насыщения до 12% связано с резким (до 50%) ухудшением динамического токопрохождения, т.е. с увеличением токооседания на резонаторный блок.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Многочисленные результаты повышения КПД МЛК, как правило, связанные с использованием резонаторов второй и третьей гармоники конструктивно не годятся для приборов в С- и X-диапазонах. В работе показано, что использование классического построения пространства взаимодействия с резонаторами только основной частоты, но при учете изменения фазы пролета пучка по мере торможения в пространстве взаимодействия, инверсии резонаторов, при которой наибольшую отстройку по частоте имеет один из промежуточных резонаторов, а не предвыходной, увеличение длин дрейфовых участков после группирующей секции клистрона, позволяет получить минимальный разброс скоростей в электронном сгустке.

По результату работы был создан 25-ти лучевой клистрон КИУ-283, с фокусировкой постоянными магнитами, с предельным КПД электроники 57%, выходной импульсной мощностью 3.0 МВт на частоту 9300 МГц, превышающий все известные мировые аналоги по совокупности технических характеристик.

ЛИТЕРАТУРА

1. Marchesin R., Beunas A., Thouvenin P. et al. // Proc. Conf. IVEC 2017, London, UK, 24-26 April 2017. N.Y.: IEEE, 2017, P. 217.
2. Кочетова В.А., Кучугурный В.И., Лебединский С.В. и др. // Предельные КПД клистронов: некоторые вопросы теории и эксперимент. РЭ, 1981, Т. XXVI, № 1., С. 139.
3. Malykhin A.V., Yakushkin E.P., Kononov A.V // Validation of klystrons development code – KLYS 4.5/Pros. IEEE 2003, pp. 101-102

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Д.А. Комаров – доктор технических наук, заместитель генерального директора – директор по научной работе АО «НПП «Торий», г. Москва.

Е.П. Якушкин – кандидат технических наук, начальник отдела разработки клистронов АО «НПП «Торий», г. Москва.

Ю.Н. Парамонов – кандидат технических наук, заместитель директора по научной работе АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: paramonov.yn@toriy.ru

С.В. Сурков – начальник лаборатории СВЧ измерений АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: surkov.sv@toriy.ru

В.М. Саблин – начальник лаборатории приборов с распределенным взаимодействием АО «НПП «Торий», г. Москва; e-mail: sablin.vm@toriy.ru

ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА ИСТОЧНИКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ЦКП «СКИФ»

В.В. Анашин, Г.А. Гусев, А.А. Жуков, А.А. Краснов, В.С. Кузьминых, П.А. Пиминов, А.М. Семенов

АННОТАЦИЯ

В статье рассмотрены ключевые решения, принятые за основу в проектировании вакуумной системы будущего источника синхротронного излучения ЦКП СКИФ (Кольцово, Новосибирская область, Россия). Основное внимание уделяется компромиссному использованию комбинированных сосредоточенных насосов вместе с распределенной откачкой на основе нераспыляемых геттеров (NEG). Дана оценка времени, необходимого для тренировки вакуумной камеры релятивистского пучка накопителя ЦКП СКИФ. Рассмотрены конструкции основных элементов вакуумной системы.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ, НЕРАСПЫЛЯЕМЫЙ ГЕТТЕР, НАКОПИТЕЛЬ, ИСТОЧНИК СИ

VACUUM SYSTEM OF SYNCHROTRON RADIATION LIGHT SOURCE SRF “SKIF”

V.V. Anashin, G.A. Gusev, A.A. Zhukov, A.A. Krasnov, V.S.Kuzminykh, P.A.Piminov, A.M. Semenov

ABSTRACT

The manuscript considers the key decisions taken as a basis in the the vacuum system design of the future synchrotron radiation source SRF “SKIF” (Koltsovo, Novosibirsk region, Russia). The focus is on the trade-off of using combined lumped pumps along with distributed pumping based on non-evaporable getters (NEG). An estimate of the time required for training the vacuum beam pipe of the SKIF storage ring is given. Designs of the main elements for the vacuum system are considered.

KEYWORDS

ULTRA-HIGH VACUUM, NON-EVAPORABLE GETTER, STORAGE RING, SYNCHROTRON RADIATION SOURCE

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время создается источник синхротронного излучения (СИ) поколения 4+ ЦКП «СКИФ» [1]. В основе лежит циклический накопитель электронов с энергией 3 ГэВ периметром 476 м и ультрамалым эмиттансом пучка 75 пм·рад. Накопитель состоит из 16 суперпериодов с длинными бездисперсионными промежутками (~ 6 м). Три промежутка предполагается использовать для инжекции и ВЧ-систем, а оставшиеся для постановки специализированных генераторов синхротронного излучения (вигглеров или ондуляторов). Кроме того, в каждом суперпериоде организуется 2 канала вывода СИ из поворотных магнитов: один с поворотного магнита с малым полем (0.5 Тл) для генерации ультрафиолета и мягкого рентгена, один из с поворотного магнита с большим полем (2 Тл) для жесткого рентгена. В накопителе будут работать 2 ВЧ системы: основная (357 МГц) для компенсации потерь энергий и гармоническая (1071 МГц) для удлинения сгустка. Полный ток 400 мА в

510 ступка (при полном заполнение сепаратрис с 10% разрывом). Предполагается инжекция на энергии эксперимента, благодаря чему будет поддерживаться постоянный циркулирующий ток пучка. В качестве инжектора будет использоваться 200 МэВ линейный ускоритель и бустерный синхротрон с периметром 150 м, который будет осуществлять ускорение пучка с 200 МэВ до 3 ГэВ. Частота инъекций – 1 Гц. Инжектор вынесен в отдельное здание и связан с накопителем длинным транспортным каналом. Накопитель и большой экспериментальный зал размещаются в одном здании на едином фундаменте. Несколько специализированных станций СИ выносятся в отдельностоящие здания.

Конструкции магнитооптической системы современных источников синхротронного излучения (СИ) с малым эмиттансом [2] существенно ограничивают доступную апертуру для вакуумных камер пучка. Поэтому распределенные вакуумные насосы на основе нераспыляемых геттеров (NEG), впервые примененные в вставных устройствах источника СИ ESRF [3], приобретают все большую популярность. Например, практически все вакуумные камеры пучка источников СИ MAX-IV [4] и SIRIUS [5] имеют тонкопленочное NEG покрытие. На практике такая система не нуждается в какой-либо тренировке под излучением. Это означает, что требуемый динамический (в присутствии пучка) сверхвысокий вакуум может быть достигнут сразу после активации NEG [3,6]. Но сама активация представляет собой процедуру прогрева при $180\div 200^{\circ}\text{C}$, для которой требуется демонтаж прецизионных магнитов (решение MAX IV) или пространство для установки нагревателей и теплоизоляции (решение SIRIUS) и большого количества механических компенсаторов с RF контактами. С другой стороны, разработанные в последние годы компактные комбинированные вакуумные насосы на основе картриджей NEG и магниторазрядных ионно-геттерных насосов [7], дают возможность вернуться к классической системе с сосредоточенными насосами, но размещенными на небольшом расстоянии; около одного метра или даже меньше.

Вакуумная система накопительного кольца СКИФ будет содержать как распределенные насосы, на основе покрытий NEG, так и сосредоточенные комбинированные насосы. Покрытие NEG будет использоваться в прямолинейных промежутках и в вставных устройствах с мало-апертурными камерами, работающих при комнатной температуре. Сосредоточенные насосы будут применяться в арках, составляющих 80% периметра накопителя и содержащих множество прецизионных магнитных элементов. Такое решение позволяет исключить процедуру прогрева в арках, и, следовательно, минимизировать количество механических компенсаторов – источников высокочастотных геометрических импедансов. Кроме того, применение большого количества ионно-геттерных насосов значительно снижают зависимость предельного вакуума (по сравнению с NEG) от суммарного уровня микро-течей, что существенно повышает надежность вакуумной системы в целом.

Предельные параметры накопителя СКИФ во многом будут зависеть от исполнения вакуумных камер пучка. Поэтому особое внимание уделяется подбору материалов для изготовления вакуумных элементов, конструкциям откачных портов и соединительных элементов для минимизации резистивных и геометрических импедансов. Система откачки должна обеспечивать разрежение на уровне $P_{\text{н}} = 3.3\text{E-}7$ Па (в азотном эквиваленте) для достижения «вакуумного» времени жизни пучка не менее 10 часов при номинальном токе $I_{\text{н}} = 0.4$ А.

ОЦЕНКА ВРЕМЕНИ ТРЕНИРОВКИ ПОД ИЗЛУЧЕНИЕМ

Геттерная пленка трансформирует поверхность вакуумных камер из источника десорбирующихся молекулярных потоков в поглотитель (сорбционный насос) молекул. Поэтому, как уже было отмечено, динамический сверхвысокий вакуум достигается сразу после прогрева (активации NEG) на всех участках с геттерным покрытием (примерно 20% периметра в случае накопителя СКИФ). Таким образом вопрос оценки времени тренировки внутренней поверхности под действием СИ, необходимого для достижения требуемого динамического уровня разрежения, актуален только для арочных участков СКИФ, где будут применены сосредоточенные комбинированные насосы.

На начальной стадии проектирования невозможно предугадать координаты доступных участков для подключения сосредоточенных насосов. Тем не менее, именно на начальной стадии проекта, необходимо с достаточной точностью определить количество и параметры насосов для формулирования задания на проектирование. Очевидно, что эквидистантное расположение одинаковых сосредоточенных насосов является наилучшим первым приближением. Кроме того, применяя диффузионную модель Кнудсена и допуская усреднение распределенного потока молекул со стенок вакуумной камеры, легко получить выражение для среднего квазиравновесного давления:

$$\hat{P} = \frac{qL^2}{12u} + P_s = \frac{qL^2}{12u} + \frac{qL}{S} = \frac{qL^2}{12u(1-k)},$$

где q [Па·л/м·с] – равномерно распределенная газовая нагрузка (десорбция молекул со стенок камеры), L [м] – расстояние между насосами, S [м³/с] – эффективная быстрота откачки порта с насосом, u [м⁴/с] – молекулярная проводимость камеры единичной длины, $k = P_s/\hat{P}$ коэффициент использования насосов (обычно 0.2...0.5), P_s – давление на входе насоса.

Интересно отметить, что варьирование расстоянием между насосами от 0.5L до 1.5L, при сохранении общего количества насосов, приводит к увеличению среднего давления в 1 ÷ 1.6 раза по сравнению со случаем эквидистантного расположения. Эффективность расположения насосов можно учесть, введя соответствующий коэффициент g :

$$\hat{P} = g \frac{qL^2}{12u(1-k)}. \quad (1)$$

В источниках СИ практически вся поверхность вакуумной камеры пучка подвержена воздействию интенсивного потока фотонов с энергиями, значительно превышающими энергию химических связей. Поэтому десорбция под действием СИ значительно превышает термодесорбцию. Сечение взаимодействия фотонов СИ с молекулами на 2÷3 порядка меньше, чем сечение неупругих электрон-молекулярных взаимодействий при энергиях электронов 20÷1000 эВ. Поэтому десорбция газа под действием синхротронного излучения происходит в два этапа: фотоны выбивают с облучаемой поверхности фотоэлектроны (на некоторой глубине от поверхности), которые, в свою очередь, могут привести к десорбции молекул газа с поверхности вакуумной камеры, причем как при вылете с поверхности, так и при попадании на нее. Кроме того, часть фотонов отражается и рассеивается по всей поверхности вакуумной камеры. В результате, даже в лабораторных экспериментах по изучению десорбции под действием СИ, так или иначе, участвует вся поверхность вакуумной камеры [8]. Это значительно затрудняет интерпретацию и сравнение полученных данных. Однако накопленный опыт позволяет выявить интегральные параметры этого сложного явления, необходимые для расчета и проектирования ускорителей.

Основной характеристикой десорбции под действием фотонов является среднее число молекул десорбированных одним фотоном η [молекул/фотон] – коэффициент фото-стимулированной десорбции. Тогда поток молекул со стенок можно записать как:

$$q = \eta \dot{\Gamma} / K, \quad (2)$$

где $\dot{\Gamma}$ – поток фотонов [фотон/(м·с)], $K \approx 2.4E20$ [1/(Па·м³)] – количество молекул в кубометре при комнатной температуре и давлении 1 Па.

Как правило, доминирующим десорбирующимся под действием СИ газом, является водород. Вторым по интенсивности является поток моно-оксида углерода (СО), составляющий 20 – 30 % от потока водорода. Но, поскольку сечение рассеяния релятивистских электронов пропорционально квадрату атомного номера, то доминирующим оказывается рассеяние на молекулах СО. Далее, для упрощения анализа, учитывается только парциальное давление СО.

Средний поток СИ, облучающий стенки вакуумной камеры накопителя СКИФ составляет $2E18$ [фотон/(м·с)] при номинальном токе электронного пучка 0.4А и энергии 3 ГэВ. Межполюсное расстояние в магнитных элементах 30мм. При технологическом зазоре 0.5мм и толщине стенок вакуумной камеры 1мм, внутренний диаметр составит 27мм. Таким образом, молекулярная проводимость по СО камеры единичной длины, составит:

$$u = \frac{\pi d^3}{12} \hat{v} = \frac{\pi d^3}{12} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}} \approx 0.0024 \left[\frac{M^4}{c} \right] \quad (3)$$

Прямой расчет показывает, что при среднем расстоянии между насосами 1 м, факторе $g = 1.6$, коэффициенте $k = 0.25$ и коэффициенте десорбции $5E-7$, среднее давление СО будет на требуемом уровне: $\approx 3E-7$ Па.

Известно, что начальные значения фото-десорбции могут быть на уровне 0.005 (для СО), т.е. значительно превышать требуемое значение $5E-7$. Однако интенсивность стимулированной десорбции уменьшается по мере накопления фотонной дозы по закону [9]:

$$\eta = \eta_0 \frac{1}{1 + \left(\frac{\Gamma}{\Gamma_{1/2}} \right)^\varepsilon}, \quad (4)$$

где η_0 – начальное значение коэффициента десорбции, Γ – фотонная доза [фотон/м], $\Gamma_{1/2}$ – фотонная доза [фотон/м], при которой коэффициент десорбции уменьшается в два раза от начального значения. При фотонных дозах $\Gamma > \Gamma_{1/2}$ коэффициент десорбции убывает по степенному закону с показателем степени ε . По многочисленным экспериментальным данным [9 - 19] показатель степени ε изменяется в пределах $2/3 \div 1$. Причем большим значениям ε соответствуют большие значения η_0 . Важно отметить, что при $\Gamma > \Gamma_{1/2}$ поток десорбированных молекул пропорционален $q \propto \dot{\Gamma}^{-\varepsilon} \dot{\Gamma} = \dot{\Gamma}^{1-\varepsilon}$. Т.е. зависимость от интенсивности фотонного потока оказывается весьма слабой даже при $\varepsilon=2/3$ (на различных участках, где фотонные потоки отличаются в 8 раз, газовая нагрузка будет отличаться всего в 2 раза). Кроме того, в гладкой камере, усреднению фотонного потока значительно способствует высокие значения коэффициентов отражения фотонов с энергиями < 1 КэВ при малых углах падения. Эти два обстоятельства в полной мере оправдывают принятое в данной статье усреднение потока десорбирующихся молекул со стенок вакуумной камеры, облучаемой прямыми, пере-отраженными, диффузно-рассеянными фотонами СИ, а также фотоэлектронами.

Анализ многочисленных экспериментальных данных [9 - 19], а также динамики давления в ВЭППЗ (ИЯФ СО РАН) при накоплении фотонной дозы до $3E25$ [фотон/м] [20], позволяет заключить, что при практически наихудшем значении $\varepsilon = 2/3$, требуемая степень тренировки (т.е. $\eta = 5E-7$) будет достигнута при накоплении фотонной дозы $1E25$ [фотон/м]. Для накопления такой дозы в СКИФ требуется не многим меньше двух месяцев непрерывной работы при номинальном токе 0.4 А. Очевидно, что в начале тренировки невозможно работать с номинальным током из-за интенсивной газовой нагрузки (короткого времени жизни). Для расчета реального времени, примем, что во время тренировки ток электронного пучка должен быть таким, чтобы радиационный фон, пропорциональный потерям релятивистских частиц за единицу времени, не превышал номинальное значение. Потери релятивистских частиц из-за рассеяния на остаточном газе пропорциональны их току и давлению остаточного газа. Соответственно, произведение $I \cdot P$ не должно превышать $I_n \cdot P_n = 1.3E-7$ [А·Па]. Тогда допустимый ток во время тренировки определяется соотношением: $I \cdot P = const = 1.3E-7$ [А·Па]. Это соотношение, с учетом: $\dot{\Gamma} = I \cdot 5E18$, и допущения $\Gamma \gg \Gamma_{1/2}$, позволяет проинтегрировать систему уравнений (1-4) и вычислить время тренировки накопителя СКИФ, необходимое для выхода на номинальный ток 0.4 А:

$$t \approx \frac{\Gamma_{1/2}}{5 \cdot 10^{18}} \cdot \frac{I_n^{\frac{1}{\varepsilon}-1}}{1-\frac{\varepsilon}{2}} \left[\frac{5 \cdot 10^{18}}{K} \cdot \frac{g \eta_0 L^2}{P_n \cdot 12u(1-k)} \right]^{\frac{1}{\varepsilon}} [c]$$

В таблице 1 приведены исходные данные для вычисления времени тренировки.

Таблица 1
Исходные данные для проведения тренировки

Параметр	Значение
Номинальный ток, I_n [А]	0.4
Номинальное давление по СО, P_n [Па]	$3.3E-7$
Средний номинальный поток СИ, $\dot{\Gamma}$ [фотон/(с·м)]	$5E18 \cdot I_n = 2E18$
Внутренний диаметр вакуумной камеры, d [м]	0.027
Молекулярная проводимость вакуумной камеры единичной длины по СО, u [$м^4/с$]	0.0024
Среднее расстояние между насосами, L [м]	1
Эффективность расположения насосов, g	1.6
Коэффициент использования насосов, k	0.25
Начальный коэффициент десорбции по СО, η_0 [молекула/фотон]	0.005
$\Gamma_{1/2}$ [фотон/м]	$1E19$
Показатель степени, ε	$2/3$

Расчет показывает, что время тренировки вакуумной камеры СКИФ, составляет около 2.5 месяцев, что является вполне приемлемым. Если допустить более жесткий режим тренировки, а именно: трехкратное превышение радиационного фона из-за потерь частиц на остаточном газе, то время тренировки возможно сократить примерно на 20%. В этом случае тренировка фактически разбивается на два этапа: выход на номинальный ток 0.4 А и давление СО $1E-6$ Па (примерно полмесяца) и выход на номинальное давление $3.3E-7$ Па при постоянном номинальном токе (примерно полтора месяца). Следует учитывать, что эти оценки получены при наиболее пессимистичном значении показателя степени в выражении (4). Отметим сильную зависимость времени тренировки от диаметра вакуумной камеры и среднего расстояния между насосами. Действительно, при $\varepsilon=2/3$, и учетом (3), получим:

$$t \propto \frac{L^3}{d^{4.5}}$$

Требование на эффективную быстроту откачки портов с насосами:

$$S = \frac{5 \cdot 10^{18} I_H \eta L}{k P_H K} \approx 0.055 \text{ м}^3/\text{с} = 55 \text{ л/с}$$

ОСНОВНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ВАКУУМНОЙ СИСТЕМЫ НАКОПИТЕЛЯ

Накопитель СКИФ поделен на 16 супер-периодов, каждый из которых состоит из 7-и гирдеров. Схема супер-периода накопителя показана на рис. 1. Среднее расстояние между вакуумными портами с насосами составляет примерно 1 м, общее количество портов – 24 шт.

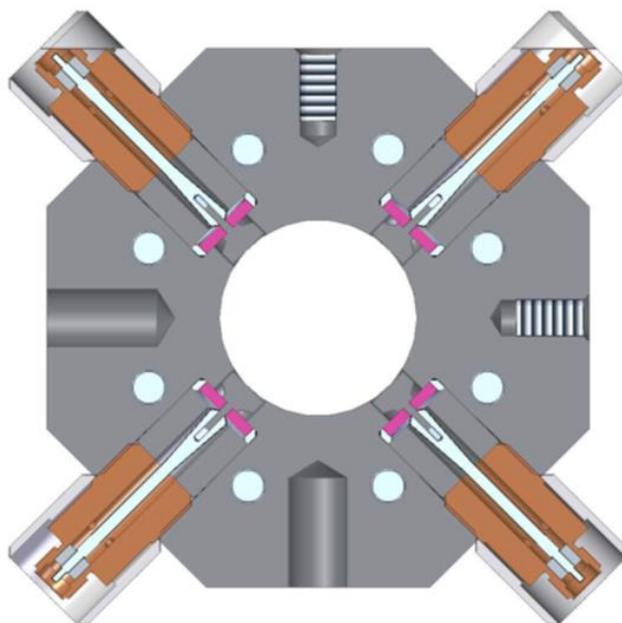


Рис.1. Схема суперпериода накопителя СКИФ

В порты откачки устанавливаются геттерные насосы в виде картриджей с нагревателями и ионно-геттерные насосы. В целом порт откачки образует комбинированный насос, являющийся модификацией насосов, предлагаемых в [7]. Эффективная скорость откачки порта по СО должна быть не менее 55 л/с при поглощении количества газа, составляющего до 80% от сорбционной емкости геттерного насоса. Сорбционная емкость по СО: не менее 0.1 Па·м³. Начальное значение быстроты откачки геттерного насоса должна составлять не менее 800 л/с по СО. Быстрота откачки ионно-геттерного насоса должна быть не менее 10 л/с по аргону.

Как уже было сказано, особое внимание уделяется подбору материалов для изготовления вакуумных элементов, конструкциям откачных портов и соединительных элементов для минимизации резистивных и геометрических импедансов. Ступеньки и щели во фланцевых соединениях и сильфонных узлах вакуумных камер, вследствие их большого количества, могут быть значительными источниками импедансов. Из этих соображений в

качестве фланцевого вакуумного соединения были выбраны фланцы конструкции Matsumoto-Ohtsuka (фланцы МО-типа) [21, 22]. Данное соединение успешно используется на коллайдере SuperKEKB в Японии. Схема фланцевых соединений вакуумных камер SuperKEKB показана на рис. 2 [23]. Исходя из схемы, видны основные преимущества данного типа соединений по сравнению с соединениями типа ConFlat: отсутствие щелей и ступенек, высокая проводимость по току между фланцем и уплотнением с внутренней стороны вакуумной камеры.

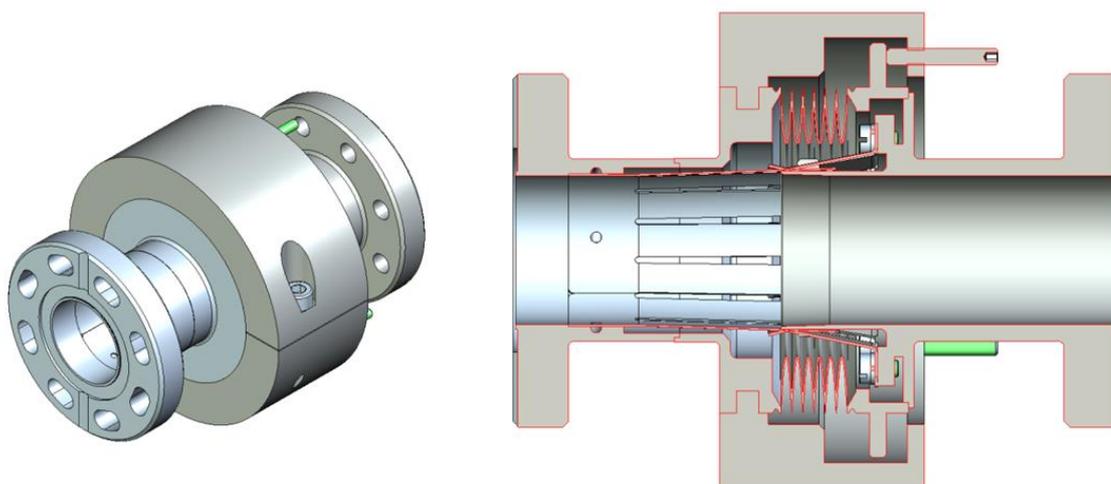


Рис.2. Схема фланцевого соединения конструкции Matsumoto–Ohtsuka

В качестве материала фланцев может использоваться алюминиевый сплав или нержавеющая сталь, материал уплотнения – медь или алюминиевый сплав. Для датчиков положения пучка возможен вариант применения титана в качестве материала фланцев. В случае необходимости прогрева фланцевого соединения материал крепежа должен быть согласован с материалом фланцев по коэффициенту температурного расширения (КТР). В накопителе SKIF применяются алюминиевые вакуумные камеры. Фланцы камер сделаны из алюминиевого сплава. Использование фланцев из нержавеющей стали для сварки с камерой потребует применения биметалла: нержавеющая сталь – алюминий, что экономически не выгодно. Крепеж из алюминиевого сплава требует более деликатного обращения (обязательное применение динамометрических ключей при затяжке) чем стандартный крепеж из нержавеющей стали. Поэтому для монтажа вакуумных камер был выбран стандартный крепеж. Но для компенсации разности КТР крепежа и фланцев были введены кольца из титана со стороны фланцев из алюминиевого сплава (см. рис.3).

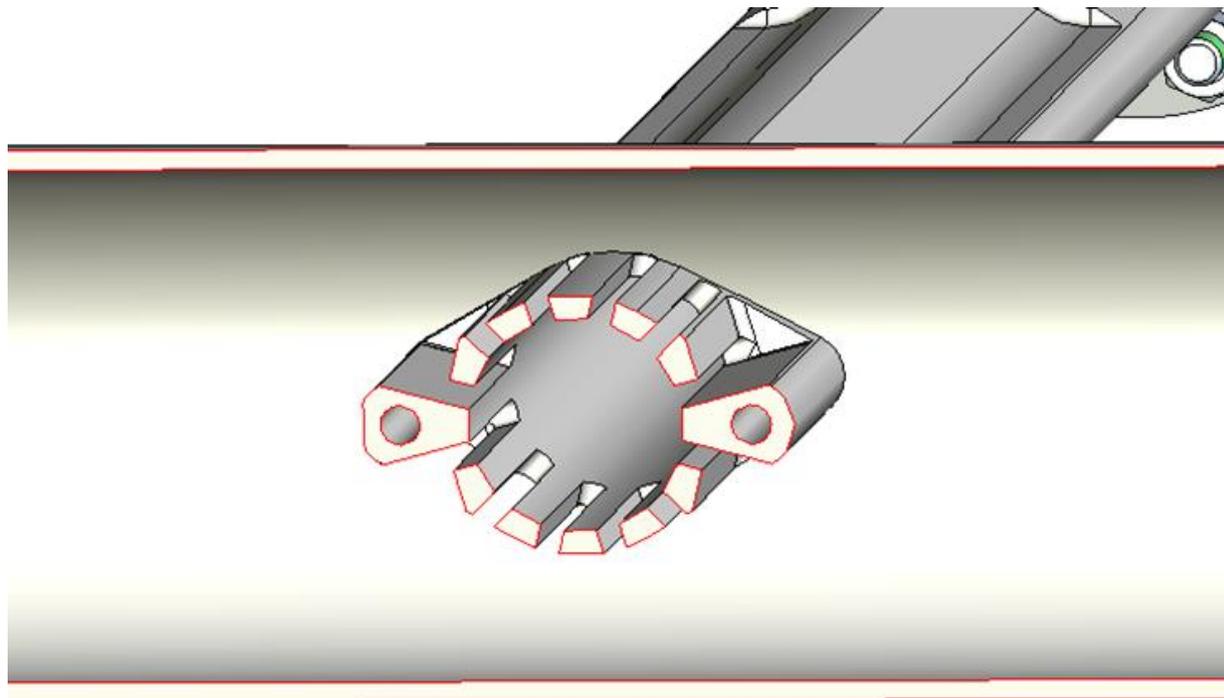


Рис.3. Схема конструкции фланцевого соединения вакуумной камеры накопителя СКИФ

В этом случае толщина фланца была уменьшена, чтобы с учетом кольца, общая толщина значительно не увеличивалась. Применение титановых колец позволяет использовать такие комбинации материалов фланцев как: алюминий – алюминий, нержавеющая сталь – алюминий, титан – алюминий. Рассчитать оптимальную толщину титанового кольца можно по формуле:

$$H_{Ti} = H_{Al} \frac{\alpha_{S.S.} - \alpha_{Al}}{\alpha_{Ti.} - \alpha_{S.S.}}$$

где H – толщина и α – КТР соответствующего материала, S.S. – нержавеющая сталь.

На рис. 4 показана вакуумная камера со стандартным откачным портом. Фланцы DN63 откачного порта имеют стандарт ConFlat, но выполнены из алюминиевого сплава. Фланцы имеют стандартный нержавеющий крепеж и, компенсирующее КТР, титановое кольцо. Данная вакуумная камера проходит через квадрупольный и секступольный магниты. К откачным портам подключается вакуумное оборудование: насосы, вакуумметры или анализаторы остаточных газов.

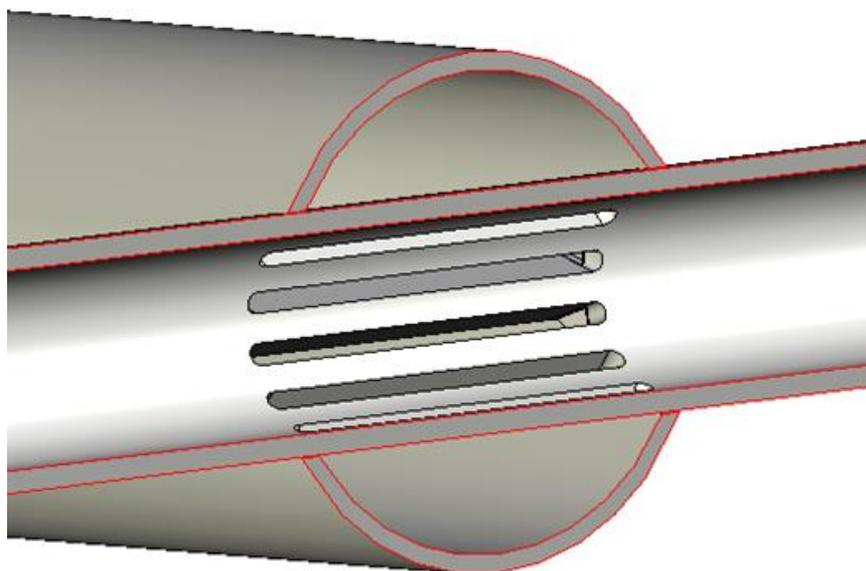


Рис. 4. Схема устройства вакуумной камеры со стандартным откачным портом

Основной профиль вакуумной камеры показан на рис. 5. Камера выполнена из алюминиевого профиля, полученного методом экструзии. Камера имеет два канала в горизонтальной плоскости. Один канал используется для водяного охлаждения, второй — может быть использован для прокладки нагревающего кабеля. В магнитных элементах основной профиль вакуумной камеры механически дорабатывается в соответствии с геометрией полюсов магнитных линз (см. рис. 6 и 7).



Рис. 5. Внешний вид основного профиля вакуумной камеры

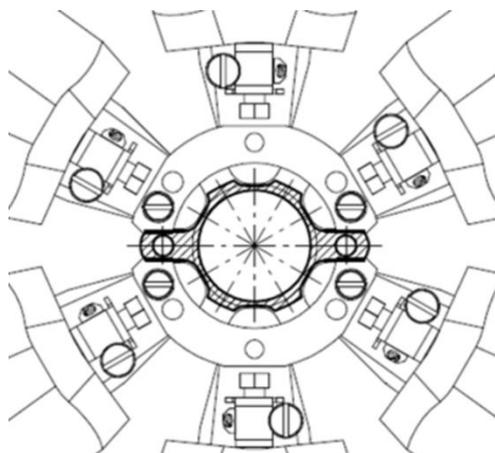


Рис. 6. Схема расположения профиля вакуумной камеры в квадрупольных магнитах

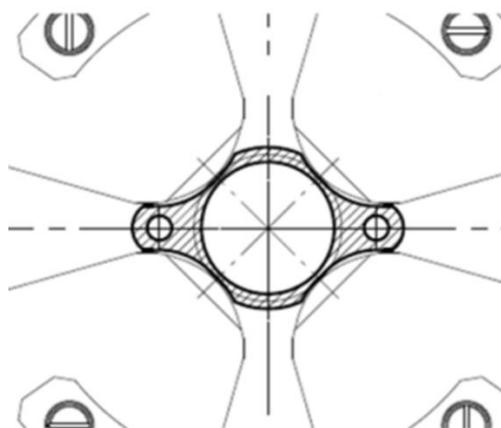


Рис. 7. Схема расположения профиль вакуумной камеры в секступольных магнитах

Между некоторыми магнитными элементами накопителя недостаточно пространства для размещения стандартных откачных портов. Для этих мест разработаны вакуумные камеры с малогабаритными откачными портами. Пример такой камеры показан на рис. 8.

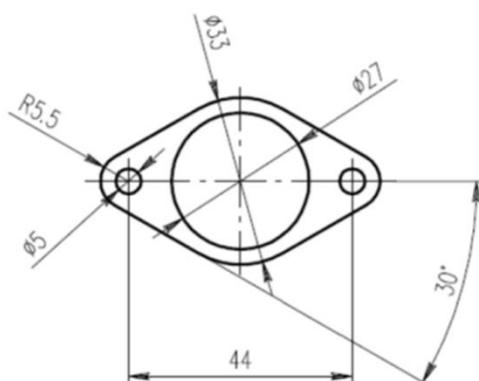


Рис. 8. Схема вакуумной камеры с малогабаритными портами откачки

Особое внимание уделяется месту стыковки вакуумной камеры с патрубком откачного порта. Вакуумная камера вместе с каналами охлаждения непрерывно проходят сквозь патрубок с сохранением своего профиля. Внутри патрубка в стенках пучковой камеры

сделаны отверстия овальной формы под откачку (см. рис. 9 и 10). Геометрия отверстий должна минимизировать вносимый импеданс.

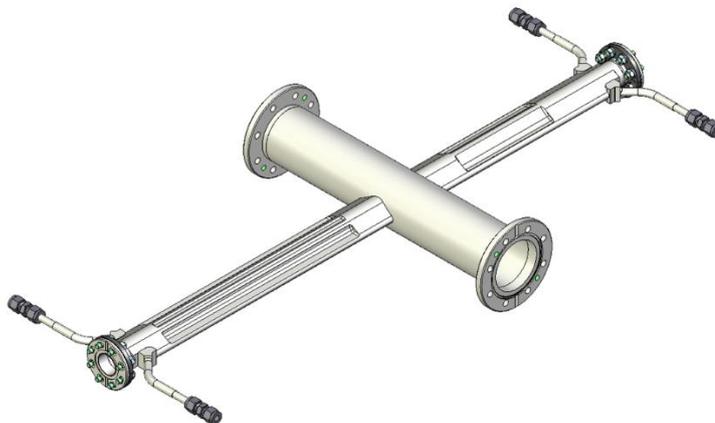


Рис.9. Внешний вид продольного сечения вакуумной камеры внутри патрубка откачного порта

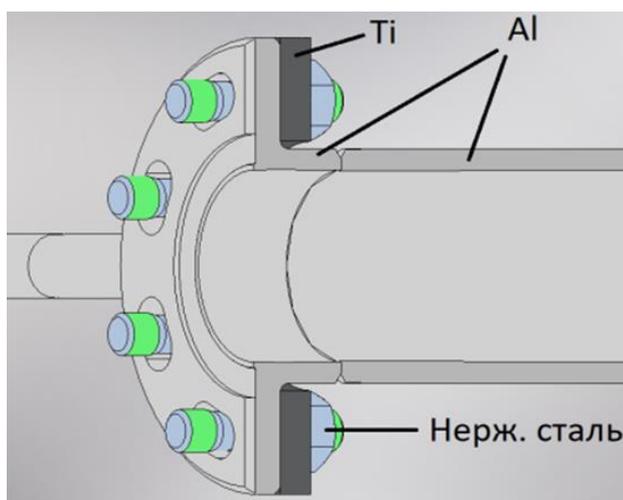


Рис.10 Схема поперечного сечения вакуумной камеры внутри патрубка откачного порта

Для компенсации температурных расширений, неточностей изготовления, возможности монтажа и выставки вакуумных камер применяются сильфонные механические компенсаторы с пониженным волновым сопротивлением. Внешний вид и конструкция компенсатора узла показаны на рис. 11. В конструкции применяется полосковый подпружиненный скользящий контакт. Для предотвращения выпадения полосок из рабочих мест применяются ограничители продольного и поперечного хода сильфона. Продольный ход составляет ± 5 мм.

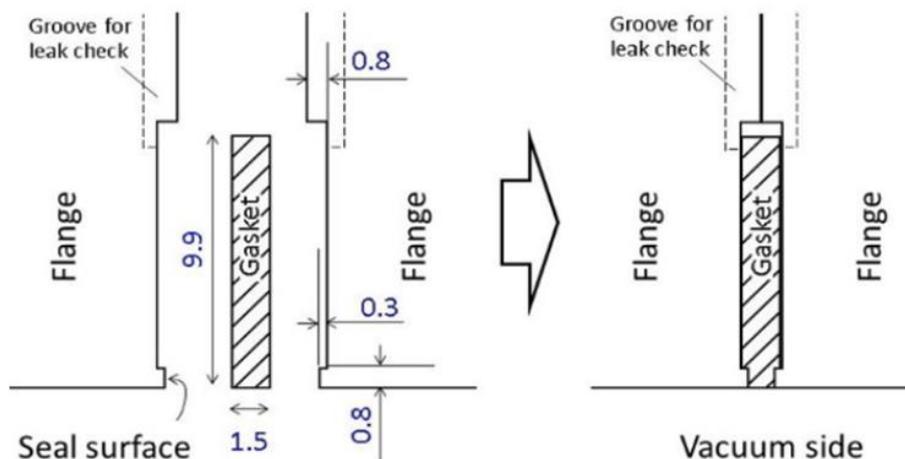


Рис. 11. Схема продольного сечения механического компенсатора

Количество механических компенсаторов в супер-периоде ввиду минимизации импеданса строго ограничено и составляет всего 2 штуки. Механические компенсаторы также устанавливаются между супер-периодами. Среднее расстояние между узлами составляет 8 м. В пределах данного расстояния установлено несколько камер с откачными портами и несколько датчиков положения пучка (ВРМ) между камерами. Откачные порты и ВРМ монтируются на выставочные опоры, позволяющие произвести точную регулировку поперечного положения установленных на них элементов. После регулировки опоры жестко фиксируются в поперечном направлении, а в продольном имеют свободный ход в пределах ± 5 мм. Данная конструкция обеспечивает подвижность в продольном направлении всей собранной вакуумной системы (с откачными портами и ВРМ) как единой цельной камеры в пределах между двумя механическими компенсаторами. Датчики положения пучка (см. рис. 12) изготавливаются из титана. Электроды впаиваются вместе с керамическими изоляторами непосредственно в корпус методом активной пайки твердым припоем.

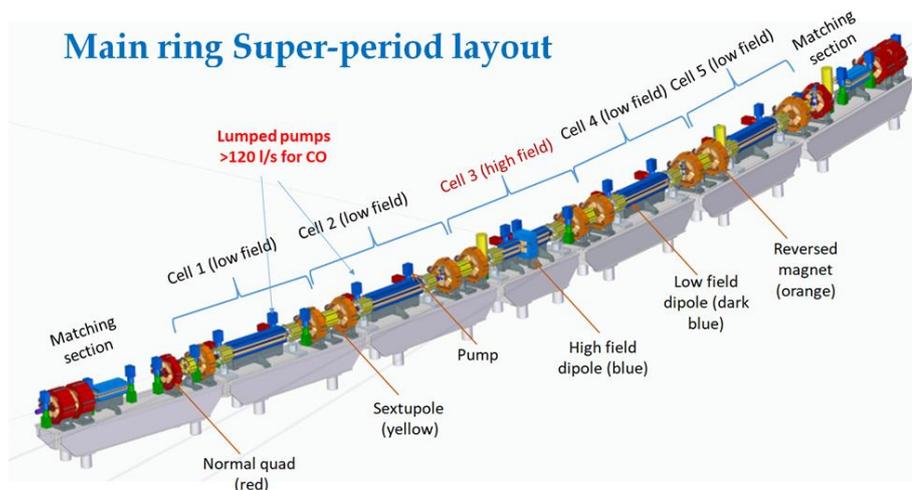


Рис. 12. Схема расположения датчика положения пучка (ВРМ) с паяными электродами

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана концепция вакуумной системы накопительного синхротрона СКИФ, позволяющая составить техническое задание на проектирование. Доказано, что при

среднем расстоянии между сосредоточенными портами откачки 1м в арках накопителя, необходимое время на тренировку вакуумных камер пучка составит не более 2.5 месяцев. Созданы модели основных элементов вакуумной системы, включая специализированные фланцевые соединения и диагностические устройства.

ЛИТЕРАТУРА

1. ЦКП «СКИФ» <https://srf-skif.ru/>
2. Развитие физики и технологии ускорителей заряженных частиц / Ред.-сост. Б.Ю. Шарков, И.Н. Мешков. — М.: РАН, 2021. — 140 с. ISBN 978-5-907366-27-5
3. R. Kersevan, Proc. EPAC 2000, Vienna, <http://accelconf.web.cern.ch/AccelConf/e00/PAPERS/THP5B11.pdf>.
4. Al-Dmour, E., Ahlback, J., Einfeld, D., Tavares, P. F. & Grabski, M. (2014). J. Synchrotron Rad. 21, 878–883. <https://www.webofscience.com/wos/woscc/full-record/WOS:000341687000005?SID=EUW1ED0CAFIsBDbsrKM8FCuL6daMs>
5. R.M. Seraphim, et al., Proc. of IPAC2015, p. 2744 (2015).
6. I.R. Collins, V.L. Ruzinov, O.B. Malyshev, V.V. Anashin, R.V. Dostovalov, N.V. Fedorov, A.A. Krasnov. A photodesorption study of a TiZrV coated stainless steel vacuum chamber" - EPAC-2002, Paris, France, June 2002, Proc. of EPAC-2002, pp. 2550-2552.
7. Официальный сайт фирмы SAES Getters <https://www.saesgetters.com/products-functions/products/neg-pumps%26vacuum-solutions>
8. Под ред. Г.Л.Саксаганского: Сверхвысокий вакуум в радиационно-физическом аппаратостроении – М.: “Атомиздат”, 1976.
9. А.А.Краснов Исследование и прогнозирование динамической плотности остаточных газов в вакуумных камерах современных ускорительно-накопительных комплексов”, – диссертация кандидата физико-математических наук, Новосибирск, 2012.
10. Oleg V. Malyshev. Vacuum in Particle Accelerators: Modelling, Design and Operation of Beam Vacuum. Wiley VCH, Germany (2019). ISBN-10: 3527343024, ISBN-13: 978-3527343027.
11. T.Kobari, H.J.Halama. Photon stimulated desorption from a vacuum chamber at the National Synchrotron Light Source. J. Vac. Sci. Technol. vol. 5 , Issue 4, pp. 2355 - 2358 (1987).
12. S. Ueda, M. Matsumoto, T. Kobary, T. Ikeguchi, M. Kobayashi, Y. Hori Photodesorption from stainless steel, aluminum alloy and oxygen free copper test chamber. Vacuum, vol. 41, N 7-9, pp. 1928-1930 (1990).
13. Honry J. Halama, Conrad L. Foerster. Comparison of photodesorption yields from aluminum, stainless and Cu-plated beam tubes. Vacuum, vol. 42, N 3, pp. 185-188 (1991).
14. C. L. Foerster et al., J. Vac. Sci. Technol., A13 (1995) 581.
15. O. Grobner, A.G. Mathewson, P.C. Marin. Gas desorption from an OFHC copper vacuum chamber by synchrotron radiation photons. CERN Report: CERN–AT-93-12-VA, 1993.
16. O. Gröbner et al., J. Vac. Sci. Technol., A12 (1994) 846.
17. N.Ota, K.Kanazawa, M.Kobayashi, H.Ishimaru. Outgassing from aluminum surface layer induced by synchrotron radiation. J. Vac. Sci. Technol. A14(4), 1996.
18. Y. Suetsugu and K. Kanazawa, Proc. PAC1993, Washington D.C., May 17-20 (1993) 3860.

19. Gao-Yu Hsiung, Chia-Mu Cheng, Reza Valizadeh. Measurement of the Photon Stimulated Desorption for Various Vacuum Tubes at a Beam Line of TLS, JACoW IPAC2022 (2022) ТНРОТК037, DOI: 10.18429/JACoW-IPAC2022-ТНРОТК037
20. С.И.Мишнев. ИЯФ СО РАН. Неопубликованные материалы.
21. Y. Suetsugu, M. Shirai, and M. Ohtsuka, "Application of a Matsumoto-Ohtsuka-type vacuum flange to beam ducts for future accelerators", J. Vac. Sci. Technol. A, vol. 23(6), pp. 1721-1727, 2005.
22. K. Shibata, Y. Suetsugu, T. Ishibashi, K. Kanazawa, M. Shirai, S. Terui, and H. Hisamatsu, "COMMISSIONING STATUS OF SuperKEKB VACUUM SYSTEM", High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 305-0817 Tsukuba, Ibaraki, Japan
23. http://mo-ohtsuka.co.jp/features_of_moflange.html

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

В.В. Анашин - кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; e-mail: v.v.anashin@inp.nsk.su

Г.А. Гусев – ведущий инженер-конструктор ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; e-mail: g.a.gusev@inp.nsk.su

А.А. Жуков – научный сотрудник ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Центр коллективного пользования Сибирский кольцевой источник фотонов Федерального государственного бюджетного учреждения науки ФИЦ «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», г. Новосибирск; e-mail: a.a.zhukov@inp.nsk.su

А.А. Краснов – кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск; Центр коллективного пользования Сибирский кольцевой источник фотонов Федерального государственного бюджетного учреждения науки ФИЦ «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», г. Новосибирск; e-mail: a.a.krasnov@inp.nsk.su

В.С. Кузьминых – старший научный сотрудник ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; e-mail: v.s.kuzminikh@inp.nsk.su

П.А. Пиминов – кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск; Центр коллективного пользования Сибирский кольцевой источник фотонов Федерального государственного бюджетного учреждения науки ФИЦ «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», г. Новосибирск; e-mail: p.a.piminov@inp.nsk.su

А.М. Семенов - кандидат технических наук, доцент; старший научный сотрудник ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск; Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск. e-mail: a.m.semenov@inp.nsk.su

**СЕКЦИЯ 3. СПЕЦИАЛЬНОЕ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ**

ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ С МОДИФИЦИРОВАННЫМИ МАГНЕТРОННЫМИ РАСПЫЛИТЕЛЬНЫМИ СИСТЕМАМИ

В.В. Одинок

АННОТАЦИЯ

Рассмотрено несколько конструкций технологических вакуумно - плазменных камер с планарными магнетронными распылительными системами, снабженными средствами дополнительной ионизации распыленного материала мишеней для металлизации глубоких отверстий и щелей при формировании контактов с заполнением высокоаспектных структур в микроэлектронике.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННАЯ КАМЕРА МАГНЕТРОННАЯ
РАСПЫЛИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА, МЕТАЛЛИЗАЦИЯ, ИОНИЗАЦИЯ

VACUUM-PLASMA EQUIPMENT WITH MODIFIED MAGNETRON SPUTTERING SYSTEMS

V.V. Odinokov

ABSTRACT

Several designs of technological vacuum-plasma chambers with planar magnetron sputtering systems equipped with means of additional ionization of the sprayed target material for metallization of deep holes and crevices during the formation of contacts with filling of high-aspect structures in microelectronics are considered.

KEYWORDS

VACUUM EQUIPMENT, VACUUM PLASMA CHAMBER MAGNETRON SPRAY SYSTEM,
METALLIZATION, IONIZATION

ВВЕДЕНИЕ

Для конформного покрытия высокоаспектных ступеней, щелей и отверстий используется магнетронное распыление с повышенной ионизацией распыляемого материала (Ionized physical vapor deposition - IPVD) [1]. Процессы IPVD реализуются с применением мощных магнетронов на постоянном (self-ionized plasma - SIP) и импульсном (high power impulse magnetron sputtering - HiPIMS) токах. Также IPVD процессы обеспечиваются введением дополнительных источников плазмы в виде СВЧ (ECR-MS) и ВЧ (ICP-MS) разрядов в области между мишенью магнетрона и пластиной. На рисунке 1 показано формирование межслойного контакта в глубокой щели элемента СБИС.

Операции формирования переходного контакта:

1. Обезгаживание и ВЧ очистка контакта (CuO)
2. Нанесение адгезионного слоя (Ti, Ta, TaN) (Рис.1.a)
3. ВЧ травление адгезионного слоя (Рис.1.b)
4. Нанесение барьерного слоя (Ti, TiN, Ta, TaN) (Рис.1.c)
5. ВЧ травление барьерного слоя (Рис.1.d)

6. Нанесение «зародышевого слоя» Cu (Рис.1.е)
7. Гальваническое заполнение отверстий (Рис.1.е)
8. Химико-механическое удаление Cu с поверхности

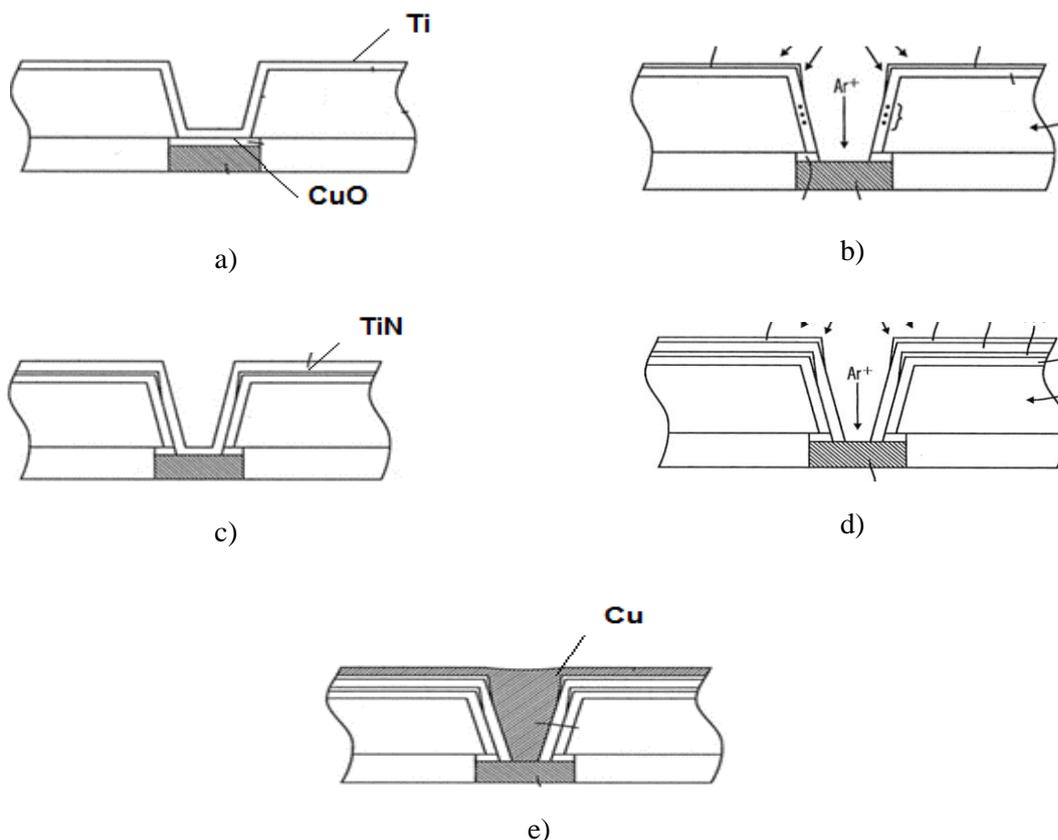


Рис. 1. Схема формирования межслойного контакта в глубокой щели элемента СБИС

С увеличением степени интеграции СБИС увеличивается отношение глубины к ширине траншей разводки и диаметру сквозных отверстий. Обычный метод магнетронного распыления не обеспечивает надежную металлизацию высокоаспектных структур. В этом случае распыленный материал мишени осаждается равномерно по плоской поверхности пластины и на дно траншей и отверстий не проникает. Образуются так называемые пленочные «козырки» (Рис. 2 а). Эти нависающие пленочные козырки необходимо распылять ионами аргона из плазмы ВЧ-разряда, создаваемого над поверхностью пластины.

Для заполнения дна и боковых поверхностей, траншей и отверстий необходимо направленное осаждение распыленного ионизированного материала мишени.

Для их заполнения разрабатываются реакторы с дополнительной ионизацией распыляемого материала (Рис. 2 b), которые обеспечивают заполнение глубоких отверстий $AR > 10$.

Направлением движения ионизированных частиц в вакууме можно управлять магнитным полем. Положительно заряженные частицы в основном движутся вдоль силовых линий магнитного поля в направлении к отрицательному электроду.

В плазме магнетронного разряда ионизации подвергаются 5-10% распыленного материала мишени. Этого недостаточно для эффективного использования распыленного материала для направленного осаждения и заполнения высокоаспектных структур СБИС.



Рис. 2. Схема осаждения с использованием нейтральных атомов мишени (а) и ионов материала мишени (б)

На рис.3 показаны системы нанесения пленок в вакууме методом дугового испарения и магнетронного распыления, которые в разной степени обеспечивают ионизацию материала мишеней.

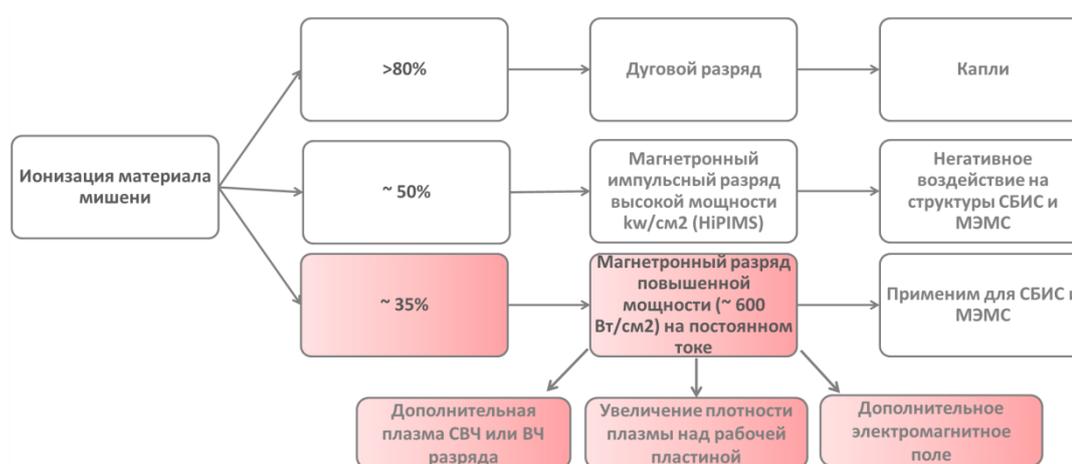


Рис.3. Классификация способов нанесения пленок в вакууме методом дугового испарения и магнетронного распыления с точки зрения ионизации наносимого материала

Испарение материала мишени дуговым разрядом в вакууме обеспечивает наибольшую ионизацию материала мишеней (более 80% для тугоплавких металлов). Однако данный метод нанесения пленок не приемлем для микроэлектроники из-за наличия капельной фазы в испаряемом потоке материала мишеней [2,3].

Использование импульсного разряда высокой мощности в магнетронных системах распыления (HiPIMS) обеспечивает высокую ионизацию распыленного материала (~50%) и может применяться для простых ИС. На более сложные структуры СБИС негативно воздействуют высокие энергии ионизированных частиц, распыленных в этих магнетронных распылительных системах.

Наиболее перспективным методом металлизации СБИС является использование магнетронного разряда повышенной мощности на постоянном токе с дополнительными средствами ионизации распыленного материала. Для этого необходимо в промежутке между мишенью магнетронного устройства и поверхностью рабочей пластины размещать

средства создания ВЧ или СВЧ разряда или создавать дополнительные электромагнитные поля, а на рабочем электроде с пластиной создавать плазму разряда, которая способствует активной ионной бомбардировке углублений в структурах СБИС.

На рисунке 4 приведены схемы рабочих вакуумно-плазменных камер с модифицированными магнетронными распылительными системами, в которых распыленные атомы и молекулы материала мишеней подвергаются дополнительной ионизации при движении к поверхности пластин. Наиболее эффективно ионизации подвергается распыленный материал мишеней в ВЧ-индукторе.

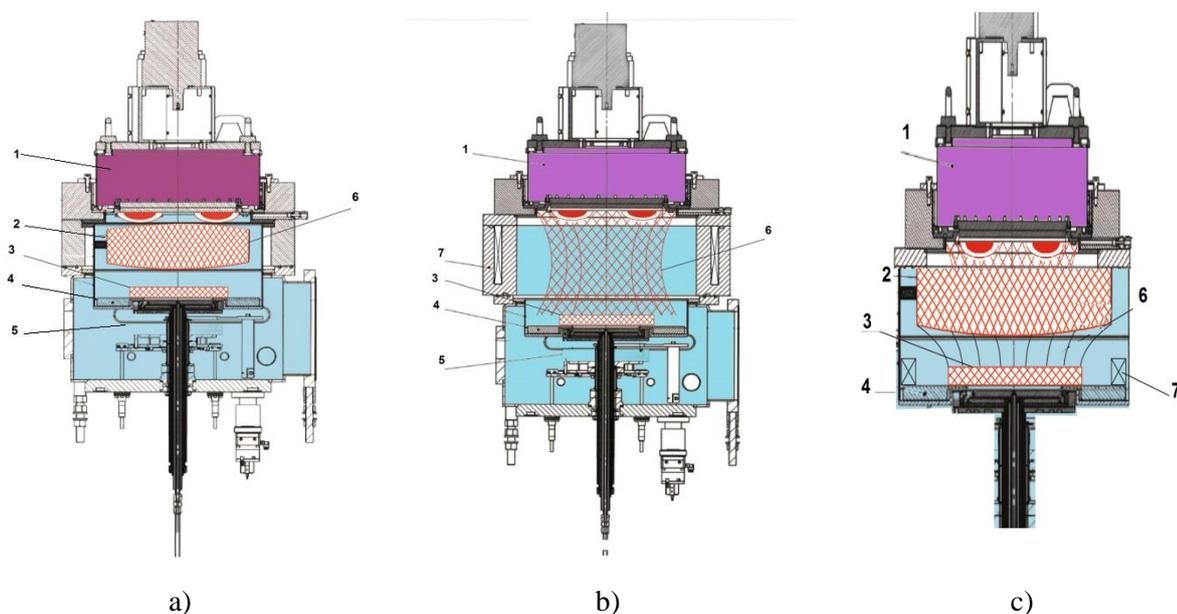


Рис. 4. Схемы рабочих вакуумно-плазменных камер с модифицированными магнетронными распылительными системами: а) - рабочая камера с ВЧ-индуктором, б) - рабочая камера с соленоидом, с) - рабочая камера с ВЧ-индуктором и соленоидом в плоскости рабочего стола в пластинах

Дополнительной ионизации материал мишеней можно осуществлять с использованием электромагнитного поля от соленоида. В этом случае ионизированные частицы дополнительно имеют направленное движение вдоль силовых линий электромагнитного поля к поверхностям пластин. С наибольшим эффектом ионизация распыленного материала мишеней и направленного его осаждения в углублениях пластин осуществляется при использовании ВЧ-индуктора и электромагнитного поля от соленоида, расположенного в плоскости расположения рабочего стола с пластиной

ВЫВОДЫ

Рассмотренное вакуумно-плазменное оборудование с различными магнетронными распылительными системами, обеспечивающими дополнительную ионизацию распыленного материала мишеней, могут быть использованы для металлизации СБИС с высокой степенью интеграции с обеспечением конформного покрытия высокоаспектных щелей и отверстий в технологии их изготовления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Norwood J. Ionized physical vapor deposition of integrated circuit interconnects. J. Phys. Plasmas, 1998, v. 5, pp. 1624-1631.
2. Кузьмичёв А. И., Бабинов Н. А., Лисенков А. А. Плазменные эмиттеры источников заряженных и нейтральных частиц. Киев, Аверс, 2016.
3. Потоки частиц и массоперенос в вакуумной дуге : Обзор по данным отеч. и зарубеж. печати за 1931-1983 гг. / [И. И. Аксенов, В. М. Хороших]. - М. : ЦНИИАтоминформ, 1984. - 57 с

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ

Одинокое В.В. – доктор технических наук, профессор, заместитель генерального директора по науке АО НИИТМ, г. Москва, г. Зеленоград.

МАГНЕТРОН С СЭНДВИЧ МИШЕНЬЮ. ОСНОВЫ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ РЕАКТИВНОГО РАСПЫЛЕНИЯ

В.И. Шаповалов

АННОТАЦИЯ

В работе представлена неизотермическая физико-химическая модель для реактивного распыления сэндвич мишени, содержащей на одной оси две пластины, изготовленные из разных металлов. Новую модель описывает система, включающая четырнадцать алгебраических уравнений, которая в частных случаях одиночной холодной или горячей мишени упрощается до восьми уравнений. С помощью разработанной модели был выполнен анализ реактивного распыления сэндвич мишени, предназначенной для осаждения пленок бинарного твердого раствора оксидов $Ti_xTa_{1-x}O$.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

РЕАКТИВНОЕ МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, СЭНДВИЧ МИШЕНЬ, МОДЕЛЬ, ОКСИД ТАНТАЛА, ОКСИД ТИТАНА, ТВЕРДЫЙ РАСТВОР ДВУХ ОКСИДОВ

MAGNETRON WITH SANDWICH TARGET. BASES OF THE PHYSICO-CHEMICAL MODEL OF REACTIVE SPUTTERING

V.I. Shapovalov

ABSTRACT

The paper presents a non-isothermal physicochemical model for reactive sputtering of a sandwich target containing two plates made of different metals on the same axis. The new model is described by a system that includes fourteen algebraic equations, which in particular cases of a single cold or hot target is simplified to eight equations. The developed model was used to analyze the reactive sputtering of a sandwich target intended for the deposition of films of a binary solid solution of $Ti_xTa_{1-x}O$ oxides.

KEYWORDS

REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING, SANDWICH TARGET, MODEL, TANTALUM OXIDE, TITANIUM OXIDE, DOUBLE SOLID SOLUTION OF OXIDES

ВВЕДЕНИЕ

В течение последних десяти лет много внимания уделено пленкам простых соединений (оксиды, нитриды, карбиды металлов и др.) [1], [2] и их твердым растворам [3]. Наиболее часто для их осаждения применяют реактивное магнетронное распыление. Причем для осаждения твердых растворов обычно применяют метод со-распыления, в котором применяют два магнетрона с мишенями из разных металлов [4]. Развитие технологии реактивного магнетронного распыления привело к появлению новых типов распыляемых узлов. Для осаждения пленок одиночных оксидов активно исследуют магнетроны с горячей мишенью [5]. Пленки твердых растворов осаждают с помощью магнетрона, оснащенного узлом, названным сэндвич мишень [6].

Процессы реактивного распыления обладают существенной нелинейностью, ведущей к неустойчивости. Наличие сложных нелинейных связей между управляемыми и зависимыми переменными затрудняют разработку методики оптимального управления

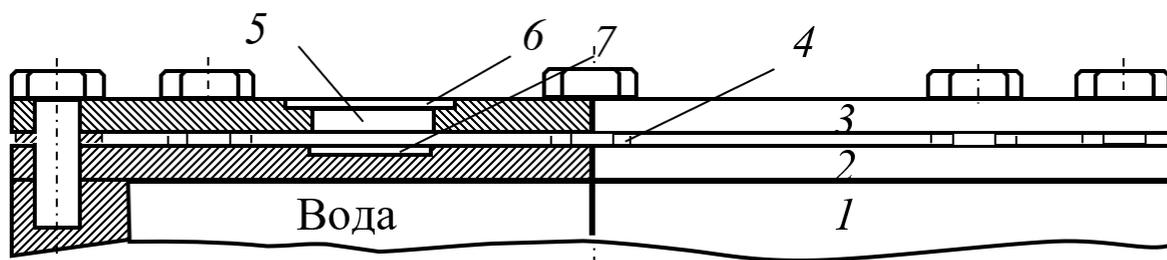
процессом осаждения пленок. Для преодоления этих трудностей и углубления понимания физической сути реактивного распыления необходимо проведение тщательных теоретических и экспериментальных исследований.

В течение многих лет специалисты разных стран работают над созданием моделей реактивного распыления. Статья [7] открыла серию работ по развитию общей изотермической модели реактивного распыления одиночной холодной мишени. Модель была основана на хемосорбции. Позднее нами была предложена неизотермическая модель, основанная на химической реакции [8], которая получила развитие в статьях [9]–[11].

Цель данной работы состояла в разработке модели реактивного распыления сэндвич мишени путем применения в ней основных допущений неизотермической физико-химической модели реактивного распыления одиночной горячей мишени [11].

ОПИСАНИЕ МОДЕЛИ

Сэндвич мишень (рис. 1) содержит на одной оси внутреннюю охлаждаемую пластину 2, изготовленную из металла M_1 , и внешнюю пластину 3, изготовленную из металла M_2 . Вся конструкция жестко скреплена болтами с корпусом магнетрона 1 и размещена в газовой смеси плазмообразующего аргона Ar и реактивного газа X_2 . Между пластинами установлены шайбы 4, обеспечивающие зазор между ними.



1 – корпус магнетрона; 2 – внутренняя пластина; 3 – внешняя пластина; 4 – шайбы; 5 – прорезы; 6 – зона распыления внешней пластины; 7 – зона распыления внутренней пластины

Рис. 1. Схема устройства сэндвич мишени

При включении магнетрона на поверхности внешней пластины начинает формироваться зона эрозии 6, имеющая форму кольца с площадью A . За счет прорезей 5, выполненных в этой зоне в виде отверстий, имеющих суммарную площадь A_{sl} происходит распыление внутренней пластины. Независимо можно изменять ток разряда, поток реактивного газа, вводимого в вакуумную камеру, площадь прорезей и давление аргона.

Внутренняя пластина работает в холодном режиме и область 7 с площадью $A_{t1} = A_{sl}$ на ее поверхности является источником потоков металла M_1 и соединения $M_{1m_1}X_{n_1}$. Внешняя пластина может быть разогрета ионным током вплоть до температуры плавления, которая недопустима в конструкции на рис. 1. Часть ее площади A_{t2} является источником потоков металла M_2 и соединения $M_{2m_2}X_{n_2}$. За счет выбора независимых параметров процесса можно устранить потоки металлов. Тогда на подложке будет формироваться пленка твердого раствора $M_{1m_1}X_{n_1} + M_{2m_2}X_{n_2}$.

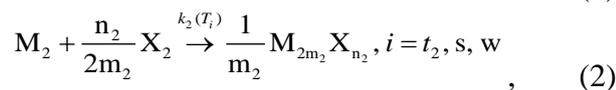
Физическую модель представим с помощью нескольких допущений.

1. Вакуумная камера содержит: распыляемый узел с внутренней и внешней пластинами, расположенными на одной оси, подложку и стенку. Площади этих элементов

обозначим через A_{t_1} , A_{t_2} , A_s и A_w (или A_i , $i = t_1, t_2, s, w$), соответственно. У внешней пластины будем учитывать только ту область, которая подвержена интенсивной обработке потоком ионов. Она имеет форму кольца, геометрические размеры которого задает магнитное поле. Во внешней пластине изготовлены прорезы с площадью A_{sl} (slit). Обозначив площадь кольца через A , зададим распыляемую площадь внешней пластины в виде разности $A_{t_2} = A - A_{sl}$. В относительных единицах эта площадь равна $A_{t_2}/A = (A - A_{sl})/A = 1 - A_{sl}/A = 1 - \delta_{sl}$. Тогда площадь распыляемой области внутренней пластины в этой конструкции задается равенством $A_{t_1} = A_{sl}$, а ее относительная величина равна $A_{t_1}/A = A_{sl}/A = \delta_{sl}$.

2. При синтезе пленки температуры поверхностей T_{t_1} , T_{t_2} , T_s и T_w (или T_i , $i = t_1, t_2, s, w$) различны, а температура газовой среды T_0 равна температуре стенки T_w . Для описания T_{t_2} используем эффективную величину, которая получена в результате усреднения распределения по всей поверхности пластины [6].

3. На выделенных поверхностях могут протекать две химические реакции:



где m_j и n_j ($j = 1, 2$) – стехиометрические коэффициенты (не путать с обозначением массы m).

В (1) и (2) через $k_j(T_i)$ ($j = 1, 2$) обозначены константы скорости реакций по Аррениусу, имеющие размерность плотности потока:

4. Плотность тока разряда равна

$$j = j_{t_1} + j_{t_2} \quad (3)$$

В (3) компоненты тока разряда j_{t_1} и j_{t_2} , относящийся к внутренней и внешней пластинам, соответственно, задается долей площади прорезей $\delta_{sl} = A_{sl}/A$ в распыляемой области внешней пластины:

$$\begin{aligned} j_{t_1} &= \delta_{sl} j \\ j_{t_2} &= (1 - \delta_{sl}) j \end{aligned}$$

5. Нагревание внешней пластины сопровождается двумя процессами, которые необходимо учесть в модели:

- термоэлектронную эмиссию, которую задает закон Ричарсона-Дэшмана;
- испарение, при котором плотность потока частиц задает формула Герца-Кнудсена.

6. Допустим, что в самом общем случае в стационарном состоянии:

- относительная часть θ_{t_1} распыляемой поверхности внутренней пластины A_{t_1} покрыта соединением $M_{1m_1} X_{n_1}$. Остальная часть $(1 - \theta_{t_1})$, представляющая собой чистый металл M_1 . Распыленный с поверхности пластины поток включает потоки J_1 (атомы чистого металла M_1) и J_{n1} (молекул $M_{1m_1} X_{n_1}$);

- относительная часть θ_{t_2} распыляемой поверхности внешней пластины A_{t_2} покрыта соединением $M_{2m_2}X_{n_2}$. Остальная часть $(1 - \theta_{t_2})$, представляющая собой чистый металл M_2 . Поток, который генерирует внешняя пластина, тоже включает атомы чистого металла M_2 (поток J_2) и молекулы $M_{2m_2}X_{n_2}$ (поток J_{n2});

- за счет потоков, которые генерируют пластины, и реакций (1) и (2) на i -й поверхности ($i = s, w$) формируется твердый раствор $M_1 + M_2 + M_{1m_1}X_{n_1} + M_{2m_2}X_{n_2}$. Представим его на каждой поверхности в виде четырех областей с относительными площадями $\theta_{i_1}, \theta_{i_1}, \theta_{in_1}$ и θ_{in_2} , содержащими металлы M_1, M_2 и соединения $M_{1m_1}X_{n_1}$ и $M_{2m_2}X_{n_2}$, соответственно. При этом очевидно, что $\theta_{i_1} + \theta_{i_2} + \theta_{in_1} + \theta_{in_2} = 1$.

7. Поверхности A_i потребляют реактивный газ на поддержание реакций (1) и (2). Обозначим потоки, падающие на i -ю поверхность ($i = t_1, t_2, s, w$) и участвующие в формировании j -го соединения ($j = 1, 2$), через Q_{ij} .

К независимым факторам отнесем величины j, Q_0 и δ_{sl} .

В предложенной физико-химической модели были выделены две группы процессов:

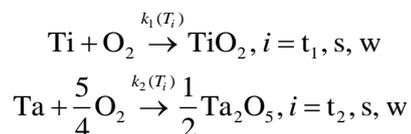
- на поверхностях распыляемого узла, стенки и подложки, где конкурируют синтез пленок соединений $M_{jm_j}X_{nj}$ ($j = 1, 2$) и их удаление;
- в газовой среде, где происходит перенос молекул реактивного газа X_2 .

Для аналитического описания предложенной модели была разработана система алгебраических уравнений, описывающая две группы процессов. К ним относятся кинетика процессов, протекающих на всех поверхностях (шесть уравнений). Вторую группу составили потоки реактивного газа, падающие на все поверхности (шесть уравнений). Кроме этого, были учтены поток газа, который откачивает высоковакуумный насос, и уравнение баланса газовых потоков.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В работе предложенная модель с ее аналитическим описанием была использована для изучения реактивного магнетронного распыления сэндвич мишени, предназначенной для осаждения пленок бинарного твердого раствора оксидов TiO_2 и Ta_2O_5 , химическую формулу которого можно записать в виде $Ti_xTa_{1-x}O$. Такие пленки представляют интерес для использования во многих областях техники [12]. Распыляемый узел в этом случае содержит внутреннюю титановую и внешнюю танталовую пластины.

В поставленной задаче реакции (1) и (2) принимают вид



Решая систему уравнений, описывающую модель, можно получить совокупность зависимостей, отражающих различные процессы, протекающие при реактивном распылении. К ним относятся зависимость от Q_0, j и δ_{sl} парциальное давление кислорода, доли различных поверхностей, покрытых оксидами, и различные потоки кислорода.

Для решения системы уравнений был использован пакет MATLAB. Для примера на рис. 2а показаны основные зависимости

$$p = f(Q_0) \Big|_{j=\text{const}, \delta_{sl}=\text{const}}$$

Судя по сдвигу влево этих кривых, они отражают изменение режимов работы внешней танталовой пластины. Сдвиги возникают из-за уменьшения плотности тока разряда на внешней пластине при увеличении относительных размеров прорезей δ_{sl} (от 0 до 0.5).

В экспериментальных зависимостях обычно наблюдают скачкообразные изменения давления. Кривые, полученные при моделировании, предсказывают появление таких скачков, обозначенных на рис. 2а точками и стрелками.

Из рис. 2а нельзя установить влияния внутренней титановой пластины на процесс. Оно становится очевидным после замены линейных масштабов на осях на логарифмические. На рис. 2б это влияние наблюдается на участках кривых в области малого потока кислорода $Q_0=10^{-3}-10^{-1}$ см³/мин. Увеличение относительных размеров прорезей δ_{sl} (от 0 до 0.5) сдвигает вправо точку изменения режима ее работы. При этом для него гистерезис не наблюдается.

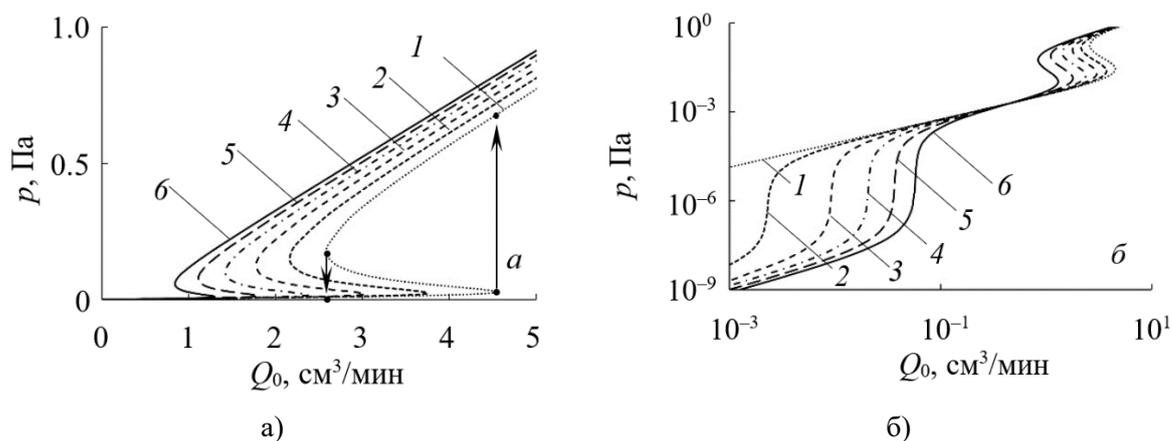


Рис. 2. Зависимости парциального давления кислорода от его потока, вводимого в камеру, при линейном (а) и логарифмическом (б) масштабах. Значения δ_{sl} : 1 – 0; 2 – 0.1; 3 – 0.2; 4 – 0.3; 5 – 0.4; 6 – 0.5

ВЫВОДЫ

Предложенную физико-химическую модель реактивного распыления сэндвич мишени описывает система, содержащая четырнадцать алгебраических уравнений. Шесть из них определяют стационарное состояние поверхностей двух пластин распыляемого узла, подложки и стенки камеры. Остальные восемь задают потоки реактивного газа в камере.

Полученная система уравнений может быть использована для описания частных моделей реактивного магнетронного распыления одиночных холодной или горячей мишеней. В этих случаях относительная площадь прорезей во внешней пластине принимается равной единице или нулю, соответственно, что сокращает количество уравнений в системе до восьми. При этом роли холодной или горячей выполняют внутренняя или внешняя пластина, соответственно. Но для внешней пластины в модели при относительной площади прорезей равной нулю тоже можно задать холодный режим работы. Нужно лишь отказаться от допущений о термоэлектронной эмиссии, испарении и зависимости ее температуры от плотности тока разряда.

ЛИТЕРАТУРА

1. V. I. Shapovalov, Nanopowders and Films of Titanium Oxide for Photocatalysis: A Review, *Glass Phys.Chem.* 36 (2010) 121–157, doi:10.1134/s108765961002001x.
2. C. A. Helm, Z. Hubicka, Deposition of cobalt oxide films by reactive pulsed magnetron sputtering, *Sur. Coat. Technol.* 405 (2021) 126590, doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126590.
3. M. Mende, F. Carstens, H. Ehlers, D. Ristau, Preferential sputtering of metal oxide mixture thin films, *J. Vac. Sci. Technol. A* 39 (2021) 023406, <https://doi.org/10.1116/6.0000799>.
4. X. Bai, K. Lia, Y. Chen, Q. Feng, F. Ge, F. Huang, Large solubility of silicon in an incongruent nitride: The case of reactively magnetron co-sputtered W-Si-N coatings, *Sur. Coat. Technol.* 412 (2021) 127047, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127047>.
5. V. I. Shapovalov, A. V. Zav'yalov, A. A. Meleshko (Morozova), Current-voltage characteristics of a magnetron with a hot titanium target in chemically active environments *Sur. Coat. Technol.* 417 2021 127189, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127189>.
6. A. A. Kozin, V. I. Shapovalov, Modeling of thermal processes in magnetron with single hot target and sandwich-target, *Sur. Coat. Technol.* 359 (2019) 451–458, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.070>.
7. S. Berg, H. Blom, T. Larsson, C. Nender, Modeling of reactive sputtering of compound materials, *J. Vac. Sci. Technol. A* 5 (1987) 202–207, doi:10.1116/1.574104.
8. A. A. Barybin, V. I. Shapovalov, Nonisothermal chemical model of reactive sputtering, *J. Appl. Phys.* 101 (2007) 054905, doi:10.1063/1.2435795.
9. A. A. Barybin, A. V. Zavyalov, V. I. Shapovalov, A Nonisothermal Physicochemical Model of Synthesis of Oxyinitrides by Reactive Sputtering Techniques, *Glass Phys. Chem.* 38 (2012) 396–401, doi: 10.1134/S1087659612040049.
10. A. Bondarenko, A. Kolomiytsev, V. Shapovalov, The target heating influence on the reactive magnetron sputtering process, *J. Phys.: Confer. Series.* 729 (2016) 012006, doi:10.1088/1742-6596/729/1/012006.
11. V. I. Shapovalov, V. V. Karzin, A. S. Bondarenko, Physicochemical Model for Reactive Sputtering of Hot Target, *Phys. Lett. A.* 381 (2017). 472–475, doi 10.1016/j.physleta.2016.11.028.
12. M. A. Fazio, L. Yang, C. S. Menoni, Prediction of crystallized phases of amorphous Ta₂O₅-based mixed oxide thin films using a density functional theory database, *APL Mater.* 9 (2021) 031106, <https://doi.org/10.1063/5.0035573>.
13. V. I. Shapovalov, H. Ahmedov, A.A. Kozin, A. Demir, B. Korutlu, Simulation of the effect of argon pressure on thermal processes in the sputtering unit of a magnetron with a hot target, *Vacuum* 192 (2021) 110421, <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110421>.
14. V. I. Shapovalov, Hot target. Physico-chemical model of reactive sputtering, *Techn. Phys.* 64 (2019) 926–932, doi:10.1134/S1063784219070211.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ

В.И. Шаповалов – доктор технических наук, профессор, Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина); e-mail: vishapovalov@mail.ru

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ТЕПЛОПЕРЕДАЧИ МАГНЕТРОННОЙ РАСПЫЛИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

И.Д. Шоничев, Л.Л. Колесник

АННОТАЦИЯ

В статье описано моделирование процессов теплопередачи малогабаритной магнетронной распылительной системы. Приводится описание проблемы эффективного теплоотвода. Представлены результаты моделирования тепловых процессов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, ТЕПЛОПЕРЕДАЧА, МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ, COMSOL MULTIPHYSICS

HEAT TRANSFER MODELING OF MAGNETRON SPUTTERING UNIT

I.D. Shonichev, L.L. Kolesnik

ABSTRACT

The paper describes heat transfer modeling of magnetron sputtering unit. A description of the effective heat removal issue is given. The results of heat transfer modeling are given.

KEYWORDS

MAGNETRON SPUTTERING, HEAT TRANSFER, HEAT TRANSFER MODELING, COMSOL MULTIPHYSICS

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день устройство окружающего нас мира неразрывно связано с такими областями науки и техники как микро и наноэлектроника. В основе изделий микро и наноэлектроники лежат многослойные тонкопленочные структуры, формируемые в вакууме различными технологическими методами. Многообразие методов создания тонкопленочных покрытий позволяет получать покрытия с уникальными свойствами, в тоже время существуют методы нанесения, обладающие широким спектром применения. Таким методом является метод магнетронного распыления, позволяющий получать покрытия металлов, оксидов, нитридов, композитные покрытия и другие виды покрытий.

Для нанесения различных покрытий в рамках НИР кафедры МТ11 МГТУ им. Н.Э. Баумана разработана компактная магнетронная распылительная система – магнетрон с круглой планарной мишенью диаметром 30 мм со сбалансированной конфигурацией магнитного поля. Особенностью конструкции магнетрона является отсутствие электрического контакта между катодом магнетрона и теплоносителем – водой (из системы общего водоснабжения, недистиллированной), охлаждающей магнитную систему магнетрона. Катод магнетрона отделен от теплообменника диэлектриком – пластиной из нитрида алюминия. За счет данной конструктивной особенности повышается безопасность эксплуатации установки, так как исключается риск поражения оператора электрическим током при одновременном контакте с корпусом, являющимся анодом, и теплоносителем или металлическими

элементами системы охлаждения. С другой стороны, данная конструктивная особенность снижает эффективность охлаждения магнитной системы.

В ходе испытаний магнетрона и экспериментов по созданию покрытий с помощью данного магнетрона был выявлен перегрев магнитной системы, проявляющийся как потеря магнитных свойств постоянных магнитов. Для исследования процессов теплопередачи при магнетронном распылении между деталями магнетрона и теплоносителем было принято решение провести моделирование тепловых процессов в среде COMSOL Multiphysics.

ДОПУЩЕНИЕ И ОГРАНИЧЕНИЯ МОДЕЛИ

В исследовании рассматриваются процессы нестационарного теплообмена посредством теплопроводности. Для упрощения модели и ускорения вычислений избавляем САД модель, используемую в расчете, от незначимых элементов: резьбовые элементы, провод катода.

В исследовании не рассматриваются процессы теплообмена излучением, так как градиент температур незначителен, поэтому теплообмен излучением не имеет значимого вклада в общий процесс теплообмена. Также не рассматривается процесс теплообмена теплопроводностью между вакуумной камерой и магнетроном. Контакт между камерой и магнетроном выполняется через резиновое вакуумное уплотнение и через болтовые струбины, площадь и теплопроводность соединения малы, поэтому тепловой поток между магнетроном и камерой теплопроводностью незначителен.

Также в рамках модели не учитывается действительный процесс контактной теплопередачи, ввиду невозможности или затрудненности оценки реального контактного теплового сопротивления в местах сопряжений деталей. В модели рассматриваются только идеальные контакты всех сопрягаемых деталей модели, соответствующие граничному условию четвертого рода [1].

В моделируемых процессах теплопередачи коэффициенты теплопроводности всех деталей приняты постоянными, так как диапазон изменения температуры незначителен, изменением коэффициента теплопроводности можно пренебречь.

ПОСТРОЕНИЕ РАСЧЕТНОЙ СХЕМЫ

Внешний вид САД модели магнетрона, используемой в моделировании в среде COMSOL Multiphysics с указанием позиций деталей, приводится на рисунке 1.

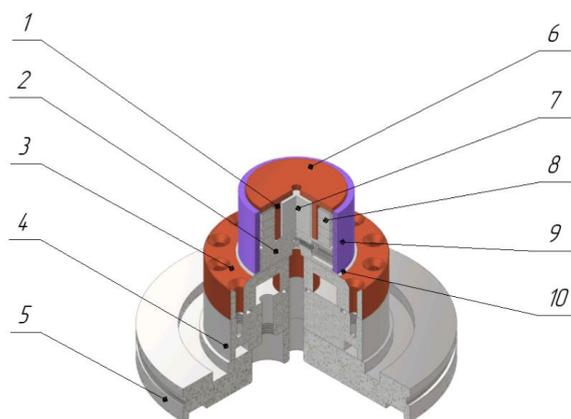


Рис. 1. Внешний вид САД модели магнетрона с указанием позиций деталей

Описание позиций деталей с указанием используемых при моделировании значений физических величин приводится в таблице 1.

Таблица 1

Описание позиций магнетрона и их характеристики, используемые в расчетах

Поз.	Деталь	Материал	$\lambda \left[\frac{Вт}{м \cdot К} \right]$	$c \left[\frac{Дж}{кг \cdot К} \right]$	$\rho \left[\frac{кг}{м^3} \right]$
1	Медный цилиндр	Медь	385 [2]	399 [3]	8930 [3]
2	Стальной диск	Ст3	55 [4]	480 [4]	7850 [4]
3	Медный теплообменник	Медь	385 [2]	399 [3]	8930 [3]
4	Стальной диск	12X18Н10Т	20 [4]	502 [3]	7900 [3]
5	Фланец ISO63-К	12X18Н10Т	20 [4]	502 [3]	7900 [3]
6	Медная мишень	Медь	385 [2]	399 [3]	8930 [3]
7	Магнит неодимовый	N35 (НмБ 210/130) (NbFeB)	9 [5]	440 [5]	7450 [5]
8	Магнит неодимовый кольцевой	N35 (НмБ 210/130) (NbFeB)	9 [5]	440 [5]	7450 [5]
9	Грубка защитная	Al ₂ O ₃	40 [6]	886 [6]	3965 [6]
10	Прокладка керамическая	AlN-200	200 [7]	734 [7]	3130 [7]

Для используемых магнитов из сплава N35 предельная температура эксплуатации составляет 80°C, для сплава N35H – 120°C [5].

ЗАДАНИЕ НАЧАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ

Тепловой поток воздействует на поверхность мишени, с которой осуществляется распыление. Вода заполняет весь объем теплообменника (позиция 3 на рисунке 1) магнетрона. Давление потока жидкости на входе в объем принято равным 2 атмосферам. В ходе измерений реального потока жидкости установлено, что реальный расход составляет 5 литров воды в минуту. В качестве начальных условий заданы давления на входе канала и скорость жидкости на выходе из канала. Изображение сечения магнетрона показано на рисунке 2, объем, заполненный водой, выделен голубым цветом.

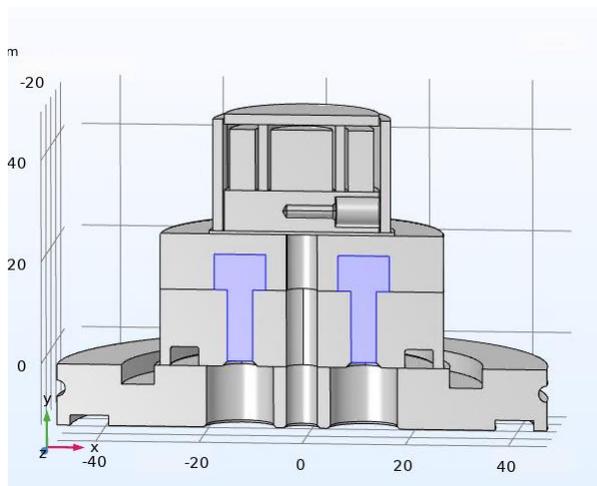


Рис. 2. Изображение САД модели магнетрона в разрезе, а также объема, заполненного водой (выделено голубым цветом)

Рассчитаем потока воды в выходном канале при диаметре выходного канала 4,9 мм:

$$\frac{5 \text{ л/мин}}{\pi \left(\frac{4,9 \text{ мм}}{2}\right)^2} = \frac{0,005 \text{ м}^3/\text{мин}}{\pi \left(\frac{0,0049 \text{ мм}}{2}\right)^2} = 265,147 \text{ м/мин} = 4,419 \text{ м/с}.$$

Рассчитаем число Рейнольдса для входного патрубка по формуле:

$$Re = \frac{vd\rho}{\eta},$$

где Re – значение числа Рейнольдса, v – скорость потока жидкости [м/с], d – диаметр трубопровода в метрах, ρ – плотность жидкости [кг/м^3], η – динамическая вязкость [$\text{Па} \cdot \text{с}$] [8]. Для воды при 15°C плотность принимаем 999 кг/м^3 , динамическая вязкость $1,140 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \cdot \text{с}$ [7].

$$Re = \frac{4,419 \text{ м/с} \cdot 0,0049 \text{ м} \cdot 999 \text{ кг/м}^3}{1,140 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \cdot \text{с}} = 18974 > 10^4 > 2 \cdot 10^3.$$

Следовательно, режим течения в трубопроводе турбулентный.

Поток охлаждающей жидкости (воды) задан как турбулентный поток. Моделирование выполнено по модели k - ϵ , обладающей быстрой сходимостью. В k - ϵ модели заданы два дополнительных уравнения для расчета кинетической энергии турбулентности k и скорости диссипации кинетической энергии ϵ . Буферный слой жидкости не моделируется, для расчета скорости у стенки используются пристеночные функции.

Мощность теплового потока и температура воды, поступающей в магнетрон заданы как параметры. Задание величин как параметров позволяет производить перебор значений параметров при моделировании – опция Parametric Sweep в настройках решения. Принятые значения параметров: мощность теплового потока в моделировании принимает значения 10, 25, 50, 100, 150, 200, 250 Вт, а температура поступающей жидкости принимает значения 10 и 15°C , при измерениях реальной температуры поступающей воды не обладали воспроизводимостью, также необходимо учесть сезонный характер изменения температуры поступающей жидкости.

Магнетрон симметричен относительно плоскости, проходящей через ось магнетрона и ось отверстие винта крепления провода катода, поэтому для снижения затрат вычислительных ресурсов необходимых для моделирования моделирование проводится для половины изделия с применением настройки Symmetry для расчетной схемы.

РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ

В реальной конструкции магнетрона детали 2, 3 и 10 на рисунке 1 соединены клеевым соединением. На данном этапе расчета клеевое соединение исключено из модели.

Произведен стационарный расчет с помощью решателя Stationary Solver. Изображение распределения скоростей охлаждающей жидкости в сечении канала теплообменника представлено на рисунке 3.

Изображение распределения давлений в сечении канала теплообменника представлено на рисунке 4.

В результате моделирования определены значения установившейся максимальной температуры магнитов, то есть температуры в условиях теплового равновесия. Моделирование проводилось с перебором мощности теплового потока и температуры охлаждающей жидкости. Полученная зависимость представлена на рисунке 5.

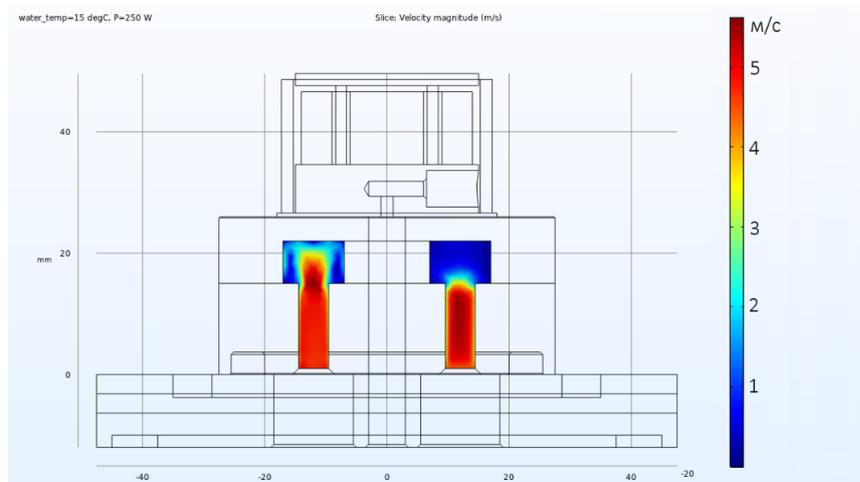


Рис. 3. Распределение скоростей (м/с) охлаждающей жидкости в сечении канала теплообменника

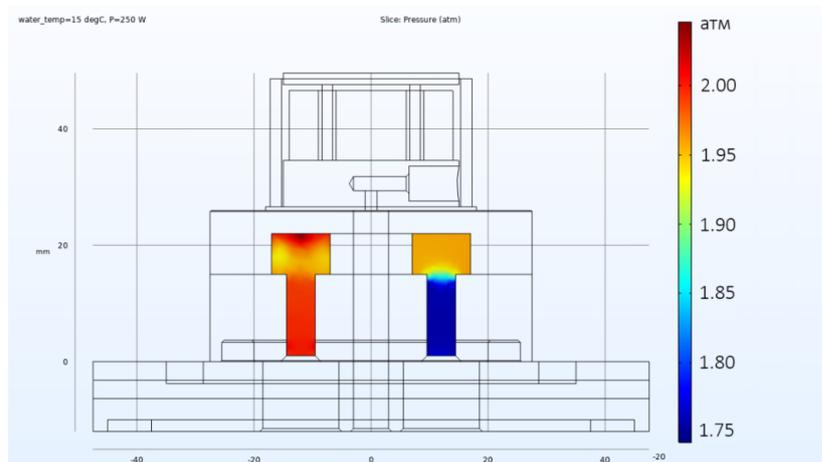


Рис. 4. Изображение распределения давлений (атм) охлаждающей жидкости в сечении канала теплообменника

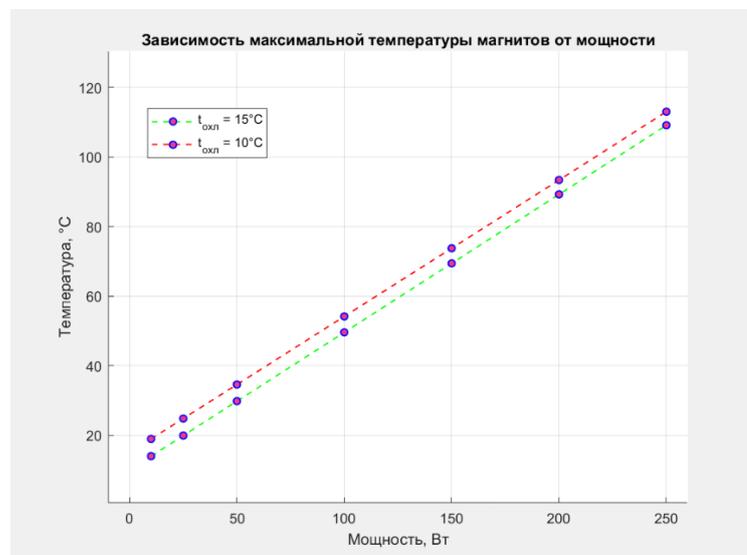


Рис. 5. График зависимости максимальной установившейся температуры магнитов от мощности

Изображение распределения поля температур при состоянии теплового баланса при температуре охлаждающей жидкости 15°C и мощности теплового потока 250 Вт на рисунке 6.

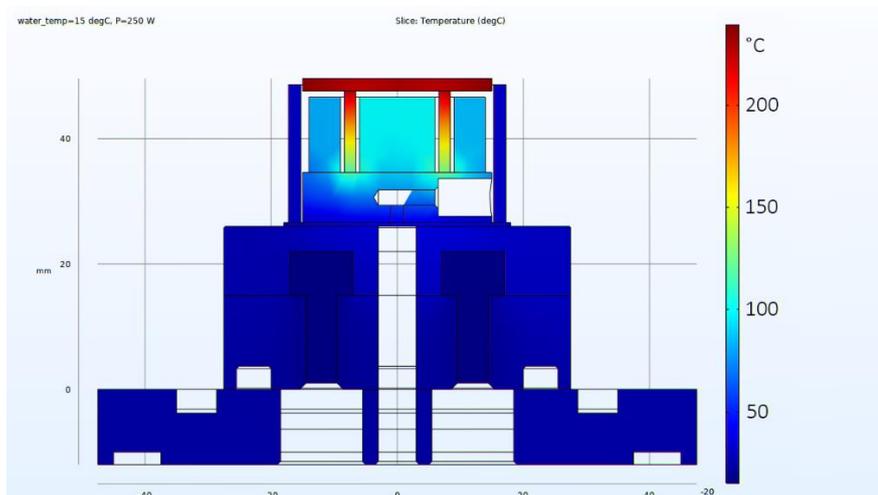


Рис. 6. Поле температур в состоянии теплового баланса при температуре охлаждающей жидкости 15°C и мощности теплового потока 250 Вт

Для оценки длительности нестационарного процесса теплопередачи проведено моделирование с помощью решателя Time-Dependent Solver, расчет производился для диапазона времени 300 секунд с шагом времени 1 секунда. Для упрощения модели и уменьшения времени расчета поток жидкости рассчитывается как ламинарный. Кроме того, при моделировании потока жидкости с учетом турбулентного режима движения в нестационарных процессах требуется расчётная сетка с малым размером элемента, что требует значительного объема памяти и вычислительных ресурсов. Основной задачей нестационарного моделирования является качественная оценка длительности нестационарного процесса, то есть времени, необходимого для установления режима стационарной теплопередачи. Поэтому неточность моделирования теплообмена, обусловленная моделированием потока жидкости в ламинарном режиме, принимается как приемлемая для качественной оценки.

По полученным в результате моделирования значениям поля температур от времени построен график зависимости максимальной температуры магнитов от времени (рис.7).

По графику (Рисунок 7) можно оценить длительности процессов нестационарной теплопередачи – порядка 100 секунд.

В реальной конструкции магнетрона для соединения деталей позиций 2, 3, 10 рисунка 1 использован эпоксидный клей. Теплопроводность эпоксидных клеевых составов не превышает $0,4\text{--}1\text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ для ненаполненных эпоксидных составов [9]. Также немаловажным фактором является однородность состава, что может влиять на степень конверсии, например, при неоднородности состава в клеевом соединении может возникнуть неотверждённая зона. В расчете принимаем теплопроводность клеевого слоя $0,35\text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$, плотность материала клеевого соединения $1200\text{ кг}/\text{м}^3$, теплоемкость $1600\text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$ [9]. Толщину слоя принимаем $0,1\text{ мм}$. Увеличенное изображение магнетрона с выделенными цветом клеевыми соединениями представлено на рис. 8.

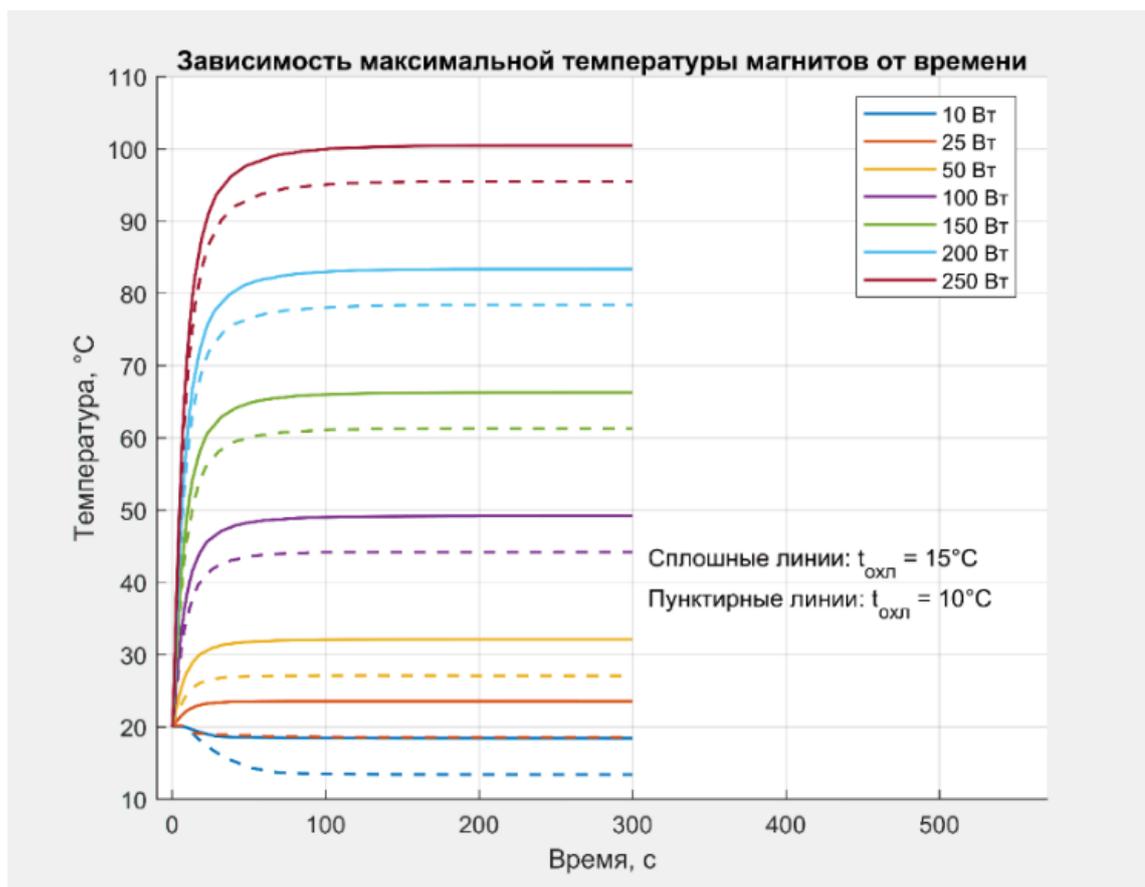


Рис. 7. График зависимости температур магнитов от времени

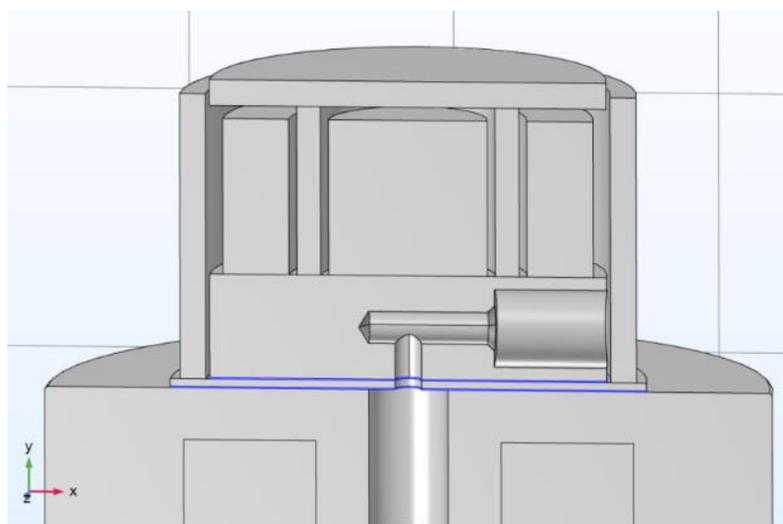


Рис. 8. Схема внутреннего устройства магнетрона, синим цветом выделены клеевые соединения

Моделирование производилось с помощью стационарного расчета с решателем Stationary Solver. В результате моделирования получен график зависимости максимальной установившейся температуры магнитов в зависимости от мощности теплового потока (рис. 9).

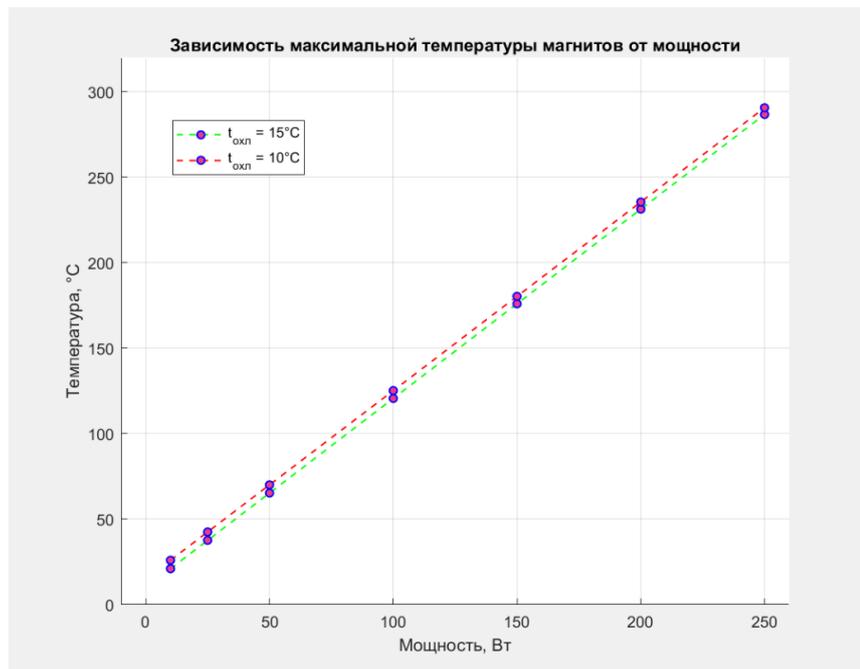


Рис. 9. График зависимости максимальной установившейся температуры магнитов от мощности при учете теплопроводности клеевого соединения

Распределение поля температур при мощности 250 Вт и температуре охлаждающей жидкости 15°C представлено на рис. 10.

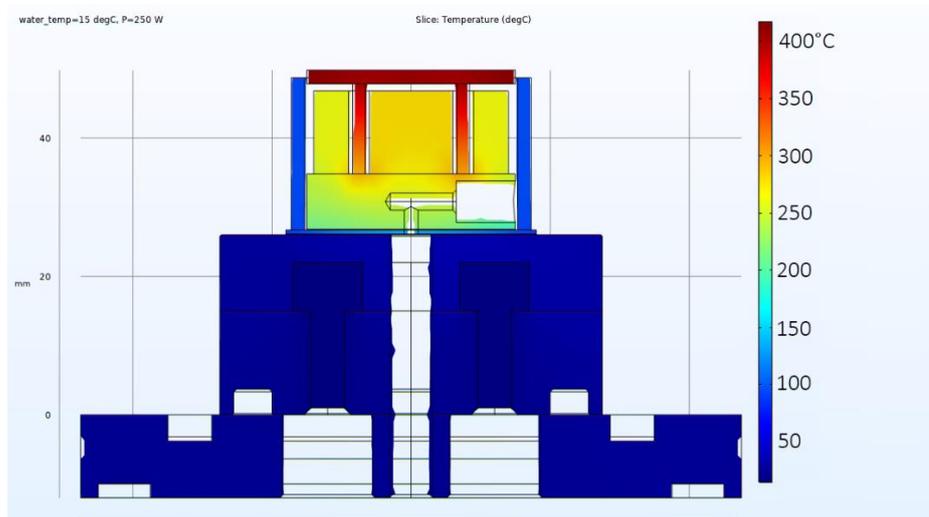


Рис. 10. Поле температур в состоянии теплового баланса при температуре охлаждающей жидкости 15°C и мощности теплового потока 250 Вт с учетом клеевого соединения

ВЫВОДЫ

В результате моделирования определены максимальные значения температур магнитов при принудительном охлаждении с учетом и без учета теплопроводности клеевого соединения. По полученным данным можно подобрать сплав магнитов с необходимым рабочим температурным диапазоном. По результатам моделирования с учетом клеевого соединения определена причина перегрева магнитов – недостаточная теплопроводность клеевого соединения. На основе результатов моделирования можно предложить варианты

соединения деталей магнетрона с большей теплопроводностью, например использование наполненных клеевых составов или соединение деталей с помощью пайки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лыков А.В. Теория теплопроводности. Москва: Высшая школа, 1967. 600 с.
2. Михеев М.А., Михеева И.М. Основы теплопередачи. 2-е, стереотип.-е изд. М. «Энергия», 1977. 344 с.
3. Чиркин В.С. Тепло-физические свойства материалов ядерной техники. Москва: Атомиздат, 1968.
4. Зубченко А.С., Колосков М.М., Каширский Ю.В. Марочник сталей и сплавов. Москва: Машиностроение, 2003. 784 pp.
5. ГОСТ Р 52956-2008 МАТЕРИАЛЫ МАГНИТОТВЕРДЫЕ, СПЕЧЕННЫЕ НА ОСНОВЕ СПЛАВА НЕОДИМ-ЖЕЛЕЗО-БОР.
6. Агроскин А.А., Глейбман В.Б. Теплофизика твердого топлива. Москва: Недра, 1980. 256 с.
7. Бабичев А.П., Бабушкина Н.А., Братковский А.М. Физические величины: справочник. Москва: Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.
8. Плановский А.Н., Рамм А.Н., Каган С.З. Процессы и аппараты химической технологии. 4-е изд. Ленинград. 1967. 848 с.
9. Петрова А.П., Малышева Г.В. Клеи, клеевые связующие и клеевые препреги: учебное пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. Москва: ВИАМ, 2017. 472 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Шоничев И.Д. – студент кафедры электронных технологий в машиностроении, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: id@shonichev.ru

Колесник Л.Л. – кандидат технических наук, доцент кафедры электронных технологий в машиностроении, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; генеральный директор ООО «Электровакuumные технологии», г. Москва; e-mail: kolesnik@bmstu.ru; l.kolesnik@m-i.ru

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛАЗЕРНЫХ МИШЕНИЙ МЕТОДАМИ ВАКУУМНОГО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ

А.И. Арефьев, В.Н. Горнов, Л. Е. Пешкичева, О. С. Юрченко, Л. Е. Гусс, А.В. Савельев, А. П. Котов

АННОТАЦИЯ

В статье представлены результаты отработки технологии изготовления многослойных тонкопленочных лазерных мишеней. Приведены результаты исследования как исходных материалов, использованных для изготовления мишеней, так и полученных образцов тонких пленок.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ТЕХНОЛОГИЯ, ЛАЗЕРНЫЕ МИШЕНИ, ЛАЗЕРНЫЙ ИМПУЛЬС, ВАКУУМНОЕ НАПЫЛЕНИЕ, ТУГОПЛАВКИЕ МАТЕРИАЛЫ, ТОНКИЕ ПЛЕНКИ, ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ

FABRICATION OF LASER TARGETS BY VACUUM COATING

A.I. Arefev, V.N. Gornov, L.E. Peshkicheva, O.S. Yurchenko, L.E. Guss, A.V. Savelyev, A.P. Kotov

ABSTRACT

The article presents the results of the development of technology for the manufacture of multilayer thin-film laser targets. The results of the study of both the starting materials used for the manufacture of targets and the obtained samples of thin films are presented.

KEYWORDS

TECHNOLOGY, LASER TARGETS, LASER PULSE, VACUUM DEPOSITION, REFRACTORY MATERIALS, THIN FILMS, INVESTIGATION OF MATERIALS AND COATINGS

ВВЕДЕНИЕ

В РФЯЦ-ВНИИТФ проводятся эксперименты по исследованию спектральных пробегов излучения на мощных лазерных установках с ультракороткой длительностью импульса. Идея экспериментов заключается в быстром нагреве тонкого (0,1-0,4 мкм) плоского слоя исследуемого вещества (Al, Cu, Au...) ультракоротким лазерным импульсом и измерению спектров рентгеновской эмиссии (поглощения) нагретого слоя. Для предотвращения разлета слоя исследуемого вещества он помещается в обкладки из легкого тугоплавкого материала (В, С, СН, Ве) с толщиной от 1 до 4мкм, который полностью ионизован и прозрачен для выходящего излучения внутреннего захороненного слоя [1], [2]. Для отработки технологии изготовления таких мишеней была выбрана конструкция В-Аl-В. Мишени представляют собой многослойную свободновисящую пленку, закрепленную в оправке из нержавеющей стали с отверстием диаметром 1 мм (рис. 1). Количество и варианты толщин слоев приведены в таблице 1. Для оценки необходимых вариантов мишеней по толщинам слоев использованы работы [3], [4].

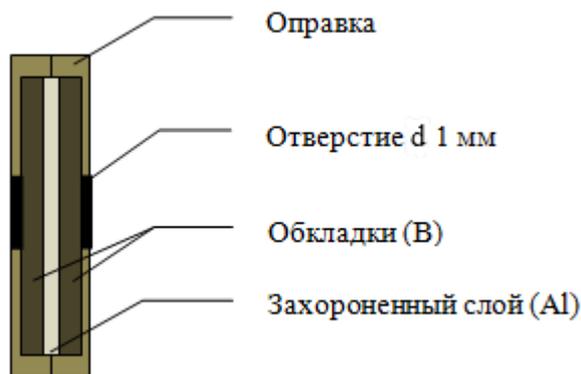


Рис. 1. Схема конструкции мишени Al-B-Al

Таблица 1
 Параметры мишеней

№	Толщина первого обкладочного слоя (B), мкм	Толщина исследуемого материала (Al), мкм	Толщина второго обкладочного слоя (B), мкм
1	1	0,1	1
2	2	0,1	2
3	4	0,1	2
4	1	0,2	1
5	2	0,2	2
6	4	0,2	2
7	1	0,4	1
8	2	0,4	2
9	4	0,4	2

ОТРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ

Получение тонких слоев мишеней производилось с помощью магнетронного распыления (для Al) и электронно-лучевого испарения (для B). Нанесение буферного слоя NaCl выполнялось методом резистивного испарения.

На первоначальном этапе отработки технологии было принято решение о нанесении обкладочного слоя бора на подложку с нанесенным буферным слоем NaCl. Данный способ позволил бы получить свободновисящую пленку бора, на которую в дальнейшем было бы нанесено покрытие из алюминия и второй обкладочный слой бора. Однако, при попытках снятия пленки бора с подложки из стекла методом флотации, происходило ее полное разрушение, предположительно связанное с избыточным напряжением внутри пленки [5].

Поэтому было решено нанести обкладочные слои бора на свободновисящую пленку алюминия. Но при попытках нанесения обкладочных слоев на Al толщиной 0,1 мкм и 0,2 мкм происходила его деформация и частичное разрушение в процессе формирования слоя бора, из-за возникающих напряжений в пленке. Нанесение же обкладочных слоев на свободновисящую пленку Al толщиной 0,4 мкм показало, что данная толщина пленки позволяет наносить на нее бор толщиной более 1 мкм на каждую из сторон без нарушения ее целостности.

В качестве подложки, для изготовления мишеней, использовался диск из стекла КУ. Буферный слой NaCl напылялся резистивным способом на установке вакуумного

напыления УВН - 2М. При достижении внутри вакуумной камеры рабочего давления, навеска соли испарялась из испарителя коробчатого типа, изготовленного из молибденовой фольги, при нагреве до температуры испарения соли. Напыление буферного слоя NaCl производилось непосредственно перед нанесением Al на подложку, т.к. при длительном хранении подложек с напыленным буферным слоем происходит абсорбция молекул воды из атмосферы пленкой NaCl, приводящая к ухудшению структуры поверхности.

Для получения пленки алюминия применялось магнетронное распыление алюминиевой мишени на установке ВУМР-1. Подложка с предварительно нанесенным слоем NaCl устанавливалась в металлическом подложкодержателе непосредственно над зоной распыления мишени. Перед подложкой устанавливалась маска из металлической фольги с отверстиями диаметром 4мм (диаметр мишени). В качестве рабочего газа использовался аргон. Для исключения перегрева наносимого слоя Al напыление проводилось в несколько этапов с перерывами. Контроль температуры производился термопарным датчиком, закрепленным на подложкодержателе.

Заключительным этапом изготовления свободновисящей пленки алюминия являлось ее снятие со стеклянной подложки и закрепление в оправке. Для этого подложку с пленкой осторожно погружали в дистиллированную воду, после растворения буферного слоя соли, пленка отделялась и всплывала на поверхность. Затем ее вылавливали на одну из частей оправки из нержавеющей стали толщиной 0.1мм с отверстием по центру 1 мм. Закрепление пленки в оправке проводилось за счет зажимания ее между двумя частями оправки с последующей их точечной сваркой.

Нанесение тонких обкладочных слоев бора производилось на установке ВУ-2М электронно-лучевым способом. Для крепления заготовок мишеней (пленка Al закрепленная в оправке) на подложкодержателе, размещаемом в камере установки, к ним приваривались точечной сваркой ножки из нихромовой проволоки толщиной 0,8мм, которые после завершения нанесения обкладочных слоев бора удалялись. Подложкодержатель с мишенями и свидетелями располагался непосредственно над испарителем. В качестве испарителя применялись графитовые тигли с косвенным охлаждением. Так как пленки бора при использовании испарителей из углерода, не являются чистыми необходимо охлаждение тиглей для предотвращения взаимодействия материала тигля с испаряемым веществом [6]. В качестве испаряемого материала использовался порошкообразный бор (чистота 99,99%). Для исключения разбрызгивания материала из тигля в процессе испарения, предварительно проводилось его спекание. Для исключения перегрева пленки алюминия напыление бора на каждую сторону проводилось в несколько этапов с перерывами. В процессе нанесения бора, скорость напыления и толщина пленки контролировались акустооптическим спектрофотометром AOS-3S.

Нанесение обкладочных слоев бора происходило за два цикла, при одинаковых параметрах на каждую из сторон мишеней. На рисунке 2 представлен снимок готовой мишени В-Al-B выполненный на микроскопе MEIJI MC50T с 75 кратным увеличением.

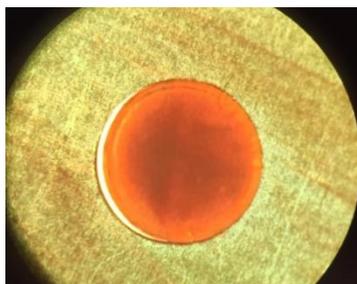


Рис. 2. Снимок готовой мишени В-АI-В выполненный на микроскопе МЕИЛ МС50Т с 75 кратным увеличением

Измерение толщин полученных пленок алюминия и бора производилось по датчикам-свидетелям, которые устанавливались в непосредственной близости от мишеней. В качестве свидетеля использовались стеклянные пластины. Перед свидетелем устанавливалась маска из металлической фольги. Таким образом, на незакрытой поверхности образовывалась ступенька. Сканируя ее высоту на профилометре FRT MicroSpy Profile с вертикальным разрешением 6 нм, определяли толщину получаемых слоев. В таблице 2 приведены результаты измерений толщин слоев изготовленных мишеней. Погрешность измерений составила 1,8% для бора и 2% для алюминия.

Погрешности измерений толщин плёнок рассчитаны по формуле:

$$\Delta h = t_{\gamma, n-1} \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}},$$

где $t_{\gamma, n-1}$ – коэффициент Стьюдента.

Расчеты проводились для доверительной вероятности 0,95.

Параметры изготовления мишеней представлены в таблице 2.

Таблица 2
 Параметры изготовленных мишеней

Материал	1 партия мишеней		2 партия мишеней		3 партия мишеней	
	Толщина нм	Плотность г/см ³	Толщина нм	Плотность г/см ³	Толщина, нм	Плотность г/см ³
Бор	897 ±16	2,3±0,2	1457 ±26	2,3±0,2	1840 ±33	2,3±0,2
Алюминий	380±7	2,5±0,2	380±7	2,5±0,2	380±7	2,5±0,2
Бор	894±16	2,3±0,2	1480±27	2,3±0,2	1834±33	2,3±0,2

Измерение плотности полученных пленок проводилось путем взвешивания стеклянного свидетеля до напыления и после, и расчета по формуле:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

где $V = \pi \cdot r^2 \cdot h$.

Погрешность измерений составила 9%. Результаты измерений плотности пленок приведены в таблице 2.

Погрешности измерений плотности плёнок рассчитаны по формуле:

$$\Delta \rho = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(2 \cdot \frac{\Delta d}{d}\right)^2 + \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2}.$$

Непосредственно перед напылением проводилась сушка подложек для удаления влаги, с поверхности и из пор стекла, значительно влияющей на начальный вес подложки и соответственно на результаты измерений.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ТОНКИХ ПЛЕНОК И МАТЕРИАЛОВ ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ДЛЯ ИХ ФОРМИРОВАНИЯ

Для определения химического состава образцов, указанных в таблице 3, был выполнен анализ при помощи сканирующего электронного микроскопа, оснащенного энергодисперсионным спектрометром.

Таблица 3
Исследуемые образцы

№ образца	Характеристика
1	Сплавленный порошкообразный бор (99,99 %)
2	Бор, напыленный электронно-лучевым методом на пластину из нержавеющей стали, толщина покрытия 700 нм
3	Мишень В-Al-B, толщина слоев 897 нм-380 нм-894 нм соответственно
4	Алюминиевая стружка (материал магнетронной мишени)

Для определения химического элементного состава из образца №1 был изготовлен микрошлиф. Характерный снимок микроструктуры материала образца №1 и рентгеновские спектры с поверхности различных фаз приведены на рисунке 3. Видно, что образец состоит из двух фаз. В рентгеновском спектре с поверхности темной фазы регистрируются линии, принадлежащие бору (спектр 24); светлой фазы – бор, гафний, титан (спектр 25).

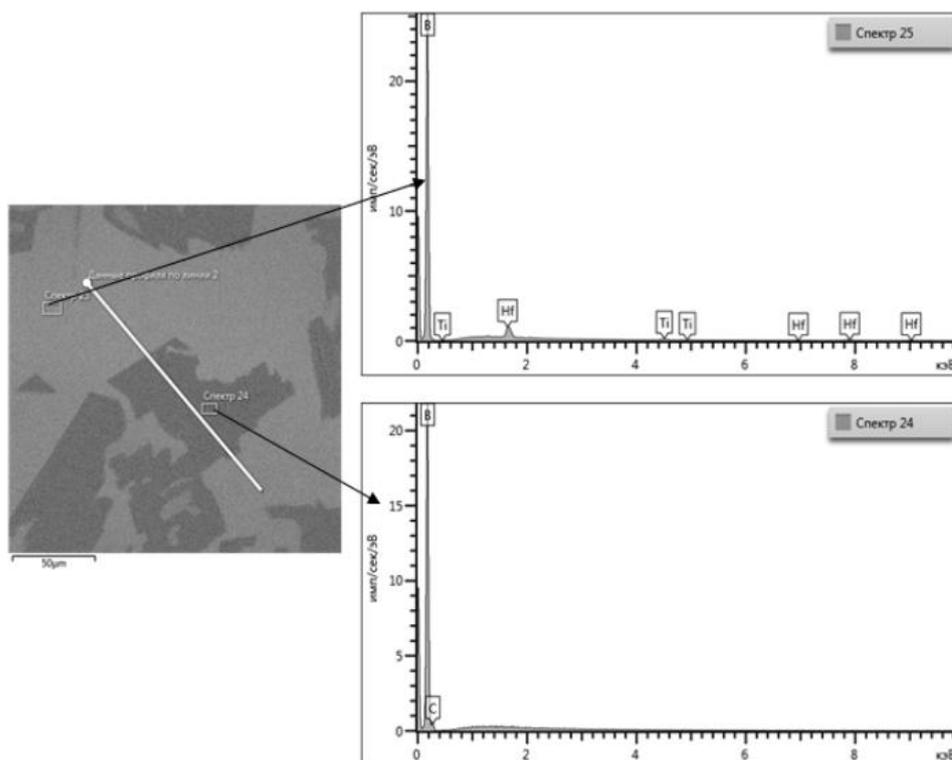


Рис. 3 Характерный снимок микроструктуры образца №1 и рентгеновские спектры с поверхности различных фаз

Наличие примесей гафния и титана в образце №1 обусловлено возможностью их попадания в тигель, в процессе спекания бора, с элементов внутрикамерной арматуры установки ВУ-2М.

Для определения химического элементного состава материала образцов №№2-3 с их поверхности были получены рентгеновские спектры. Погрешность анализа не нормирована. Зона генерации рентгеновского излучения при анализе захватывает всю толщину в образце №3, в образце №2 захватывает подложку.

В рентгеновском спектре с поверхности покрытия в образце №2 регистрируются линии, принадлежащие бору, алюминию, магнию, кислороду, железу, никелю, хрому, титану, кремнию (спектр 39, рисунок 4). При этом железо, никель, хром, титан и кремний принадлежат материалу подложки (спектр 36, рисунок 4). С уверенностью можно сказать, что бор, алюминий, кислород и магний принадлежат только покрытию. Наличие алюминия и магния в покрытии менее 1% (таблица 4).

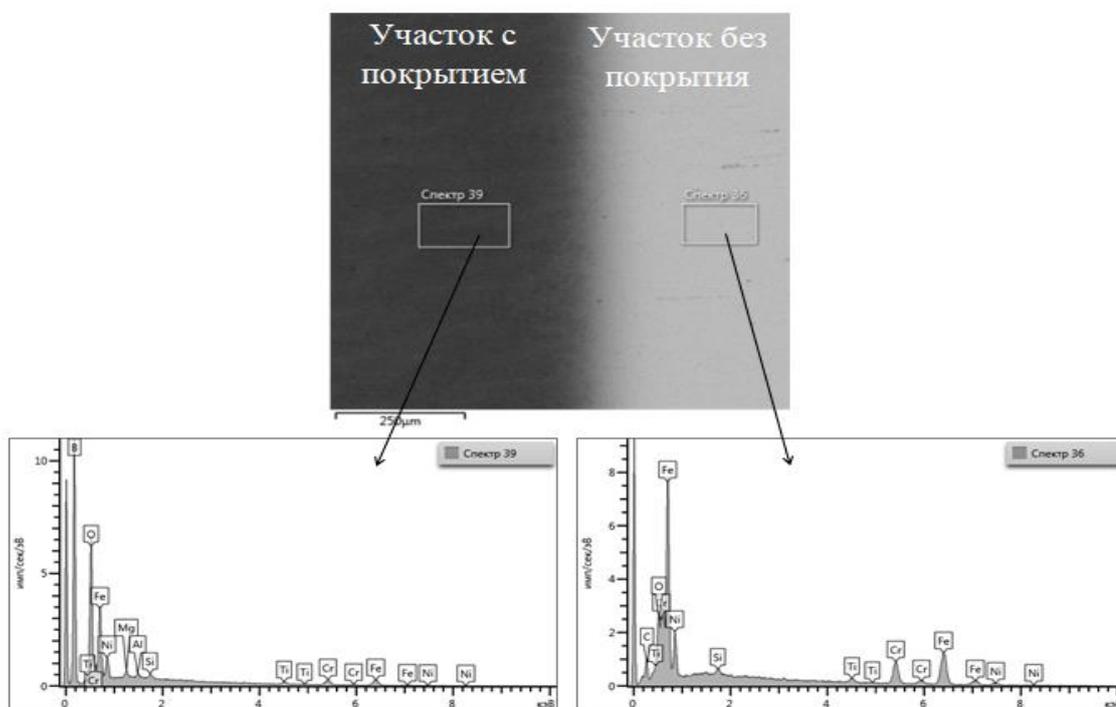


Рис. 4 Рентгеновские спектры с поверхности образца №2

Вид мишени в оправке из нержавеющей стали (образец №3) и рентгеновские спектры с поверхности мишени приведены на рисунке 5. Цифрами на снимке обозначены участки сбора спектра. Размер области сбора спектра в каждой точке составил 70×50 мкм. Химический элементный состав материала образца №3 приведен в сводной таблице 4 (результаты усреднены по данным с 5 участков).

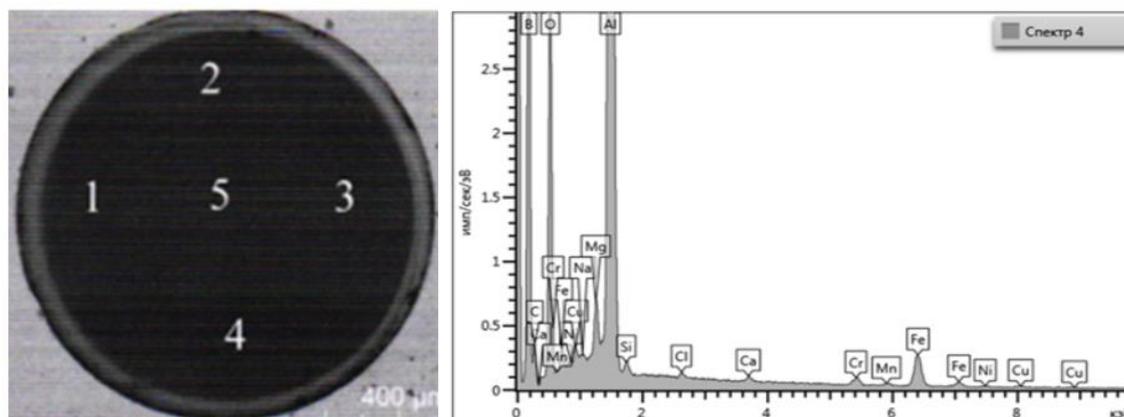


Рис. 5 Рентгеновские спектры с поверхности образца №3

На рисунках 6-7 приведены снимки поверхности образцов №№2-3. Поверхность образцов имеет выраженный рельеф, представлена частицами сферической формы. По снимкам в отраженных электронах (контраст по атомному номеру химического элемента) видно, что в структуре нет отдельных включений. Более светлые участки на снимках обусловлены выступами структурных составляющих.

Снимки в отраженных электронах
(контраст по атомному номеру
химического элемента)

Снимки во вторичных электронах
(топография поверхности)

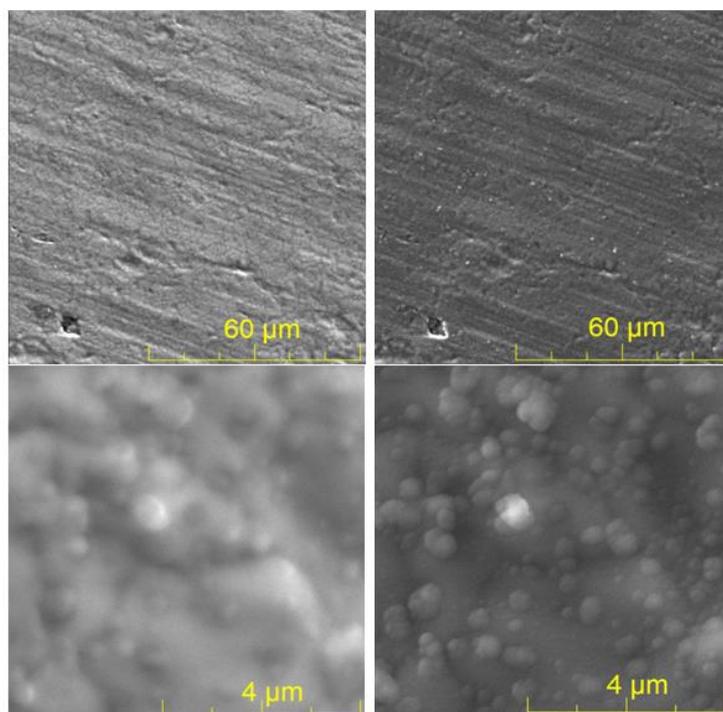


Рис. 6 Снимки поверхности материала образца №2

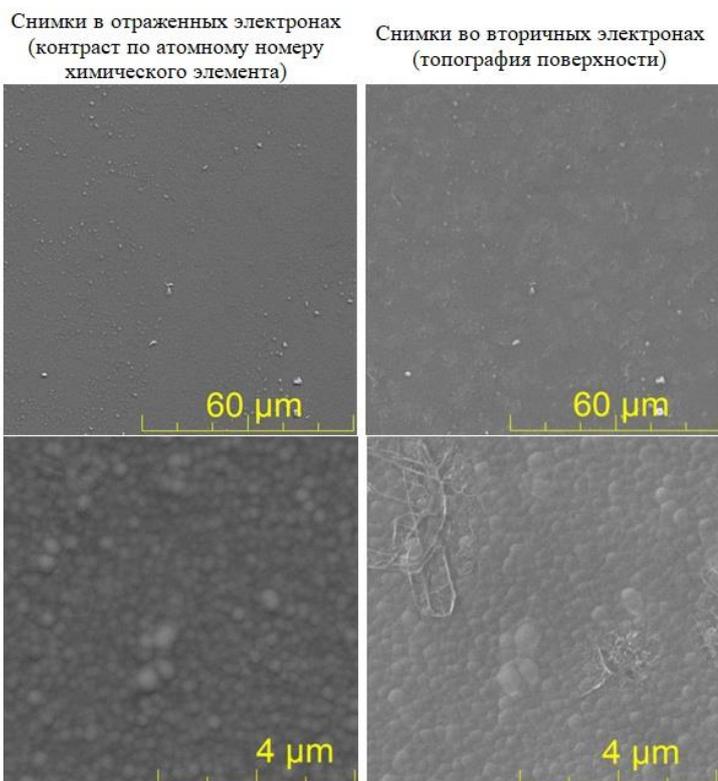


Рис. 7 Снимки поверхности материала образца №3

Снимок во вторичных электронах поверхности стружки (образец №4) и рентгеновские спектры с ее поверхности приведены на рисунке 8. В химический элементный состав стружки входит алюминий, натрий (таблица 4).

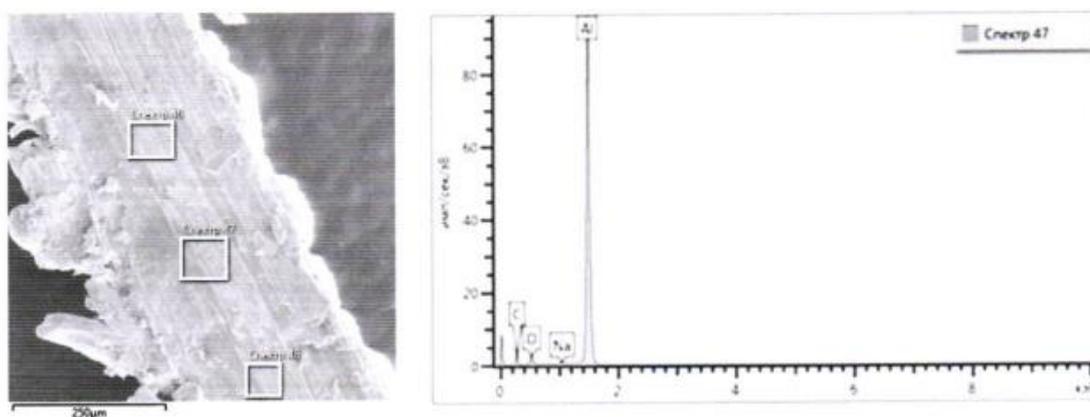


Рис. 8 Снимок в отраженных электронах поверхности образца №4 и спектр с его поверхности

Таблица 4
 Химический элементный состав материала образцов, вес. %

№	Химический элемент, вес. %													
	B	Al	Mg	Fe	Cr	Si	Ca	Ni	Mn	Cl	Cu	Ti	Na	Hf
1	99,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	0,5
2	75,2	0,2	0,4	15,9	6,0	0,3	-	0,6	-	-	-	1,1	-	-
3	89,7	9,2	0,2	0,7	0,1	+	+	+	+	+	+	-	+	-
4	-	99,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	-

Примечание: «+» – содержание химического элемента < 0,1 вес.%.

ВЫВОДЫ

В результате проделанной работы отработана технология изготовления многослойных лазерных мишеней с обкладочными слоями из тугоплавкого материала. Изготовлены пробные партии мишеней. Погрешность изготовления толщин слоев не превысила 10%, погрешность измерений толщин слоев не превысила 2%, погрешность измерений плотности слоев 9%. Проведен химический анализ мишеней, и образцов материала.

Дальнейшее направление в развитии работ по изготовлению многослойных лазерных мишеней В-А1-В видится в подборе оптимальных режимов и параметров напыления, исключающих повреждение свободновисящей пленки алюминия из-за возникающих напряжений в формируемых слоях бора. Данная проблема особенно актуальна при уменьшении толщины пленки алюминия до 100 нм и увеличении толщин обкладочных слоёв бора до 4 мкм.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Ю. Политов, А.В. Потапов. Предложения по исследованию пробегах излучения в плотной высокотемпературной плазме и ударной сжимаемости низкоплотных веществ на лазерных установках РФЯЦ-ВНИИТФ. Отчет РФЯЦ-ВНИИТФ, инв. № ПС 02.8386/2,4. 2002г.-18 с.
2. А.В. Потапов, Е.А. Лобода, В.Ю. Политов, и др. Физика плазмы, 33, №3 (2007).
3. В.Ю. Политов. Моделирование распространения тепловой волны в мишени в условиях облучения высокоинтенсивным р-поляризованным лазерным излучением. Квант. Электр., 43, №5, (2013).
4. R.A. London, J.I. Castor/ Design of short pulse laser driven opacity experiments/ High Energy Density Physics, 9 (2013), 725-730/
5. Л. Майсел, Р. Глэнг. Технология тонких пленок 1, Москва (1977)
6. А.Р. Шугуров, А.В. Панин Механизмы возникновения напряжений в тонких пленках и покрытиях. Институт физики и материаловедения СО РАН. Томск, (2020)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Арефьев А.И. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Горнов В.Н. – ведущий инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Пешкичева Л.Е. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Юрченко О.С. – научный сотрудник, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Гусс Л.Е. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Савельев А.В. – лаборант физической лаборатории, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Котов А.П. – лаборант физической лаборатории, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

**СЕКЦИЯ 4. ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ
И НАНОСТРУКТУРЫ**

МАГНИТНЫЕ НАНОКОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ОПАЛОВЫХ МАТРИЦ И МЕТАЛЛОВ (Co И Ni)

А.Ф. Белянин, А.Б. Ринкевич, Е.Р. Павлюкова, П.В. Пащенко, В.В. Борисов

АННОТАЦИЯ

Магнитные наноконпозиты на основе опаловых матриц, пустоты которых содержат кристаллиты Co и Ni, формировали отжигом в H₂. Вкладыши из магнитных наноконпозитов использовали в Y-циркуляторах.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ОПАЛОВЫЕ МАТРИЦЫ, МАГНИТНЫЕ НАНОКОМПОЗИТЫ, Y-ЦИРКУЛЯТОРЫ

MAGNETIC NANOCOMPOSITES BASED ON OPAL MATRICES AND METALS (Co AND Ni).

A.F. Belyanin, A.B. Rinkevich, E.R. Pavlyukova, P.V. Paschenko, V.V. Borisov

ABSTRACT

Magnetic nanocomposites based on opal matrices, the porous of which contain Co and Ni crystallites, were formed by annealing in H₂. Magnetic nanocomposite inserts were used in Y-circulators.

KEYWORDS

OPAL MATRICES, MAGNETIC NANOCOMPOSITES, Y-CIRCULATORS

ВВЕДЕНИЕ

Трехмерные наноконпозиты на основе опаловых матриц (ОМ), характеризующиеся упорядоченным взаимным положением компонентов, проявляют уникальные функциональные свойства. ОМ представляют правильную упаковку шаровых частиц аморфного SiO₂, диаметры которых в зависимости от условий формирования могут варьироваться в заданных пределах 200–700 нм [1, 2]. Трехмерная решетка сообщающихся пространственно упорядоченных межшаровых пустот ОМ, занимающих ~26% объема, при их заполнении различными веществами позволяет получать правильное трехмерное строение отдельных компонентов наноконпозитов. Периодическая структура компонентов наноконпозитов на основе ОМ существенно изменяет микроволновые свойства наноконпозитов [2–5]. Наноконпозиты на основе ОМ и 3D-нанорешеток частиц (размерами несколько десятков нм) магнитных материалов перспективны для использования в различных устройствах, в частности, в Y-циркуляторах [6–8].

Цель работы – изучение взаимосвязи строения и состава с магнитными свойствами наноконпозитов на основе ОМ, пустоты которых содержат Co и Ni.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Объемные образцы ОМ получали при температурах 310–350 К из суспензии Si(OC₂H₅)₄, C₂H₅OH и NH₄OH. Полученные ОМ подвергали термообработке в вакууме (770–970 К; давление ~1 Па) и упрочнению (1400 К; давление > 0,2 МПа).

Из ОМ формировали промежуточный композит, заполняя пустоты ОМ водными растворами солей нитратов Со и Ni и проводя низкотемпературную термообработку (620–720 К, 0,5–1 час), в результате которой разлагались вводимые вещества с образованием в основном рентгеноаморфных оксидов и нитратов. Процесс заполнения пустот раствором (пропитка, комнатная температура, 10–20 ч) и низкотемпературная термообработка проводили циклически (10–24 цикла). При вакуумном введении веществ в пустоты ОМ совмещали процесс заполнения пустот раствором солей с низкотемпературной термообработкой. Процесс вакуумного заполнения пустот и низкотемпературной термообработки проходил при температуре ≤ 420 К и начальном давлении ~ 1 Па.

Нанокompозиты заданного состава формировали отжигом промежуточного композита в H_2 (установка «Отжиг ТМ-6», разработка «НИИ точного машиностроения», Зеленоград) при 970–1470 К (до 24 ч).

Морфологию нанокompозитов изучали на растровом (Carl Zeiss Supra 40-30-87) и просвечивающем (JEM 200С) электронных микроскопах (РЭМ и ПЭМ), а состав определяли на рентгеновском дифрактометре XRD-6000 и лазерном спектроскопе комбинационного рассеяния света LabRAM HR800. Измерения компонент диэлектрической проницаемости в диапазоне высоких частот были проведены с использованием аппаратуры Agilent. Магнитные характеристики образцов изучали на установке MPMS-XL (Quantum Design) [2, 6]. Характеристики Y-циркуляторов с цилиндрическими вставками из нанокompозитов измеряли приборами КСВН и P2-65 [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для формирования нанокompозитов использовали образцы ОМ с диаметром (d) шаровых частиц $SiO_2 \sim 260$ нм ($\Delta d < 5\%$) (рис. 1,а). Рентгеновские дифрактограммы промежуточных композитов (до отжига в H_2) позволили установить наличие в пустотах следующих веществ: NiO (пространственная группа $Fm\bar{3}m$) и Co_3O_4 (пр. гр. $Fd\bar{3}m$).

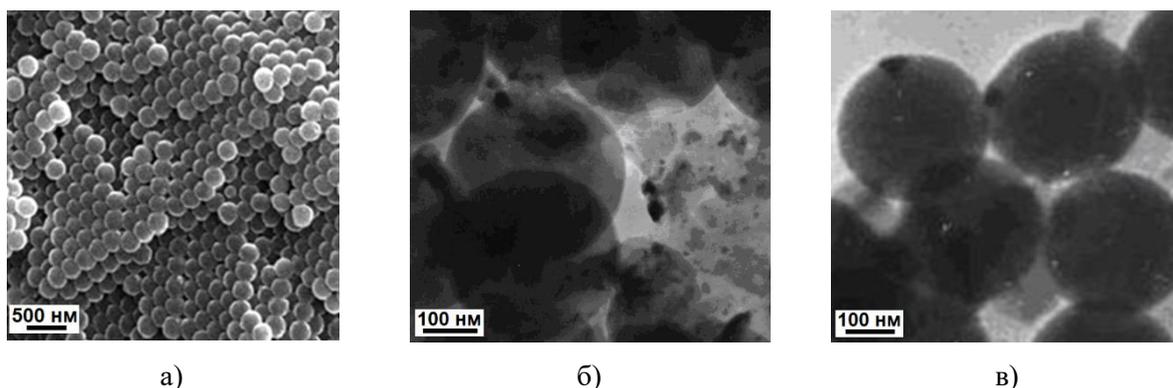


Рис. 1. а) РЭМ-изображение поверхности: роста ОМ; б,в) ПЭМ-изображение нанокompозитов, на основе ОМ, содержащих кристаллиты: б) Ni в) Со

В зависимости от условий отжига промежуточного композита в нанокompозитах формируются различные вещества (см. таблицу 1). Отжиг в H_2 при температурах ≥ 1000 К приводил к образованию в пустотах кристаллитов Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$) и Со (пр. гр. $Fm\bar{3}m$). На снимках измельченных образцов нанокompозитов наблюдали кристаллиты синтезированных в пустотах ОМ металлов (рис. 1б, 1в). Кристаллиты металлов заполняли $> 20\%$ объема

пустот. Отжиг в H_2 при температуре 970 К приводил к формированию кристаллитов Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$); Co (пр. гр. $Fm\bar{3}m$), а также гексагональной модификации кобальта (Co (пр. гр. $P6_3/mmc$)). Образование различных модификаций Co, синтезированного в пустотах, зависело от состава пропитывающего раствора и условий отжига. Размер кристаллитов (областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения) синтезированных в пустотах веществ находился в пределах: Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$) – 20–32 нм; Co (пр. гр. $Fm\bar{3}m$) – 24–56 нм; Co (пр. гр. $P6_3/mmc$) – 18–36 нм.

Таблица 1
 Формирование кристаллитов в нанокompозитах

Состав раствора, заполняющего пустоты	Температура и время отжига	Кристаллиты, образующиеся в пустотах ОМ
Ni(NO ₃) ₂ и Co(NO ₃) ₂ в H ₂ O	990 К, в воздухе, 4 ч	NiO (пр. гр. $Fm\bar{3}m$); Co ₃ O ₄ (пр. гр. $Fd\bar{3}m$)
	990 К, в H ₂ , 4 ч	Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$); Co (пр. гр. $Fm\bar{3}m$)
	970 К, в H ₂ , 4 ч	Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$), Co (пр. гр. $Fm\bar{3}m$), Co (пр. гр. $P6_3/mmc$)

По данным спектроскопии комбинационного рассеяния света полученные нанокompозиты в дополнении к кристаллическим фазам, содержали аморфные фазы, что осложняло подбор концентраций используемых растворов солей нитратов для синтеза веществ заданного состава и строения. Концентрация кристаллических фаз в смеси аморфной и кристаллической составляющих синтезированных веществ, содержащих Co и Ni, зависела от условий отжига и в ряде случаев достигала 60 % (по объему).

При отжиге образцов промежуточных композитов при температурах отжига выше 1070 К, в ряде случаев в нанокompозитах проходила рекристаллизация рентгеноаморфного SiO₂ и взаимодействие Ni с SiO₂ с образованием кристаллитов Ni₂SiO₄ и других веществ.

На рис. 2 представлены частотные зависимости диэлектрических характеристик нанокompозитов на основе ОМ, содержащих в пустотах Ni. Нанокompозиты, содержащие Co, имели аналогичный вид частотных зависимостей.

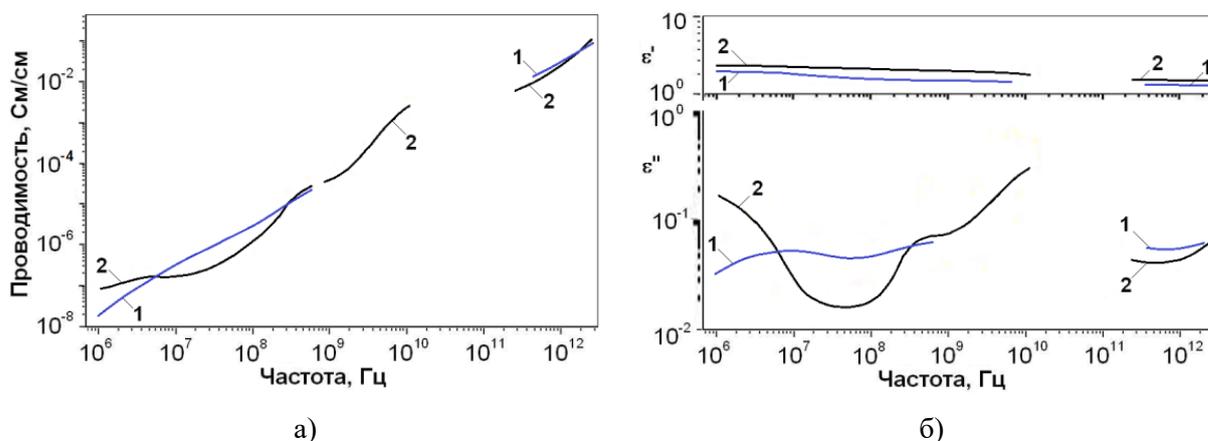


Рис. 2. Частотные зависимости: а) микроволновой проводимости; б) действительной (ϵ') и мнимой (ϵ'') компонент диэлектрической проницаемости ОМ (1) и нанокompозита на основе ОМ, пустоты которой содержат кристаллиты Ni (2)

Магнитные характеристики нанокompозитов на основе ОМ, содержащих кристаллиты Co и Ni, представлены на рис. 3–5. С целью проверки особенностей строения

ферромагнитных областей, был измерен магнитный момент нанокompозитов, содержащих кристаллиты Co и Ni (рис. 3). Петли гистерезиса указанных нанокompозитов в области магнитного поля 3 кЭ представлены на вставке к рис. 3. Наблюдается характерная для ферромагнетиков петля гистерезиса, при этом, величина коэрцитивной силы указывает на наноструктурированность магнитной фазы. Величины коэрцитивных сил в случае нанокompозитов, содержащих кристаллиты Co и Ni, указывают на характерное ферромагнитное упорядочение. Измерения образцов, полученных при различных условиях отжига, показали, что имеет место влияние на измеряемые параметры многофазности синтезированных в пустотах веществ и концентрации кристаллической фазы в составе синтезированных веществ.

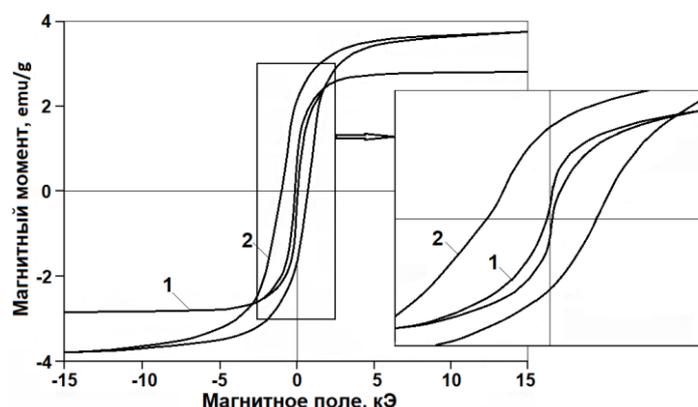


Рис. 3. Петли гистерезиса нанокompозита на основе OM, пустоты которой содержат кристаллиты Co и Ni (отжиг в H_2 при 970 K) (температура измерений 300 K (1) и 2 K (2))

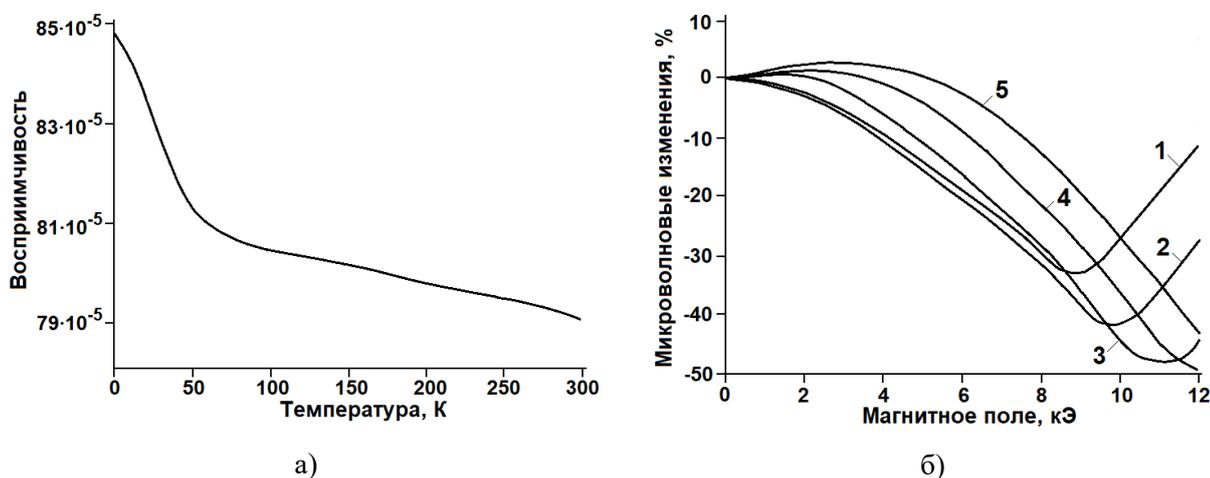


Рис. 4. Магнитные свойства нанокompозита на основе OM, пустоты которой содержат кристаллиты Co и Ni: а) Зависимость магнитной восприимчивости от температуры (при $H = 30$ кЭ). б) Полевая зависимость коэффициента прохождения через нанокompозит на частотах: 1 – 26; 2 – 29; 3 – 32; 4 – 35; 5 – 38 ГГц

Цилиндрические вкладыши, изготовленные из нанокompозитов на основе OM, пустоты которых содержат кристаллиты Co и Ni, использовали в Y-циркуляторах, включающих диэлектрическую вставку и прямоугольные волноводы [7]. Результаты измерений характеристик партии Y-циркуляторов с вкладышами из нанокompозитов, содержащих по данным рентгеновской дифрактометрии кристаллиты Co и Ni, а также (по данным спектроскопии комбинационного рассеяния света) рентгеноаморфные фазы оксидов металлов,

представлены на рис. 6. Y-циркулятор с вкладышами из нанокompозитов на основе OM, пустоты которых заполнены кристаллитами Co и Ni (1:1), показал лучшую развязку между плечами, меньшие значения прямых потерь, более широкую полосу пропускания по сравнению с Y-циркулятором с вкладышами из феррита марки 1СЧ4 (Ni-Zn-шпинель). Указанные характеристики Y-циркуляторов с вкладышем из нанокompозитов на основе OM были улучшены более чем на 20%.

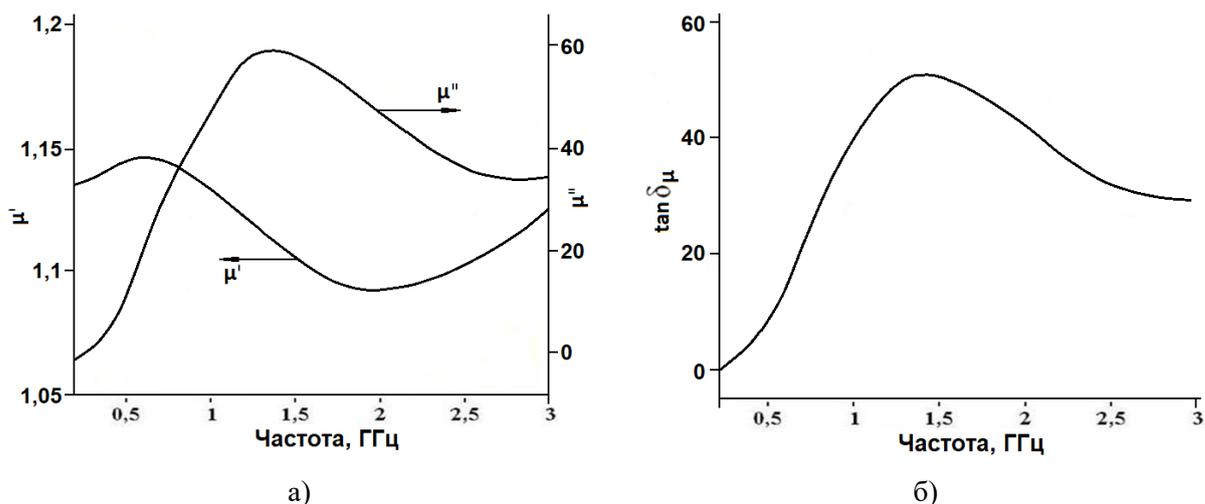


Рис. 5. Частотные зависимости для нанокompозита на основе OM, пустоты которой содержат кристаллиты Co и Ni: а) действительной (μ') и мнимой (μ'') компонент магнитной проницаемости; б) тангенса потерь

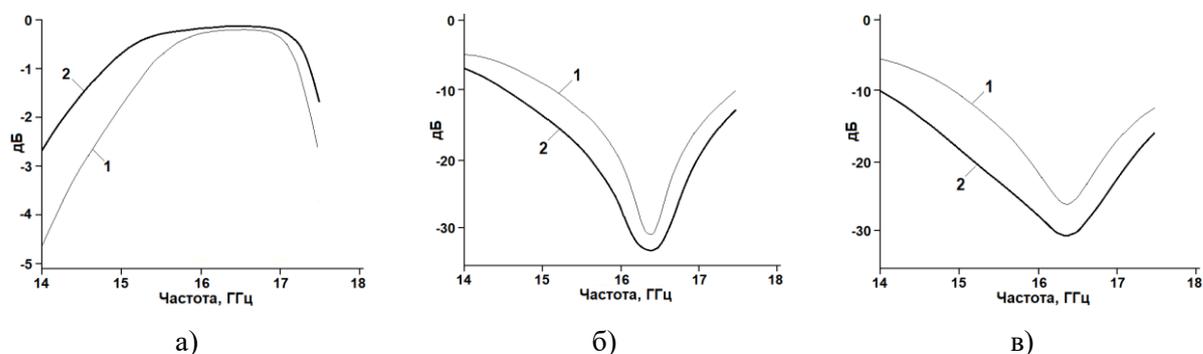


Рис. 6. Частотные зависимости: а) прямых потерь; б) коэффициента отражения; в) развязки между плечами для Y-циркуляторов с цилиндрическими вкладышами из: 1 – феррита 2СЧ1, 2 – нанокompозита на основе OM, содержащих кристаллиты Co и Ni (1:1)

Измерения характеристик другой серии Y-циркуляторов с вкладышами из нанокompозитов на основе OM, содержащих кристаллиты Co и Ni, полученных при различных условиях отжига, показали, что имеет место значительное влияние на измеряемые параметры содержание кристаллической фазы в составе синтезированных веществ (рис. 7).

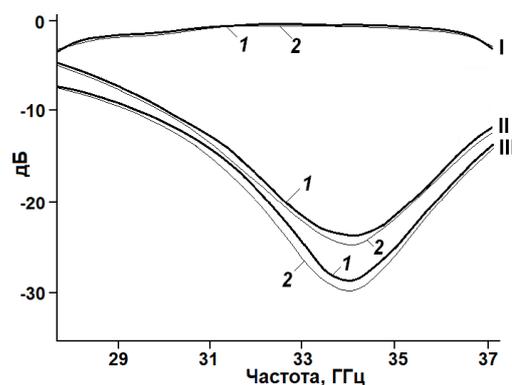


Рис. 7. Характеристики (прямые потери (I); коэффициент отражения (II); развязка между плечами (III)) Y-циркуляторов со вставками из нанокompозитов на основе ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты Со и Ni (нанокompозиты получены отжигом в Н₂ при 970 К (1) и 1470 К (2))

Нанокompозиты, сформированные с применением вакуумного метода получения промежуточных композитов, имели равномерное распределение кристаллитов металлов по объему нанокompозита. Однородная упорядоченность объемного распределения кристаллитов металлов улучшила воспроизводимость и стабильность магнитных характеристик нанокompозитов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучено строение, электрофизические, магнитные и СВЧ- характеристики нанокompозитов на основе ОМ, пустоты которых содержат кристаллиты Со и Ni. Исследованы диэлектрические и магнитные характеристики нанокompозитов на основе ОМ. Рассмотрены результаты применения образцов магнитных нанокompозитов, содержащих кристаллиты металлов размером 18–56 нм, в качестве вставок в Y-циркуляторы. Применение вкладышей из нанокompозитов, содержащих кристаллиты Со и Ni, показало улучшение на $\geq 20\%$ характеристик Y-циркулятора, по сравнению Y-циркулятором с керамическим вкладышем из феррита (Ni-Fe-шпинель).

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. № 24. P. 6109–6143.
2. 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 ferroelectric materials // *Russian Journal of General Chemistry*. 2013. V. 83. № 11. P. 2132–2147.
3. Ozbay E., Temelkuran B., Bayindir M. Microwave applications of photonic crystals // *Progress In Electromagnetics Research. PIER*. 2003. V. 41. P. 185–209.
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. Белянин А.Ф., Багдасарян А.С., Багдасарян С.А., Павлюкова Е.Р. Трехмерные композиционные наноматериалы на основе опаловых матриц для устройств электронной техники // *Журнал радиоэлектроники*. 2021. № 1. С. 11.

6. Ринкевич А.Б., Перов Д.В., Самойлович М.И., Белянин А.Ф., Пащенко П.В., Тимофеев М.А. Опаловые матрицы со слоистой структурой Co/Ir и 3D-нанокompозиты опаловая матрица – соединения Co // Инженерная физика. 2009. № 10. С. 18–24.
7. Голованов О.А., Макеева Г.С., Самойлович М.И., Ринкевич А.Б. Невзаимные устройства сверхвысоких частот на основе магнитных нанокompозитов из опаловых матриц // Радиотехника и электроника. 2016. Т. 61. № 2. С. 184.
8. Belyanin A.F., Bagdasaryan A.S., Bagdasaryan S.A., Pavlyukova E.R. Nanostructured materials based on opal matrixes and magnetic oxides Ni(Co)-Zn-Fe // Журнал радиоэлектроники. 2020. № 3. С. 6.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Белянин А.Ф. – Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш», г. Москва

Ринкевич А.Б. – Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

Павлюкова Е.Р. – Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г. Москва

Пащенко П.В. – Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, г. Москва

Борисов В.В. – Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, г. Москва

ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИИ ИОННО-ЛУЧЕВОГО НАНЕСЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ РЕЗОНАТОРОВ ИНЖЕКЦИОННЫХ ЛАЗЕРОВ

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

АННОТАЦИЯ

Работа посвящена созданию технологии получения оптических покрытий для резонаторов инжекционных лазеров на установке ионно-лучевого нанесения. Для требуемых коэффициентов отражения на торцах резонаторов спроектированы оптические покрытия, и отработаны режимы нанесения составляющих их диэлектрических слоев. Отработка режимов нанесения заключалась в определении оптимальных параметров ионного луча, соотношений расходов газа-источника ионов и газа-реагента и температуры подложки. Расчет спектральных характеристик высокоотражающих и просветляющих покрытий, полученных на основании предложенных конструкций и экспериментальных значений коэффициентов преломления диэлектрических слоев, свидетельствует о достижении необходимых коэффициентов отражения на торцах резонаторов инжекционных лазеров.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ИОННО-ЛУЧЕВОЕ НАНЕСЕНИЕ, КОЭФФИЦИЕНТЫ ПРЕЛОМЛЕНИЯ, ОПТИЧЕСКИЕ ПОКРЫТИЯ, ИНЖЕКЦИОННЫЕ ЛАЗЕРЫ

FEATURES OF THE ION-BEAM DEPOSITION TECHNOLOGY OF MULTI-LAYER OPTICAL COATINGS FOR INJECTION LASERS CAVITIES

A.V. Fomin, E.M. Filonenko, E.A. Anashkin

ABSTRACT

The work is devoted to the creation of a technology for obtaining optical coatings for injection lasers cavities on an ion-beam deposition facility. The constructions of optical coatings have been designed to meet the requirements for facets reflection coefficients and dielectric layers deposition modes have been determined. The development of the deposition modes consisted in determining the optimal parameters of the ion beam, the ratio of the flow rates of the ion-source gas and the reagent gas, and the substrate temperature. The calculation of the spectral characteristics of high-reflection and anti-reflection coatings obtained on the basis of the proposed designs and the experimental values of the dielectric layers refractive indices indicates that the required reflection coefficients for injection lasers cavities have been achieved.

KEYWORDS

ION-BEAM DEPOSITION, REFRACTIVE INDICES, OPTICAL COATINGS, INJECTION LASERS

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день всевозрастающая потребность в мощных и надежных источниках лазерного излучения спектрального диапазона 915-980 нм обуславливает необходимость разработки технологии получения инжекционных лазеров с улучшенными характеристиками их резонаторов, стойких к катастрофической и постепенной деградациям. В свою очередь, стойкость торцов резонаторов определяется качеством подготовки их

поверхностей, конструкцией наносимых на них оптических покрытий, а также выбранной технологией их нанесения. Область разработки конструкций оптических покрытий развивается с 1970-х годов, при этом большинство работ в данной области были мотивированы необходимостью создания готового продукта с увеличенными значениями мощности и надежности, а также получением объекта интеллектуальной собственности и реже включали фундаментальные исследования свойств получаемых покрытий. Результатом такого подхода является существование на сегодняшний день множества патентов на изобретения в данной области, зачастую с неоднозначными результатами, не позволяющими напрямую сравнить преимущества разработанных технологий и/или конструкций с решениями, указанными в других патентах, и как следствие, подобрать готовое решение при создании собственной технологии нанесения оптических покрытий для резонаторов инжекционных лазеров.

Наиболее используемыми методами получения оптических покрытий являются электронно-лучевое нанесение [1], магнетронное распыление [2] а также ионно-лучевое нанесение [3]. Последний метод обладает рядом преимуществ, поскольку позволяет получать тонкие пленки высокой плотности, низким коэффициентом поглощения в видимом и инфракрасном диапазонах [3], а также контролировать стехиометрический состав за счет непосредственного регулирования соотношения расходов газов, энергий и тока ионов. В свою очередь, вопрос применения метода ионно-лучевого нанесения для формирования оптических покрытий на торцах инжекционных лазеров характеризуется небольшим количеством работ и требует всестороннего изучения. Таким образом, целью данной работы являлось исследование особенностей применения ионно-лучевого нанесения с последующей разработкой собственной технологии формирования оптических покрытий на резонаторах лазеров. Работа включала проектирование оптических покрытий с необходимыми коэффициентами отражения, исследование режимов нанесения монослоев диэлектрических материалов, входящих в состав конструкции оптических покрытий, получение многослойных покрытий на торцах резонаторов линеек лазерных диодов (ЛЛД) спектрального диапазона 915-980 нм, а также апробацию полученных оптических покрытий.

ПРОЕКТИРОВАНИЕ КОНСТРУКЦИИ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

В конструкции инжекционного лазера плоскопараллельный резонатор Фабри-Перо образован двумя сколотыми торцами полупроводникового кристалла со значением коэффициента $R \sim 30\%$. Нанесение диэлектрических покрытий на торцы инжекционных лазеров осуществляется с целью защиты их сколотых поверхностей от внешнего воздействия, а также с целью получения определенных коэффициентов отражения на выходном и заднем торцах резонатора – до 10% (полупрозрачное зеркало) и более 95% (глухое зеркало) соответственно – для того, чтобы практически вся излучаемая мощность выходила через один торец резонатора.

Одним из подходящих вариантов для формирования полупрозрачного зеркала является Al_2O_3 с коэффициентом преломления объемного материала $n=1,76$, удовлетворительными значениями теплопроводности (0,2-0,3 Вт/(см*К)) и шириной запрещенной зоны (6,5 эВ).

Типичными системами для получения глухих зеркал резонаторов инжекционных лазеров в области ближнего ИК-диапазона являются SiO_2/TiO_2 , SiO_2/Ta_2O_5 , SiO_2/Si , Si_3N_4/Si .

Как правило, оптическая толщина каждого слоя составляет четверть волны (QWOT—quarter wave optical thickness) или кратное ей значение [4].

Коэффициенты преломления слоев, образующих полупрозрачное и глухое зеркала, будут зависеть от способов и режимов нанесения выбранных материалов. В случае нанесения оксидов основной сложностью является получение пленок стехиометрического состава, обусловленной эффектом избирательного распыления кислорода [5]. В этом случае, согласно работам [5-7], подобранные скорости нанесения и режимы подачи реакционного газа позволяют получать покрытия с коэффициентами преломления близким к коэффициентам объемных материалов.

На основании проведенного обзора материалов и их справочных оптических констант, а также принципов проектирования оптических покрытий и требуемых коэффициентов отражения были разработаны схемы просветляющего (AR) и высокоотражающего покрытий (HR) для формирования полупрозрачного и глухого зеркал соответственно (табл. 1).

Таблица 1.

Рассчитанные конструкции оптических покрытий торцов резонаторов лазеров спектрального диапазона 915-980 нм для материала подложки GaAs

Покрытие	Схема	R, %
AR	1QWOT Al ₂ O ₃	<10
HR	(1QWOT SiO ₂ / 1QWOT TiO ₂)*5	>95

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМОВ ФОРМИРОВАНИЯ СЛОЕВ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ИОННО-ЛУЧЕВОГО НАНЕСЕНИЯ

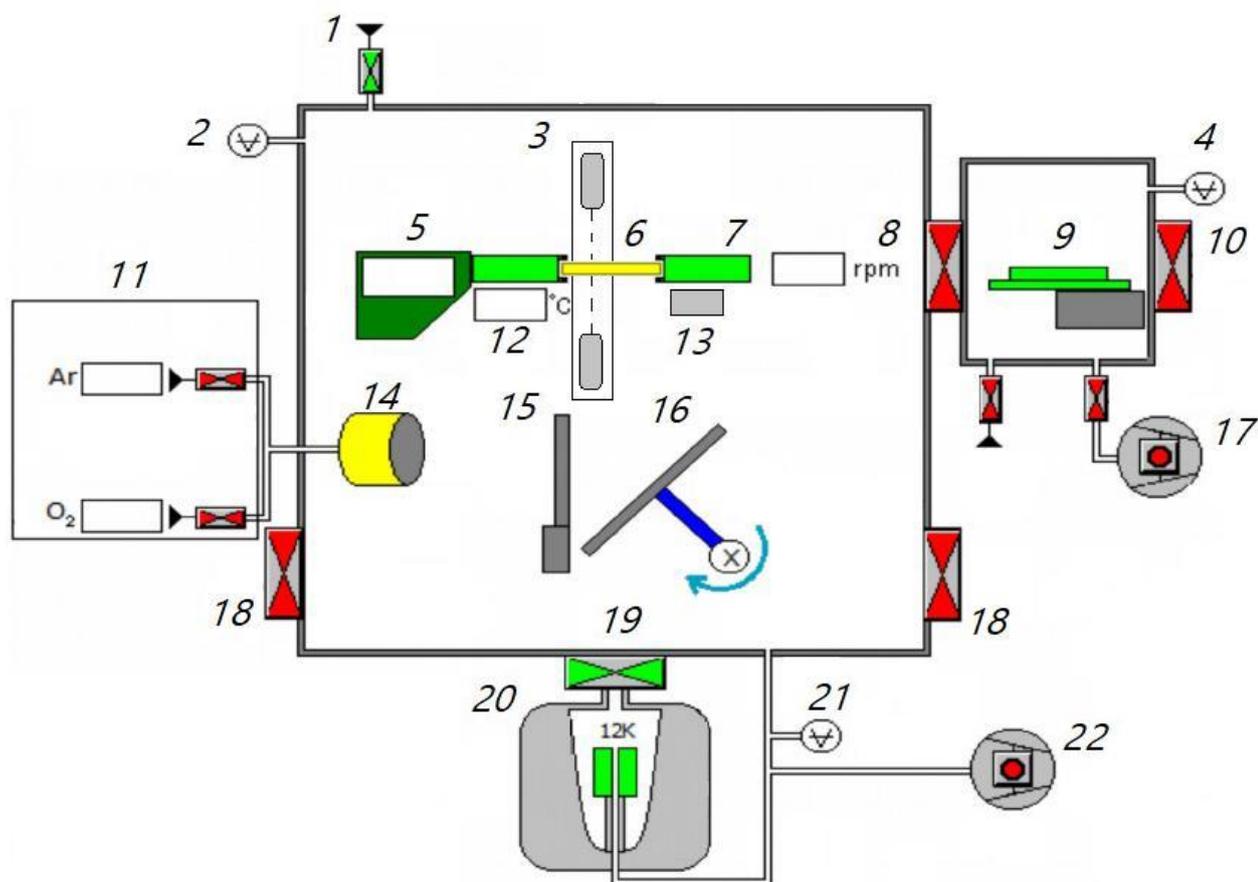
Имеющаяся установка ионно-лучевого нанесения оснащена двумя источниками ионов типа Кауфман, системой оптического мониторинга наносимых покрытий, кварцевой системой измерения их толщины, высокопроизводительной криосистемой, позволяющей достигать глубины вакуума $2 \cdot 10^{-6}$ бар. Во время процесса ионно-лучевого нанесения осуществляется подача аргона и кислорода в качестве источника ионов для распыления материала мишени и газа-реагента соответственно. Газы подаются в ионную пушку типа Кауфман [8], позволяющую наносить материалы со скоростями $\sim 0,01 - 0,2$ нм/с. Контроль параметров наносимых диэлектрических слоев осуществляется при помощи кварцевого датчика и оптической системы мониторинга, позволяющими определять толщины и спектральные характеристики наносимых слоев по мере их роста. Вакуумная камера содержит 4 водоохлаждаемые мишени, закреплённые на медных основаниях. Устройство камеры схематично представлено на рисунке 1.

Исследование режимов нанесения оптических покрытий состояло из отработки нанесения каждого материала, входящего в состав спроектированных покрытий, в виде монослоев на стекло-свидетель (КУ1) с последующим определением их оптических констант и плотностей при различных режимах нанесения. Изменяемыми параметрами выступали соотношение расходов газа-источника ионов и газа-реагента, скорости нанесения монослоев, а также температура подложки.

В процессе отработки нанесения каждого монослоя параметры ионного луча подбирались таким образом, чтобы получить максимально возможную скорость нанесения при заданных соотношениях расходов газа-источника ионов и газа-реагента (O₂/Ar). Выбор оптимальных соотношений расходов газов осуществлялся на основании анализа отклонений

экспериментальных значений плотностей для получаемых монослоев от справочных значений плотностей пленок стехиометрического состава $\Delta\rho = \rho_{\text{теор.}} - \rho_{\text{эксп.}}$ [9-11].

Соотношения, при которых данные отклонения являлись минимальными (рис.2), были выбраны для нанесения слоев. В дальнейшем при установленных скоростях и соотношениях расходов газов осуществлялся поиск оптимальных значений температур подложек для каждого монослоя (табл. 3). В таблице 3 представлены значения коэффициентов преломления получаемых монослоев при различных температурах подложки в случае подобранных режимов скорости нанесения и соотношения расходов газов.



- 1 – клапан напуска азота в объем рабочей камеры; 2 – высоковакуумный датчик давления; 3 – система оптического мониторинга; 4 – датчик давления загрузочного бокса; 5 – сервопривод стола; 6 – система крепления оснастки; 7 – стол; 8 – шлюз для загрузки оснастки в рабочий объем вакуумной камеры из загрузочного бокса; 9 – механизм подачи оснастки в рабочий объем вакуумной камеры из загрузочного бокса; 10 – дверь загрузочного бокса; 11 – линии подачи аргона и кислорода; 12 – датчик температуры оснастки; 13 – кварцевый датчик для контроля толщины наносимых слоев; 14 – ионная пушка; 15 – заслонка мишени; 16 – система позиционирования мишеней с сервоприводом; 17 – безмасляный вакуумный насос; 18 – двери камеры; 19 – высоковакуумный клапан; 20 – криогенный насос; 21 – датчик давления; 22 – безмасляный вакуумный насос

Рис. 1. Устройство вакуумной камеры для проведения процессов ионно-лучевого нанесения материалов

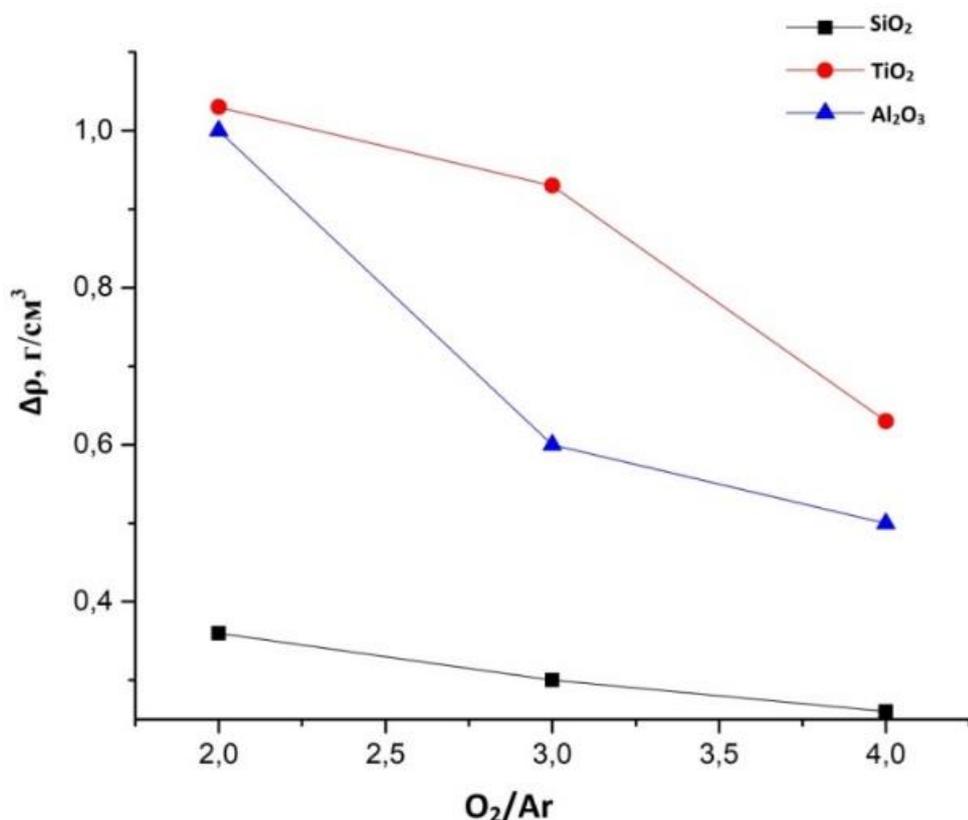


Рис. 2. Зависимость разницы справочных и экспериментальных значений плотностей монослоев от соотношения расходов газа-источника ионов и газа-реагента

Таблица 2.
 Оптимальные режимы нанесения монослоев и коэффициенты преломления
 в зависимости от температуры подложки

Монослой	Скорость нанесения, нм/с	Ar/O₂	n (975 нм)		
			80°C	150°C	300°C
SiO₂	0,08	4	1,45	1,46	1,46
TiO₂	0,03	4	2,29	2,35	2,35
Al₂O₃	0,05	4	1,58	1,60	1,65

Согласно таблице 2, наиболее выраженная зависимость коэффициента преломления от температуры при прочих установленных режимах характерна для монослоя Al₂O₃. С учетом прочих подобранных режимов нанесения оптимальная температура подложки, при которой достигается максимальный коэффициент преломления в случае нанесения диэлектрических слоев SiO₂ и TiO₂, составила 150°C. Температура, для которой достигается максимальный коэффициент преломления в случае нанесения монослоя Al₂O₃, составила 300°C.

Проведенный расчет спектральных характеристик для предложенных конструкций оптических покрытий (табл. 1) при экспериментальных значениях коэффициентов преломления исследуемых монослоев позволил получить коэффициенты пропускания покрытий на подложке GaAs и свидетеле КУ1 (рис. 3 а, б) и обеспечить прямой контроль оптических свойств при последующем изготовлении просветляющего (AR) и высокоотражающего (HR) покрытий на установке ионно-лучевого нанесения.

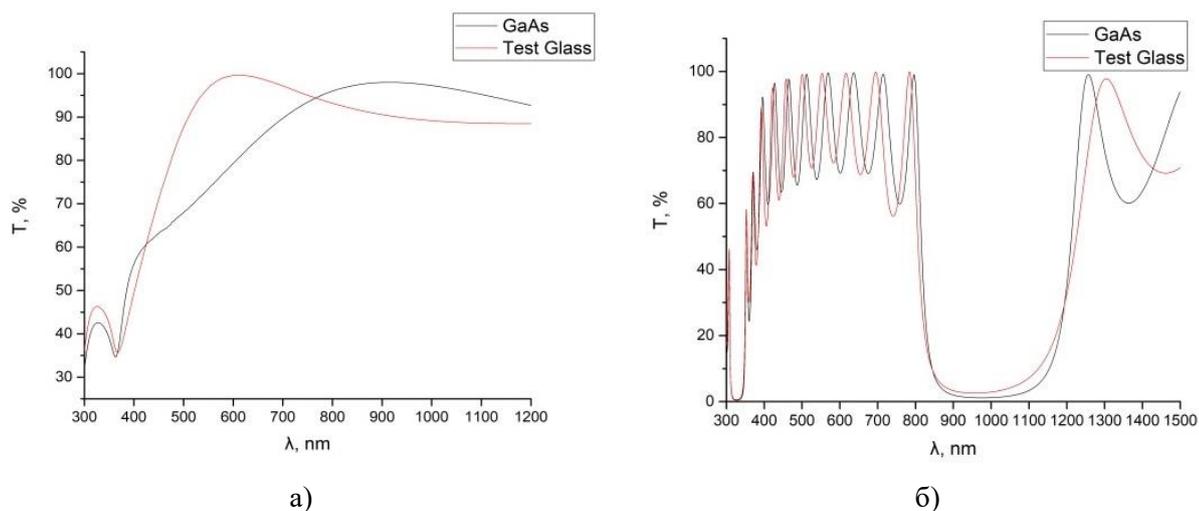


Рис. 3. Расчетные графики зависимостей коэффициента пропускания T от длины волны для а) – просветляющего и б) – высокоотражающего покрытий на подложках GaAs и КУ1 с учетом полученных значений коэффициентов преломления монослоев

АПРОБАЦИЯ КОНСТРУКЦИИ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Высокоотражающие и просветляющие покрытия были нанесены на торцы линеек лазерных диодов (ЛЛД) методом ионно-лучевого нанесения. Предварительно ЛЛД в количестве четырех штук с длиной резонатора 4 мм набирались в стопу в специальный зажим для ЛЛД, после чего устанавливались в оснастку для закрепления в камере ионно-лучевого нанесения. Параметры ионно-лучевого нанесения слоев, включающие температуру, скорости их нанесения и соотношение расходов газа-источника ионов и газа-реагента были установлены в соответствии с коэффициентами преломления TiO_2 ($n=2,35$), SiO_2 ($n=1,46$) и Al_2O_3 ($n=1,65$).

В результате двух процессов были получены оптические покрытия на выходном и заднем торцах ЛЛД, контроль спектральных характеристик покрытий осуществлялся при помощи подложек-свидетелей из стекла КУ1 на спектрофотометре с точностью не менее 1% T , где T – коэффициент пропускания.

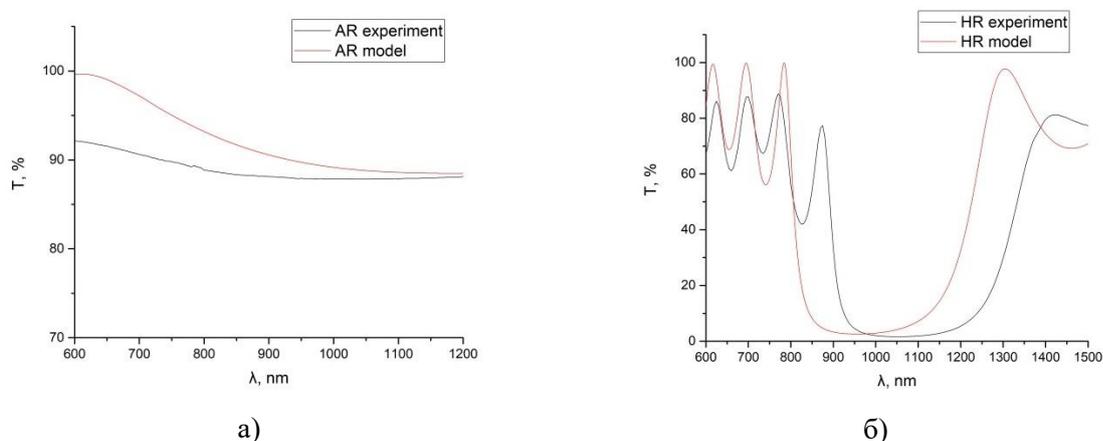


Рис. 4. Сравнение зависимостей коэффициента пропускания T от длины волны для расчетных и полученных а)-просветляющего и б)-высокоотражающего покрытий на подложке КУ1

Полученные коэффициенты пропускания на свидетелях из КУ1 для спектрального диапазона 915-980 нм составили 87,9% и 2,7% для просветляющего и высокоотражающего покрытий соответственно. Отклонение экспериментальных значений от расчетных составляет не более 1,5% (рис. 4а, б) и может быть обусловлено разницей заданных и фактических коэффициентов преломления монослоев в силу незначительного отклонения температурных и скоростных режимов от режимов нанесения, ранее установленных как оптимальные.

Сравнения электрооптических характеристик ЛЛД до и после нанесения оптических покрытий на торцы их резонаторов производились с целью оценки прироста мощности и значений фактических коэффициентов отражения на выходном и заднем зеркалах ЛЛД. Измерения проводились на установке паспортизации ЛЛД в импульсном режиме генерации в диапазоне токов от 0 до 3А. Сравнение результатов измерений показало увеличение значения мощности в 1,9 раз после нанесения просветляющего и высокоотражающего покрытий. На рисунке 5 представлены типичные ватт-амперные характеристики (ВтАХ) одиночных эмиттеров ЛЛД до и после нанесения оптических покрытий.

Фактические коэффициенты отражения зеркал (R_1 и R_2), сформированных на торцах резонаторов длиной $L=4\text{мм}$, были найдены из формулы (1) для потерь на вывод излучения α_{ext} , которые были определены ранее для исходной лазерной гетероструктуры.

$$\alpha_{ext} = \left(\frac{1}{2L}\right) \ln\left(\frac{1}{R_1 R_2}\right) \quad (1)$$

Фактические коэффициенты отражения на выходном (R_1) и заднем (R_2) зеркалах одиночных эмиттеров ЛЛД приведены в таблице 3.

Результаты сравнения ВтАХ одиночных эмиттеров ЛЛД до и после нанесения оптических покрытий и расчет фактически получаемых значений свидетельствуют о достижении необходимых коэффициентов отражения на задних и передних торцах резонаторов инжекционных лазеров.

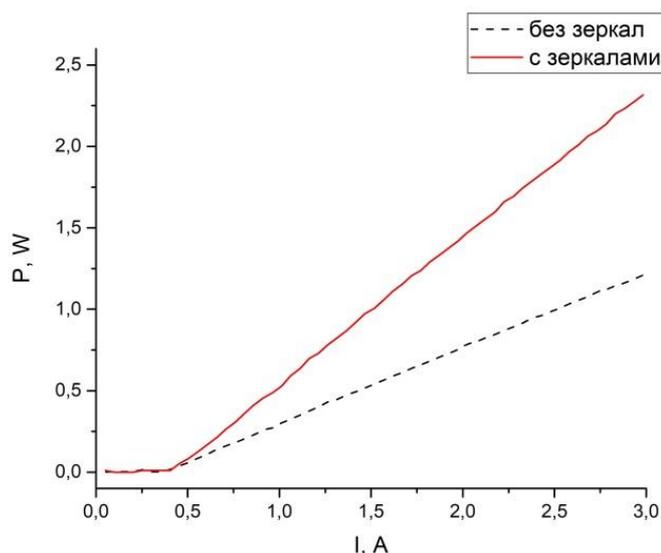


Рис. 5. ВтАХ одиночного эмиттера ЛЛД до и после нанесения оптических покрытий в импульсном режиме лазерной генерации

Таблица 3
Измеренные и рассчитанные параметры одиночных эмиттеров ЛЛД
с нанесёнными зеркалами

L, см	I _{th} , А	I, А	P _{out} , Вт	α _{ext} , см ⁻¹	R ₁ , %	R ₂ , %
4	0,4	3	2,3	2,65	96,3	4,4

ВЫВОДЫ

Задача разработки технологии получения оптических покрытий для резонаторов инжекционных лазеров была успешно решена методом ионно-лучевого нанесения. Проведенные исследования особенностей применения метода позволили отработать режимы нанесения диэлектрических монослоев, входящих в конструкцию спроектированных оптических покрытий. В результате разработки технологии были достигнуты требуемые значения коэффициентов отражения, о чем свидетельствуют результаты сравнения выходных мощностей излучения одиночных эмиттеров ЛЛД до и после нанесения оптических покрытий, а также расчёт фактических коэффициентов отражения на выходных и задних торцах резонаторов инжекционных лазеров.

ЛИТЕРАТУРА

1. Wei C.T., Shieh H.-P. D. Stresses and temperature stability of dense wavelength division multiplexing filters prepared by reactive ion-assisted e-gun evaporation // Jpn. J. Appl. Phys., 2005, V.44, PP.7577–7581.
2. Venkataraj, Drese R., Kappertz O., Jayavel R., Wutting M. Characterization of niobium oxide films prepared by reactive dc magnetron sputtering // Phys. Status Solidi A, 2001, V. 188, PP.1047–1058.
3. Yoon S.G., Kim Y.T., Kim H.K., Kim M.J., Lee H.M., Yoon D.H. Comparison of residual stress and optical properties in Ta₂O₅ thin films deposited by single and dual ion beam sputtering // Materials Science and Engineering B, 2005, V. 118, PP.234–237.
4. Ершов А. В., Машин А. И. Многослойные оптические покрытия. Проектирование, материалы, особенности технологии получения методом электроннолучевого испарения // Учебно-методический материал по программе повышения квалификации «Новые материалы электроники и оптоэлектроники для информационно-телекоммуникационных систем», Нижний Новгород, 2006, 99 с.
5. Sahoo N.K., Thakur S., Bhattacharyya D., Das N.C. Ion assisted deposition of refractory oxide thin film coatings for improved optical and structural properties // Bhabha Atomic Research Centre, India, Report BARC/1999/E/001,1999.
6. Çetinörgü E. et al. Mechanical and thermoelastic characteristics of optical thin films deposited by dual ion beam sputtering // Applied optics, 2009, V. 48, №. 23, PP. 4536-4544.
7. Farhan M. S., Zalnezhad E., Bushroa A. R. Properties of Ta₂O₅ thin films prepared by ion-assisted deposition // Materials Research Bulletin, 2013, V. 48, №. 10, PP. 4206-4209.
8. Kaufman H.R., Robinson R.S. Broad-beam ion source technology and applications // Vacuum, 1989, V. 39, №. 11–12, PP. 1175-1180.
9. Radovic I. et al. Stoichiometric SiO₂ thin films deposited by reactive sputtering // Materials Chemistry and Physics, 2007, V. 104, PP.172-176.

10. Mergel D., Buschendorf D., Eggert S., Grammes R., Samset B. Density and refractive index of TiO₂ films prepared by reactive evaporation // Thin Solid Films, 2000, V. 371, №. 1-2, pp. 218–224.
11. Groner M. D., Fabreguette F. H., Elam J. W., George S. M. Low-Temperature Al₂O₃ Atomic Layer Deposition // Chem. Mater., 2004, V.16, PP. 639-645.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

А.В. Фомин – кандидат физико-математических наук, начальник отдела ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г. Снежинск.

Е.М. Филоненко – научный сотрудник ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г. Снежинск; e-mail: dep5@vniitf.ru

Е.А. Анашкин – начальник лаборатории, ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г. Снежинск

АНАЛИЗ МЕТОДОВ СИНТЕЗА АМОРФНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЕВ НА ОСНОВЕ ZnO ДЛЯ УСТРОЙСТВ ПРОЗРАЧНОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ

А.Х. Абдуев, А.Ш. Асваров, А.К. Ахмедов, Э.К. Мурлиев

АННОТАЦИЯ

Проанализированы процессы магнетронного синтеза нанокристаллических и аморфных слоев на основе оксида цинка. Изучено влияние легирующих компонентов и уровня легирования на степень аморфизации слоев. Рассмотрено влияние водорода в составе атмосферы на структурное совершенство синтезируемых слоев. Показана зависимость структуры слоев ZnO-SnO₂ от соотношения компонентов в распыляемых мишенях. Обсуждены механизмы формирования аморфных слоев на основе ZnO при магнетронных методах синтеза.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ОКСИД ЦИНКА, ТОНКАЯ ПЛЕНКА, НАПЫЛЕНИЕ, АМОРФИЗАЦИЯ, МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, ПРИМЕСЬ

ANALYSIS OF DEPOSITION METHODS FOR ZnO-BASED AMORPHOUS FUNCTIONAL LAYERS FOR TRANSPARENT ELECTRONICS DEVICES

A.Kh. Abduev, A.Sh. Asvarov, A.K. Akhmedov, E.K. Murliev

ABSTRACT

The processes of growth of nanocrystalline and amorphous ZnO-based thin films by magnetron sputtering method are analyzed. The effect of doping components and the level of doping on the degree of film amorphization has been studied. The effect of hydrogen in the composition of the atmosphere on the structural perfection of the deposited ZnO-based thin films is considered. The dependence of the structure of ZnO-SnO₂ thin films on the component ratio in sputtered targets is shown. The mechanisms of the formation of ZnO-based amorphous films by magnetron sputtering methods are discussed.

KEYWORDS

ZINC OXIDE, THIN FILM, DEPOSITION, AMORPHIZATION, MAGNETRON SPUTTERING, DOPING

ВВЕДЕНИЕ

Стремительный рост объемов и номенклатуры различных приложений в индустрии прозрачной электроники предполагает поиск новых перспективных материалов и технологий их синтеза. Исследования последних десятилетий показывают явный тренд к переходу от монокристаллической кремниевой электроники к широкому использованию в качестве базового материала различных поликристаллических и аморфных оксидных композиций [1]. Значимой вехой в этом направлении явилось создание канала активноматричных тонкопленочных транзисторов на основе сложной аморфной оксидной системы In-Ga-Zn-O (a-IGZO) [2].

Причины вытеснения кремниевых функциональных слоев из прозрачной электроники различны. Прежде всего, это связано с тем, что кремний - непрозрачный материал. В то же время подвижность носителей в альтернативных аморфных оксидных материалах а-IGZO (около $10 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$) на порядок выше, чем у в слоях на основе аморфного гидрогенизированного кремния (менее $1 \text{ см}^2\text{В}^{-1}\text{с}^{-1}$).

Внедрение слоев на основе системы а-IGZO в ЖК индустрию привело к активизации работ, направленных на дальнейшее улучшение их электрических и оптических характеристик. Так, в [3] сообщается о значительном росте полевой подвижности носителей заряда в сложной аморфной оксидной системе IGZTO (In-Ga-Zn-Sn-O). Значительному росту интереса к аморфным оксидным системам способствовало также появление и интенсивное развитие нового направления в прозрачной электронике – гибкой электроники на полимерных носителях [4], для которой формулируются и новые дополнительные требования к используемым материалам и технологиям. В частности, применение полимерных материалов предполагает существенное снижение температур синтеза и постобработок функциональных слоев с сохранением их высоких электрических и оптических характеристик. Одним из возможных путей решения задачи низкотемпературного синтеза функциональных слоев с высокими характеристиками является создание нового класса функциональных покрытий на основе многослойных структур с модулированным легированием по толщине (см., напр., [5]). При этом существенно возрастают требования к морфологии и структуре единичных слоев. Единичные слои должны иметь плотную однородную аморфную структуру с минимальным рельефом, а используемые технологии должны обеспечивать раннюю коалесценцию слоев и формированием плотных беспористых межслоевых интерфейсов.

Настоящая работа посвящена анализу литературных данных и результатов, полученных авторами при исследовании механизмов формирования аморфных оксидных слоев различными методами осаждения.

РЕЗУЛЬТАТЫ

В [6] исследовано влияние уровня содержания легирующей примеси на морфологию и структуру слоев ZnO:Al. Авторы показали, что с ростом содержания алюминия до 8,6 ат.% растет толщина формирующегося на подложке нанокристаллического подслоя, способствующего снижению рельефа поверхности слоев и аморфизации их структуры (Рис. 1).

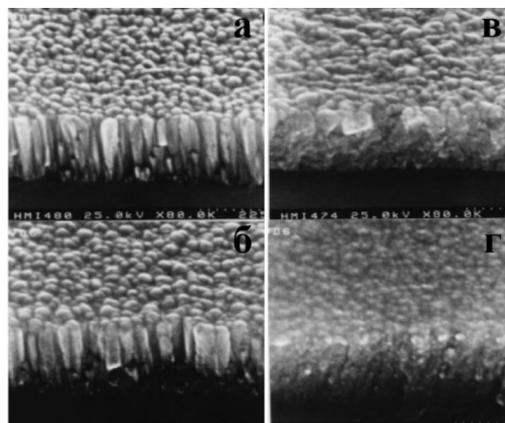


Рис.1. РЭМ-изображения пленок ZnO с различным уровнем легирования алюминием: а – 2,4; б – 4,4; в – 5,6; г – 8,6 ат. % Al

Нами были исследованы структурные трансформации в слоях ZnO:Al, синтезированных методом спрей-пиролиза [7]. Было показано, что увеличение содержания алюминия в слоях до 10 ат. % приводит к аморфизации структуры. В выдвинутой модели аморфизации предполагается, что атомы алюминия, находясь в ряду активности металлов значительно левее цинка, не встраиваются в решетку ZnO, а локализуясь на поверхности зерен ZnO, создают новые центры кристаллизации, увеличивая удельную поверхность межзеренных границ (см. рис. 2).

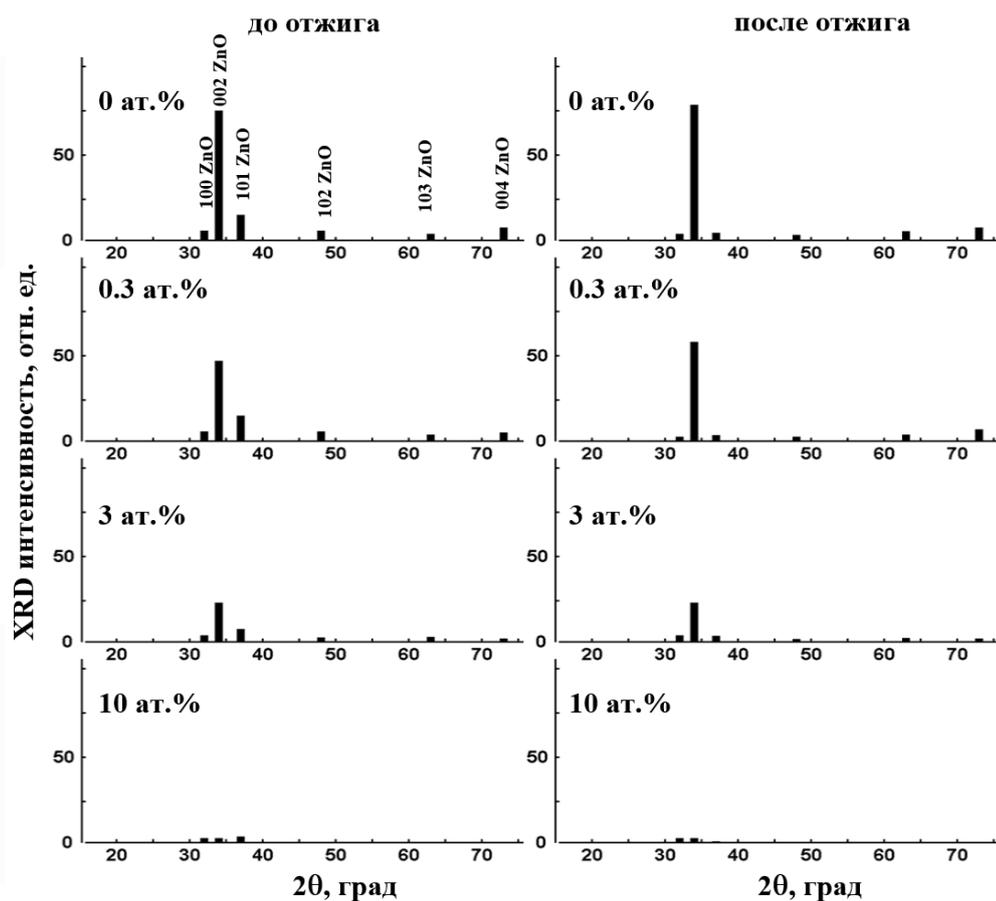


Рис.2. Рентгенодифракционные штрих-диаграммы исходных и отожженных пленок ZnO с различным уровнем легирования алюминием, полученные методом спрей-пиролиза с использованием водорастворимых солей ацетата цинка и хлорида алюминия

ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА В СОСТАВЕ РАБОЧЕГО ГАЗА НА СТРУКТУРУ СЛОЕВ

В работе [8] было изучено влияние уровня содержания водорода в составе рабочего газа на структуру слоев ZnO:Ga, синтезированных методом dc магнетронного распыления (рис. 3)

Показано, что увеличение содержания водорода в камере до 15% приводит к существенному уменьшению размеров зерен с 24 до 3 нм и росту стабильности электрических характеристик в слоях, синтезируемых при комнатной температуре. Можно полагать, что снижение размеров зерен в слоях, синтезированных в среде водорода обусловлено формированием новых водородных центров кристаллизации.

Нами также были выполнены исследования процессов магнетронного синтеза слоев ZnO:Ga в атмосфере Ar и Ar-H₂ в широком диапазоне температур подложек [9]. В таблице 1 приведены сравнительные данные рентгеноструктурных исследований слоев, синтезированных при различных температурах в различных атмосферах.

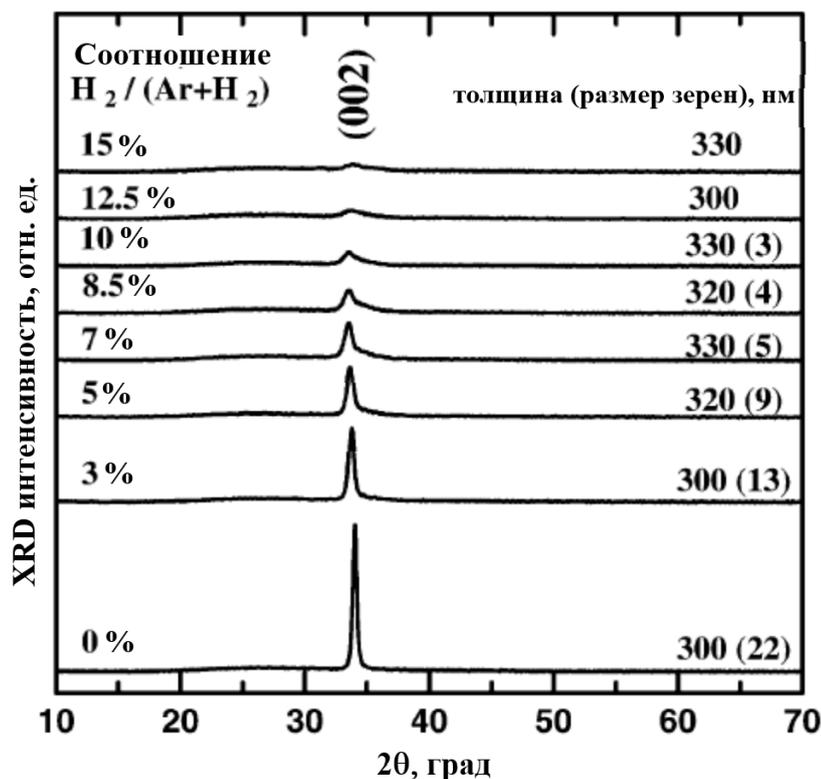


Рис.3. Дифрактограммы пленок ZnO:Ga, напыленных при комнатной температуре и различном содержании H₂ в составе рабочего газа

Слой, синтезированные в среде Ar-H₂ при температуре 50°C, имеют размеры зерен около 2 нм, что близко к результатам, полученным в [8]. В то же время размеры зерен в слоях, синтезированных в атмосфере чистого аргона существенно выше – около 13 нм. Мы полагаем, что при низких температурах синтеза водород, адсорбируясь на поверхности роста, формирует новые центры кристаллизации, уменьшая размер зерен. При увеличении температуры синтеза до 200°C и более размеры зерен в слоях, синтезированных в аргоне и смеси Ar-H₂ становятся близкими, что может быть связано с десорбцией водорода с поверхности роста и как следствие снижением его влияния на процессы синтеза слоев.

Таблица 1.

Характеристики рефлексов 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 ZnO:Ga, синтезированных в средах Ar и Ar-H₂ при температурах подложки 50, 100, 200 и 300°C

Состав среды	Температура подложки, °C	2θ, градус	<i>I</i> , имп.	β, градус	<i>c</i> , нм	<i>D</i> , нм
Ar	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
Ar-H ₂	50	34.14	20	3.62	0.5248	2
	100	34.06	30	2.35	0.5261	4
	200	34.31	5258	0.94	0.5223	11
	300	34.19	61505	0.19	0.5241	81

КОМПОЗИТНЫЕ СЛОИ ZnO-SnO₂

Другим относительно простым методом низкотемпературного синтеза гладких однородных аморфных оксидных слоев является метод осаждения в кинетическом режиме, реализующийся при магнетронном распылении композиционных оксидных мишеней, состоящих из равных или близких мольных долей компонентов с минимальной взаимной растворимостью. Нами были исследованы механизмы формирования, морфология и структура слоев ZnO-SnO₂, синтезированных при комнатной температуре путем магнетронного распыления мишеней с различным соотношением компонент [10]. Рентгеноструктурные исследования показали, что в интервале содержания оксида олова от 34 до 50 мол. % наблюдается аморфизация слоев (рис.4).

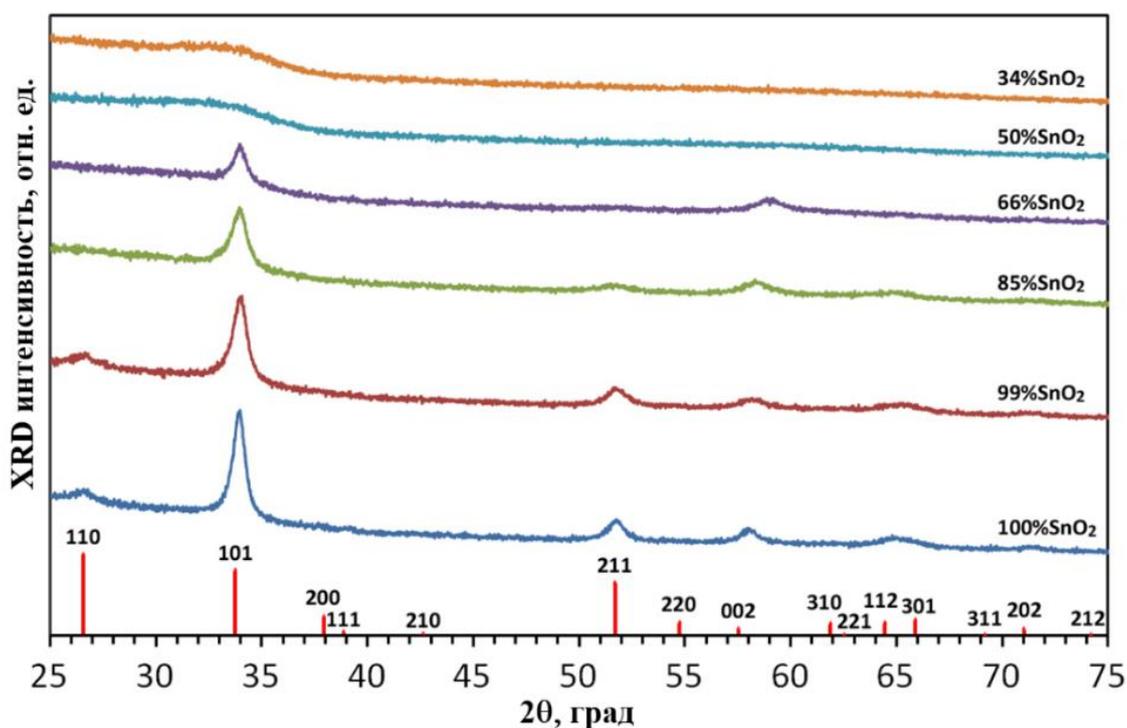


Рис.4. Дифрактограммы пленок ZnO-SnO₂, синтезированных при магнетронном распылении мишеней с различным соотношением оксидов цинка и олова при температуре подложек 50°С

На рис. 5 представлена микрофотография скола низкотемпературной пленки ZTO, синтезированной при магнетронном распылении мишени ZnO-SnO₂ (50/50). Можно видеть, что пленка имеет гладкую морфологию без видимых признаков структурирования.

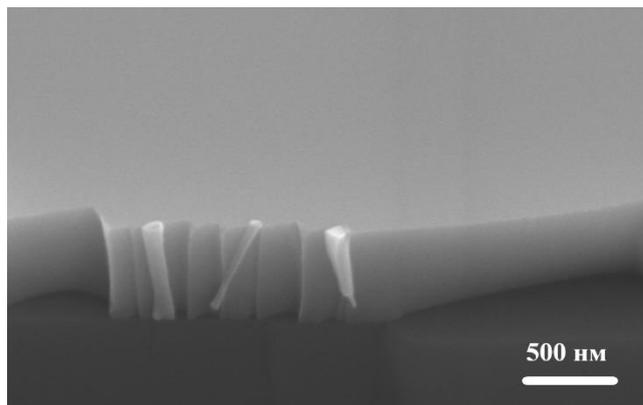


Рис.5. РЭМ-микротография пленки ZnO-SnO₂, напыленной при комнатной температуре подложки с использованием мишени 50 мол.% ZnO – 50 мол.% SnO₂

ВЫВОДЫ

В работе продемонстрированы возможные пути низкотемпературного формирования функциональных аморфных слоев на основе оксида цинка для устройств гибкой прозрачной электроники новых поколений.

Работы выполнены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 20-07-00760_A) с привлечением оборудования Аналитического центра коллективного пользования ДФИЦ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Transparent Electronics; From Synthesis to Applications. Ed. by A. Facchetti and T. J. Marks. // John Wiley & Sons, 2010, 470 pages.
2. K. Nomura, H. Ohta, A. Takagi, T. Kamiya, M. Hirano, H. Hosono, Room-temperature fabrication of transparent flexible thin-film transistors using amorphous oxide semiconductors, *Nature*, 432 (2004) 488-492.
3. T.-T. Yang, D.-H. Kuo, K.-P. Tang, n-type Sn substitution in amorphous IGZO film by sol-gel method: A promoter of hall mobility up to 65 cm²/Vs, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 553 (2021) 120503.
4. Flexible Electronics: Materials and Applications. Ed. by W.S. Wong and A. Salleo. Flexible Electronics: Materials and Applications. // Springer Science & Business Media, 2009, 462 pages.
5. Transparent Conductive Zinc Oxide. Basics and Applications in Thin Film Solar Cells. Ed. by K. Ellmer, A. Klein, B. Rech. // Springer Science & Business Media, 2007, 446 pages.
6. I. Sieber, N. Wanderka, I. Urban, I. Dörfel, E. Schierhorn, F. Fenske, W. Fuhs, Electron microscopic characterization of reactively sputtered ZnO films with different Al-doping levels, *Thin Solid Films*, 330(2) (1988) 108.
7. Абдуев А.Х., Асваров А.Ш., Ахмедов А.К., Зобов Е.М., Георгобиани А.Н., Шахшаев Ш.О. Влияние алюминия на механизм роста слоев ZnO:Al // Известия вузов. Материалы электронной техники, 2004, № 2, с.34-41.
8. 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*, 411 (2002) 82.

9. А.Х. Абдуев, А.К. Ахмедов, Э.К. Мурлиев, А.Ш. Асваров. Магнетронный синтез тонких слоев ZnO в среде, содержащей водород // Труды XXVIII Научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», Судак, 16 – 21 сентября 2021 г, С. 182-186.
10. Абдуев А.Х., Ахмедов А.К., Асваров А.Ш. Исследование процессов синтеза слоев в системе ZnO–SnO₂ // Журнал нано- и электронной физики, 2018, Т. 10, № 6, с. 06020.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

А.Х. Абдуев – кандидат физико-математических наук, доцент Российского университета дружбы народов, г. Москва; e-mail: a_abduev@mail.ru

А.Ш. Асваров – кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник института физики Дагестанского федерального исследовательского центра РАН

А.К. Ахмедов – кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник института физики Дагестанского федерального исследовательского центра РАН

Э.К. Мурлиев – младший научный сотрудник института физики Дагестанского федерального исследовательского центра РАН

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОСТРОВКОВЫХ ТОНКИХ ПЛЕНОК ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В ИЗДЕЛИЯХ НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

С.В. Кирьянов, Н.О. Юркин, В.С. Журавлева, П.С. Гуляева, С.В. Сидорова

АННОТАЦИЯ

Представлены стадии формирования тонкопленочных покрытий, основы физических процессов, магнитные и электрические эффекты, наблюдаемые в островковых тонких пленках. Проанализирована зависимость тока от времени формирования пленки и теория образования вторичного островкового слоя.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ОСТРОВКОВЫЕ ПЛЕНКИ, ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ПОКРЫТИЯ, МНОГОСЛОЙНЫЕ ОСТРОВКОВЫЕ СТРУКТУРЫ, МАГНИТНЫЕ ДАТЧИКИ, МАГНЕТСОПРОТИВЛЕНИЕ, ПРЫЖКОВАЯ ПРОВОДИМОСТЬ, ТУННЕЛИРОВАНИЕ

STUDIES OF METALLIC INSULAR THIN FILMS PROPERTIES FOR USE IN NANOELECTRONICS PRODUCTS

S.V. Kiryanov, N.O. Yurkin, V.S. Zhuravleva, P.S. Gulyaeva, S.V. Sidorova

ABSTRACT

The stages of formation of thin-film coatings, the basics of physical processes, magnetic and electrical effects observed in insular thin films are presented. The dependence of the current on the time of film formation and the theory of secondary island layer formation are analyzed.

KEYWORDS

INSULAR FILMS, THIN-FILM COATINGS, MULTILAYER INSULAR STRUCTURES, MAGNETIC SENSORS, MAGNETORESISTANCE, HOPPING CONDUCTIVITY, TUNNELING

ВВЕДЕНИЕ

Стремительное развитие электронных технологий требует новых подходов к реализации свойств наноструктур с сохранением размеров. Таким запросам отвечают тонкие пленки на этапе формирования островков. Островковые тонкие пленки (ОТП) и наноструктуры (ОНС) привлекают к себе внимание как исследователей, так и разработчиков приборов и устройств различного назначения. ОТП и ОНС обладают рядом уникальных свойств, что позволяет применять их в различных приборах наноэлектроники, таких как: системы контроля слабых магнитных полей, транзисторы, резистивная и магнитная оперативная память и др.

Для того, чтобы пленка обладала свойствами, применимыми для вышеперечисленных устройств, необходима отработка режимов их нанесения. При разных методах нанесения наблюдаются разные свойства. Свойства ОТП существенно зависят от метода формирования, температуры подложки, энергии осаждаемых частиц и других параметров процесса.

Островковая тонкая пленка – одна из стадий роста сплошных тонкопленочных покрытий, при которой наблюдаются ярко-выраженные островковые наноструктуры. Выделяют 6 этапов роста тонких покрытий (рис. 1):

- А: появление одиночных атомов наносимого материала (из-за маленьких размеров, их нельзя увидеть в микроскоп);
- Б: слияние атомов в субкритические кластеры (процесс происходит под действием сил взаимного притяжения частиц друг к другу);
- В: образование зародышей при слиянии кластеров с последующим ростом до критического размера (размеры зародышей на этом этапе колеблются в диапазоне от 20 до 30 Å);
- Г: срастание зародышей критического размера в островки – коалесценция (размеры и форма островков зависят от наносимого материала и реализуемого механизма роста);
- Д: срастание островков в лабиринты и каналы (образование лабиринтной пленки);
- Е: заполнение пустых областей за счет вторичного образования зародышей.

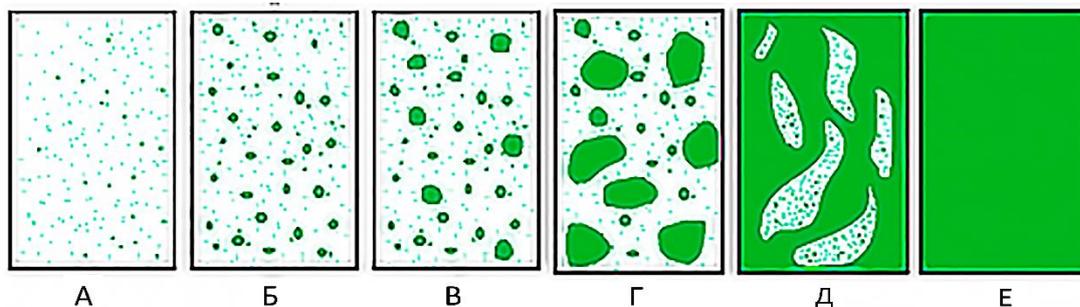


Рис.1. Этапы роста островковой пленки

Островковые пленки металлов обладают уникальными особенностями в области электропроводности и магнетизма. Физические процессы, происходящие в таких покрытиях, отличаются от процессов в объемных материалах, благодаря размерным эффектам, которые демонстрируют влияние характерного размера наноструктур на их термодинамические, физические, механические и другие свойства.

Целью данной работы является апробация способа получения и исследование свойств островковых тонкопленочных покрытий металлов.

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОТП МЕТАЛЛОВ

В настоящее время кратно увеличиваются объемы данных, нуждающихся в энерго-независимом хранении. Эффективной заменой существующей памяти на транзисторах является резистивная память, где бит 0 и 1 характеризуется низкорезистивным и высокорезистивным состоянием ячейки. Главное преимущество замены типа памяти заключается в снижении рабочих токов и напряжений. Для увеличения быстродействия и ресурса работы резистивной памяти предлагается в переключающий сопротивление диэлектрический слой внедрить лабиринтную пленку (см. рис.1, д), которая также обладает свойством переключения электропроводности.

При подключении ОТП к источнику постоянного напряжения начинает протекать ток. Проводимость реализуется сразу по двум механизмам:

1. Классическая проводимость (электроны перемещаются внутри островков как в объемных металлах).

2. Прыжковая проводимость (переход электрона между островками при помощи квантовых и тепловых перескоков).

Из-за такой особенности ВАХ ОТП (рис.2) представляет сложную, нелинейную зависимость. Эффекты проводимости обуславливают наличие у пленки двух режимов: высокоомный и низкоомный.

При высокоомном режиме (см. рис.2, участок 1) пленка имеет гигантское электрическое сопротивление $R_{в}=10^7 \dots 10^9$ Ом.

При низкоомном состоянии (см. рис.3, участок 3) наблюдается большая проводимость. Электрические свойства приближены к свойствам объемных металлов.

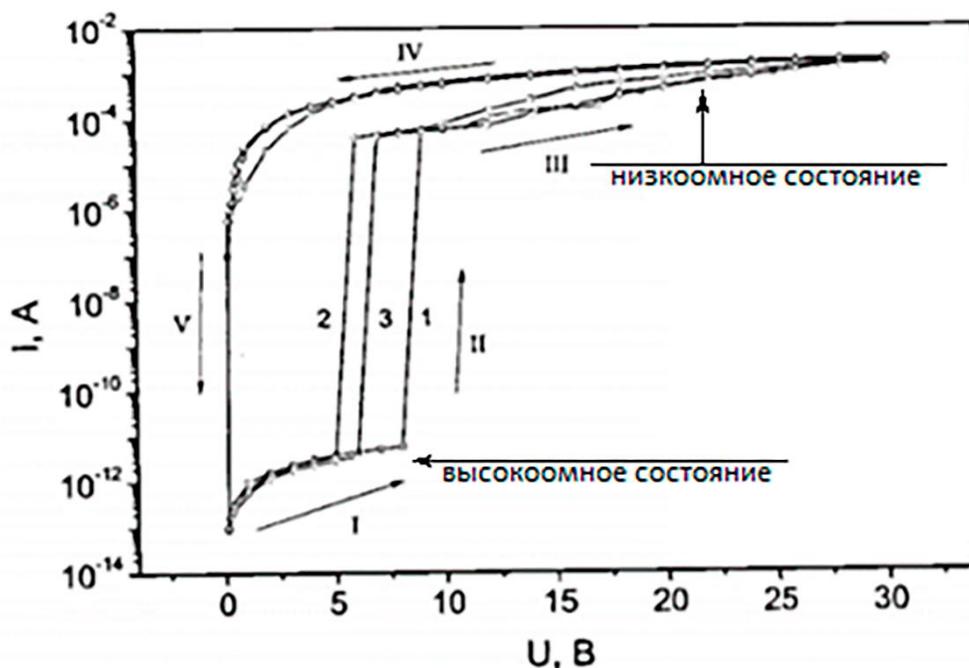


Рис.2. ВАХ островковой пленки [1]

Так, внедрение тонких несплошных пленок в мемристор имеет высокий потенциал для снижения его энергопотребления при программировании. Мемристор – это энергонезависимое запоминающее устройство, основанное на переключении сопротивления. Он представляет из себя два слоя металлов, разделенных слоем диэлектрика, такие как оксиды или высшие халькогениды. Первый слой металла является инертным металлом, второй – электрохимически активным металлом.

При подаче отрицательного напряжения на инертный металл образуется филамент (проводящая нить), это приводит к переходу мемристора в низкоомное состояние. При подаче напряжения с обратным знаком нить разрушается, переводя мемристор в высокоомное состояние. При отключении напряжения мемристор остается в установившемся состоянии. Эти состояния можно интерпретировать как логический ноль и единицу.

Следует отметить, что высота ОТП лежит в наноразмерном диапазоне и латеральный размер островков зачастую тоже, поэтому электрон, находящийся внутри островка, ведет себя подобно тому, как электрон ведет себя внутри трехмерной потенциальной ямы.

Проникновение сквозь потенциальный барьер носит вероятностный характер. Частица с энергией меньшей глубины ямы ($E < U_0$), натолкнувшись на барьер, может либо пройти сквозь него, либо отразиться. Суммарная вероятность этих двух возможностей

равна 1. Если же выполняется неравенство $E > U_0$, что говорит о том, что энергия частицы больше глубины барьера, то частица должна беспрепятственно проходить над барьером, но опять же существует вероятность того, что она отразится от него и не преодолеет барьер [3].

Поэтому необходимо найти возможность фиксировать ток наноразмерной величины, протекающий между островками при их формировании, потому как по его значению станет возможным определение времени перехода пленки из островковой в лабиринтообразную, а далее в сплошную. Для решения этой задачи был организован лабораторный стенд контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий.

МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ОТП МЕТАЛЛОВ

Магнетосопротивление – способность материала менять свое электрическое сопротивление при приложении внешнего магнитного поля. Подобный эффект заключается в искривлении траектории электрона под действием силы Лоренца.

Из двух типов проводимости вытекают два механизма реализации магнетосопротивления (рис.3).



Рис.3. Магнитные эффекты в островковых пленках

Классическое магнетосопротивление можно обнаружить в тех зонах, где электрон ведет себя как свободная частица, например, в островках островковой пленки. В этом случае происходит изменение траектории движения электрона под действием сил Лоренца. Это заметно, когда путь электрона достаточно большой (например, при движении его в сплошных пленках).

Если речь идет об ОТП, то область, где электрон ведет себя как свободная частица очень мала, поэтому эффект классического магнетосопротивления привносит

пренебрежимо маленький эффект в общем характере поведения электрона. Связано это с маленьким размером островков.

Прыжковое магнетосопротивление наблюдается в основном в гранулированных и островковых пленках [2]. Краткая суть заключается в сокращении волновых функций электрона. Наличие или отсутствие магнитного поля определяет вероятность туннелирования электрона между островками из-за перекрытия волновой функции электрона.

Эффективная масса электрона в металлах достаточно велика, значит, изменение энергии электрона в магнитном поле по сравнению с диэлектрическим барьером очень мала. Об этом говорят многие исследования в этой области, поэтому данный эффект представляет лишь теоретический интерес.

Из вышесказанного можно сделать вывод, что островковые пленки практически не реагируют на слабые магнитные поля (или реагируют на очень сильные). Такой слабый эффект наблюдается из-за их небольших толщин.

Значит, для практической реализации данного эффекта необходимо увеличивать их толщину, оставляя их главную особенность – островковую структуру. Многослойные магнитные пленки решают эту задачу. Они состоят из несмешивающихся материалов, которые наносят последовательно слой за слоем. Режимы подбираются таким образом, чтобы каждый слой представлял из себя островковую пленку. Таким образом, пространство, в котором электрон ведет себя, как свободная частица, значительно увеличивается, и, как следствие, увеличивается чувствительность к магнитным полям, что отмечается в работе [2].

Многослойные островковые структуры и реализуемые в них магнитные эффекты активно используются в датчиках слабых магнитных полей (рис. 4). Многослойная пленка состоит из чередующихся сплошных или островковых слоев ферромагнитного и неферромагнитного материала.

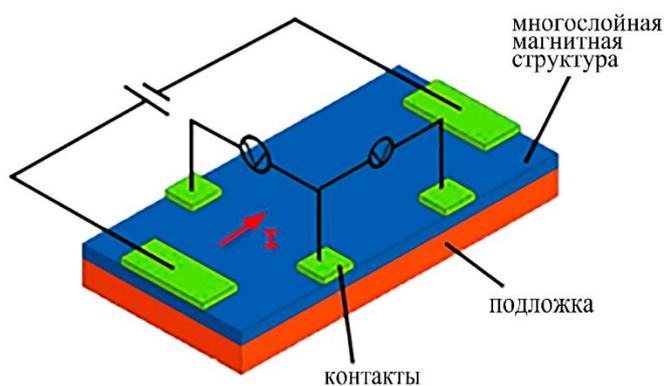


Рис.4. Модель магнитного датчика

При отсутствии внешнего магнитного поля намагниченность двух слоев ориентирована перпендикулярно (антипараллельно), покрытие находится в состоянии с повышенным сопротивлением.

При появлении магнитного поля наблюдается магнитное упорядочение ферромагнетика, его магнитная ориентация становится параллельна ориентации неферромагнитного материала. После этого происходит резкое падение электрического сопротивления пленки, это можно зарегистрировать при помощи чувствительных вольтметров.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В ряде работ [1–3] показано, что островковые металлические пленки обладают нелинейной проводимостью в слабых, напряженностью порядка 50 В/см, электрических полях. А нелинейная проводимость связана с туннелированием электронов между металлическими ОНС. Вероятность такого туннелирования нелинейно зависит от приложенного к ОТП электрического поля и растет в зависимости от увеличения емкости контактов, подводимых к ОТП при контроле тока.

Нанесение островковых пленок будет осуществляться методом термического испарения на организованном на базе установки МВТУ-11-1МС лабораторном стенде контроля начальных стадий роста тонкопленочных покрытий в вакууме. Данный стенд находится на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им.Н.Э.Баумана. Лабораторный стенд предназначен для измерения туннельного тока во время нанесения покрытия. По значению тока определяется стадия роста пленки. Для возможности контроля туннелирования электронов в процессе формирования покрытия предусмотрены заранее сформированные контактные площадки на каждом образце из ситалла (рис. 5).

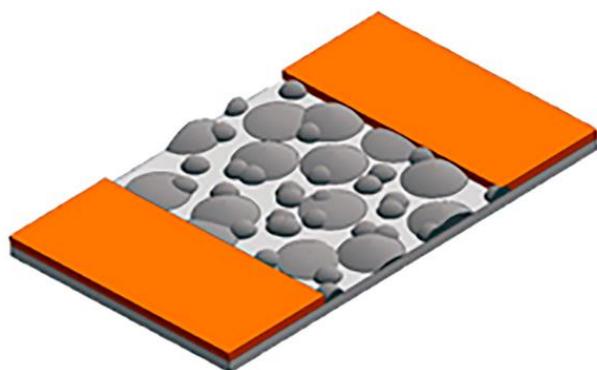


Рис.5. Модель островковой тонкой пленки на образце с контактными площадками

В оснащение стенда входит пикоамперметр Keithley 6485, источник питания постоянного тока Б5-44 и присоединительные провода и измерительными обкладками. Схема подключения представлена на рис. 6.

Рабочая камера вакуумной установки МВТУ-11-1МС откачивается до рабочего давления $p_{\text{раб}} = 2 \cdot 10^{-4}$ Па. Откачка осуществляется при помощи спирального насоса XDS10i Edwards до давления $p = 1 \cdot 10^1$ Па что соответствует давлению запуска турбомолекулярного насоса nEXT240D Edwards, который откачивает камеру до рабочего давления.

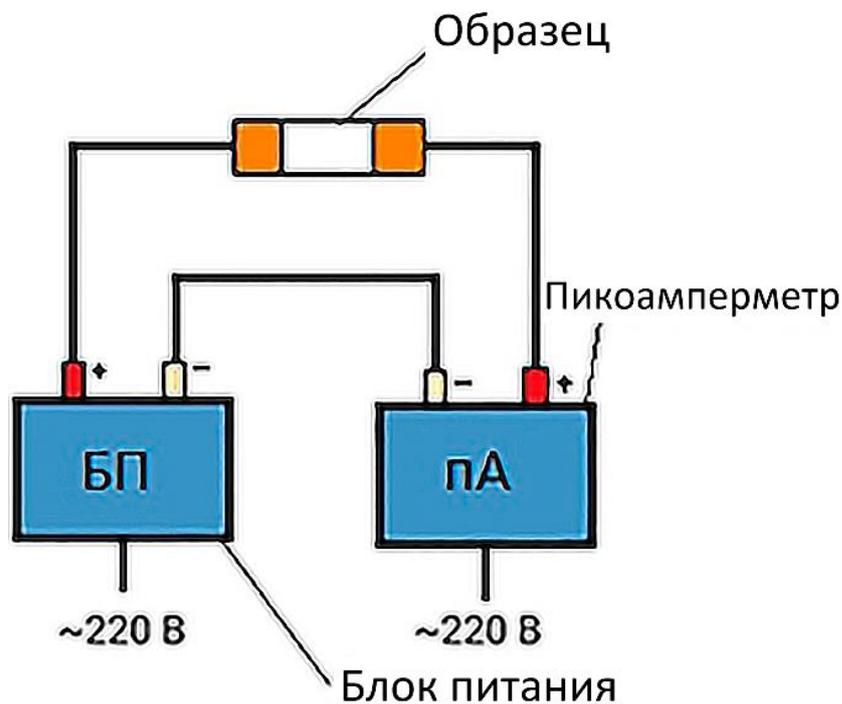


Рис.6. Схема подключения пикоамперметра

Измерение значений электропроводности покрытия в процессе формирования будут проводиться на режиме Slow, что соответствует 50 измерениям в секунду. Данные будут выгружаться сначала в буфер памяти пикоамперметра, а затем – в таблицу Excel при помощи сборки Excel Linx. Чувствительность пикоамперметра Keithley 6485 позволяет фиксировать токи порядка до 10^{-12} А, что характерно для начальных стадий роста островковых тонких пленок.

При использовании блока термического испарения была выбрана стабилизация по току. Для этого выставлялось максимальное напряжение $U_{max} = 40\text{В}$ и максимальная мощность $P_{max} = 800\text{Вт}$, ток $I=5-6\text{А}$.

После выхода на режим открывается заслонка между подложкодержателем и источником термического испарения. С этого момента идет отсчет времени и запись значений тока.

Время нанесения пленки до сплошного слоя варьируется в зависимости от материала составляло от 80 до 150 с.

Материал нанесения – Cu, Al, Ni. Материалы выбраны из соображений возможного применения в рассматриваемых в данной работе устройствах: элементах памяти и магнитных датчиках.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Полученные зависимости туннельного тока от времени формирования пленки меди имеют вид (рис. 7) и повторяют полученные ранее исследования научной группы.

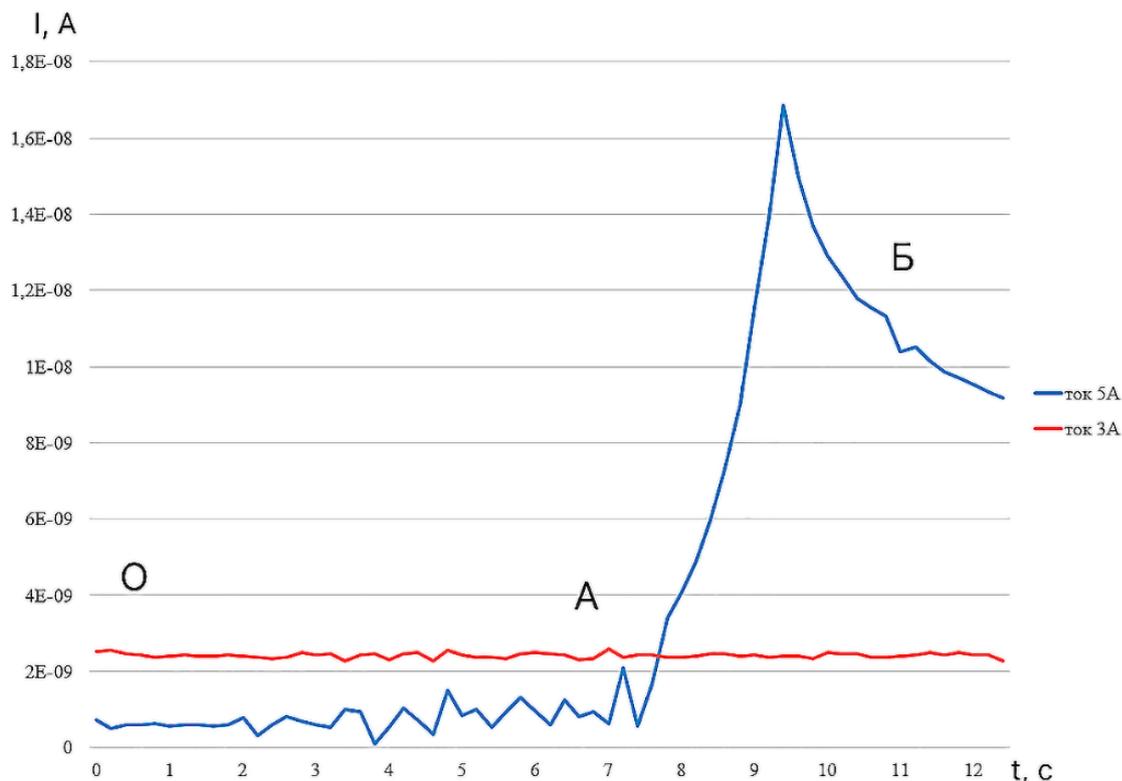


Рис. 7 – Зависимости туннельного тока от времени формирования пленки Си на ситалловой подложке при разных значениях тока на испарителе

На полученной зависимости виден переход от островковой структуры к сплошной, начиная с 10 секунды (рис. 7, точка Б). Островковая пленка находится между точками А и Б. Колебания соответствуют процессу коалесценции, во время которой происходит слияние отдельных островков в единый, так как возможность туннелирования электронов резко падает. Точкой “О” отмечен момент открытия заслонки.

Переход от островковой структуры к лабиринтной происходит значительно позже при токе 3А – около 30с. Так как ток между контактами резко начинает расти после 10с при токе в 5А, подаваемом на токовводы источника испарения, во избежание ошибок оператора и неравномерности образования островков из-за множества случайных факторов, в то время как, ток между контактами при подаваемом токе от источника в 3А начинает расти значительно позже (25с), было принято решение наносить несплошную структуру при токе 3А, в течение 15с, так как при таких режимах процесс осаждения будет более контролируемым и управляемым.

Полученные зависимости туннельного тока от времени формирования пленки алюминия имеют вид (рис. 8).



Рис. 8 – Зависимости туннельного тока от времени формирования пленки Al на ситалловой подложке при разных значениях тока на испарителе

Наблюдаем три основных этапа роста тонкой пленки алюминия в соответствии с её сопротивлением.

Этап 1 – Отсутствие нанесения – $I_t=2 \text{ нА}$, $R=\infty$. Начало процесса, рост островков еще не начался, поскольку подводимая мощность расходуется на нагрев резистивной спирали и плавление гранулы алюминия, заслонка закрыта.

Этап 2 – Образование, рост и слияние островков – $2 < I_t < 143 \text{ нА}$, $0 < R < \infty$. Первые пиковые значения туннельного тока (50 с и 58 с для экспериментов №1 и 2 соответственно) свидетельствуют об образовании и росте зародышей островковой тонкой пленки алюминия. Далее островки растут – туннельный ток повышается. После наступает стадия активной коалесценции – слияния островков. На графике коалесценция отображается в виде длительных горизонтальных полочек, обозначающих снижение туннельного тока. Туннельный ток понижается, так как в ходе слияния островков в группы сопротивление пленки повышается: расстояние между вновь сформировавшимися группами становится больше, чем расстояние между отдельно расположенными островками-зародышами.

Этап 3 – Образование сплошной пленки – $I_t > 78 \text{ нА}$, $R \rightarrow 0$. Дальнейшее увеличение тока и снижение сопротивления тонкой пленки алюминия осуществляется за счет роста слоев друг на друге.

Полученные зависимости туннельного тока от времени формирования пленки никеля имеют вид (рис. 9). На рисунке представлены зоны I–III ввиду того, что в этих промежутках наблюдаются разные процессы. Туннельный ток на промежутке I практически не меняет своего значения, что связано с тем, что на подложку только начинает поступать

испаряемый материал, образуются отдельные островки-зародыши, разнесенные друг от друга на значительные расстояния и токопроводность еще не осуществляется по поверхности подложки. На II промежутке наблюдаются скачки тока, значения которого периодически возвращаются к исходным. В этом интервале начинает происходить многократная коалесценция, с чем и связано такое поведение тока. А для III промежутка значение тока растет несмотря на то, что коалесценция продолжается, об этом свидетельствуют спады значений тока, но спады происходят не до исходных значений. Это говорит о переходе пленки из островковой в лабиринтообразную, то есть пленка преимущественно состоит из каналов между островков.

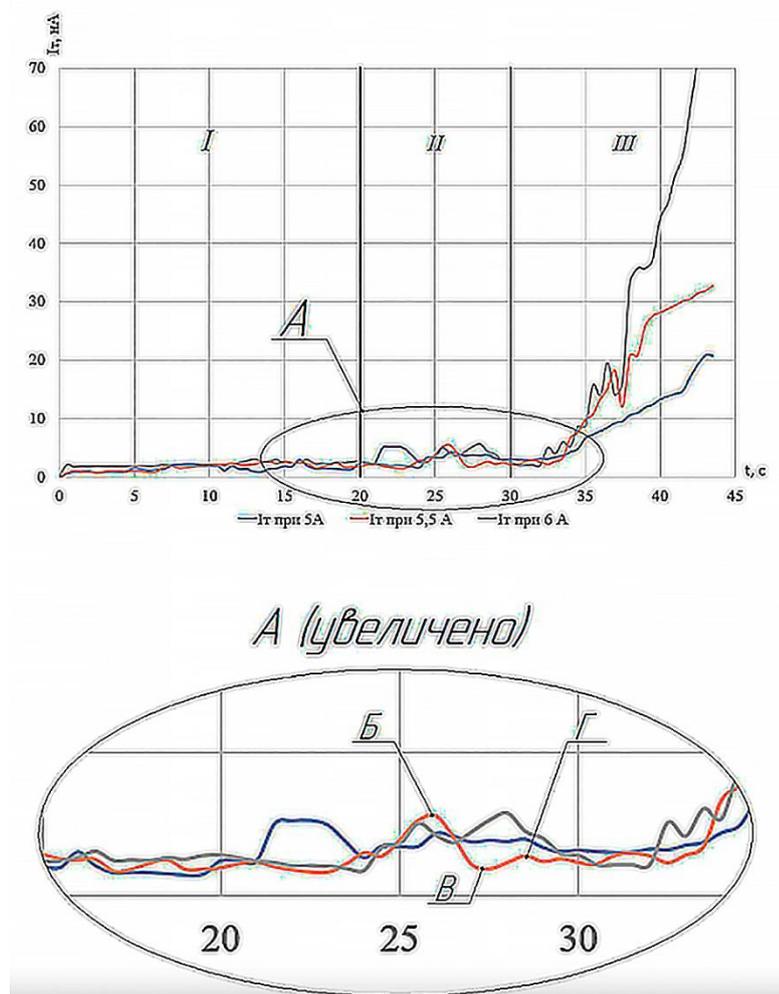


Рис. 9 – Зависимости туннельного тока от времени формирования пленки Ni на ситалловой подложке при разных значениях тока на испарителе

При сравнении графиков видно, что все они носят похожий характер, вне зависимости от величины подаваемого тока на испаритель. Только зона активной коалесценции немного смещается во времени, так как зависит от потока интенсивности поступающего вещества.

Также можно отметить, что кривая в интервале от 20 до 30 с имеет немного другой характер зависимости, в отличие от всей остальной кривой. Кривая, начиная с 30 с, начинает плавно расти и изменять более однообразно. Это свидетельствует о том, что на данном

этапе преимущественно островки растут в диаметре с незначительным увеличением количества зародышей между ними, постепенно переходя в лабиринтообразную пленку. А вот в интервале от 20 до 30 с происходит рост как самих островков, так и островков-зародышей, что уменьшает промежутки протекания тока и его значение повышается.

Для оценки возможности формирования многослойной островковой структуры при проведении экспериментальных исследований было увеличено количество материала на и тока испарителе. Оказалось, что характеристическая кривая зависимости тока немного меняла свой вид (рис. 10).

Все так же наблюдается нелинейность, но ярко выражены зоны перегибов. С первого взгляда может показаться, что это происходит из-за слияния островков и образования лабиринтов, однако ток для данной стадии роста очень большой. Выдвинуто предположение об образовании нескольких слоев последовательно друг за другом. Таким образом, поверх первого сформировавшегося слоя образовывается новый слой островковой пленки никеля, который допускает туннелирование и вносит свои коррективы в значения туннельного тока. Это и является причиной нелинейного роста тока. Происходит слияние островков и туннелирование постепенно исчезает, переходя в классическую проводимость.

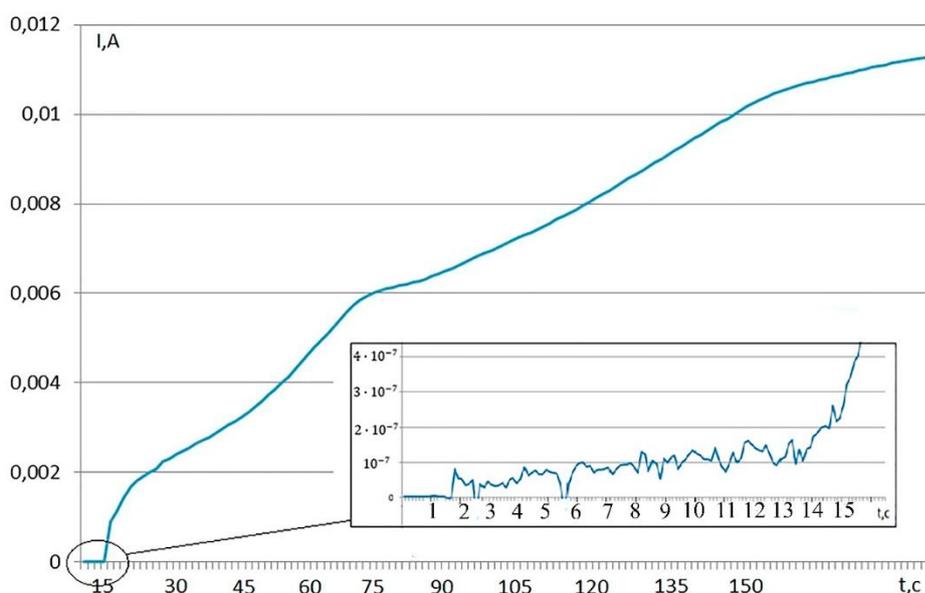


Рис. 10. Зависимость тока от времени после увеличения количества материала и тока на испарителе

На основной характеристической зависимости сложно увидеть интересующий нас этап роста ОТП. Связано это с малой точностью замеров и слишком высокой скоростью образования пленки, высокой интенсивностью испарения. Было принято решение увеличить количество измерений в секунду у пикоамперметра, а режимы нанесения оставить теми же. Результатом данного решения является зависимость, представленная на вставке рисунка 8. Флуктуации объясняются туннельным типом проводимости. После 14 секунд значение тока резко возрастает, что соответствует этапу коалесценции. Островковая пленка переходит в лабиринтную, а затем – в сплошную. В дальнейшем можно наблюдать только классический тип протекания тока. Ускорение времени образования островкового слоя связано с повышением интенсивности испарения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате апробации методики формирования тонкопленочных покрытий меди, алюминия и никеля с контролем начальных стадий роста были получены зависимости электропроводности от времени процесса нанесения. По характеру изменения тока и его значениям сделаны рекомендации о формировании островковых и лабиринтных тонких пленок, в том числе и многослойных.

Следует отметить, что переход от островковой структуры к лабиринтной происходит значительно позже при меньшем токе на испарителе (3 А для меди, 5 А для алюминия и никеля).

Для формирования ОТП с возможностью более точного контроля и управления процессом рекомендованы режимы: медь – 3 А, 15...20 с; алюминий – 5 А, 25...45 с; никель – 5 А, время 20...30 с.

На основании анализа зависимостей туннельного тока от времени формирования тонкопленочного покрытия выбраны временные интервалы образования лабиринтной пленки: меди – от 40 до 60 с; алюминия – от 55 до 80 с; никеля – от 35 до 65 с.

В настоящее время проводятся исследования геометрических параметров полученных покрытий: размеры, высота ОНС и расстояния между ними. Эти параметры напрямую коррелируют со значениями туннельного тока, фиксируемого в процессе формирования покрытия и отвечают за свойства получаемых ОТП.

ЛИТЕРАТУРА

1. Оптические и фотоэлектрические свойства самоорганизованных плазмонных наноструктур. И.А. Гладских, Автореферат, 2014.
2. Optical and photoelectric properties of self-organized plasmon nanostructures. I.A. Gladskikh, Abstract, 2014.
3. Шерстнев И.А. Электронный транспорт и магнитная структура систем nanoостровов из ферромагнитных материалов: автореф. дис. ... канд. физико-математических наук, 2014, 112 с.
4. Sherstnev I.A. Electronic transport and magnetic structure of nanostructure systems made of ferromagnetic materials: abstract. Dis. ... candidate of Physical and Mathematical Sciences, 2014, 112 p.
5. Сидорова С.В. Расчёт технологических режимов и выбор параметров оборудования для формирования островковых тонких плёнок в вакууме: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.27.06. М., 2016, 16 с.
6. Sidorova S.V. Calculation of technological modes and selection of equipment parameters for the formation of insular thin films in vacuum: abstract. Dis.... Candidate of Technical Sciences: 05.27.06. M., 2016, 16 p.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

С.В. Кирьянов – студент 3 курса бакалавриата кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: makdrin@mail.ru

Н.О. Юркин – студент 3 курса бакалавриата кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: yurkin.nik18@mail.ru

В.С. Журавлева – студентка 4 курса бакалавриата кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: zhuravleva.vlada@list.ru

П.С. Гуляева – студентка 1 курса магистратуры кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: gulyaeva.polina1@gmail.com

С.В. Сидорова – кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: sidorova@bmstu.ru

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ ИЗДЕЛИЙ НАНОИНЖЕНЕРИИ ДЛЯ УМЕНЬШЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ

А.Д. Купцов, С.И. Егорова, А.А. Фельде, В.С. Щербакова, А.М. Базиненков,
С.В. Сидорова

АННОТАЦИЯ

Описывается технологический модуль подготовки подложек и материально-техническая база проведения экспериментальных исследований. Показываются причины возникновения остаточных напряжений в тонкопленочных покрытиях. Изучаются варианты уменьшения напряжений функциональных слоев пленок на различных подложках.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, ИОННЫЙ ИСТОЧНИК, ПОДЛОЖКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ, ПОДЛОЖКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ, ЭЛАСТОМЕРЫ, ТОПОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ, НАПРЯЖЕННОЕ СОСТОЯНИЕ

MODIFICATION OF NANOENGINEERED PRODUCTS SURFACES TO REDUCE RESIDUAL STRESSES

A.D. Kuptsov, S.I. Egorova, A.A. Felde, V.S. Shcherbakova, A.M. Bazinenkov, S.V.Sidorova

ABSTRACT

The technological module of preparation of substrates and the material and technical basis for conducting experimental studies are described. The reasons for the occurrence of residual stresses in thin-film coatings are shown. Variants of reducing the stresses of the functional layers of films on various substrates are being studied.

KEYWORDS

MAGNETRON SPUTTERING, ION SOURCE, METAL SUBSTRATES, DIELECTRIC SUBSTRATES, ELASTOMERS, SURFACE TOPOLOGY, STRESS STATE

ВВЕДЕНИЕ

Наноразмерные системы вызывают интерес в научном мире благодаря уникальности свойств изготовленных устройств, новым методам производства и обширным вариантам применения этих технологий. В особенности миниатюризация размеров устройств позволяет получать отличительные свойства наноразмерных систем по сравнению с массивными аналогами (тверже, прочнее, точнее).

Наиболее широкое применение тонкопленочных технологий получили такие области, как: оптика и фотоника, микро- и нанoeлектроника, также отрасли с изготовлением упрочняющих, антифрикционных и коррозионностойких покрытий.

При этом все функциональные слои в изделиях подвержены влиянию внешних и внутренних напряжений с направлением действия сжатия и/или растяжения, распространяющиеся внутри кристаллической решетки и сечений пленок. Механические внутренние и внешние напряжения – главная причина деструкции тонкопленочных связей [1].

Основным недостатком наличия остаточных напряжений является неустойчивое состояние, которое доходит до критического разрушения. В качестве таких дефектов выделяют следующие: растрескивание и сегментация (напряжения растяжения), отслоение и коробление (как напряжения растяжения, так и сжатия), гофрирование (напряжения сжатия) а также деформационный рельеф (как напряжения растяжения, так и сжатия). Поскольку функциональные слои пленок часто подвержены влиянию нагрева, поглощению электромагнитной волны в результате работы устройства, то и происходит деструктуризация тонкой пленки.

Существует некоторое разнообразие причин возникновения остаточных напряжений в пленочной структуре. К ним относятся: несоответствие решетки и моноэпитаксиальных слоев пленки (релаксация структуры); поверхностное натяжение островковых зерен (появление сжимающих напряжений); коалесценция островков (появление растягивающих напряжений); диффузионная подвижность адатомов; появление и аннигилирование дефектов (межузельные атомы, вакансии, дислокации); фазовые превращения (легирование, внедрение примесей); образование силицидов и преципитатов (рабочая среда); нагартовка нейтральными частицами подложки и пленки [1–5].

При этом наиболее рациональным вариантом обеспечения в тонких пленках малых значений остаточных напряжений является предварительная подготовка поверхности подложки, влияние на ее морфологию, а именно – получение малых значений шероховатости подложки, а также формирование активных кластеров посредством ионной обработки.

Таким образом, целью работы является исследование подготовки подложки методами ионной обработки для формирования тонкопленочных структур с малыми значениями остаточных напряжений как для твердых (металлических), так и для гибких (эластичных) поверхностей.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В качестве материально-технической базы используется установка MBTU-11-1MC, которая спроектирована на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана и изготовлена с учетом обеспечения требований учебно-лабораторного и научно-исследовательского процессов: небольшие габариты, максимальная наглядность, сочетание наиболее распространенных технологических источников, возможность проведения нескольких операций нанесения в едином вакуумном цикле. Установка снабжена металлической камерой диаметром 300 мм и высотой 300 мм. На обечайке камеры имеются фланцы для подсоединения технологических источников. Вакуумная система основана на спиральном форвакуумном насосе Edwards XDS10i и высоковакуумном турбомолекулярном насосе Edwards nEXT240D. Давление в камере контролируется с помощью широкодиапазонного датчика WRG и теплоэлектрического датчика APG100 на форвакуумной магистрали.

Финишная подготовка поверхности происходит с помощью кольцевого источника ионов. Анодно-катодная система которого состоит из коррозионностойкой стали. Работа модуля возможна в максимальных пределах 30 мА тока и при напряжении 3кВ.

Для формирования функциональных слоев используется магнетронный источник распыления на системе водоохлаждаемых неодимовых магнитов с диаметром мишени 50,8 мм.

Оценка профиля структуры и характерных значений происходит при помощи сертифицированного профилометра TR220. Профилометр оснащен прецизионным индукционным датчиком, что позволяет получать максимально достоверные и точные показания в лаборатории для измерения параметров шероховатости подложек и тонкопленочных покрытий.

Также используется сканирующий зондовый микроскоп Solver Next с кремниевым кантилевером NSG01, радиус вершины которого составляет 6 нм.

Для прямого наблюдения за изменением рельефа и структуры поверхности используется оптический микроскоп на базе МИИ-4М с подключением цифровой камеры.

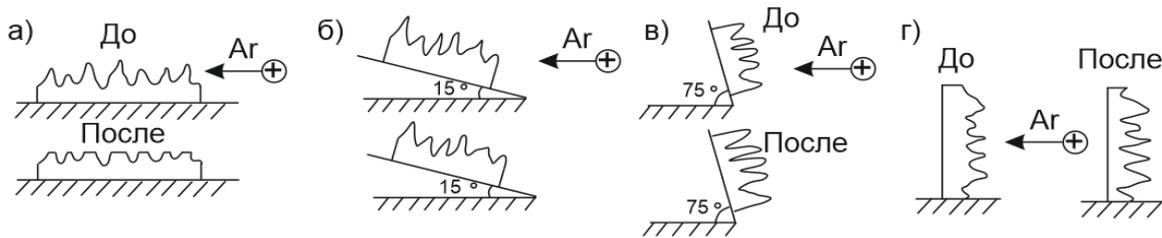
ИССЛЕДОВАНИЕ И ОТРАБОТКА РЕЖИМОВ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЛЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОДЛОЖКИ

Тонкопленочные покрытия наносят на различные материалы, в том числе на керамику, стекло и металлы. В изделиях машиностроения часто необходимо нанести функциональное покрытие на металлическое основание для повышения прочности, твердости или формирования прибора, или устройства на рабочих деталях. Примером такого устройства является тонкопленочный датчик, который необходим для контроля температуры и давления при работе деталей авиа-, двигателе- и машиностроения, в шарнирах и подшипниках. Особенностью создания такого датчика является то, что его необходимо сформировать на металлической поверхности детали, учитывая недопустимость возникновения диэлектрического пробоя. Так как размеры элементов и толщина диэлектрического слоя достаточно малы (1–5 мкм), необходимо обеспечить низкую шероховатость (единицы нанометров) металлической подложки для уменьшения вероятности диэлектрического пробоя. Высота пиков поверхности должна быть минимальной для обеспечения высокой равномерности наносимого изолирующего покрытия. Для уменьшения шероховатости принято решение применять ионно-лучевое травление приповерхностных слоев, которое характеризуется отсутствием бокового подтравла, безынерционностью и преимущественным травлением в направлении нормали к поверхности [6].

Для достижения минимальной шероховатости проведена отработка режимов ионного травления металлических образцов, предварительно очищенных в ультразвуковой ванне. В качестве исследуемых параметров выбрано время травления (5–20 минут), поток рабочего газа аргона (2 и 4 сссм) и угол падения ионного луча на поверхность подложки (15–75 градусов).

Время обработки влияет на глубину травления. Необходимо подобрать такое время, за которое произойдет модификация только приповерхностного слоя, так как при более глубоком протравливании начнут проявляться различные дефекты поверхности и концентраторы напряжений, что значительно увеличит шероховатость поверхности. Поток рабочего газа влияет на интенсивность травления. Чем больше поток, тем больше энергия ионов и скорость травления. При высокой скорости травления сложнее контролировать влияние времени травления на шероховатость полученной поверхности.

Угол падения ионов является немаловажным фактором при исследовании режимов ионного травления, так как от этого параметра зависит механизм травления (рис. 1).



а – под углом 0 градусов; б – под углом 15 градусов; в – под углом 75 градусов; г – под углом 90 градусов

Рис. 1. Схемы ионной обработки

При травлении под углом 0 градусов (Рис. 1а) большинство ионов не проникает вглубь материала, так как ионный луч направлен параллельно поверхности образца. Происходит столкновение ионов с пиками поверхности и последующее их распыление, но число соударений достаточно мало, большинство ионов отражаются от поверхности, поэтому шероховатость поверхности уменьшается незначительно по сравнению с исходной.

При травлении под углом 15 градусов (Рис. 1б) преимущественно происходит распыление пиков неровностей, так как ионы инертного газа проникают в поверхностный слой на небольшую глубину и вызывают каскад столкновений атомов материала. Когда атомы обрабатываемой поверхности обретают достаточную энергию, превышающую энергию связи атомов на поверхности, и, если вектор импульса направлен не вглубь материала, происходит распыление атомов с поверхности, причем впадины распыляются медленнее, чем выступы, за счет того, что происходит их затенение. Также можно предположить, что отдельные распыленные частицы с выступов заполняют впадины. Следовательно, при травлении под углом 15 градусов происходит значительное уменьшение шероховатости поверхности.

При травлении под углами 75 и 90 градусов (Рис. 1в, г) наблюдается преимущественно распыление впадин поверхности и как следствие увеличение шероховатости образца. Об этом говорит высокая неравномерность коэффициента распыления. Также можно предположить, что вектор импульса ускоренных ионов, попадающих в поверхностный слой образца, направлен вглубь материала. При этом происходит перераспределение энергии частиц внутри материала, а частицы на поверхности при каскадном соударении не получают достаточно энергии для того, чтобы разорвать энергию связи атомов. При таком травлении поверхность образцов будет становиться более развитой, а шероховатость значительно увеличиваться.

Измерение шероховатости при обработке под углами от 15 до 75 градусов, времени бомбардировки поверхности от 5 до 20 минут и потоках 2 и 4 сссм (Рис. 2) показало, что при уменьшении угла падения ионов среднее значение шероховатости также уменьшается с 120 нм до 39 нм. При увеличении времени обработки (от 5 до 20 минут) шероховатость увеличивается до 107–366 нм. Влияния потока рабочего газа аргона на шероховатость в выбранном диапазоне варьирования не выявлено.

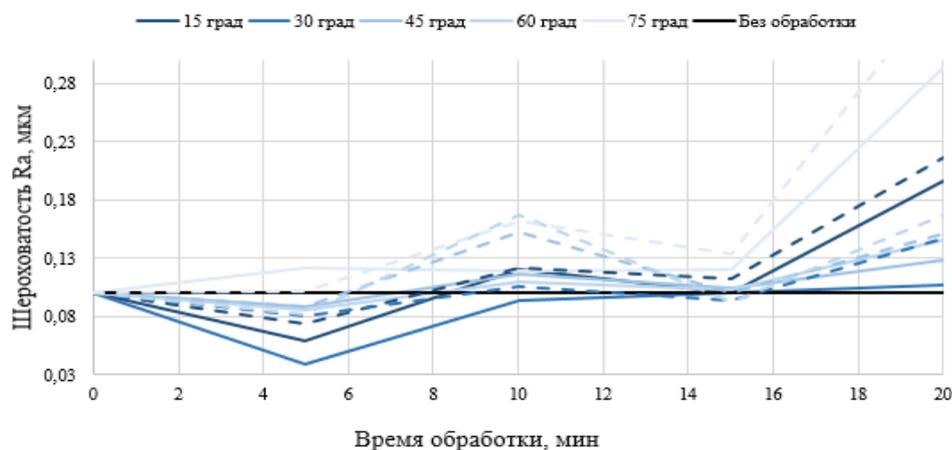


Рис.2. Зависимость параметра шероховатости от времени обработки и угла падения ионного луча при потоке 2 сссм (сплошная линия) и 4 сссм (пунктирная линия)

На приведенных зависимостях видно, что значение параметра шероховатости то увеличивается, то уменьшается при более длительной обработке. Данную закономерность можно объяснить травлением различных слоев поверхности: при обработке в течение 5 минут происходит уменьшение пиков и сглаживание поверхности, что приводит к уменьшению параметра шероховатости. При обработке в течение 10 минут происходит обработка более глубоких слоев поверхности и увеличение впадин, поэтому шероховатость увеличивается. При дальнейшей обработке происходит травление более глубоких неполированных слоев, где присутствуют различные дефекты поверхности и дислокации, поэтому при травлении таких слоев поверхности значение шероховатости увеличивается по сравнению с начальной, но наблюдается тенденция к снижению в сравнении с предыдущим значением.

По результатам исследования влияния параметров ионной обработки на шероховатость металлической поверхности можно сделать вывод о том, что наименьшее значение шероховатости ($R_a = 39$ нм) возможно получить при обработке под углом 30 градусов в течение 5 минут. Составленные уравнения регрессии (для всего диапазона варьирования параметрами: $Y=0,184+0,084X_1+0,048X_2$; для диапазона параметров, при котором наблюдается уменьшение шероховатости: $Y=0,115+0,052X_1-0,022X_2$, где Y – параметр шероховатости R_a , мкм; X_1 – время обработки; X_2 – угол падения ионного луча) показывают, что поток рабочего газа не влияет на шероховатость поверхности при диапазоне варьирования от 2 до 4 сссм. Но, заметим, что шероховатость так же уменьшалась при обработке под углами 15–45 градусов в течение 5–15 минут, поэтому было принято решение о исследовании влияния ионного травления при данном диапазоне варьирования входными факторами на угол смачивания образцов. Полученные результаты представлены на рисунке 3.

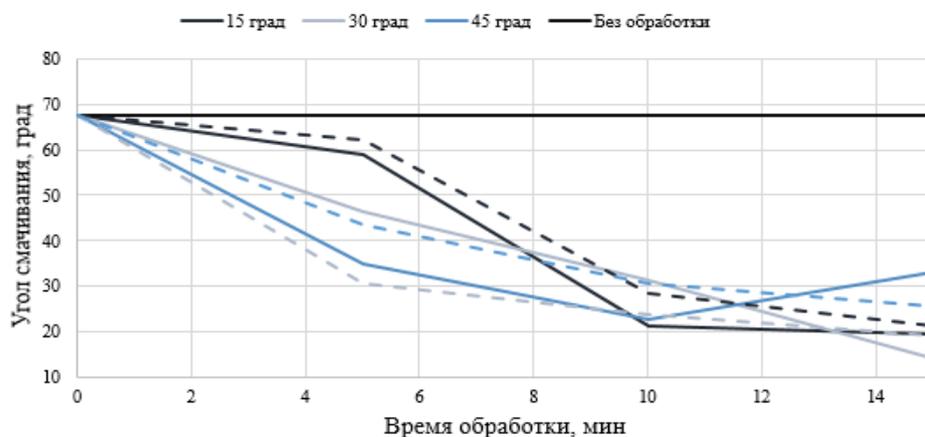


Рис. 3. Зависимость параметра угла смачивания от времени обработки и угла падения ионного луча при потоке 2 ссст (сплошная линия) и 4 ссст (пунктирная линия)

При исследовании полученных экспериментальных данных выявлено, что угол смачивания образцов уменьшается (с 68 градусов до 14–59 градусов) на всем выбранном диапазоне исследования. Следовательно, ионное травление также положительно влияет на адгезию и качество наносимого покрытия и увеличивает гидрофильные свойства поверхности.

ИССЛЕДОВАНИЕ И ОТРАБОТКА РЕЖИМОВ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЛЯ ЭЛАСТОМЕРНОЙ ПОДЛОЖКИ

Эластомер изготавливается из силикона, отвердителя силикона и частиц. В данной работе рассматриваются эластомеры с частицами кварца (имеет серый цвет) и титаната бария (белого цвета). Сами частицы достаточно большие (микрометрового размера), что образует высокую шероховатость. Три основных свойства эластичных материалов – высокая энергоёмкость, малая жесткость и большое внутреннее трение – являются определяющими для применения их в качестве материалов для активных элементов устройств. Эластомеры применяются в качестве передающей усилие среды в устройствах, аналогичных по принципу действия гидравлическим. Одним из особенных применений эластомеров являются актуаторы. Актуаторы из диэлектрического эластомера были изучены для различных устройств: растягиваемые светоизлучающие устройства, тихие актуаторы, датчики и сборщики энергии, электронные устройства, такие как транзисторы. Для обеспечения возможности подвода управляющего напряжения на поверхности элементов из диэлектрических эластомеров необходимо сформировать электроды [7]. Очевидно, что морфология поверхности эластичного материала будет влиять на качество наносимого сверху слоя металлизации, а значит, и на функциональные свойства устройства.

Первоначально исследование шероховатости образцов после ионной обработки проводили на профилометре. Было обнаружена проблема: игла профилометра «цепляет» за поверхность эластичного материала и проводить измерение образца без покрытия было проблематично. Поэтому было предложено сформировать такое тонкопленочное покрытие, чтобы обеспечить покрытие и вершин, и впадин поверхности эластомера, но не сильно повлиять на значение шероховатости. Для оценки толщины покрытия одновременно с образцами эластомера было сформировано покрытие на образце-свидетеле (ситалле) и измерена его толщина. По результатам измерений на микроскопе МИИ-4М толщина покрытия

составила около 1 мкм. Изображения на микроскопе получены с помощью дополнительной камеры и имеют общее увеличение снимков $\times 1000$.

Нанесение тонкопленочного покрытия было предложено осуществить методом магнетронного распыления с предварительной ионной обработкой поверхности эластомера для улучшения адгезии проводящего слоя к поверхности эластичного материала.

Визуальная оценка поверхности нанесенного металлического покрытия на эластомере с помощью МИИ-4М показала, что покрытие образца, не подвергающегося ионной обработке, имеет больше трещин по сравнению с образцом после ионной обработки (Рис. 4).



а – с ионной обработкой; б – без ионной обработки

Рис. 4. Изображения эластомера с медным покрытием на микроскопе МИИ-4М (увеличение $\times 1000$)

Волнообразную развитость эластомера после ионной обработки на большой глубине можно заметить на МИИ-4М. Было обнаружено, что при фокусе на одном из участков области другие участки были размыты (Рис. 5). Это позволяет судить о различии высоты тонкопленочного покрытия в различных точках эластомера.



Рис. 5. Изображение одной и той же области эластомера с медным покрытием при разном фокусе на микроскопе МИИ-4М (увеличение $\times 1000$)

Топологию поверхности эластомера удалось оценить на атомно-силовом микроскопе.

Следует отметить, что сканирование образца эластомера без медного покрытия на АСМ полуконтактным методом затруднено: зонд деформирует поверхность, «продавливая» места, в которые попадает, при этом мы получаем искаженный скан и уходящее за предел значение коэффициента усиления цепи обратной связи. При достаточно большой величине этого коэффициента режим работы системы обратной связи становится неустойчивым. Тем не менее, качественное сканирование возможно при долгой настройке микроскопа.

Результаты сканирования и их анализ представлены на рисунках 6-8.

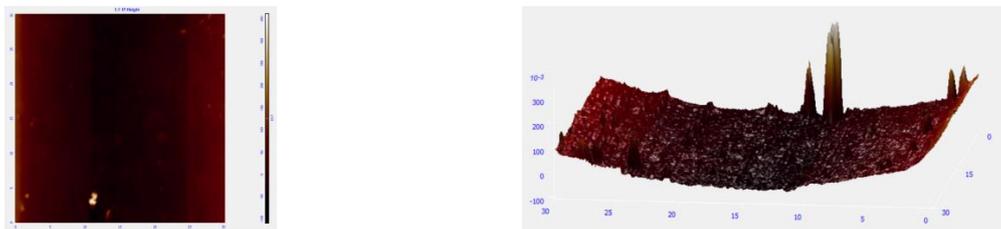


Рис. 6. Изображение топологии эластомера без медного покрытия (до ионной обработки), полученные с помощью АСМ

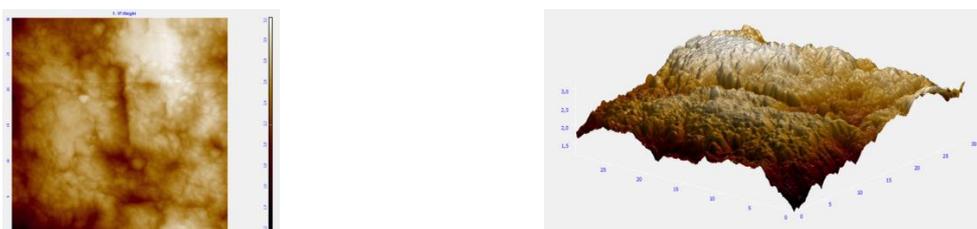


Рис. 7. Изображение топологии эластомера с медным покрытием (после ионной обработки), полученные с помощью АСМ

Поверхность необработанного ионным лучом эластомера имеет структуру с точечными выступами. После обработки поверхность становится более развитой: увеличивается шероховатость (до обработки – 0,45 мкм, после – 3,2 мкм), сглаживаются точечные выступы, рельеф становится волнообразным, регулярным. Появляются глубокие впадины, в чем можно убедиться при обработке сканов. При обработке сканов образца чистого эластомера наблюдаем точечные выступы (возвышенности), которые не сильно сказываются на общей шероховатости, но могут являться результатом агломерации частиц-включений при формировании эластомера.

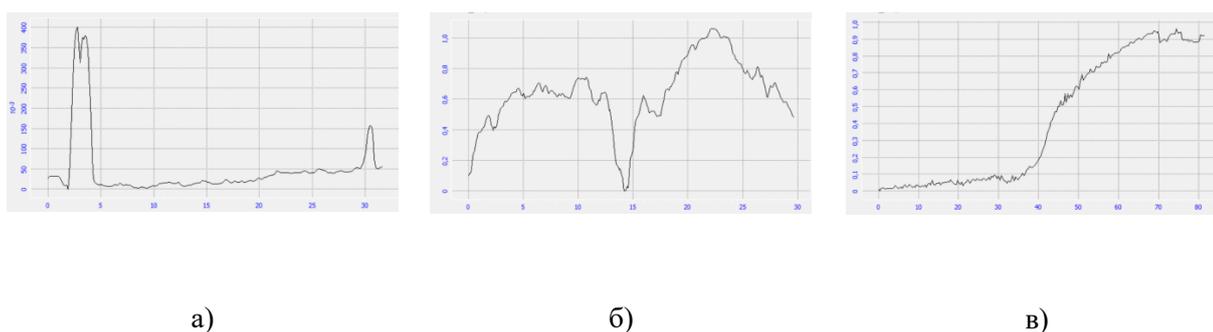


Рис. 8. Профили поверхности эластомера без медного покрытия (до ионной обработки) (а), с медным покрытием (после ионной обработки) (б) и профиль «ступеньки» покрытия, полученной на ситалловом образце-свидетеле (в)

Объяснить такое поведение поверхности эластомера можно его составом. Эластомер – полимер, обладающий эластичными свойствами и вязкостью. При бомбардировке ионами с его поверхности выбиваются не отдельные атомы, а сразу группы атомов, входящие в состав мономера, из которых, в свою очередь, состоит сам полимер. Так структура изменяется не равномерно, а сразу на достаточно большую глубину и ширину, образуя волнообразную поверхность.

Анализируя полученные результаты исследования топологии эластомера можно сделать вывод, что ионная обработка эластомера под углом 90 градусов увеличивает шероховатость поверхности, делает ее более развитой. Ионная обработка может показать себя более эффективной при потоке ионов менее 90 градусов. Для исследования поверхности эластичных материалов больше подходит атомно-силовая микроскопия бесконтактным или полуконтактным методами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применение предварительной ионной обработки подложки из различных материалов перед формированием покрытия безусловно целесообразно, так как: очищается поверхность от органических и неорганических загрязнений, активизируется поверхность, уменьшается угол смачивания и увеличивается шероховатость поверхности. За счет активации поверхности и ее чистоты формирование медной пленки на эластичной подложке происходит таким образом, что дальнейшее механическое воздействие на подложку не приводит к разрушению и растрескиванию тонкопленочного покрытия. При этом необходимо формировать покрытие толщиной от десятых долей микрометров до единиц, поскольку поверхность эластичных материалов подвергается поверхностной деструкции за счет разрыва связей не только между отдельными частицами, но также и целыми кластерами мономера.

Концептуальные вопросы о напряженном состоянии подложек и функциональных слоев на них остаются открытыми и всегда будут предметом исследования многих исследователей. Для продолжения работы планируется провести анализ моделей минимизации остаточных напряжений, апробировав подходящие из них для существующих задач, проводя экспериментальные исследования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шугуров А. Р. Влияние кривизны границы раздела пленка/подложка на закономерности деформации и разрушения тонких металлических пленок и керамических покрытий при внешних воздействиях: дис. – Ин-т физики прочности и материаловедения СО РАН, 2016.
2. Gorbunov, Ruslan & Bochkareva, N. & Latyshev, Philipp & Lelikov, Yu & Zubrilov, Andrey & Tsyuk, Alexander & Shreter, Yuri. (2010). Влияние параметров роста на механические напряжения в пленках *gan* выращенных методом *hvre*. 10.13140/RG.2.2.29901.49129.
3. Nix W. D., Clemens B. M. Crystallite coalescence: A mechanism for intrinsic tensile stresses in thin films //Journal of materials research. – 1999. – Т. 14. – №. 8. – С. 3467-3473.
4. Плазменные покрытия (свойства и применение): учебное пособие / В.П. Кривобоков, Н.С. Сочугов, А.А. Соловьев; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. – 136 с.
5. Л. А. Митлина, А. Е. Лёвин, М. К. Валюженич, Механизмы релаксации напряжений при гетероэпитаксии феррошпинелей, Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки, 2000, выпуск 9, 77–88 DOI: <https://doi.org/10.14498/vsgtu33>
6. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Ионное травление и модифицирование поверхности ответственных деталей машин в вакуумно-дуговой плазме. М.: Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Сер. "Машиностроение", 2011.

7. Y. R. Lee, H. Kwon, D. H. Lee and B. Y. Lee, *Soft Matter*. Highly flexible and transparent dielectric elastomer actuators using silver nanowire and carbon nanotube hybrid electrodes// *Soft Matter*. – 2017. – Issue 37. – P. 1-6. DOI: 10.1039/C7SM01329A

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

А.Д. Купцов – аспирант 1-го года аспирантуры кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: alex-kouptsov@yandex.ru

С.И. Егорова – студентка 2-го года магистратуры кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.

А.А. Фельде - студент 4 курса бакалавриата кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.

В.С. Щербакова – студентка 2-го года магистратуры кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.

А.М. Базиненков – кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва.

ПЛАЗМЕННАЯ ОБРАБОТКА В ВАКУУМЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

В.С. Мальцев, С.В. Сидорова

АННОТАЦИЯ

В работе представлены результаты исследования по обработке поверхностей Al_2O_3 в плазме при различном содержании компонентов газовой смеси. Выявлены зависимости шероховатости поверхности полученного магнетронным методом оксида алюминия от состава рабочего газа и времени обработки. Выделены особенности плазменной обработки оксида алюминия при использовании кислорода. Данная статья показывает влияние добавления кислорода в газовую смесь с аргоном на шероховатость поверхности оксида алюминия.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ПЛАЗМА, ВАКУУМ, ПЛАЗМЕННОЕ ТРАВЛЕНИЕ, ОКСИД АЛЮМИНИЯ, ПРОФИЛОМЕТР, АКТИВАЦИЯ ПО-ВЕРХНОСТИ, ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ

PLASMA TREATMENT OF ALUMINUM OXIDE IN VACUUM

V.S. Maltsev, S.V. Sidorova

ABSTRACT

In this work, studies were carried out on the processing of the content of Al_2O_3 in plasma at various contents of the components of the gas mixture. Dependences of the surface roughness of aluminum oxide obtained by the magnetron method on the composition of the working gas and the processing time are revealed. The features of aluminum oxide plasma treatment using oxygen are highlighted. This article shows the effect of adding oxygen to a gas mixture with argon on the surface roughness of aluminum oxide.

KEYWORDS

PLASMA, VACUUM, PLASMA ETCHING, ALUMINUM OXIDE, PROFILOMETER, SURFACE ACTIVATION, SURFACE ROUGHNESS

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что состояние поверхности подложки оказывает существенное влияние на структуру наносимых пленок и параметры пленочных элементов [1]. При проектировании устройств микроэлектроники к структурным слоям применяются повышенные требования по качеству и структуре поверхности для обеспечения требуемых свойств при нанесении последующих слоёв.

При нанесении тонких пленок толщиной до 100 нм допустимая высота микронеровностей не должна превышать 25 нм. Однако, в случае формирования элементов микросхем в десятки нанометров, требования к шероховатости пропорционально изменяются вплоть до единиц нанометров.

Во многих изделиях микроэлектроники в качестве диэлектрического слоя используется оксид алюминия. Например, в качестве диэлектрического слоя многих СВЧ устройств [2]. Таким образом, появляется необходимость в управлении шероховатостью поверхности функциональных слоёв изделия. Одним из возможных методов модификации поверхности является плазменная обработка [3]. Данный процесс характеризуется снятием слоя

материала с поверхности с использованием плазменных процессов. В качестве технологического газа используется инертный газ или смесь газов, зачастую используется аргон. А шероховатость подложки зависит от материала и метода обработки.

Таким образом, целью данной работы является исследование влияния процесса плазменной обработки на поверхность слоя оксида алюминия.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ И ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Плазменная обработка заключается в выбивании атомов или молекул с поверхности материала подложки под действием кинетической энергии электронов, ускоренных в электрическом поле.

Плазменную обработку материалов проводили на установке TRION SIRUS T2 на базе МГТУ им. Н. Э. Баумана, которая предназначена для очистки и травления в вакууме [4]. Trion – установка плазмохимического травления (RIE; RIE+ICP) для лабораторий. Установка может использоваться для любых процессов плазмохимического травления с использованием как инертных, так и фторных газов, кислорода. Опционально доступен ICP (индуктивно-связанная плазма) реактор. Установка позволяет производить травление в среде из 3 газов, которые можно использовать по отдельности или в смеси с контролируемой концентрацией.

Данная установка позволяет контролировать такие параметры как: давление (1...10000 мТорр), мощность (10...500 Вт), концентрация газа (0...250 сссм) и время процесса.

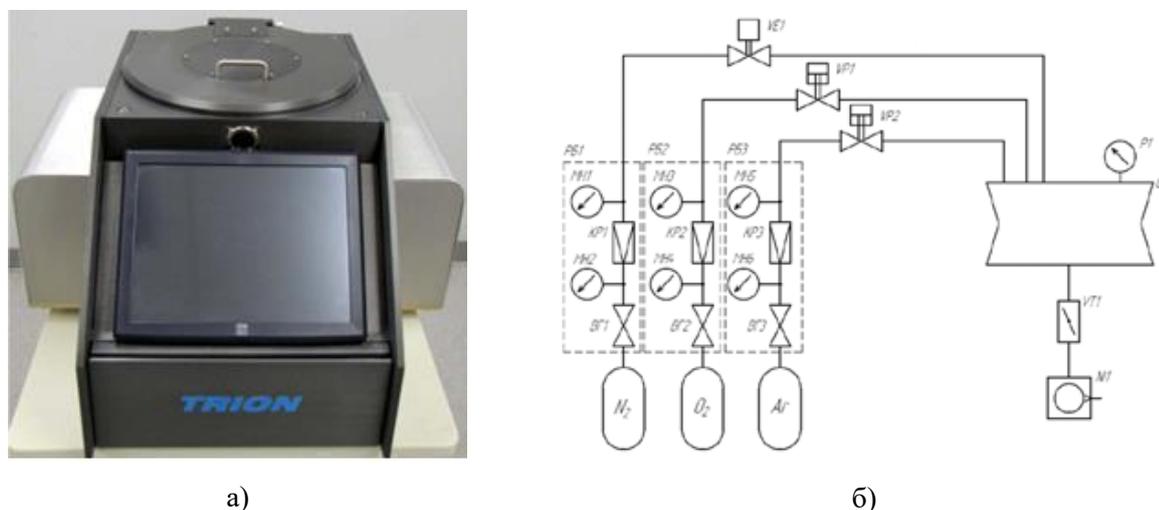


Рис.1. Общий вид установки TRION SIRUS T2 (а) и её принципиальная схема (б)

В качестве образцов были использованы кремниевые подложки с тонкопленочным покрытием оксида алюминия, полученного методом магнетронного распыления. Образцы подвергали воздействию плазмы смеси газов Ar/O₂ со следующими параметрами процесса: давление – 100 мТорр; мощность – 150 Вт; суммарный поток газа – 200 сссм. Процентное содержание O₂ в газовой смеси изменялось с 0% до 10%, время варьировали от 5 до 40 минут.

Контроль шероховатости образцов до и после плазменной обработки производили на профилометре TR200.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Предварительные эксперименты проводили на кремниевых подложках с нанесенным оксидом алюминия. В результате обработки в плазме подложек оксида алюминия была получена серия образцов. Экспериментальные образцы были исследованы на профилометре, оценена шероховатость образцов до и после обработки.

В таблице 1 представлены значения измерения шероховатости в пяти точках и приведено среднее значение изменения шероховатости до (№1) и после (№2–5) плазменной обработки при разном составе газовой смеси ($Ar+O_2$). Так как диапазон измерения шероховатости R_a на профилометре TR200 для базовой длины составляет от 0,005 до 16 мкм, то полученные значения в 1–3 нм можно считать минимально возможными для измерения и оценить изменение шероховатости от начального значения 7 нм.

Таблица 1
 Результаты обработки оксида алюминия в плазме

№	Режим	Точка 1	Точка 2	Точка 3	Точка 4	Точка 5	Среднее значение шероховатости
1	t = 0 мин	0,007	0,008	0,005	0,009	0,006	0,007
2	10% O ₂ ; t = 5 мин	~0,001	~0,003	~0,002	~0,003	-	0,002
3	10% O ₂ ; t = 10 мин	~0,001	~0,001	~0,002	~0,003	-	0,002
4	10% O ₂ ; t = 20 мин	~0,001	~0,001	~0,002	~0,001	-	0,001
5	0% O ₂ ; t = 40 мин	0,005	0,015	0,008	0,015	0,008	0,010

Следует отметить, что при обработке оксида алюминия в плазме аргона (Рис. 2) в течение 40 минут, наблюдается увеличение шероховатости. Как выяснилось, ионы аргона позволяют активировать поверхность оксида, образуя центры притяжения заряженных частиц плазмы, а кислород позволяет повысить эффективность образования новых функциональных групп. В связи с этим было принято решение обрабатывать образцы в плазме аргона с добавлением кислорода.



Рис. 2. Зависимость шероховатости поверхности оксида алюминия от времени обработки в плазме Ar

Обработка в плазме аргона с добавлением кислорода (рис. 3) показала уменьшение шероховатости поверхности оксида алюминия до единиц нанометров с погрешностью измерения прибора $\pm 10\%$ (профилометр TR200).

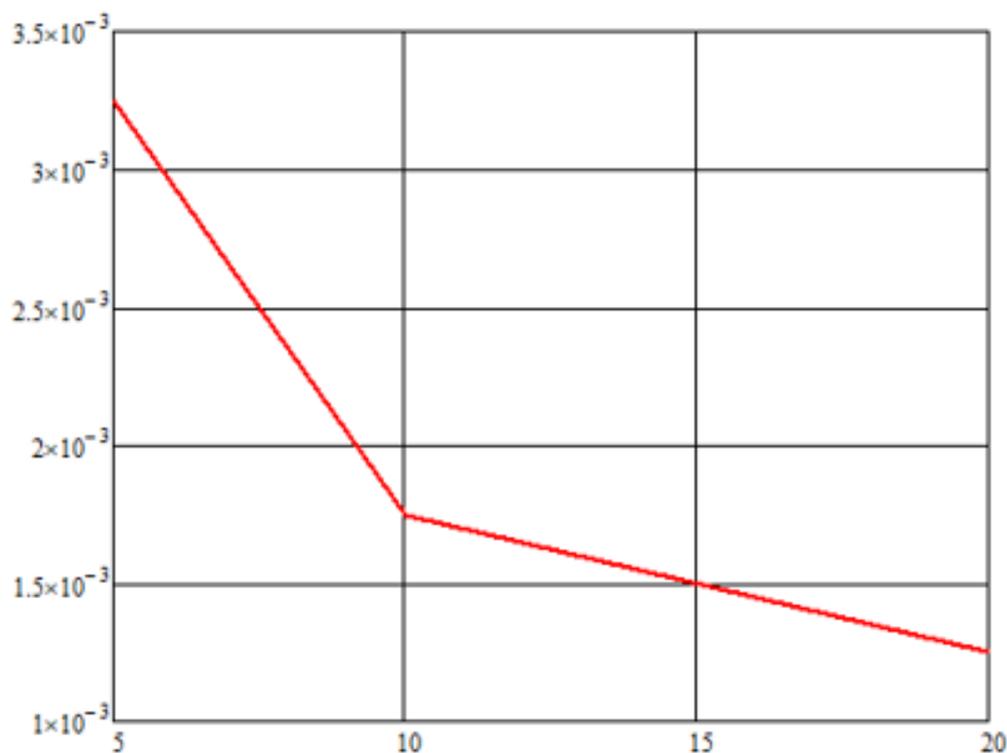


Рис. 3. Зависимость шероховатости поверхности оксида алюминия от времени обработки в плазме с 10% кислорода

По полученным результатам были построены регрессионные модели, описывающие зависимость шероховатости оксида алюминия от времени:

- при обработке в плазме аргона в течение 40 минут (1):

$$Ra = 5,2 + 0,125t; \quad (1)$$

- при обработке в плазме смеси газов аргона и кислорода с 10% кислорода в течение 20 минут (2):

$$Ra = 3,25 - 0,0377t, \quad (2)$$

где Ra – шероховатость поверхности, нм; t – время, с.

В связи с резким снижением шероховатости уже через 5 минут после начала обработки было принято решение подробнее рассмотреть этот временной интервал.

По результатам экспериментов была построена регрессионная модель, описывающая зависимость шероховатости поверхности Al_2O_3 от времени обработки в плазме аргона с 10% кислорода для первых 5 минут обработки (3) и построен график, показывающий результаты экспериментов (рис. 4).

$$Ra = 4,16 - 0,566t \quad (3)$$

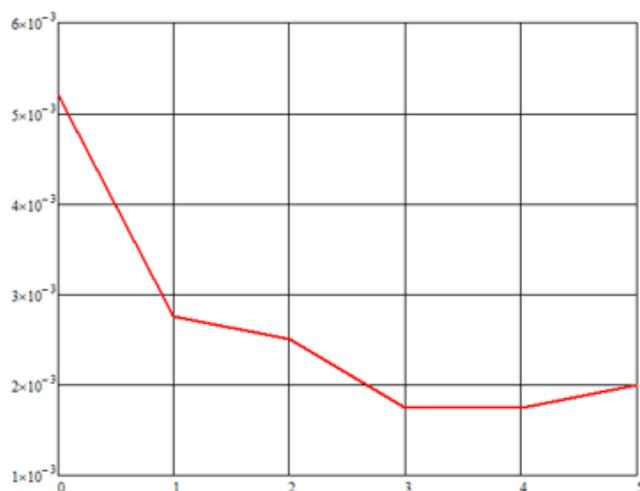


Рис. 4. Зависимость шероховатости поверхности оксида алюминия от времени обработки в плазме аргона с 10% кислорода для первых 5 минут обработки

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ И ВЫВОДЫ

При обработке оксида алюминия в плазме аргона шероховатость поверхности увеличивается с увеличением времени обработки. Выявлено, что при добавлении в смесь газов кислорода, а результат получается противоположный: шероховатость уменьшается. Анализ полученных уравнений регрессии показывает, что увеличение процентного содержания кислорода в системе не является значимым фактором. Возможно применение газовой среды (90+10) % ($Ar+O_2$) для более точного контроля над шероховатостью поверхностей оксида алюминия при создании изделий микроэлектроники.

Для уменьшения шероховатости поверхности оксида алюминия следует обрабатывать образцы в плазме $Ar+O_2$ в течение 10 минут. В этом случае шероховатость поверхности достигает значений в единицы нанометров. Следует отметить, что процентное содержание кислорода в смеси не оказывает существенного влияния на шероховатость, поэтому достаточно добавления 10% кислорода.

Для увеличения шероховатости поверхности оксида алюминия необходимо обрабатывать образцы в плазме аргона без добавления кислорода.

По результатам экспериментов построены уравнения регрессии, которые показывают значимость лишь временного фактора.

При обработке оксида алюминия в плазме аргона наблюдается увеличение шероховатости от 7 нм до 11 нм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Технология тонких пленок и покрытий: учеб. пособие / Л. Н. Маскаева, Е. А. Федорова, В. Ф. Марков. М-во науки и высш. образования Рос. Федерации, Урал. федер. ун-т. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2019. 236 с.
2. Петров В. М., Шамрай А. В. СВЧ интегрально-оптические модуляторы. Теория и практика: учебное пособие. - Санкт-Петербург: Университет ИТМО, 2021. - 225 с
3. Ветошкин В. М. Экспериментальная установка для исследования вакуумно-плазменных процессов обработки кварца: автореф... дис. кан. тех. наук. – Ижевск: 2009. – 138 с.

4. Севрюгина Е. А., Семочкин А. И., Мальцев В. С. Исследование влияния плазменной и ионно-лучевой обработки на эпоксидную смолу //Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты-2021. – 2021. – С. 83-89.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

В.С. Мальцев – студент 1 курса магистратуры кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: malzev.vladislav.99@gmail.com

С.В. Сидорова – кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва; e-mail: sidorova@bmstu.ru

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ТРЕКОВЫХ МЕМБРАН НАНОЧАСТИЦАМИ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Л.И. Кравец, В.А. Алтынов, Р.В. Гайнутдинов, Е.В. Шестериков, И.В. Кулинич,
С.И. Твердохлебов

АННОТАЦИЯ

Проведено исследование поверхностных и электрохимических свойств трековой мембраны из полиэтилентерефталата, на одну из сторон которой методом плазмохимического осаждения из газовой фазы смеси силана и закиси азота наносили наноразмерные покрытия из диоксида кремния. Показано, что осаждение слоя диоксида кремния на поверхность мембраны приводит к созданию композиционных мембран, обладающих в растворах электролитов асимметрией проводимости.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТНАЯ ТРЕКОВАЯ МЕМБРАНА, МОДИФИЦИРОВАНИЕ,
ПЛАЗМОХИМИЧЕСКОЕ ОСАЖДЕНИЕ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ, ДИОКСИД КРЕМНИЯ,
КОМПОЗИЦИОННЫЕ МЕМБРАНЫ, АСИММЕТРИЯ ПРОВОДИМОСТИ

MODIFICATION OF THE TRACK-ETCHED MEMBRANES SURFACE BY SILICON DIOXIDE NANOPARTICLES

L.I. Kravets, V.A. Altynov, R.V. Gainutdinov, E.V. Shesterikov, I.V. Kulinich,
S.I. Tverdokhlebov

ABSTRACT

The surface and electrochemical properties of a poly(ethylene terephthalate) track-etched membrane, one side of which was coated with nanoscale silicon dioxide coating by plasma chemical deposition from the gas phase of the silane and nitrous oxide mixture, have been investigated. It was shown that the deposition of the silicon dioxide layer on the membrane surface leads to the creation of composite membranes that exhibit in electrolyte solutions conductance asymmetry.

KEYWORDS

POLY(ETHYLENE TEREPHTHALATE) TRACK-ETCHED MEMBRANE, MODIFICATION,
PLASMA CHEMICAL DEPOSITION FROM THE GAS PHASE, SILICON DIOXIDE, COMPOSITE
MEMBRANES, CONDUCTANCE ASYMMETRY

ВВЕДЕНИЕ

В публикациях последних лет неоднократно рассматривались вопросы, связанные с массопереносом под действием электрического тока в трековых мембранах (ТМ) из полиэтилентерефталата (ПЭТФ). Технология изготовления таких мембран позволяет получать в исходных ПЭТФ-пленках (толщиной, как правило, от 10 до 23 мкм) поры цилиндрической формы [1]. Это дает уникальную возможность для их использования в качестве модельных систем при теоретическом описании процессов массопереноса через ионообменные мембраны, т.е. такие мембраны, на поверхности которых находятся фиксированные функциональные группы. В ряде работ исследовали электротранспортные свойства ТМ, модифицированных методом плазмохимической полимеризации, в процессе которой на поверхности

происходило осаждение тонкой полупроницаемой пленки полимера. Так, в работе [2] были исследованы свойства ПЭТФ ТМ, модифицированных в плазме пиррола, а в работе [3] – в плазме тиофена. Особенностью строения таких мембран является наличие двух полимерных слоев с различными по химической структуре и свойствам функциональными группами. Действительно, если исходная трековая мембрана характеризуется наличием на поверхности карбоксильных групп [4], которые проявляют в водных растворах электролитов катионообменные свойства, то в слое, синтезированном полимеризацией пиррола в плазме, присутствуют анионообменные азотсодержащие группы. А в слое, синтезированном полимеризацией тиофена в плазме, присутствуют серосодержащие группы, которые также проявляют анионообменные свойства. Контакт ионообменных мембран противоположных зарядов, как известно [5], приводит к асимметрии проводимости – эффекту выпрямления тока. Подобным свойством обладают типичные биполярные мембраны, которые в простейшем случае получают прессованием или сшивкой катионо- и анионоактивных элементов [6].

Осаждение слоя полимера на поверхности ПЭТФ ТМ путем полимеризации в плазме органических соединений, таким образом, приводит к образованию полимерных двухслойных мембран, изучению свойств которых в настоящее время уделяется значительное внимание. Это обусловлено широким распространением таких систем. Например, к двухслойным мембранам относятся биологические мембраны, биполярные мембраны, мембраны с модифицированной поверхностью, ионитовые мембраны, состоящие из двух катионитовых или двух анионитовых слоев различной природы и т.д. Главной отличительной особенностью двухслойных мембран является анизотропия их структуры, что приводит к эффектам асимметрии транспортных свойств.

Появление асимметрии проводимости наблюдали также у металлополимерных композиционных мембран, полученных путем нанесения на одну из сторон ПЭТФ ТМ методом термического испарения в вакууме тонких слоев алюминия [7]. Эффект асимметрии транспортных свойств у мембран данного типа также объясняется наличием двух слоев с противоположно заряженными функциональными группами на поверхности. Один из них характеризуется наличием на поверхности концевых карбоксильных групп. Это исходная полимерная матрица. Второй слой представляет собой нанокластеры алюминия, поверхность которых в растворах сильных электролитов имеет положительный заряд, обусловленный наличием алюмогидратных функциональных групп [8]. В этой связи, большой интерес представляет разработка методов создания и исследование композиционных мембран, один из слоев которых представляет собой диэлектрик. Проведение работ подобного рода обусловлено возможностью расширения области применения существующих полимерных мембран.

Целью настоящей работы являлось исследование поверхностных и электрохимических свойств трековой мембраны из полиэтилентерефталата, на одну из сторон которой методом плазмохимического осаждения из газовой фазы смеси силана и закиси азота в индуктивно-связанной плазме осаждали наноразмерные покрытия из диоксида кремния.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ толщиной 10,0 мкм с эффективным диаметром пор 65 нм (плотность пор $3 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$), которую получали облучением пленки Лавсан

(ГОСТ 24234-80, Россия) ускоренными на циклотроне У-400 ионами криптона (энергия ~ 3 МэВ/нуклон) с последующей физико-химической обработкой по методике [1].

Формирование покрытий из диоксида кремния (SiO_2) на поверхности трековой мембраны осуществлялось методом плазмохимического осаждения из газовой фазы смеси силана (SiH_4) и закиси азота (N_2O) в индуктивно-связанной плазме на установке STE ICP 200 D (ЦКП “Импульс,” Томск) при мощности разряда 600 Вт. Для осаждения покрытий образец мембраны закреплялся на кварцевой подложке диаметром 100 мм, после чего загружался в рабочую камеру и фиксировался на рабочем столе. Предварительное вакуумирование рабочей камеры проводили до давления 1,5 Па, а нагрев рабочего стола до температуры 120 °С. После чего производилась подача газовой смеси SiH_4 и N_2O , скорость потоков которых составляла 120 sccm и 20 sccm соответственно. Скорость осаждения покрытия из диоксида кремния составляла 60 нм/мин.

Характеристики исходной ПЭТФ трековой мембраны и мембран с нанесенным слоем диоксида кремния определяли при помощи ряда взаимодополняющих методик. Газопроницаемость мембран (поток воздуха, прошедший через мембрану) измеряли при заданном перепаде давления с помощью поплавкового расходомера. На основании полученных значений, используя формулу Кнудсена [9], рассчитывали эффективный диаметр пор. Исследование микроструктуры образцов проводили с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) высокого разрешения “HITACHI” SU-8020 (Japan). Перед просмотром на образцы напыляли в вакууме тонкий слой золота. Смачиваемость поверхности мембран характеризовали значениями краевых углов водой, измеренными с помощью установки “Easy Drop DSA100” (KRUSS, Germany) и программного обеспечения Drop Shape Analysis V.1.90.0.14. Для измерений использовали деионизованную воду.

Морфологию поверхности мембран изучали методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью прибора NTEGRA Prima (NT-MDT, Россия). Сканирование проводили в прерывисто-контактном режиме с использованием кремниевых зондов HA_FM (Tipsnano, Estonia). Поле сканирования составляло 2×2 мкм² с разрешением 512×512 точек на изображение. Основным определяемым параметром являлась поверхностная шероховатость R_{ms} – среднеквадратичное отклонение профиля поверхности от базовой поверхности, рассчитанная по всем точкам скана. Спектры РФЭС получали с помощью прибора K-Alpha “Thermo Scientific” (USA), оснащенного полусферическим анализатором. Для возбуждения фотоэлектронов использовали рентгеновское излучение алюминиевого анода ($\text{AlK}_\alpha = 1486,6$ эВ) при напряжении на трубке 12 кВ и токе эмиссии 3 мА. Положение пиков калибровали по стандартному пику C1s (284,6 эВ) [10]. Регистрацию и обработку спектров проводили с помощью программы Advantage.

Измерение вольтамперных характеристик мембран проводили на постоянном токе в диапазоне от -1 до +1 В по методике [11] при помощи потенциостата “Elins P-8S” (ООО «Элинс», Россия), управляемого компьютером. Скорость сканирования составляла 50 мВ/с. Для измерений была использована двухкамерная ячейка с хлорсеребряными электродами, содержащая водный раствор хлористого калия одинаковой концентрации справа и слева от мембраны. Объем каждой камеры составлял 2,5 мл, рабочая площадь мембраны – 0,5 см². Электроды были погружены в раствор электролита каждой из камер на расстоянии 7 мм от поверхности мембраны. Концентрацию раствора хлористого калия варьировали в диапазоне от 10^{-4} до 1 моль/л. До начала измерений образцы выдерживали в растворе электролита в течение 30 мин.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты измерения характеристик исходной ПЭТФ ТМ и композиционных мембран, полученных путем нанесения на ее поверхность покрытий из диоксида кремния методом плазмохимического осаждения из газовой фазы смеси силана и закиси азота, приведены в табл. 1. Из представленных данных следует, что по мере увеличения толщины осажденного слоя диоксида кремния происходит более значительное уменьшение потока воздуха, проходящего через мембрану, и, как следствие этого, более значительное уменьшение эффективного диаметра пор композиционных мембран, рассчитываемого из величины газопроницаемости. Так, при осаждении слоя диоксида кремния толщиной 25 нм эффективный диаметр пор мембраны уменьшается на 40 нм, а при осаждении слоя толщиной 75 нм диаметр пор уменьшается на 46 нм. Увеличение толщины слоя диоксида кремния до 100 нм вызывает уменьшение эффективного диаметра пор мембраны до 14 нм. Электронно-микроскопическое исследование композиционных мембран показало, что поверхность исходной мембраны покрывается тонким слоем диоксида кремния, который имеет глобулярный характер (рис. 1б-г). Глобулы, составляющие пористую систему слоя, представляют собой нанокластеры диоксида кремния, имеющие неправильную форму, а их размер колеблется в диапазоне от 50 до 350 нм.

Таблица 1
 Изменение характеристик полиэтилентерефталатной трековой мембраны при нанесении слоя диоксида кремния на ее поверхность

Параметры	Исходная ПЭТФ ТМ	Толщина осажденного слоя диоксида кремния, нм		
		25	75	100
Поток воздуха при $\Delta P = 4 \times 10^4$ Па, мл/мин·см ²	210,0	12,0	5,0	2,0
Эффективный диаметр пор, нм	65,0	25,0	19,0	14,0
Поверхностная шероховатость, нм (площадь сканирования 2×2 мкм ²)	7,5	21,6	18,7	19,8
Средний размер осажденных наночастиц диоксида кремния, нм	—	164,2	147,8	164,7
Угол смачивания, град	65	22	19	15

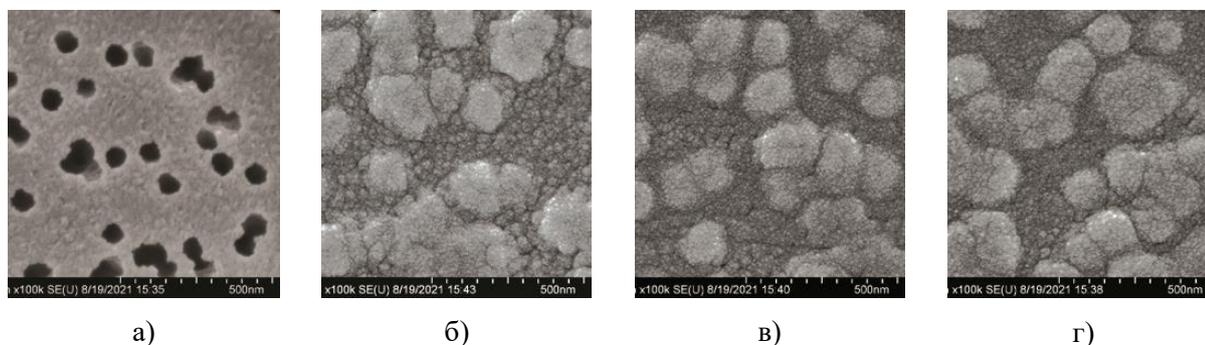


Рис. 1. Изображения поверхности, полученные с помощью метода РЭМ, исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран после осаждения на ее поверхность слоя диоксида кремния толщиной 25 (б), 75 (в) и 100 нм (г).

Исследование методом атомно-силовой микроскопии морфологии поверхностного слоя композиционных мембран показывает (рис. 2), что осаждение слоя диоксида кремния

приводит к изменению шероховатости поверхностного слоя исходной мембраны. Так, для исходной ПЭТФ ТМ величина R_{ms} , рассчитанная по всем точкам скана площадью $2 \times 2 \text{ мкм}^2$, составляет 7,5 нм (табл. 1). Относительно высокое значение этой величины обусловлено как наличием пор на мембранной поверхности, так и способом изготовления трековой мембраны, включающем химическое травление. Наличие пор оказывает более заметное влияние на величину шероховатости. На это указывает определение таких параметров, как средняя высота пика шероховатости R_{pm} и средняя глубина впадины шероховатости R_{vm} профиля поверхности. Оценка данных параметров для исходной мембраны приводит к следующим результатам. Величина R_{vm} составляет 80,5 нм, в то время как значение R_{pm} равно 22,5 нм, что значительно ниже.

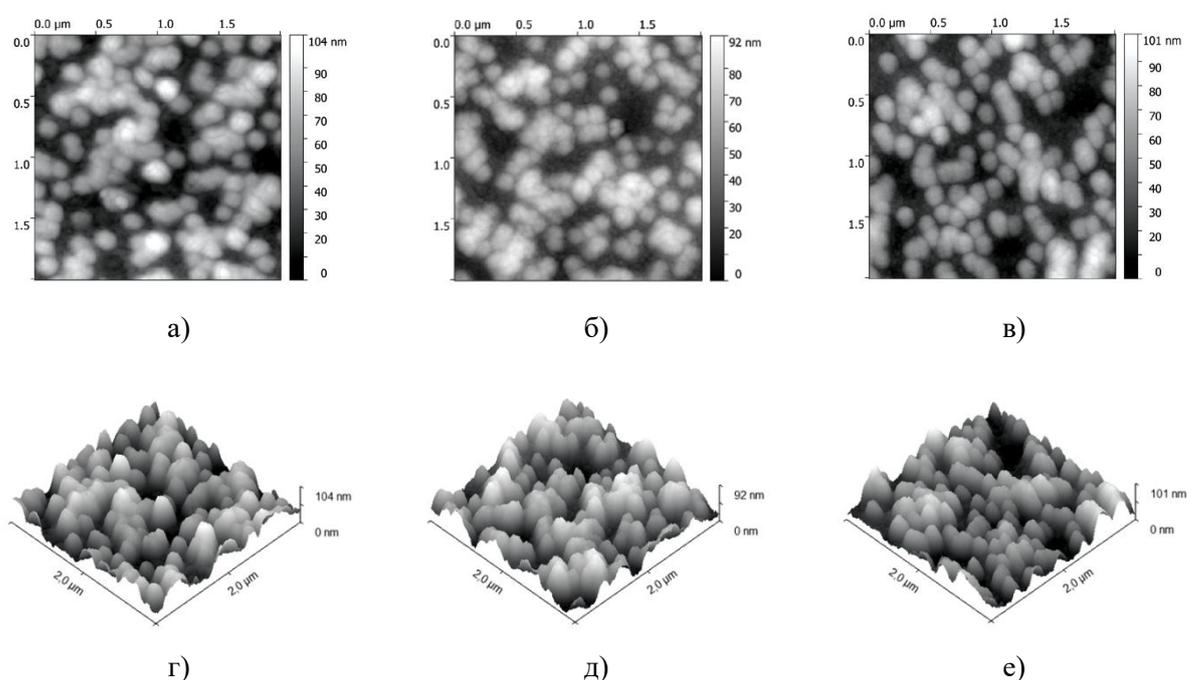


Рис. 2. АСМ двухмерного (а-в) и трехмерного (г-е) изображения поверхности ПЭТФ ТМ после осаждения на ее поверхность слоя диоксида кремния толщиной 25 (а, г), 75 (б, д) и 100 нм (в, е); площадь сканирования $2 \times 2 \text{ мкм}^2$.

Осаждение слоя диоксида кремния вызывает повышение шероховатости поверхностного слоя исходной ПЭТФ ТМ. Величина R_{ms} модифицированных образцов мембран, рассчитанная по всем точкам скана площадью $2 \times 2 \text{ мкм}^2$, заметно возрастает (табл. 1). Так, для композиционной мембраны с осажденным слоем диоксида кремния толщиной 25 нм величина R_{ms} составляет 21,6 нм, со слоем диоксида кремния толщиной 75 нм $R_{ms} = 18,7 \text{ нм}$, а со слоем толщиной 100 нм $R_{ms} = 19,8 \text{ нм}$. Определение размеров наночастиц с помощью программы SPIP показывает, что увеличение времени проведения процесса осаждения покрытия мало изменяет размер осаждаемых наночастиц (рис. 3). Так, средний размер наночастиц диоксида кремния при осаждении слоя толщиной 25 нм составляет 164,2 нм; их максимальный размер достигает 325 нм (рис. 3а). При осаждении слоя толщиной 75 нм средний размер наночастиц диоксида кремния несколько меньший (табл. 1), но их максимальный размер, также как в случае осаждения слоя толщиной 25 нм, составляет 325 нм (рис. 3б). При более длительном проведении процесса осаждения средний размер наночастиц

диоксида кремния равен 164,7 нм, а их максимальный размер возрастает до 400 нм (рис. 3в), т.е. в этом случае наблюдается некоторое укрупнение наночастиц.

В наших экспериментах по данным методов РЭМ и АСМ диаметр пор композиционных мембран на стороне, не подвергавшейся обработке, остается неизменным. Это означает, что осаждение диоксида кремния происходит лишь на модифицированной поверхности мембраны. Нанесение на поверхность ПЭТФ ТМ покрытий из диоксида кремния методом плазмохимического осаждения из газовой фазы силана и закиси азота в индуктивно-связанной плазме приводит, таким образом, к формированию композиционных мембран, имеющих асимметричную форму пор – диаметр пор на необработанной стороне мембраны не изменяется, а на модифицированной стороне происходит его существенное уменьшение. Об этом свидетельствует уменьшение эффективного диаметра пор композиционных мембран. Этот результат коррелирует с данными, полученными нами ранее при исследовании процесса модифицирования ПЭТФ ТМ методом полимеризации органических соединений в плазме [12].

Исследование поверхностных свойств композиционных мембран показывает, что при нанесении слоя диоксида кремния на поверхность ПЭТФ ТМ происходит существенная гидрофилизация. Действительно, если исходная мембрана характеризуется величиной угла смачивания (Θ) равной 65° , то для ПЭТФ ТМ со слоем диоксида кремния на поверхности значения Θ составляют в среднем 19° (табл. 1). Нанесение диоксида кремния на поверхность ПЭТФ ТМ методом плазмохимического газофазного осаждения приводит, таким образом, к образованию композиционных мембран, состоящих из двух слоев, один из которых имеет средний уровень гидрофильности. Это исходная ПЭТФ трековая мембрана. Второй слой, представляющий собой нанокластеры диоксида кремния, вследствие высокой плотности поверхностных силанольных функциональных групп ($\equiv\text{Si-OH}$) обладает большей степенью гидрофильности по сравнению с полимерной матрицей ПЭТФ.

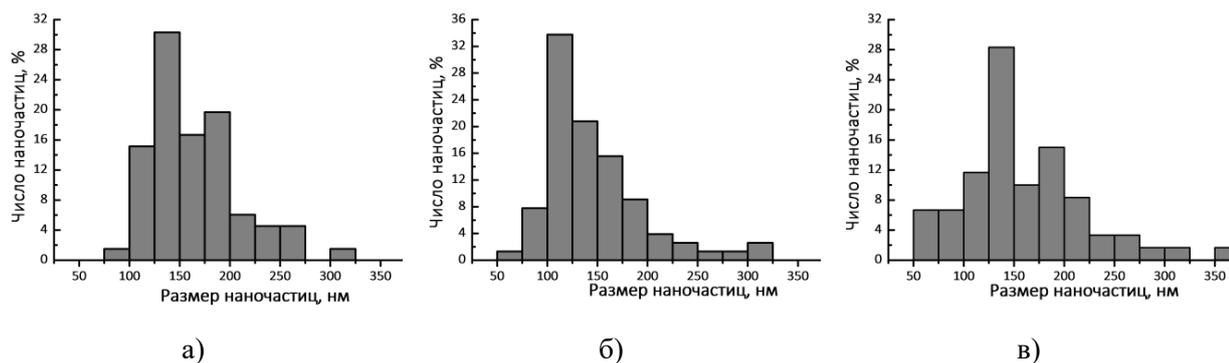


Рис. 3. Гистограммы распределения наночастиц диоксида кремния по размерам при толщине покрытия 25 (а), 75 (б) и 100 нм (в); площадь сканирования 2×2 мкм²

Для выявления изменений в химическом составе поверхностного слоя мембран, происходящих в процессе осаждения покрытий из диоксида кремния на поверхности исходной трековой мембраны, были проведены измерения спектров РФЭС. Анализ спектра РФЭС поверхностного слоя ПЭТФ ТМ показывает присутствие линий, связанных с атомами углерода и кислорода, атомные концентрации которых составляют 74,5% и 25,5%, соответственно (табл. 2). Для установления природы функциональных групп на поверхности мембраны был подробно исследован спектр атома углерода. Разложение линии спектра C1s на

компоненты показывает, что он имеет сложный характер (рис. 4а). Наиболее интенсивный компонент спектра с максимумом на энергии связи 284,6 эВ, относительный вклад которого составляет 66,0%, соответствует углероду в составе связей С–С и С–Н. Компоненты с максимумами на энергии связи 286,3 и 288,7 эВ отвечают углероду в составе кислородсодержащих функциональных групп: С–О(Н) с концентрацией 18,3% и О=С–О, концентрация которых составляет 15,7%. Значительная концентрация кислородсодержащих функциональных групп в поверхностном слое исходной ПЭТФ трековой мембраны определяет гидрофильность ее поверхности. pK_{COOH} для полиэтилентерефталата составляет 3,6–3,7, т.е. в растворах хлорида калия ($pH = 6,0$) происходит их диссоциация, приводящая к появлению анионных звеньев на макромолекулах полимера. Наличие отрицательного заряда на сегментах макромолекул вызывает набухание поверхностного слоя мембраны и образование полиэлектролитного геля.

Анализ спектров РФЭС покрытий из диоксида кремния толщиной 75 и 100 нм показывает присутствие линий, связанных с атомами кремния, кислорода, азота и углерода, атомные концентрации которых в среднем составляют 29,9%, 57,2%, 3,3% и 9,6%, соответственно (табл. 2). Детальный анализ линии Si2p (рис. 4б) показывает, что в спектре присутствует компонент с максимумом на энергии связи 103,9 эВ, который соответствует высшему оксиду кремния SiO₂ [10]. Как видно из данных табл. 2, отношение атомарных концентраций кислорода к кремнию составляет 1,9. Это указывает на возможное присутствие небольшого количества субоксидов кремния SiO_x (где $x < 2$). Кроме того, присутствие линии азота в обзорном спектре покрытия позволяет предполагать наличие некоторого количества оксинитрида кремния (SiO_xN_{1-x}). Анализ линии O1s (рис. 4в) показывает, что в спектре присутствует компонент с максимумом на энергии связи 533,3 эВ, который соответствует химическому состоянию кислорода в оксиде кремния SiO₂ [10].

На рис. 4г представлен подробный спектр линии углерода C1s покрытия из диоксида кремния. Видно, что спектр имеет три максимума. Низкоэнергетический максимум при энергии связи 285,3 эВ соответствует состояниям углерода в углерод-углеродных (С–С) и углерод-водородных связях (С–Н). Интегральная площадь этого компонента составляет 70,1%. Максимумы на энергии связи 286,9 и 288,5 эВ, по-видимому, соответствуют состояниям углерода в одинарных (С–О) и двойных (С=О) углерод-кислородных химических связях. Интегральные площади данных компонентов составляют 19,0 и 10,9% соответственно. Углерод в данных химических состояниях присутствует на поверхности исходной трековой мембраны. Практически идентичное соотношение компонентов спектров C1s для ПЭТФ ТМ и покрытия из диоксида кремния дают основание для предположения о том, что наличие углерода на поверхности последнего обусловлено сигналом от незакрытой покрытием поверхности исходной трековой мембраны.

Таким образом, осажденный слой диоксида кремния, как показывают исследования химической структуры методом РФЭС, содержит кислородсодержащие (в том числе, карбоксильные) функциональные группы. Поверхность этого слоя имеет высокий уровень гидрофильности. Угол смачивания покрытия из диоксида кремния в среднем составляет 19°. В растворах хлористого калия диссоциация карбоксильных групп в этом случае также приводит к появлению анионных звеньев на поверхности диоксида кремния, что вызывает образование полиэлектролитного геля. Следует предположить, что объем геля в этом случае несколько больше, чем объем геля на поверхности ПЭТФ ТМ, поскольку степень гидрофильности слоя диоксида кремния выше.

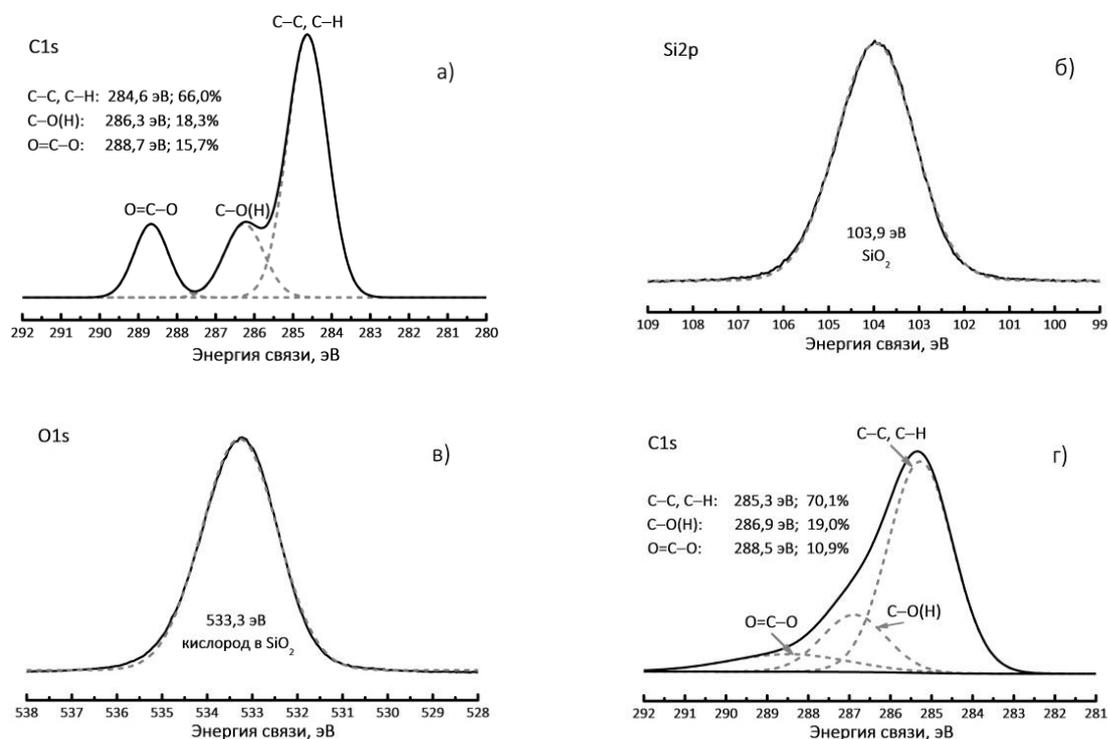


Рис. 4. Спектры РФЭС линий C1s исходной ПЭТФ ТМ (а) и линий Si2p (б), O1s (в), C1s (г) осажденного на ее поверхности покрытия из диоксида кремния толщиной 75 нм.

Таблица 2.
 Данные РФЭС по элементному составу исходной ПЭТФ ТМ и покрытий из диоксида кремния различной толщины

Образец	Содержание атомов, ат. %				Отношение атомов O/Si
	C	O	Si	N	
ПЭТФ ТМ	74,5	25,5	—	—	—
Покрытие из диоксида кремния толщиной 75 нм	10,4	57,7	30,0	1,9	1,9
Покрытие из диоксида кремния толщиной 100 нм	8,8	56,6	29,8	4,8	1,9

Результаты измерения вольтамперных характеристик мембран приведены на рис. 5. Из представленных данных следует, что электрическая проводимость исходной ПЭТФ ТМ не зависит от направления тока (рис. 5а). Напротив, анализ вольтамперных характеристик композиционных мембран с покрытием из диоксида кремния, осажденным плазмохимическим методом, показывает, что их проводимость зависит от направления тока (рис. 5б-г). Полученные результаты могут быть интерпретированы следующим образом. При образовании двухслойных композиционных мембран, состоящих из ПЭТФ ТМ и слоя диоксида кремния, как мы видели выше, последний не содержит анионообменных функциональных групп. Это означает, что в данном случае формирования типичной биполярной мембраны, т.е. имеющей два слоя с противоположно заряженными функциональными группами, не происходит, и причина возникновения асимметрии проводимости, по-видимому,

заключается в ином. Мы полагаем, что основной причиной появления асимметрии проводимости у мембраны со слоем диоксида кремния на поверхности является изменение геометрии пор: поры ПЭТФ ТМ, имеющие цилиндрическую форму, в процессе обработки в плазме приобретают асимметричную форму. Нельзя также полностью исключить влияния на электротранспортные свойства композиционных мембран наличия в них межфазной границы между исходной трековой мембраной и покрытием из диоксида кремния. Эффект асимметрии проводимости для ПЭТФ ТМ с покрытием из диоксида кремния, таким образом, может быть обусловлен как существенным уменьшением диаметра пор в осажденном слое диоксида кремния, приводящем к изменению геометрии пор, так и существованием в порах межфазной границы раздела между исходной трековой мембраной и покрытием из диоксида кремния, имеющих различную концентрацию кислородсодержащих функциональных групп.

Влияние изменения геометрии пор на электрохимические свойства двухслойных полимерных мембран, образованных в процессе модифицирования трековых мембран из полиэтилентерефталата в плазме, неоднократно обсуждалось нами [2, 3, 12]. Поэтому в данной работе мы не приводим теоретического описания процесса переноса ионов через мембрану под воздействием электрического поля. Здесь же мы хотели бы представить лишь объяснение наблюдаемого нами явления, которое заключается в следующем. При наложении на композиционную мембрану, находящуюся в растворе электролита под действием постоянного электрического тока, отрицательных потенциалов (слой диоксида кремния в этом случае обращен к аноду), наблюдается значительное снижение сопротивления системы. Это обусловлено изменением чисел переноса противоионов в каждом из слоев мембраны и возникновением эффекта концентрационной поляризации. Так, ионы K^+ в этом случае легко проходят гелевую фазу слоя диоксида кремния, поскольку число переноса катионов в геле с анионными звеньями выше, чем в растворе. Это приводит к их накоплению на границе раздела этого слоя и полимерной матрицы ПЭТФ ТМ. Ионы Cl^- , движущиеся в противоположном направлении, также накапливаются на границе раздела слоев композиционной мембраны, так как число переноса анионов через гелевую фазу с анионными звеньями ниже, чем в растворе электролита. Повышение локальной концентрации KCl в области границы раздела слоя диоксида кремния и полимерной матрицы ПЭТФ ТМ способствует переносу тока.

При наложении на композиционную мембрану, находящуюся в растворе электролита под действием постоянного электрического тока, положительных потенциалов, когда слой диоксида кремния обращен к катоду, наблюдается повышение сопротивления системы. Обусловлено это следующим. При такой ориентации мембраны происходит быстрое перемещение ионов K^+ через гелевую фазу слоя диоксида кремния, что ведет к снижению локальной концентрации этих ионов на границе раздела этого слоя и ПЭТФ ТМ. Восполнения же их из объема раствора электролита, находящегося в порах ПЭТФ ТМ, затруднено, т.к. число переноса ионов K^+ в порах исходной мембраны несколько ниже, чем число переноса этих ионов в гелевой фазе слоя диоксида кремния. Движение ионов Cl^- к аноду также приводит к снижению их концентрации в порах мембраны, восполнения же их из объема раствора электролита через гелевую фазу слоя диоксида кремния затруднено. Это вызывает понижение локальной концентрации ионов Cl^- на границе раздела этого слоя и полимерной матрицы ПЭТФ ТМ, что ведет к снижению тока в системе.

Появление асимметрии проводимости (выпрямляющего эффекта) у ПЭТФ ТМ при осаждении на одну из ее сторон слоя диоксида кремния обусловлено, таким образом, существенным уменьшением диаметра пор в осажденном слое диоксида кремния, приводящем к изменению геометрии пор, а также существованием в порах межфазной границы раздела между исходной мембраной и покрытием из диоксида кремния. Для количественной оценки данного эффекта применяют коэффициент выпрямления (k_r), который рассчитывается как отношение значений тока (взятых по абсолютной величине) в двух взаимно противоположных направлениях при потенциалах +1 и -1 В. Проведенные исследования показывают, что коэффициент выпрямления для композиционной мембраны с толщиной слоя диоксида кремния 25 нм в растворе KCl с концентрацией 10^{-1} и 10^{-2} моль/л равен 1,05. Коэффициент выпрямления для мембраны с толщиной слоя диоксида кремния 75 нм в растворе KCl с концентрацией 10^{-2} моль/л составляет 1,15, а в растворе с концентрацией 5×10^{-2} моль/л – 1,30; для мембраны с толщиной слоя диоксида кремния 100 нм коэффициент выпрямления в растворе KCl с концентрацией 10^{-2} моль/л равен 1,25, а в растворе с концентрацией 5×10^{-2} моль/л – 1,50. Проведенные исследования также показывают, что коэффициент выпрямления для композиционных мембран этого типа зависит от концентрации электролита, и эта зависимость имеет максимум в области концентраций 10^{-2} – 10^{-1} моль/л. Подобную зависимость коэффициента выпрямления от концентрации электролита имеют полимерные двухслойные мембраны при осаждении на поверхность ПЭТФ ТМ слоя полимера, образованного в плазме [12].

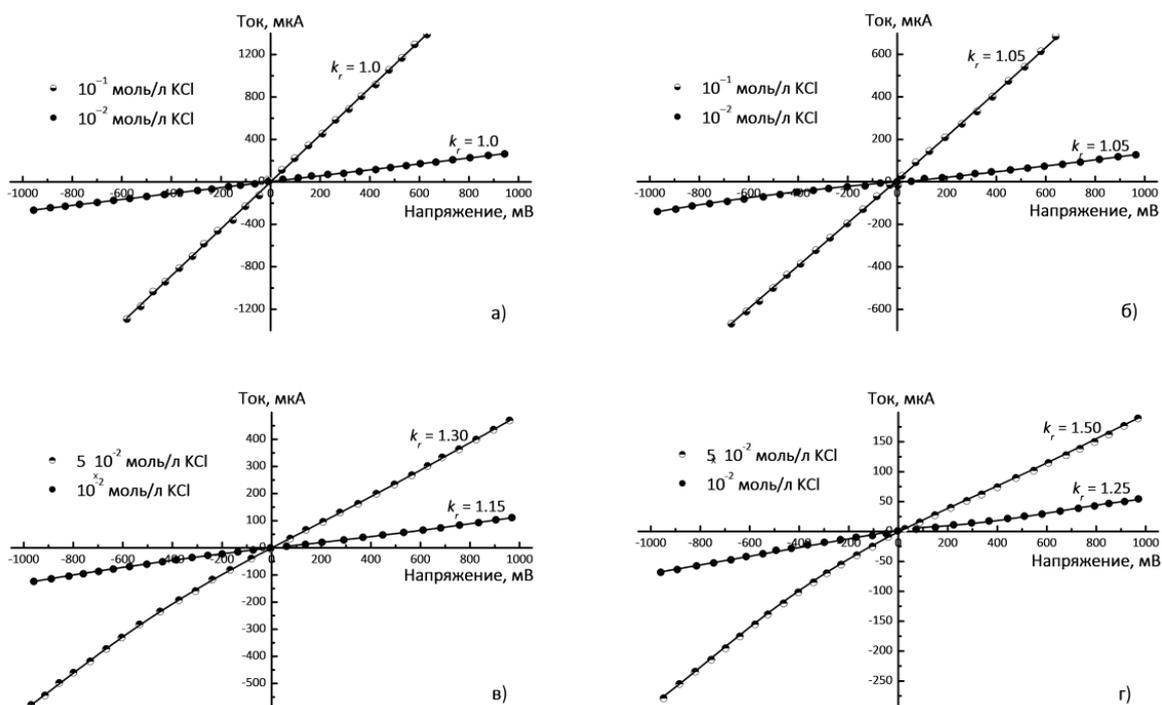


Рис. 5. Вольтамперные характеристики исходной ПЭТФ ТМ (а) и мембран с нанесенным слоем диоксида кремния толщиной 25 (б), 75 (в) и 100 нм (г) в растворах KCl с различной концентрацией.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Суммируя полученные результаты, можно заключить, что если проводимость исходной ПЭТФ ТМ в растворах электролита не зависит от направления тока, то нанесение на одну из ее сторон наноразмерных слоев диоксида кремния методом плазмохимического осаждения из газовой фазы смеси силана и закиси азота в индуктивно-связанной плазме приводит к созданию композиционных мембран, обладающих в растворах электролитов асимметрией проводимости. Это обусловлено изменением геометрии пор в композиционных мембранах, а также существованием межфазной границы раздела между исходной мембраной и покрытием из диоксида кремния, имеющих различную концентрацию кислородсодержащих функциональных групп в поверхностном слое.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы благодарят Н.Е. Лизунова за помощь в исследовании мембран методом РЭМ и Н.М. Иванову за проведения исследований смачиваемости поверхности мембран.

Работа выполнена в рамках госзадания № АААА-А19-119110690036-9.

ЛИТЕРАТУРА

1. Apel P.Yu., Dmitriev S.N. Micro- and nanoporous materials produced using accelerated heavy ion beams. // *Adv. Natur. Sci.: Nanosci. Nanotechnol.* 2011. Vol. 2. № 013002.
2. Kravets L., Dmitriev S., Lizunov N., Satulu V., Mitu B., Dinescu G. Properties of poly(ethylene terephthalate) track membranes with a polymer layer obtained by plasma polymerization of pyrrole vapors. // *Nucl. Instr. and Meth. B.* 2010. Vol. 268. P. 485–492.
3. Kravets L., Dmitriev S., Dinescu G., Satulu V., Gilman A., Yablokov M. Polymer composite nanomembranes with asymmetry of conductivity. // *Materials Science Forum.* 2010. Vol. 636–637. P. 812–818.
4. Апель П.Ю., Кравец Л.И. Деструкция полиэтилентерефталата при облучении высокоэнергетичными тяжелыми ионами: выход и концентрация карбоксильных групп в треках. // *Химия высоких энергий.* 1991. Т. 25. № 2. С. 138–143.
5. Bassignana I.C., Reiss H. Nonequilibrium effects due to ion transport at the forward biased interface between an electrolyte solution and an infinitely thick ion-exchange membrane. // *J. Phys. Chem.* 1983. Vol. 87. P. 136–149.
6. Mafe S., Ramirez P. Electrochemical characterization of polymer ion-exchange bipolar membranes. // *Acta Polymerica.* 1997. Vol. 48. P. 234–250.
7. Кравец Л.И., Гильман А.Б., Яблоков М.Ю. Получение композитных металлополимерных мембран с асимметрией проводимости. // *Мембраны и мембранные технологии.* 2011. Т. 1. № 3. С. 230–240.
8. Bockris J.O'M., Kang Y. The protectivity of aluminum and its alloys with transition metals. // *J. Solid State Electrochem.* 1997. Vol. 1. P. 17–35.
9. Мулдер М. Введение в мембранную технологию. Пер. с англ. под ред. Ямпольского Ю.П., Дубяги В.П. М.: Мир, 1999. 514 с.
10. *Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy.* / Eds by Briggs D., Grant J.T. Chichester: IM Publ. 2003. 505 p.
11. Лукомский Ю.Я., Гамбург Ю.Д. Физико-химические основы электрохимии. Долгопрудный: Интеллект, 2008. 424 с.

12. Кравец Л.И., Гильман А.Б., Satulu V., Mitu V., Dinescu G. Формирование ‘diode-like’ композитных мембран методом полимеризации в плазме. // Перспективные материалы. 2017. № 9. С. 5–21.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Л.И. Кравец – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, г. Дубна; e-mail: kravets@jinr.ru

В.А. Алтынов – кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, г. Дубна.

Р.В. Гайнутдинов – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва.

Е.В. Шестериков – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, ФГБОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», г. Томск, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН, г. Томск.

И.В. Кулинич – старший научный сотрудник, ФГБОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», г. Томск, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН, г. Томск.

С.И. Твердохлебов – кандидат физико-математических наук, доцент, Томский политехнический университет, г. Томск

**СЕКЦИЯ 5. ЭМИССИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И
ИСТОЧНИКИ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В
ПРИБОРАХ И УСТРОЙСТВАХ**

ВЛИЯНИЕ КОЛЬЦЕВЫХ И ПОЛУКОЛЬЦЕВЫХ СВЕТОВЫХ ОТТЕНКОВ В МАТЕРИАЛЕ ПРУТКОВ ИЗ БЕСКИСЛОРОДНОЙ МЕДИ НА КАЧЕСТВО ПОЛУЧАЕМЫХ ДЕТАЛЕЙ ДЛЯ ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ

П.А. Головкин

АННОТАЦИЯ

Рассматриваются встречающиеся в материале прутков из бескислородной меди особенности структуры, обозначаемые в документе на их поставку как «кольцевые и полукольцевые световые оттенки». Показано, что «оттенки» обычно сопровождаются повышенным содержанием в материале вредных примесей, которые могут перейти в получаемые детали и сказаться на работе готовых электровакуумных приборов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

БЕСКИСЛОРОДНАЯ МЕДЬ, ПРУТКИ, ДЕТАЛИ, ВАКУУМНАЯ ПЛОТНОСТЬ, НЕОДНОРОДНОСТЬ ДЕФОРМАЦИИ, ТЕМПЕРАТУРА, ВНУТРЕННИЕ НАПРЯЖЕНИЯ, ПРИМЕСИ, ГАЗОВЫДЕЛЕНИЕ, РАБОТА ПРИБОРА

INFLUENCE OF RING AND SEMI-RING LIGHT SHADES IN THE MATERIAL OF OXYGEN-FREE COPPER RODS ON THE QUALITY OF PRODUCED PARTS FOR ELECTRIC-VACUUM DEVICES

P.A. Golovkin

ABSTRACT

The features of the structure found in the material of oxygen-free copper bars, which are indicated in the document for their supply as "annular and semi-annular light shades", are considered. It is shown that "shades" are usually accompanied by an increased content of harmful impurities in the material, which can pass into the resulting parts and affect the operation of finished electrovacuum devices.

KEYWORDS

OXYGEN-FREE COPPER, RODS, PARTS, VACUUM DENSITY, DEFORMATION INHOMOGENEITY, TEMPERATURE, INTERNAL STRESSES, IMPURITIES, OUTGASSING, DEVICE OPERATION

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Детали из бескислородной меди марки М0б, химический состав которой определяется ГОСТ 859 [1], входят в состав электровакуумных приборов, общими требованиями к материалу которых являются вакуумная плотность и малое газовыделение при их хранении и работе, длящихся до 15 лет и 10000 часов соответственно. Эти показатели не могут быть получены без соблюдения требований к химической чистоте материала, особенно в деталях вакуумной зоны приборов, где их рабочая температура может достигать 400 °С [2]. Поэтому имеющиеся в материале прутков вредные примеси должны быть выявлены в процессе

входного контроля материала, даже если их абсолютное содержание не противоречит требованиям ГОСТ 859 [1]. Такой материал должен быть забракован.

КОЛЬЦЕВЫЕ И ПОЛУКОЛЬЦЕВЫЕ ОТТЕНКИ В МАТЕРИАЛЕ ПРУТКОВ

Действующий ГОСТ 10988 [3] на изготавливаемые для электровакуумной промышленности прутки, по запросу предусматривает ограничение размеров зерна в материале прессованных прутков меди марки М0б величиной 0,5 мкм, при этом в их структуре допускается разнотекстурность, а также «кольцевые или полукольцевые световые оттенки» [3], далее в статье обозначаемые как КПО. Внешний вид КПО показан на рисунке 1, где они хорошо видны как на поперечном, так и на продольном шлифе прутка.

Как показывает практика, допускаемые ГОСТ 10988 КПО могут стать неприемлемыми для изготовления электровакуумных приборов. Характерно, что определяющий виды дефектов заготовок и полуфабрикатов из меди и медных сплавов ГОСТ 32597 [4] не только не рассматривает КПО как дефект, но и вообще не определяет его как явление, и лишь распространяемый на стали ГОСТ 10243 определяет подобную особенность структуры материала как «ликвационный круг» [5].

Между тем, образование областей КПО является следствием разрыва скоростей деформации [6] на границе двух зон - опережения в центре сечения прутка, и отставания в его наружных слоях, соприкасающихся с матрицей при прессовании. На рисунке 1 хорошо видно, что область КПО расположена почти точно на середине диаметра прутка. То же, происходит при прокатке или ковке заготовок, лишь с тем отличием, что опережение происходит у поверхностных слоёв их материала [7]. Из-за того, что температура горячей деформации меди составляет 800...950 °С, а отжига 500...700 °С [8], примеси вовлекаются в область КПО, как место разрыва скоростей деформации, где особенно велики температуры и растягивающие напряжения [6, 7], и остаются там.



Рис. 1. КПО в прессованном прутке (слева, $\times 2$), разрушение поковки (в центре) и типичная макротрещина в зоне КПО (справа, $\times 50$)

Как следствие, материал прутка в местах КПО может не соответствовать требованиям ГОСТ 859 [1], что является предпосылкой для нарушения работы готового изделия. Возникающие при получении заготовок напряжения могут быть так велики, что вызывают их разрушение, как это показано на рисунке 1. Там же показан вид типичной образующейся в зоне КПО макротрещины, имеющей сложный характер.

Ввиду повышенного уровня растягивающих напряжений и загрязнённости, в область КПО попадает большое количество обладающих ограниченной растворимостью примесей, где их количественное содержание может сильно отличаться от содержания в

остальном материале. По этой причине, материал КПО травится быстрее остального материала прутка, и хорошо виден как на поперечных, так и на продольных макрошлифах. Для чистой меди такие способы контроля внутренних напряжений, как основанные на эффекте Ребиндера [9], испытания методом ртутной пробы или пробой аммиака, не применимы, поэтому ГОСТ 10988 [3] предусматривает анализ продольных шлифов материала, аналогичных тем, что применяются для проверки его стойкости к развитию водородной хрупкости.

Согласно ГОСТ 10988 [3], в материале по границам зёрен не допускаются поры и трещины, видимые при увеличении $\times 200$ [3]. Однако важно то, что образец в виде полосы шириной 10 мм вырезается с края прутка, а это значит, что при диаметре прутка более 40 мм материал образца не захватывает зону КПО, и его изменённая структура никак не влияет на результаты металлографического исследования и испытаний образцов на перегиб. Как следствие, материал с изменённой в зоне КПО структурой может попасть в объём вакуумной зоны прибора, и сказаться на его работе.

ПРИМЕСИ, ХАРАКТЕРНЫЕ ДЛЯ МАТЕРИАЛА ПРУТКОВ ИЗ МЕДИ М06 В ЗОНАХ КПО

Часть содержащихся в меди примесей отличаются крайне малой растворимостью, и потому вытесняются на границы зёрен и заполняя места у тройных стыков зёрен, трещин и пор. Поэтому, например, точечное содержание висмута может достигать 20 % по массе при среднем содержании в материале менее 3×10^{-4} % [8]. Такая химическая неоднородность является причиной образования в областях КПО заполненных эвтектикой микротрещин. В то же время, в химически более чистом материале, разрушение может иметь вид трещин напряжения – свободных от легкоплавких фаз расслоений типа ступеньки. Вид таких пороков материала прутка $\varnothing 60$ мм приведён на рисунке 2. В таблице 1 представлен химический состав меди марки М06 согласно ГОСТ 859 [1]. В таблице 2 приведены некоторые характеристики как указанных, так и не указанных в нём вредных примесей меди этой марки. В частности, значения равновесного давления паров примесей при рабочей глубине вакуума в приборе $6,5 \times 10^{-5}$ ат., и температуры насыщения пара при давлении 1 ат (1 КПа) [10], позволяют оценить их «летучесть» в условиях работы вакуумной зоны приборов.

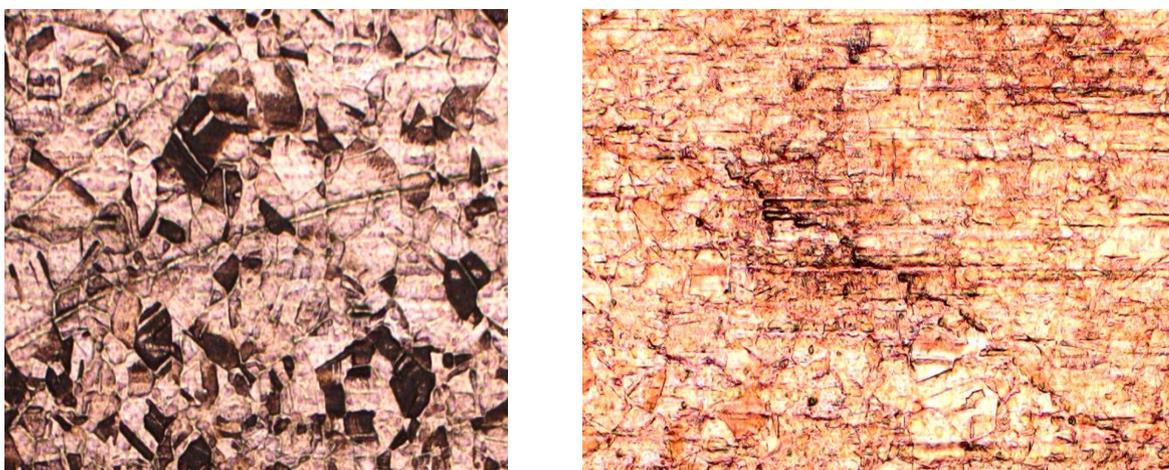


Рис. 2. Заполненные легкоплавкой эвтектикой трещины ($\times 200$, слева), и расслоение типа «ступенька» ($\times 100$, справа) в материале области КПО после травления

На рисунке 3 показан вид поверхности предназначенных для металлографического исследования образцов без их травления. Видно, что межзёрненные границы испещрены трещинами и порами, образовавшимися вследствие плавления и кипения малорастворимых фаз и их эвтектик, среди которых, например, соединение BiPb с температурой плавления 124 °С и чистый висмут с температурой плавления 271,44 °С [8] и наибольшей растворимостью в меди 0,001 % при 600 °С [11].

Таблица 1.
Химический состав меди марки М0б, %_{масс.}

Медь + серебро	Висмут	Железо	Никель	Цинк	Олово
основа	0,001	0,001	0,002	0,003	0,002
Сурьма	Мышьяк	Свинец	Сера	Кислород	Фосфор
0,002	0,002	0,003	0,003	0,001	0,002

Таблица 2.
Некоторые характеристики, свойственные примесям меди марки М0б

Элемент	Сера	Свинец	Олово	Сурьма	Вис- мут	Селен	Тел- лур
Температура плавления, °С	119,3	327,4	231	630,5	327,5	221	722
Температура кипения, °С	444,6	1749	2630	1634	1564	685	990
Температура насыщения пара, °К, при вакууме 10 ⁻⁵ ат.	271,4	655,6	1015	572,3	543,4	371,8	466,3
Температура насыщения пара при давлении 1 ат., °К	508,3	1418	2119	1195	1185	691,1	889,1

Далее, селен Se и теллур Te с температурами плавления 220 °С и 450 °С [12] образуют по границам зёрен селенид меди CuSe и теллурид меди CuTe с температурами плавления 453 °С и 367 °С [13], сравнимых с рабочей температурой прибора. Из таблицы 2 видно, что эти вещества обладают низкими температурами насыщения паров в условиях вакуума, а значит, их сублимация может повлиять на работу приборов. Необходимо отметить, что предельное содержание примесей селена и теллура в количестве 0,0005 %_{масс} в ГОСТ 859 [1] указано только для меди марки М00б, а для более распространённой марки М0б эти легкоплавкие и весьма летучие примеси даже не упоминаются. Это значит, что формально качественный по химическому составу прутки из меди марки М0б может оказаться не пригодным для изготовления деталей рабочей зоны электровакуумных приборов.

СПОСОБЫ ОГРАНИЧЕНИЯ ВЫЗЫВАЕМЫХ НАЛИЧИЕМ ЗОН КПО ВРЕДНЫХ ФАКТОРОВ

Как было указано выше, температура промышленного отжига для стабилизации материала отпрессованных при 760...780 °С, не превышает 500...700 °С [8], и это значит, что её недостаточно для получения его химически однородной структуры, хотя и достаточно для снятия полученных при деформации напряжений.

Интенсивность газовой выделения определяется не только наличием нарушающих герметичность дефектов, но и интенсивностью диффузии в материале. Средние значения самодиффузии в зёрнах металлов по принципу замещения составляют $1 \cdot 10^{-17}$ м²/с при

температуре на 200...500 °С ниже точки плавления, для атомов внедрения эти показатели выше в $10^3...10^4$ раз [8]. В то же время, диффузионное перемещение атомов по границам зёрен происходит в 100...1000 раз активнее [14].

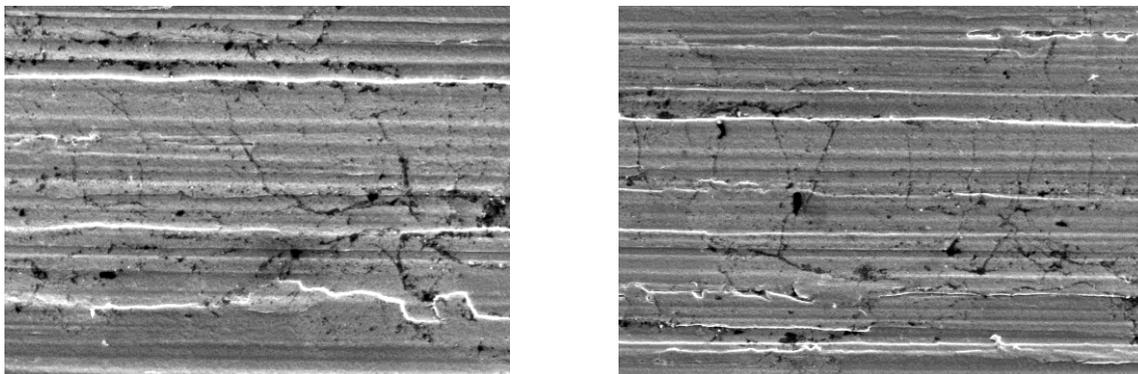


Рис. 3. Рыхлые границы и поры в материале области КПО прутка без травления, $\times 100$

Это значит, что вызванное отжигом двойникование, многократно увеличивает удельную поверхность вновь образованных границ, и тем уменьшает активность возможного остаточного газовыделения в рабочую зону прибора, но при этом, не может предотвратить его полностью с учётом повышенной дефектности материала зоны КПО. Помимо этого, не обеспечивая необходимого перераспределения в металлическом материале примесей, отжиг при температурах 500...700 °С не убирает одну из причин возникновения пороков в зоне КПО, и потому не может обеспечить его требуемую вакуумную плотность. Поэтому проведение операции отжига не может быть достаточным для нивелирования тех опасностей, которые несут в себе для работы электровакуумного прибора особенности структуры материала в местах КПО прутков.

Более эффективным средством в решении такой задачи является горячая пластическая деформация, например, в видековки. Проводимая при температурах, близких к таким для прессования или несколько больших, ковка перераспределяет содержащиеся в материале заготовки примеси, убирая одну из причин возникновения в нём трещин и расслоений. Конечно, ковка должна обеспечить равномерную проработку материала и не допускать его местного перегрева и разрыва скоростей деформаций с образованием новых областей КПО в местах ковочного креста или линз деформаций.

Рассматривая пути повышения вакуумной плотности материала прутков из меди марки М0б, следует обратить внимание на её обработку редкоземельными металлами, добавляемыми в исходный расплав в составе мишметалла [15]. В частности, добавки церия, даже в количестве 0,1 %_{масс} связывают легкоплавкие примеси висмута, свинца, сурьмы, и другие, в тугоплавкие соединения CePb, Ce₂Pb, BiCe₃, BiCe и так далее, с температурами плавления, превышающими саму температуру плавления меди [16]. Мишметалл [15] очищает расплав от примесей, отчего пластичность, электропроводность и температуропроводность у модифицированной меди выше, чем у чистой [16]. Однако ГОСТ 859-2014 не указывает на необходимость применения в процессе плавки меди марки М0б редкоземельных материалов, рекомендуя лишь производить её в восстановительной или в инертной среде, либо в вакууме [1].

Совместное применение таких мер, как приготовление с использованием редкоземельных материалов исходного расплава, контроль процесса прессования на предмет

отсутствия выраженного разрыва скоростей деформации проходящего через матрицу материала, и металлографический контроль получаемых прутков, должны исключить опасность попадания в электровакуумные приборы материала с присущими областям КПО особенностями.

ВЫВОДЫ

1. Утверждение ГОСТ 32597, что «кольцевые или полукольцевые световые оттенки» (КПО) не являются дефектами материала прутков, предназначенных для использования в конструкциях электровакуумных приборов, не могут быть расценены как справедливые с учётом ряда пороков, присущих металлическому материалу в областях расположения КПО.

2. Особенности предписываемого ГОСТ 32597 порядка изготовления образцов, предназначенных для металлографического анализа и проверки сопротивляемости материала прутков к водородной хрупкости, не могут обеспечить обнаружения отрицательного воздействия областей КПО на общую оценку свойств материала прутков диаметром более 40 мм.

3. Для обнаружения КПО на прутках диаметром более 40 мм необходима оценка их макроструктуры на протравленных продольных и поперечных шлифах.

4. Возникновение областей КПО материале прутков является следствием разрыва скоростей деформации при его истечении через матрицу пресса, и сопровождается скоплением в этих областях с повышенным уровнем растягивающих напряжений, малорастворимых в меди легкоплавких фаз.

5. Существенную часть скапливающихся в областях КПО примесей составляют малорастворимые в меди вещества и их соединения с низкими температурами насыщения пара в условиях вакуума т температур рабочей зоны электровакуумного прибора, что может привести к его выходу из строя.

6. ГОСТ 859 не указывает в составе меди марки М0б наибольшего содержания селена и теллура, в то время как они являются одними из наиболее опасных для работы электровакуумного прибора, особенно скапливаясь в материале областей КПО. Попадание загрязнённого материала из областей КПО в детали рабочей зоны электровакуумных приборов может привести к их выходу из строя.

7. Отжиг прутков с обнаруженными КПО не может излечить их материал от собственных эти областям пороков в мере, необходимой для использования в деталях рабочей зоны электровакуумных приборов.

8. Залечивание пороков материала, характерных для областей КПО, может быть качественно произведено путём использования свободнойковки таких заготовок.

9. Использование в процессе приготовления исходного расплава меди редкоземельных материалов существенно понизит в нём содержание малорастворимых легкоплавких фаз.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 859-2014 / Медь. Марки / –М.: Стандартинформ, 2015. -8 с.
2. Н.В. Черепнин / Вакуумные свойства материалов для электронных приборов / –М.: Советское радио, 1966. -352 с.
3. ГОСТ 10988-2016 / Прутки из бескислородной меди для электровакуумной промышленности. Технические условия / –М.: Стандартинформ, 2017. -14 с.

4. ГОСТ 32597-2013 / Медь и медные сплавы. Виды дефектов заготовок и полуфабрикатов / –М.: Стандартинформ, 2014. -28 с.
5. ГОСТ 10243-75 Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры / –М.: Издательство стандартов, 1985. -28 с., ил.
6. М.Я. Дзугутов / Напряжения и разрывы при обработке металлов давлением / изд. 2-е / –М.: «Металлургия», 1974. -280 с.
7. Ю.Н. Логинов, А.Ю. Постыляков, Ю.В. Инатович / Сортная прокатка меди : учебное пособие / –Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2020. -132 с.
8. Л.С. Ватрушкин, В.Г. Осинцев, А.С. Козырев / Бескислородная медь / –М.: Metallurgy, 1982. -192 с.
9. П.А. Ребиндер, Е.Д. Щукин / Поверхностные явления в твёрдых телах в процессах их деформации и разрушения / Успехи физических наук / –М.: РАН, Успехи физических наук, 1972, т. 108, вып. 1. -40 с.
10. Физические величины. Справочник. / Коллектив авторов по ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова / –М.: Энергоатомиздат, 1991, -1231 с.; ил.
11. М.В. Пикунов, А.И. Десипри / Металловедение / Учебное пособие для техникумов цветной металлургии / –М.: Metallurgy, 1980. -256 с.
12. А.Б. Лебедь, С.С. Набойченко, В.А. Шунин / Производство селена и теллура на ОАО «Уралэлектромедь» / учеб. пособие под ред. С.С. Набойченко / –Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2015. -112 с.
13. Т.Н. Грейвер, И.Г. Зайцева, В.М. Косовер / Селен и теллур. Новая технология получения и рафинирования / –М.: Metallurgy, 1977. -296 с.
14. Б.С. Бокштейн, Ч.В. Капецкий, Л.С. Швиндлерман / Термодинамика и кинетика границ зёрен в металлах / –М.: Metallurgy, 1986. -224 с.
15. ТУ 48-4-280-91 Мишметалл МЦ50Ж3 и МЦ50Ж6. Технические условия / –Иртышский химико-металлургический завод, 1991. -56 с.
16. М.В. Мальцев / Металлография тугоплавких, редких и радиоактивных металлов и сплавов / –М.: Metallurgy, 1971. -488 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ

П.А. Головкин – кандидат технических наук, АО «Плутон», г. Москва; e-mail: p.golovkin@pluton.msk.ru

К ВОПРОСУ О КАЧЕСТВЕ ШЛИФОВАННЫХ ЗАГОТОВОК ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ТИПА ТРАВЕРС ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ

П.А. Головкин, В.В. Суров

АННОТАЦИЯ

В статье анализируются причины брака шлифованных заготовок из молибденовых сплавов, предназначенных для изготовления деталей типа траверс электровакуумных приборов. На основе особенностей технологии изготовления заготовок, раскрываются системные причины колебания качества заготовок в зависимости от их диаметра.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МОЛИБДЕНОВЫЕ СПЛАВЫ, ВОЛОЧЕНИЕ, ПРОВОЛОКА, ДЕФЕКТЫ, МЕРНЫЕ ЗАГОТОВКИ, ШЛИФОВАНИЕ, ВАКУУМНАЯ ПЛОТНОСТЬ, ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫЕ ПРИБОРЫ

TO THE QUESTION OF THE QUALITY OF GROUND BLANKS FOR PARTS OF THE TRAVERSE TYPE OF ELECTRIC VACUUM DEVICES

P.A. Golovkin, Surov V.V.

ABSTRACT

The article analyzes the reasons for the rejection of polished workpieces from molybdenum alloys intended for the manufacture of parts such as traverses of electrovacuum devices. On the basis of the features of the blank manufacturing technology, the systemic causes of fluctuations in the quality of blanks depending on their diameter are revealed.

KEYWORDS

MOLYBDENUM ALLOYS, DRAWING, WIRE, DEFECTS, CUT-TO-LENGTH BLANKS, GRINDING, VACUUM DENSITY, ELECTROVACUUM DEVICES

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Шлифованные заготовки малого диаметра из молибдена и его сплавов используются для изготовления деталей типа траверс электровакуумных приборов [1], входящих в систему их электрического питания. Особенностью этих деталей является их нахождение как внутри вакуумированного рабочего пространства прибора, так и вне его – в открытой атмосфере, где к ним подводится электрическая энергия.

Основными нормативными документами, определяющими требования в шлифованном заготовкам малого диаметра из молибденовых сплавов, являются ТУ 48-19-250-86 [2], ТУ 48-19-247-86 [3], ТУ 48-19-254-91 [4]. Среди сортамента шлифованных заготовок, применяющихся для изготовления траверс, наиболее широко применяются заготовки диаметром после шлифовки 0,8 и 0,5 мм. Соответственно, для их изготовления традиционно производилась холоднотянутая проволока диаметром 1,0 и 0,8 мм, требования к которой определяются ГОСТ 18905-73 [5], ТУ 48-19-254-91 [4], ТУ 48-19-203-85 [6] и другими нормативными документами.

В самом общем виде, технологическую схему изготовления шлифованных заготовок можно обрисовать так: многопереходная протяжка исходной заготовки через алмазные либо твердосплавные фильеры → разматывание катушки, распрямление проволоки и нарезка её на мерные заготовки → бесцентровое шлифование мерных заготовок в заданный диаметр. Пример качественной поверхности шлифованных заготовок с шероховатостью около $R_a=1,3$ мкм по ГОСТ 2789 [7], показан на рисунке 1.

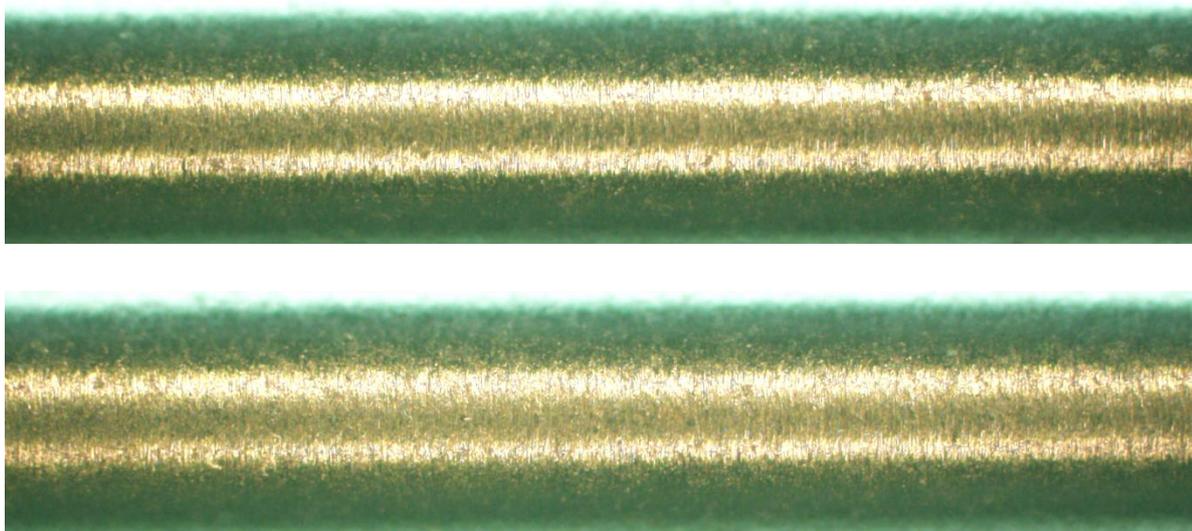


Рис. 1 Качественная поверхность $R_a=1,3$ мкм шлифованных заготовок $\varnothing 0,8$ мм, $50\times$

Такая схема обусловлена тем, что в процессе протяжки проволока приобретает направленные соответственно протяжке поверхностные дефекты – продольные складки, риски и задиры, которые, от перехода к переходу, усугубляются, и переходят внутрь сечения проволоки, становясь внутренними – закатанными пленами. Пример поверхности такой проволоки с шероховатостью $R_a=1,3$ мкм представлен на рисунке 2.

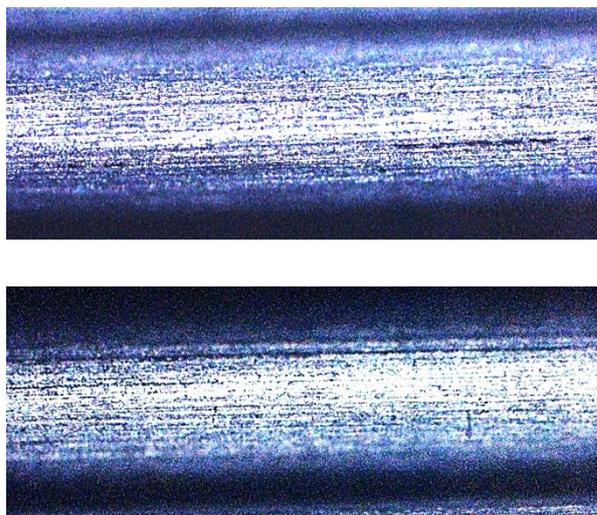


Рис. 2. Поверхность проволоки $\varnothing 0,8$ мм после протяжки без шлифовки, $50\times$

Для удаления этих плен, образующих на поверхности проволоки протяжённые трещины, и применяется шлифовка, которая, в свою очередь, требует деления исходной

проволоки на прямые мерные заготовки, которые можно подавать в шлифовальный станок. Конечно, для получения проволоки с минимальной глубиной поверхностных дефектов, должна соблюдаться технологическая дисциплина, заключающаяся, в том числе, в использовании не изношенных фильер, применении качественной смазки, своевременном удалении из зоны протяжки загрязнений, и т.п., а главное – в протяжке проволоки с заданной величиной разового обжатия, и по схеме круг – овал – круг [8]. В таком случае на выходе получается проволока с минимальной глубиной поверхностных рисков, не переходящих в протяжённые закатанные плены. С учётом стоимости изготовления необходимого комплекта оснастки, в особенности овалных фильер, производство проволоки из молибденовых сплавов становится весьма затратным, объясняя цену, стремящуюся к семизначному числу в рублях.

Изготовители молибденовой проволоки принимают меры для снижения своих производственных расходов. Как правило, первым следствием такой экономии становится отказ от применения овалных фильер, и перетяжка проволочной заготовки производится с круга на круг, в результате чего металлический материал испытывает высокие нагрузки [8]. Напряжённо-деформированное состояние при проходе через очередную фильеру сохраняет схему нагружения от перехода к переходу неизменной, отчего стремительно накапливается дефектность металлического материала.

Под действием таких нагрузок и в особенности при разовом обжатии, превышающем оптимальное для данного материала, на поверхности проволоки образуются продольные складки, дополняемые царапинами и задирами от попадающих в инструмент загрязнений. Далее, образованные на поверхности проволоки складки, царапины и задиры превращаются в дефекты типа закатанных плен с присущей им глубиной до 0,1 мм. Примеры поперечных шлифов качественных шлифованных заготовок и заготовок с образованными закатанными пленами трещинами \varnothing 0,8 мм, приведены на рисунке 3.

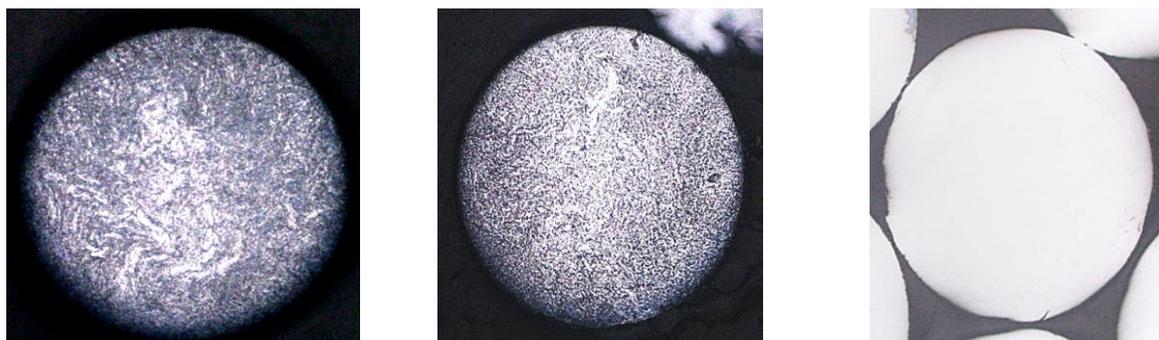


Рис. 3. Поперечные протравленные шлифы качественной заготовки \varnothing 0,8 мм (слева), и закатанная плена на протравленном (в центре) и не протравленном (справа) шлифе, $100\times$

Вид шлифованных заготовок \varnothing 0,8 мм с продольными трещинами от не выбранных при шлифовке закатанных плен, показан на рисунке 4. Такие трещины в направлении протяжки проволоки, наиболее опасны, и обычно трудно различимы, поскольку отличаются небольшой толщиной, составляющей несколько мкм.

Столь малая толщина объясняет опасность этих трещин, поскольку не позволяет заживать их в процессе пайки – сборки траверс с керамическими деталями прибора, в результате чего вакуумная плотность их рабочей зоны может быть нарушена. Такие трещины уместно определять также как расслоения, поскольку их необходимо отличать от других

возможных трещин, а равно и от царапин. А именно: царапины могут располагаться произвольным образом и быть искривлены, тогда как расслоения всегда прямолинейны и строго направлены, как это показано на рисунках 4 и 5.

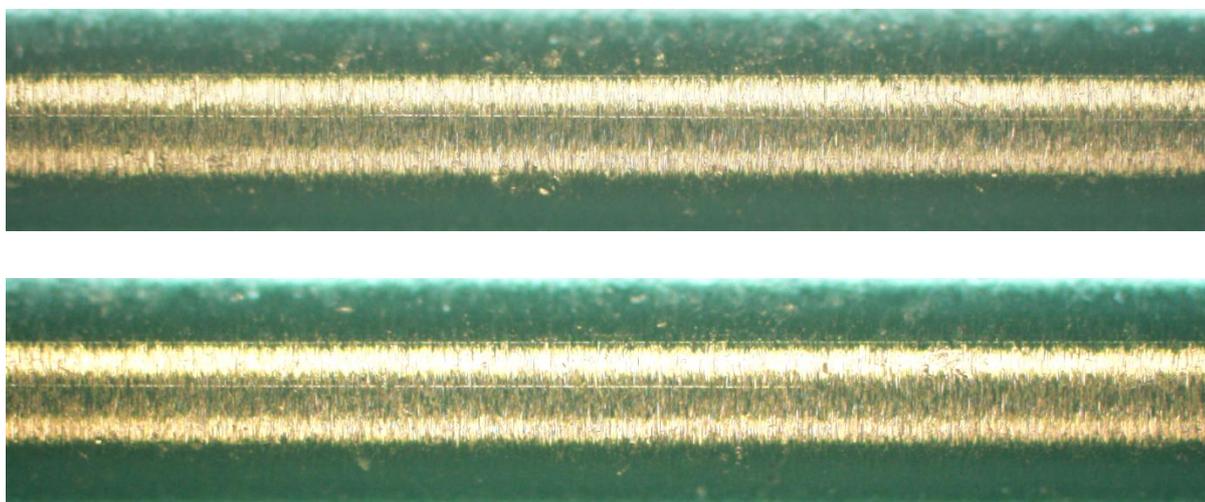


Рис. 4. остатки закатанных плен в виде трещин на шлифованных заготовках $\varnothing 0,8$ мм, $50\times$

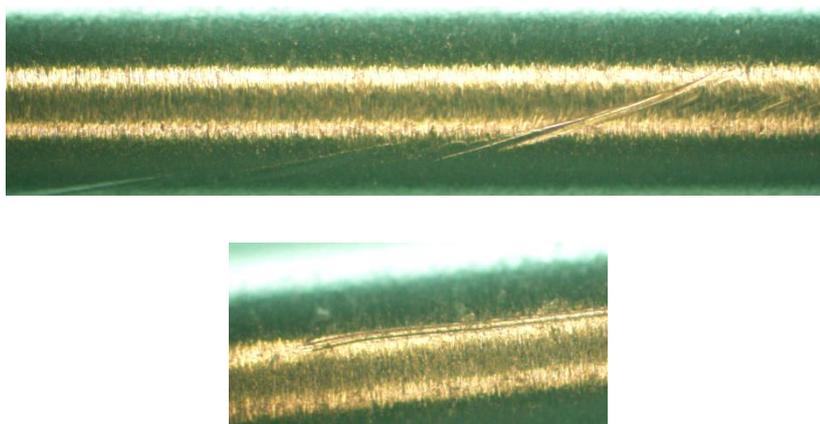


Рис. 5. Царапины на поверхности заготовок $\varnothing 0,5$ мм, $50\times$

ПРИЧИНЫ ПОВЫШЕННОЙ ДЕФЕКТНОСТИ ЗАГОТОВОК НЕКОТОРЫХ ДИАМЕТРОВ

Производственная практика показывает, что дефектность шлифованных заготовок из молибдена и его сплавов различных марок некоторым образом связана с их диаметром. Как правило, заготовки большего диаметра имеют большее количество дефектов в партии, а именно – таких системных и наиболее опасных с точки зрения обеспечения вакуумной плотности готовых приборов дефектов, как расслоения. Как указано выше, обычно глубина расслоений, составляет до 0,1 мм от поверхности проволоки, без учёта высоты и глубины неровностей её поверхности, которые при шероховатости $R_a = 1,3$ мкм в соответствии с ГОСТ 2789, составляет $R_{max}=12,5$ мкм. Это значит, что только для обработки, обеспечивающей удаление металлического материала на условную глубину дефекта, необходимо произвести его съём не менее 0,1 мм на сторону, или 0,2 мм на диаметр заготовки.

Следовательно, для получения бездефектных в части расслоений шлифованных заготовок Ø 0,8 мм, необходимо использовать проволоку диаметром не менее 1,0 мм.

Сравнивая величину поперечного сечения такой проволоки и товарной шлифованной заготовки, мы видим, что они соотносятся как 0,64/1. То есть, производя минимально необходимую обработку, производитель буквально превращает в пыль 1/3 дорогостоящего полуфабриката, цена которого назначается исходя из его массы.

Стремясь снизить эти потери, производитель снижает диаметр используемой проволоки, уменьшая величину удаляемого технологический припуска, то есть съёма материала при шлифовке до тех пор, пока обеспечивается хотя бы визуальная видимость её качественного проведения. Это приводит к тому, что существенная часть поступающих на входной контроль заготовок не проходит его по признаку наличия протяжённых продольных расслоений, которые являются системным технологически предопределённым дефектом. Благодаря развитой системе входного контроля, такие заготовки бракуются, и целые их партии возвращаются поставщикам.

Типичными с этой точки зрения являются применяемые для изготовления деталей траверс шлифованные заготовки Ø 0,8 мм. Происходит следующее: те же поставщики, которые поставляют бракованные заготовки Ø 0,8 мм, изготавливают обычно качественные заготовки Ø 0,5 мм, так же применяемые при изготовлении приборов. Конечно, и на этих заготовках могут присутствовать царапины или другие механические повреждения, однако дефектов типа расслоений на них, обычно нет. В среднем, число отбракованных партий таких заготовок примерно в 3 раза меньше, чем заготовок большего диаметра. Разгадка, состоит в том, что, поскольку число организаций – потребителей таких материалов, как шлифованные заготовки из молибдена и его сплавов, ограничено, «пристроить» однажды забракованный материал бывает сложно. Это и вынуждает не слишком добросовестных производителей перешлифовывать заготовки на меньший диаметр, например, с Ø 0,8 до Ø 0,5 мм.

После такой обработки со съёмом 0,3 мм на диаметр, все проникающие в материал поверхностные дефекты удаляются, и при условии получения поверхности необходимого качества и отсутствия механических повреждений, материал признаётся годным, и поступает в производство. Многолетняя статистика подтверждает, что в современных условиях, рассчитывать на технологическую дисциплину организаций – поставщиков таких дорогостоящих материалов, как шлифованные заготовки из молибдена и его сплавов, не приходится.

Поэтому в части получения заготовок, обеспечивающих необходимый уровень вакуумной плотности изготавливаемых приборов, может быть рекомендовано производить их шлифовку на собственных производственных мощностях, либо каким-либо образом добиваться возможности контроля процесса их изготовления организациями – поставщиками.

ВЫВОДЫ

1. Наиболее распространённым, и одновременно опасным с точки зрения обеспечения вакуумной плотности рабочей зоны электровакуумных приборов, шлифованных заготовок из молибдена и его сплавов, являются продольные расслоения.

2. Одной из причин образования продольных расслоений в шлифованных заготовках, является стремление организаций – производителей этих материалов сократить

количество используемых для изготовления исходной проволоки фильер, а также исключение из них фильер овального профиля, как наиболее трудоёмких и дорогих в изготовлении.

3. Отказ от изготовления проволоки по схеме круг – овал – круг в пользу менее затратной круг – круг, а также сокращение числа технологических переходов в угоду уменьшения затрат времени, и в силу общего износа необходимой оснастки, приводит к повышенному уровню напряжений в протягиваемом металлическом материале, отчего на его поверхности формируются глубокие борозды, на последующих переходах превращающиеся в закатанные плены. Износ и загрязнение оснастки дополнительно усугубляют это явление.

4. Образующиеся вследствие перечисленных выше отступлений от надлежащего технологического процесса дефекты, приводят к возникновению в материале проволоки закатанных плен с проникновением на глубину до 0,1 от её поверхности – протяжённых продольных расслоений. В таком случае при изготовлении шлифованных заготовок Ø 0,8 мм необходимо использовать исходную проволоку диаметром не менее 1,0 мм, а это означает прямые потери 1/3 материала по массе с соответствующими экономическими потерями, поскольку цена на шлифованные заготовки назначается исходя из их суммарной массы.

5. Стремясь сократить потери материала в процессе шлифовки, недобросовестные изготовители стремятся применять как можно более тонкую проволоку, снижая удаляемый технологический припуск. Соответственно, в ряде случаев недостаточная величина съёма металлического материала при бесцентровом шлифовании заготовок не позволяет освободить его от продольных трещин – расслоений, наличие которых может привести к потере вакуумной плотности рабочей зоны электровакуумных приборов.

6. Бракуемый в процессе входного контроля материал возвращается поставщикам, и те перешлифовывают его на меньшие диаметры, полностью удаляя с заготовок проникающие в них поверхностные дефекты типа расслоений, и тем обеспечивая его надлежащее качество. Это и объясняет устойчивую статистику лучшего качества шлифованных заготовок меньшего диаметра относительно заготовок диаметра большего.

7. С учётом экономических реалий и состояния современного состояния рынка специальных материалов, для получения стабильного качества шлифованных заготовок из молибдена и его сплавов, целесообразно рекомендовать их обработку из проволоки на собственных производственных мощностях организаций – потребителей, либо обеспечение технологического надзора за соответствующим технологическим процессом в организациях – поставщиках.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д.Е. Самсонов / Основы расчёта и конструирования магнетронов / –М.: Советское радио, 1974. -328 с.
2. ТУ 48-19-250-86 Заготовки из молибдена и его сплавов дуговой вакуумной плавки, шлифованные. Технические условия / –М.: МОЗТМиТС, 1986. -24 с.; изм.
3. ТУ 48-19-247-86 Прутки из молибдена марок МЧ, МЧВП, М-5, М-6, М-7. Технические условия / –М.: МОЗТМиТС, 1993. -31 с.; изм.;
4. ТУ 48-19-254-91 Прутки и проволока из сплава молибден-рений марки МР-47. Технические условия / –М.: МОЗТМиТС, 1991. -14 с.; изм.
5. ГОСТ 18905-73 Проволока молибденовая. Сортамент / –М.: ИПК «Издательство стандартов», 2004, -8 с., изм.

6. ТУ 48-19-203-85 Прутки из молибдена металлокерамического и вакуумной плавки, не отожжённые. Технические условия / –М.: МОЗТМиТС, 1985. -4 с.; изм.
7. ГОСТ 2789-73 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики / –М.: Стандартиформ, 2018, -6 с., изм.
8. Перлин И.Л., М.З. Ерманок / Теория волочения /изд. 2-е / –М.: Металлургия, 1971. - 448 с.; ил.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

П.А. Головкин – кандидат технических наук, АО «Плутон», г. Москва; e-mail: p.golovkin@pluton.msk.ru

В.В. Суров – АО «Плутон», г. Москва.

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ НИТЕВИДНЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ КРИСТАЛЛОВ НА ПОВЕРХНОСТИ АВТОЭЛЕКТРОННЫХ КАТОДОВ МАГНЕТРОНОВ С БЕЗНАКАЛЬНЫМ ЗАПУСКОМ

Н.Е. Леденцова, Д.В. Бычков, И.П. Ли, А.В. Шуманов, В.И. Капустин

АННОТАЦИЯ

Запуск безнакальных магнетронов в режим генерации обусловлен током автоэлектронной эмиссии с вискеро́в, формирующихся на дислокациях поверхности танталовых автокатодов в процессе активирования катодно-подогревательного узла (КПУ). При уровне тока автоэлектронной эмиссии, не достаточном для запуска магнетрона, катоды проходят дополнительную диодную тренировку, которая увеличивает временной цикл обработки лампы и включает в себя использование дополнительных производственных ресурсов. В представленной работе отражены результаты исследований влияния дефектов поверхности танталовых шайб, искусственно созданных посредством ионного и химического травления, на процессы роста нановискеро́в. Рассмотрена возможность использования вольфрамовых и ниобиевых шайб в качестве автокатодов для магнетронов с «холодным» катодом.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

АВТОЭЛЕКТРОННАЯ ЭМИССИЯ, НАНОВИСКЕРЫ, ТРАВЛЕНИЕ, PD-BA КАТОДЫ, МАГНЕТРОН

RESEARCHING CONDITIONS FOR FORMATION OF FILAMENTOUS NA-NOSCALE CRYSTALS ON SURFACES OF FIELD EMISSION CATHODES OF MAG-NETRONS WITH INITIAL START

N.E. Ledentsova, D.V. Bychkov, I.P. Li, A.V. Shumanov, V.I. Kapustin

ABSTRACT

The launch of magnetrons with instant start into the generation mode is due to the current of field emission from nanoscale crystals, formed on the surface of tantalum fieldemission cathodes during the activation of the cathode-heating unit (CHU). When the current level is not sufficient to launch the magnetron, cathodes should additionally be trained in diode. This process increases the time cycle of magnetron and includes the use of extra production resources. The presented work reflects the results of researching the effect of the defects on the surface of tantalum emitters artificially created by means of ion and chemical etching on the growth processes of nanowhiskers. The possibility of using tungsten and niobium as a new material also considered in this article.

KEYWORDS

FIELD EMISSION, NANOWHISKERS, ETCHING, PD-BA CATHODES, MAGNETRON

ВВЕДЕНИЕ

Техническое назначение магнетрона – генерация электромагнитного излучения в диапазоне СВЧ. АО «Плутон» занимает лидирующую позицию в серийном выпуске магнетронов с мгновенной готовностью, которые входят в группу ЭВП СВЧ-приборов и выделяются среди других временем запуска. В этих магнетронах запуск в режим генерации

обеспечивается током автоэлектронной эмиссии (АЭЭ), создаваемым автоэмиссионным катодом (АЭК), а поддержание этой генерации происходит за счёт вторично-электронной эмиссии с Pd-Ba вторично-эмиссионных катодов (ВЭК). На рис. 1 схематически представлен узел «катод-анод» такого магнетрона, на котором обозначено: 1 — анодный блок, 2 — kern катода, 3 — технологический подогреватель, 4 — концевые экраны, 5 — автоэмиссионные эмиттеры, представляющие собой танталовые кольца, 6 — вторично-эмиссионные палладий-бариевые эмиттеры [1].

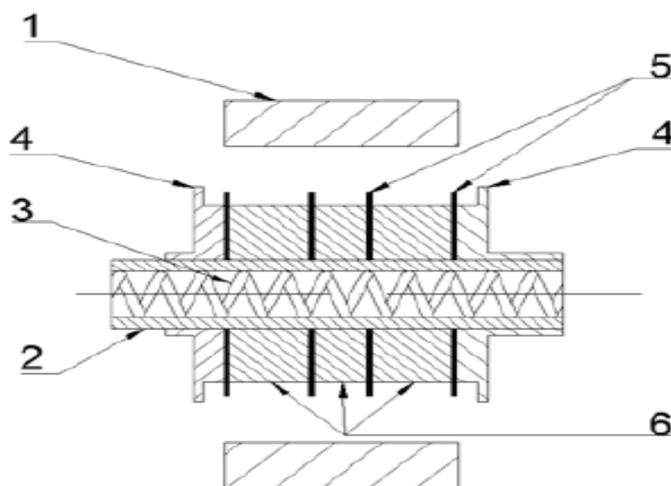


Рис. 1. Схема катодного узла безнакального магнетрона

Известно, 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). После проведения большего количества исследований в АО «Плутон» выяснилось, что на боковой поверхности танталовых автокатодов в процессе активирования катода во время откачки и тренировки прибора происходит формирование системы палладиевых острий – вискеров, частично или полностью покрытых BaO, способных обеспечить достаточный уровень автоэмиссии для запуска прибора в режим генерации [3]. Формирование системы нановискеров происходит на дислокациях на поверхности тантала. В связи с этим, важной задачей является поиск способов создания и преумножения таких дефектов на автоэлектронных эмиттерах до постановки в прибор, с целью увеличения количества нановискеров, их высоты и концентрации, что может привести к повышению тока автоэлектронной эмиссии. В работе также будет исследована возможность использования других материалов, таких как ниобий и вольфрам, в качестве материалов автокатодов.

Поиск способов формирования системы палладиевых острий играет важную роль в получении требуемых автоэмиссионных параметров катода и является перспективной и важной задачей при разработке новых мощных приборов.

ОБОРУДОВАНИЕ И ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В представленной работе процесс активирования катода производился в высоковакуумной установке для исследования автоэмиссионных свойств, представленной на рис. 2. Откачка камеры с помещённым в неё анодным блоком с катодно-подогревательным узлом производилась форвакуумным насосом, затем 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. При непрерывном обезгаживании камеры, выполнялось активирование катода. 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 I_a и I_{a2} по времени выполнялась на персональный компьютер в программном пакете Excel.



Рис. 2. Внешний вид установки для исследования автоэмиссионных свойств катодных материалов

Конструкция первого КПУ представлена на рис.3, на котором обозначено следующее: 1 -катодная ножка, 2 - две вольфрамовых втулки, 3 - восемь вольфрамовых шайб, 5, 5', 7, 8 – чередующиеся авто- и палладий-бариевые вторично-электронные катоды 4, 6 - экран. Автокатод 5 был выполнен из тантала толщиной 0,01 мм, 5' – из тантала толщиной 0,01 мм, одна сторона которого была подвергнута процессу ионно-плазменного травления в среде азота в течение 10 минут, 7 - из вольфрамовой фольги толщиной 0,02 мм, 8 – из ниобиевой фольги толщиной 0,03 мм. Катодный узел был активирован по режиму, аналогичному режиму обработки серийных КПУ.

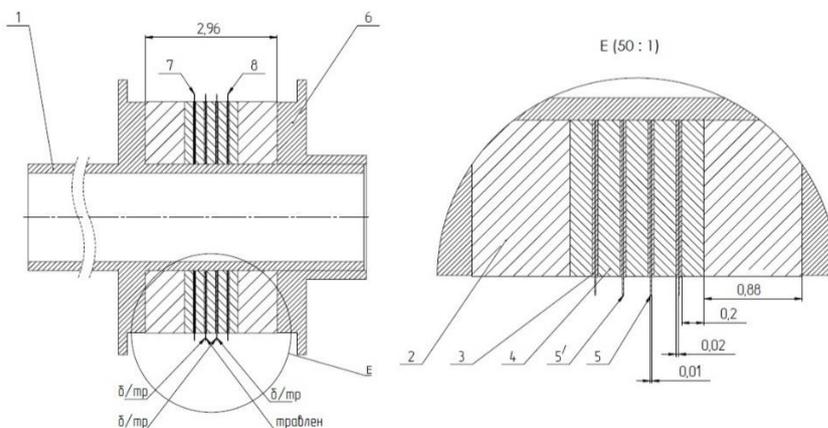


Рис. 3. Конструкция КПУ № 1

После активирования ток автоэмиссии катода оказался на уровне экспериментальной погрешности. На рис. 4 представлено изображение демонтированной сборки, полученной с использованием растрового электронного микроскопа фирмы «ZEISS EVO 40». Для удобства исследования, автоэммитеры были загнуты в одну сторону.

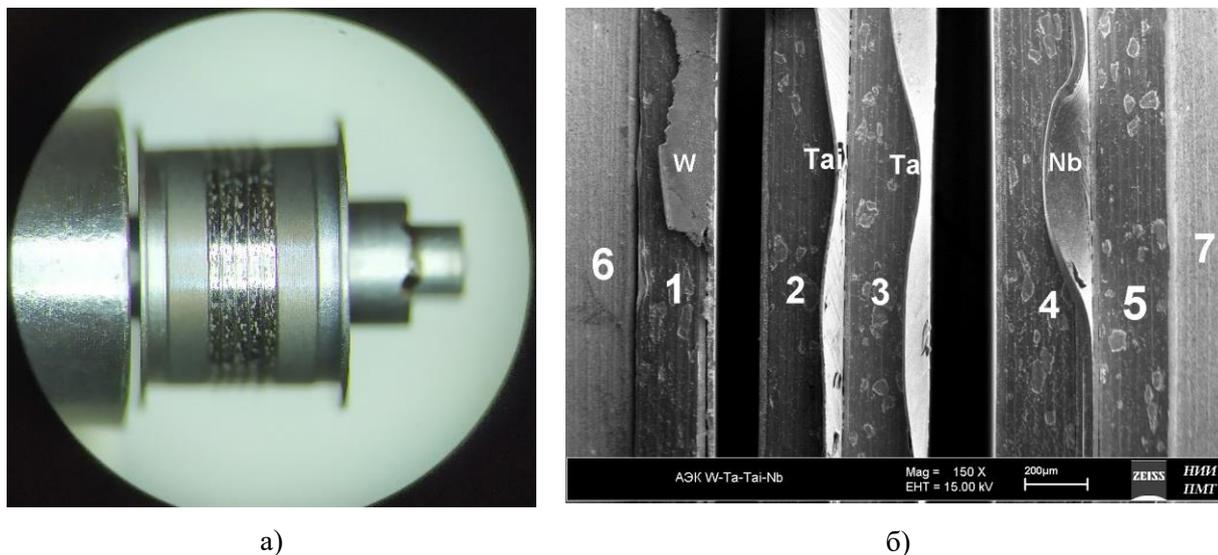


Рис. 4. Общий вид катодной сборки КПУ-1 (а) и его РЭМ-изображение (б)

Ниже на рис. 5-8 представлены микрофотографии поверхностей вольфрамового, ниобиевого и танталовых автокатодов и их элементный состав, соответственно.

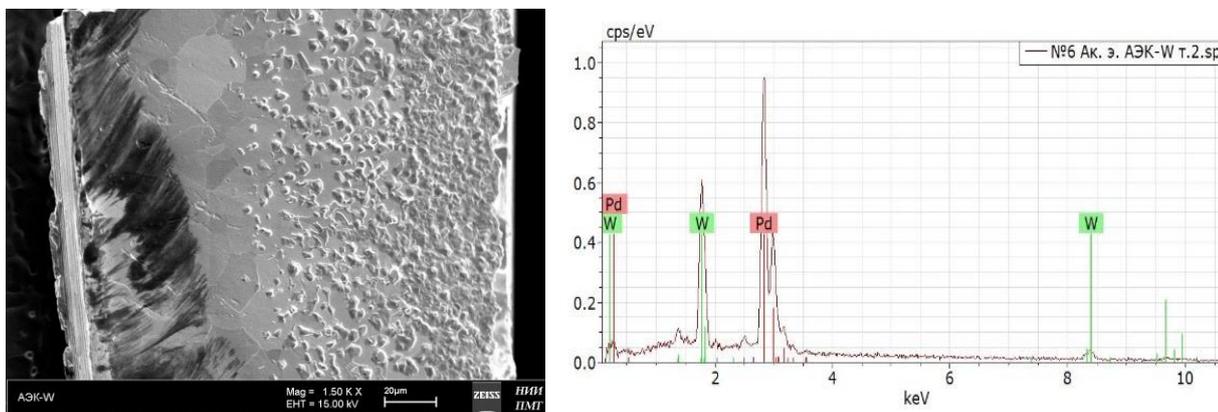


Рис. 5. Микрофотография поверхности вольфрамового автокатада и его элементный состав

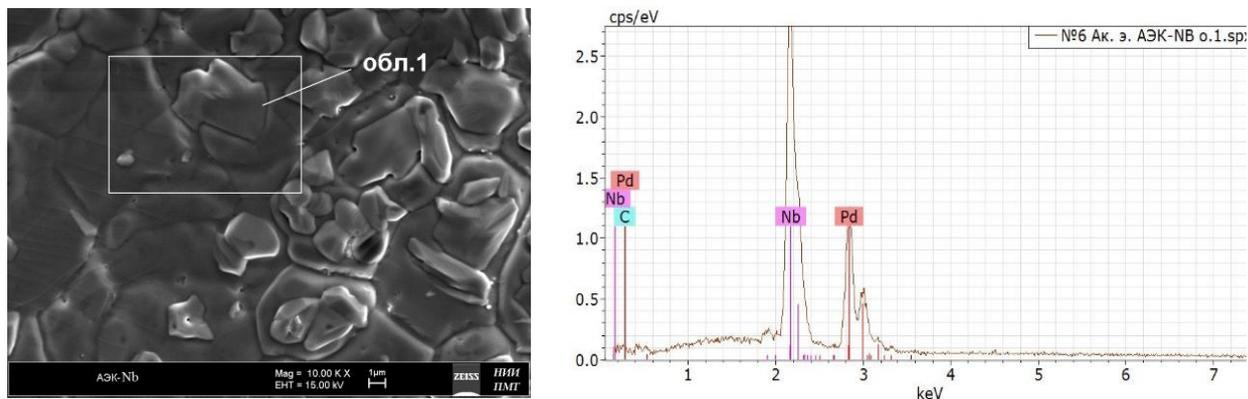


Рис. 6. Микрофотография поверхности ниобиевого автокатода и его элементный состав

Поверхности вольфрамовой и ниобиевой шайб покрыты плёнкой палладия, однако роста вискерсов не наблюдается (рис. 5, 6).

Поверхности травлённого и не травлённого танталовых автокатодов (рис. 7, 8) также покрыты слоем палладия. Отмечается начало процесса формирования зародышей нитевидных кристаллов.

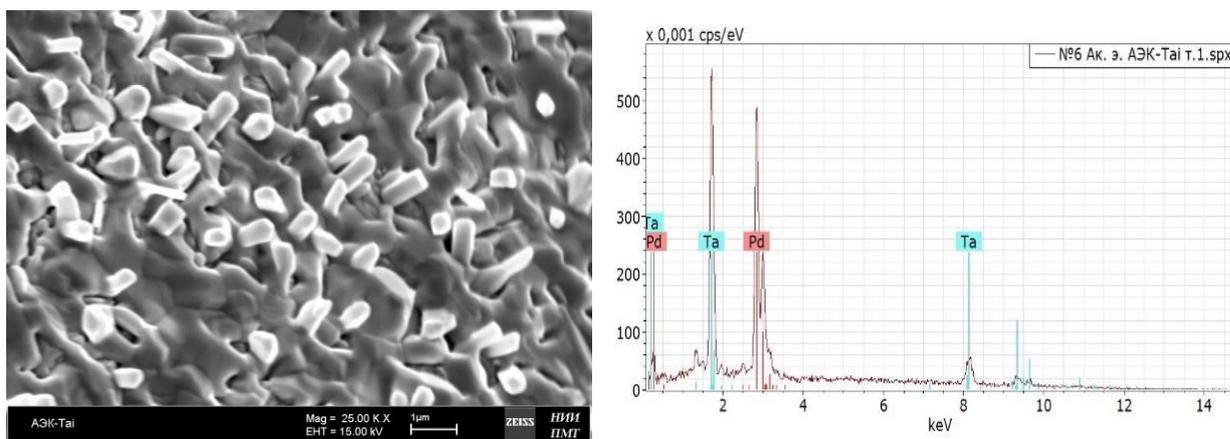


Рис. 7. Микрофотография поверхности танталового автокатода, поверхность которого была протравлена плазмой азота в течение 10 мин и его элементный состав

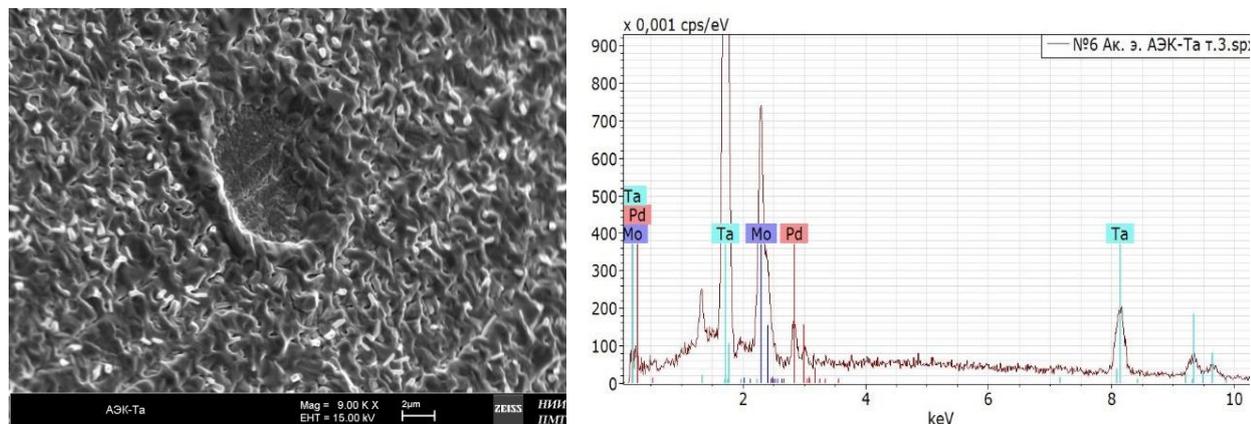


Рис. 8. Микрофотография поверхности танталового автокатода и элементный состав

Резюмируя полученные результаты исследований первой катодной сборки, можно отметить следующее.

Вискеры на поверхности вольфрамового и ниобиевого автокатодов не обнаружены. Вероятно, данный эффект вызван отсутствием на их поверхности микродефектов, которые нивелируются, предположительно, во время рекристаллизационного отжига при прокатке фольг.

На поверхности травлённого и не травлённого танталовых автокатодов отчетливо видны зародыши вискеро́в, причём их количество на травлённой поверхности несколько больше. Вероятно, низкая автоэмиссия была обусловлена недостаточно развитой структурой нановискеро́в, т.е. катод был недостаточно активирован.

В связи с тем, что вискеры растут на микродефектах, дальнейшая исследовательская работа будет проводиться на КПУ 2, автокатоды которого будут протравлены не только в ионной плазме, но и методами химико-технологической обработки. Ниже представлена конструкция КПУ № 2, который был собран для проведения аналогичного эксперимента.

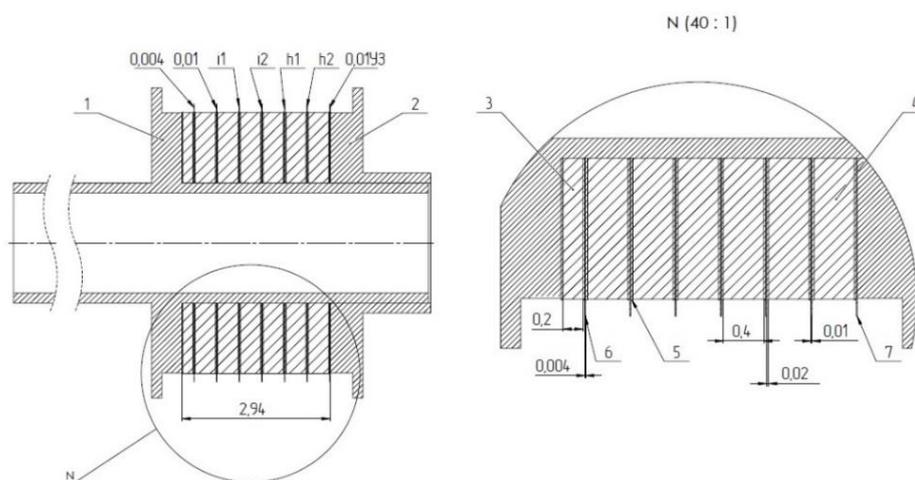


Рис. 9. Конструкция КПУ №2

КПУ №2 состоял из катодной ножки 1, экрана 2, семи палладий-бариевых эмиттеров 3 и 4, четырнадцати вольфрамовых шайб 5, танталового автокатода, толщиной 0,004 мм, шести танталовых автокатодов, толщиной 0,01 мм, обработанных следующим образом:

- «0,01» – тантал толщиной 0,01 мм, обезжиренный в трихлорэтилене с ультразвуком;

- «i1» и «i2» - тантал с ионным травлением в плазме азота в течение 15 мин и 30 мин, соответственно;

- «h1» - тантал, обработанный химико-технологическим методом в растворе HNO_3 и 5% HF (40%-я);

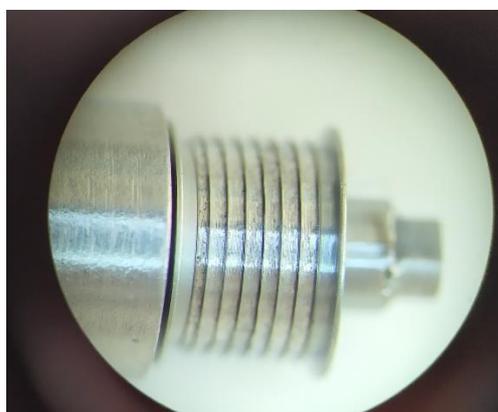
- «h2» - тантал, обработанный химико-технологическим методом в течение 2 минут в смеси HNO_3 и H_2SO_4 (3:1) с ультразвуком;

- «0,01УЗ» - тантал толщиной 0,01 мм, обезжиренный в трихлорэтилене с ультразвуком и дополнительно подвергнутый ультразвуковой обработке в абсолютном спирте.

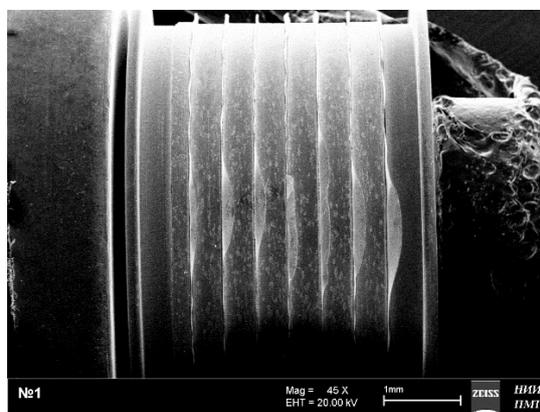
КПУ №2 был активирован по режимам активировки катодов серийно выпускаемых магнетронов в установке для исследования автоэмиссионных свойств. Ток термоэмиссии соответствует уровню тока ТЭЭ, получаемому с катодов серийных изделий.

После активирования КПУ № 2 был также демонтирован и, аналогично КПУ № 1, исследован в растровом электронном микроскопе «ZEISS EVO 40». Для удобства исследования, автоэммиттеры были загнуты в одну сторону. Полученные результаты представлены на рисунках 10-11.

Элементный состав всех представленных танталовых автокатодов схож с составом образца «0,01», показанным на рис.11в. Также из полученных изображений видно, что наноразмерные нитевидные кристаллы присутствуют на всех автокатадах, однако большее количество вискероидов было сформировано на поверхности АЭК «0,01», а также после химического травления. Нельзя не выделить разную плотность распределения нановискероидов и их форму на разных образцах: на образце «0,01» – плоские, широкие в большом количестве; на образце «h1» - в большом количестве, но расположены не равномерно; на образце «h2» – тонкие, вытянутые, в большом количестве; на образце «i1» – длинные, тонкие, в относительно небольшом количестве; на образцах «0,004» и «0,01УЗ» – в относительно небольшом количестве, по сравнению с другими.



а)



б)

Рис. 10. Общий вид катодной сборки КПУ-2 (а) и его РЭМ-изображение (б)

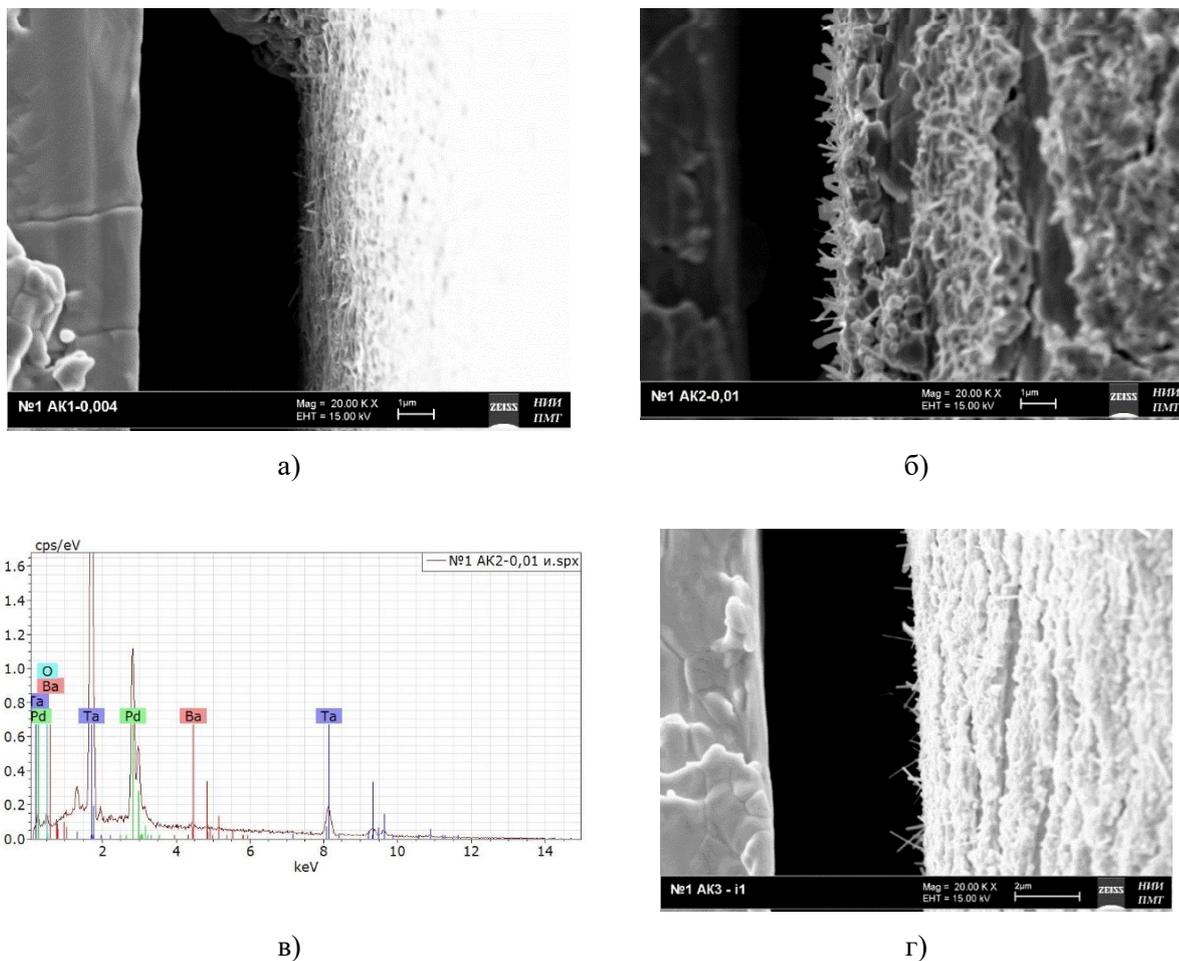


Рис. 11. Изображения автокатодов: (а) – автокатод «0,004»; (б) – автокатод «0,01»; (в) – элементный состав автокатада «0,01»; (г) – автокатод «i1»

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты проделанной работы способствовали выявлению положительного влияния искусственного создания микродефектов на поверхности тантала на рост и количество вискерсов, что несомненно может послужить новым перспективным направлением при создании магнетронов с мгновенной готовностью.

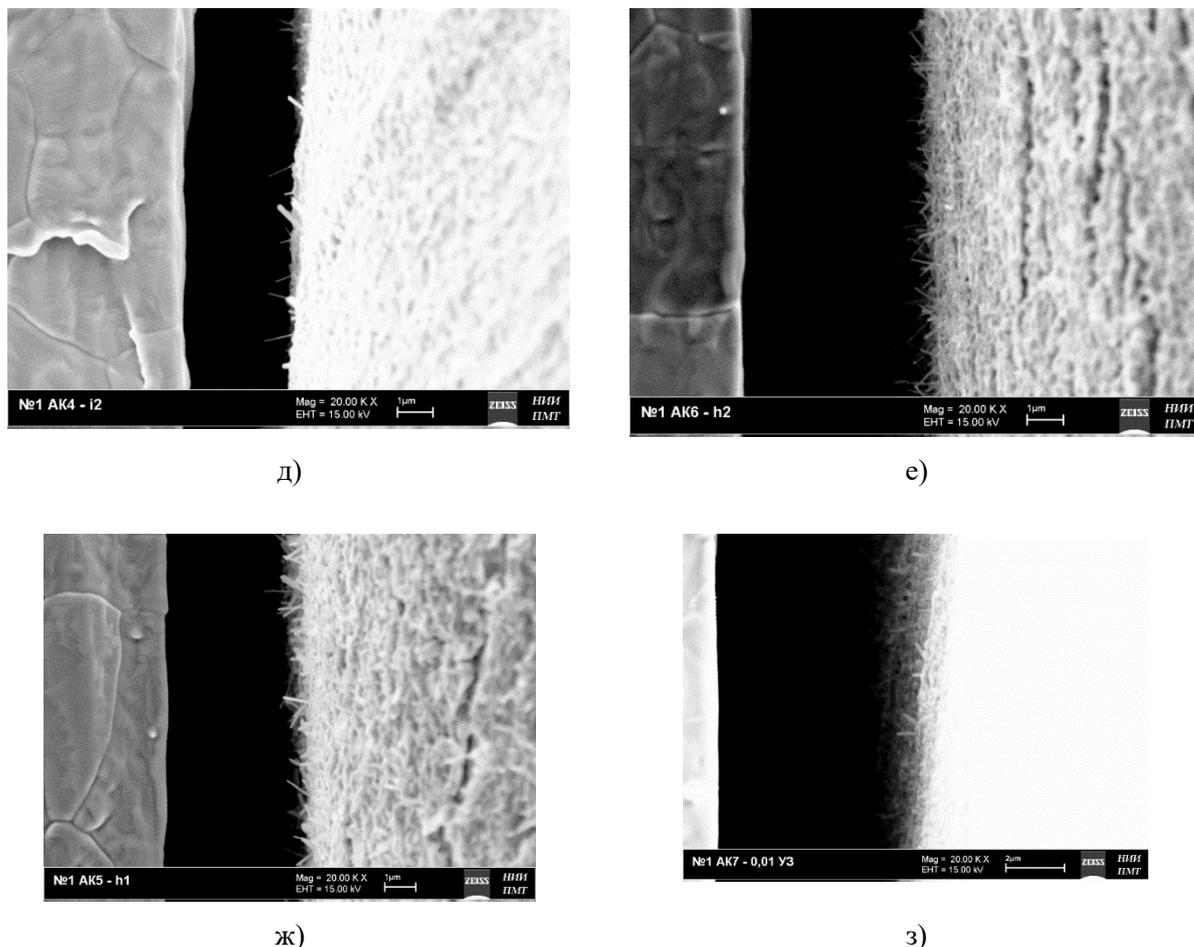


Рис. 11. Изображения автокатодов (продолжение): (а) – автокатод «0,004»; (б) – автокатод «0,01»; (в) – элементный состав автокатада «0,01»; (г) – автокатод «i1» (д) – автокатод «i2», (е) – автокатод «h2», (ж) – автокатод «h1», (з) – автокатод «0,01УЗ»

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.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Н.Е. Леденцова – кандидат технических наук, начальник лаборатории исследования свойств материалов технического центра «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон», г. Москва.

Д.В. Бычков – ведущий инженер-технолог лаборатории исследования свойств материалов технического центра «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон», г. Москва.

*XXIX научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов
«Вакуумная наука и техника»
Крым, Судак, 16-21 сентября 2022 года*

И.П. Ли – доктор технических наук, заместитель генерального директора по научно-технологическому развитию АО «Плутон», г. Москва; e-mail: i.li@pluton.msk.ru

А.В. Шуманов – директор технического центра «Базовые технологии ЭВП» АО «Плутон», г. Москва.

В.И. Капустин – доктор физико-математических наук, профессор, главный специалист технического центра «Базовые технологии ЭВП», МИРЭА-Российский технологический университет; e-mail: kapustin@mirea.ru

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТАЛЛОКСИДНОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ КАТОДОВ СВЧ ПРИБОРОВ

Н.Е. Кожевникова, В.И. Капустин, И.П. Ли

АННОТАЦИЯ

Разработана технология нанесения нанопорошка никеля на частицы тройного карбоната бария-стронция-кальция различных марок. С использованием метода рентгенофазового анализа получены рентгенограммы образцов тройного карбоната бария-стронция-кальция различных марок и рассчитаны размеры кристаллитов для каждого образца. С использованием метода растровой электронной микроскопии исследованы полученные металлооксидные материалы.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

НАНОМАТЕРИАЛЫ, КАТОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ

OBTAINING AND INVESTIGATION OF METAL OXIDE MATERIAL FOR CATHODES OF MICROWAVE DEVICES

N.E. Kozhevnikova, V.I. Kapustin, I.P. Li

ABSTRACT

A technology has been developed for applying nickel nanopowder to particles of triple barium-strontium-calcium carbonate of various grades. X-ray diffraction patterns of samples of barium-strontium-calcium ternary carbonate of various grades were obtained using the method of X-ray phase analysis and the sizes of crystallites for each sample were calculated. Using the method of scanning electron microscopy, the resulting metaloxide materials were studied.

KEYWORDS

NANOMATERIALS, CATHODE MATERIALS, X-RAY PHASE ANALYSIS

ВВЕДЕНИЕ

Оксидные катоды электривакуумных приборов сочетают в себе эффективность, долговечность, работу при относительно небольших температурах и сравнительно небольшую стоимость. Одним из направлений улучшения оксидных катодов является металлизация. Металлизация позволяет повысить электропроводность и теплопроводность, так же микропримеси d-элементов - W, Re, Ni, Pd, Os - в кристаллитах BaO приводят к снижению потенциального барьера на поверхности кристаллитов и к снижению работы выхода катода [1]. Это позволяет обеспечить отбор повышенных плотностей тока [2]. Получение металлизированных оксидных покрытий должно быть технологически несложно и, на сколько это возможно, не дорого. Из всех d-элементов под эти требования больше всего подходит никель. Существует множество разработок технологий введения Ni в оксидную суспензию, для последующего покрытия ею катода, в том числе вариантов металлооксидных катодов с высокодисперсной металлизацией [3-7]. Во всех этих технологиях частицы никеля наносятся на карбонаты косвенным путем (истирание металлических шаров, пропитка карбонатов различными растворимыми солями никеля с последующим их разложением до оксидов и восстановлением до металлического никеля и т.п.).

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Авторами впервые используется прямое нанесение частиц нано-никеля на частицы тройных карбонатов бария-стронция-кальция различных марок. Уникальные свойства наночастиц позволяют уменьшить количество операций и трудоемкость для получения однородного металлизированного оксидного материала. К тому же точно известны химический состав, форма и размер, используемых наночастиц, что делает технологию более стабильной и контролируемой.

Целью работы была разработка режима получения однородного металлооксидного материала с высокодисперсной металлизацией нанопорошком никеля для изготовления суспензии в органических растворителях.

В качестве материалов использовали:

1. Нанопорошок никеля разработан компанией ООО «Передовые порошковые технологии», Россия, получен методом электрического взрыва проводника в атмосфере аргона и упакован в стеклянные ампулы в инертной атмосфере. Порошок содержит не менее 99,8 % масс. металлического никеля. Элементный состав материала: Ni = 99,758%, Mg = 0,041%, Al = 0,058%, Si = 0,049%, S = 0,005%, Ti = 0,010% Fe = 0,047%, Co = 0,032%. Химический состав определялся производителем путем электроннозондового микроанализа при $Z > 10$ и пороге чувствительности 0,1-0,05 % отн., при этом в порошке не обнаружено примесей. Кислород не обнаружен при 20 измерениях с порогом чувствительности $\geq 0,5\%$ масс. Содержание кислорода, определенное при импульсном восстановительном плавлении в потоке инертного газа (гелий) с использованием эталона - стали с 0.172 % масс. кислорода, составило 0.6% масс. Форма отдельных частиц сферическая. Частицы в порошке агломерированы с размерами агломератов до 10 мкм. Среднеарифметический размер частиц 70-80 нм.

2. Тройные карбонаты бария-стронция-кальция марок КТА 1-5, КТА 1-6 по ОСТ 11 ОДО.028.002-76 (КТА – карбонат тройной аммоний осажденный - triple carbonate precipitated with ammonium salt - ТСА) и мелкодисперсный тройной карбонат бария-стронция-кальция. Основной химический состав всех образцов тройных карбонатов BaCO₃-SrCO₃-CaCO₃ представляет соотношение 50.5%-43.5%-6% Средний размер зерна, измеряемый по методу газопроницаемости Козени-Кармана на приборах серии ПСХ для марки КТА 1-5 равен 2,3 мкм, для марки КТА 1-6 равен 1,9 мкм, для мелкодисперсного тройного карбоната бария-стронция-кальция равен 0,5 мкм (далее КТА 0,5мкм).

С помощью рентгенофазового анализа были получены рентгенограммы образцов тройных карбонатов рис.1. Для учёта поправок был введён Ge как эталонный образец.

По полученным экспериментальным данным используя формулу Шерера-Селякова были рассчитаны размеры кристаллитов для каждого образца тройного карбоната представленные в таблице 1.

Зерна тройных карбонатов представляют собой сдвоенные сфероиды. Во всех образцах каждый сфероид состоит из отдельных удлиненных кристаллов, расположенных радиально около одного центра. Каждый кристалл в свою очередь состоит из кристаллитов рис. 2А, размер которых был установлен при помощи рентгеноструктурного анализа.

Из полученных данных следует, что кристаллиты тройных карбонатов имеют размеры в диапазоне 7,2 – 110,1 нм. Поскольку кристаллиты тройных карбонатов имеют размер сопоставимый с размерами частиц наноникеля среднеарифметический размер которых 70-80 нм можно предположить, что осаждение частиц нанопорошка никеля на частицы

тройного карбоната будет происходить за счет создания упорядочивающего дипольного момента на поверхности во время ультразвуковой обработки. Также можно предположить, что частицы наноникеля не только образуют покрытие зерна тройного карбоната, но и проникают между кристаллитами внешнего слоя рис.2Б.

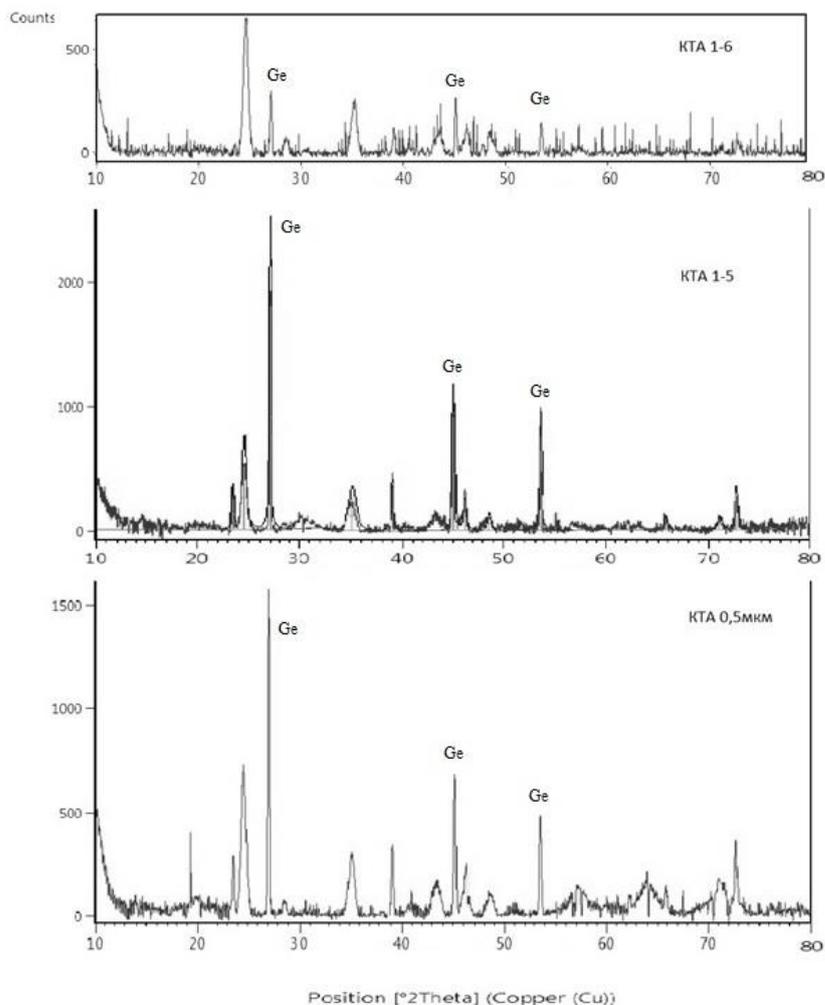


Рис.1. Рентгенограммы образцов тройных карбонатов марок КТА 1-5, КТА 1-6 и КТА 0,5мкм

Композитный металлооксидный материал для всех образцов тройных карбонатов получали путем нанесения активированных частиц нанопорошка никеля на частицы тройного карбоната путем осаждения в среде абсолютного спирта с использованием ультразвука (35 кГц) и механического перемешивания при нагревании суспензии до 60°C в течении 1 часа. Для выявления повторяемости результата процесс воспроизводили не менее трех раз. При изменении технологического режима вместо однородного металлооксидного материала получали три слоя состоящие из металлооксидного материала, чистого тройного карбоната и слоя наноникеля. Активация частиц наноникеля проводилась в среде абсолютного спирта в температурном интервале 40-50°C в течении 30 минут в ультразвуковой ванне при 35 кГц.

Таблица 1.

Расчет размеров кристаллитов по направлению
 для карбонатов марок КТА 1-5, КТА 1-6 и КТА 0,5мкм.

Фаза	Параметры ячейки, Å	Изменение параметров ячейки, Å	Индекс направления (hkl)	Размеры кристаллитов по направлению, нм
КТА 1-6	a = 17.5771(3) b = 17.5771(3) c = 6.2635(4)	$\Delta a = -0.0112(5)$ $\Delta b = -0.0112(5)$ $\Delta c = 0.0029(5)$	221	12,3
			600	12,9
			103	17,5
			342	20
			612	110,1
КТА 1-5	a = 8.649(1) b = 8.649(1) c = 6.076(6)	$\Delta a = -0.0111(5)$ $\Delta b = -0.0111(5)$ $\Delta c = 0.0045(5)$	200	43,6
			111	13,5
			121	7,2
			122	16,5
			103	45,7
КТА 0,5 мкм	a = 8.630(8) b = 8.630(8) c = 6.091(1)	$\Delta a = -0.0120(5)$ $\Delta b = -0.0120(5)$ $\Delta c = 0.0054(5)$	200	39,9
			111	16,1
			121	12,8
			310	12,4
			103	31,9

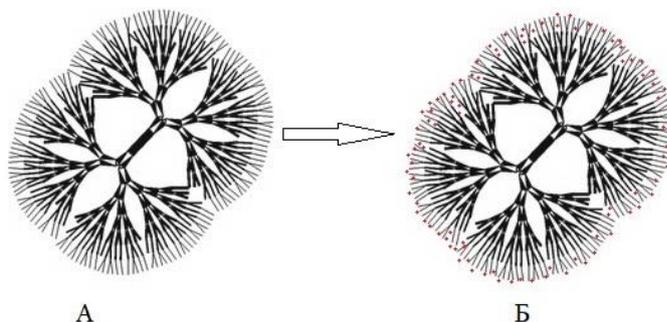


Рис.2. А - Морфология зерна тройных карбонатов; Б – покрытие зерна наноникелем

На снимках с растрового электронного микроскопа (Рис.3А-В) видно, что не все агломераты частиц нано никеля были разбиты до отдельных частиц. Агрегаты частиц наноникеля имеют размер порядка 1-3 мкм что меньше, чем размер агломератов равный 10 мкм, но эффективнее будут работать частицы, имеющие размер менее 0,1 мкм. Поэтому активации частиц наноникеля следует уделять особое внимание.

При этом полученный металлооксидный материал является достаточно однородным, что особенно хорошо видно по перекрытию красного и зеленого цвета на снимках 3А и 3В, и стабильным. Полученный металлооксидный материал высушивался, растирался и использовался для приготовления суспензии. В суспензии материал так же оставался однородным.

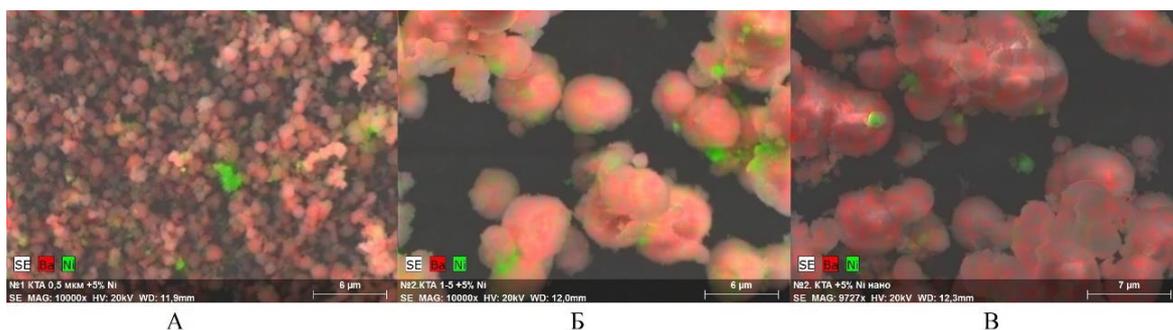


Рис.3 Композитные металлооксидные материалы с 5% содержанием частиц nano Ni при увеличении 10000. А - КТА 0,5мкм + 5% Ni; Б - КТА 1-5 + 5% Ni; В - КТА 1-6 + 5% Ni;

ВЫВОДЫ

Из полученных результатов следует, что разработанная технология получения композитного металлооксидного материала тройного карбоната бария-стронция-кальция, металлизированного нанопорошком никеля, является стабильной благодаря известным химическому составу материалов, форме и размеру используемых наночастиц. Так же контроль материалов легко проводить с помощью растрового микроскопа и рентгенофазового анализа. Средние размеры кристаллитов всех образцов тройных карбонатов, использованных для получения композитного металлооксидного материала, имеют нанометровый размер, что необходимо для последующего формирования нанокристаллов оксида бария при активировании катодов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Капустин В.И., Ли И.П., Шуманов А.В., Москаленко С.О., Залялиев Р.Р., Кожевникова Н.Е. Влияние микропримесей D-элементов на электронную структуру кристаллитов оксида бария в катодах СВЧ-приборов. Письма в Журнал технической физики. 2020. Т. 46. № 3. С. 6-9.
2. Киселев А.Б. Физические основы создания, конструирования и применения оксидных катодов с высокодисперсными металлическими включениями дис. Д.т.н. защищена 17.07.2002 утверждена 15.11.2002
3. Пархоменко В.С., Восгров Г.А., Чистяков М.А. «Р и Э». 8. 1046. (1958).
4. Японский патент, кл. 99A11 №3677.
5. Пикус Г.Я., Шнюков В.Ф. Влияние примеси никеля в оксид- ном слое на физико-химические свойства оксидного катода - Радиотехника и электроника, 1965, т. 10, вып.1, с. 124-132.58. "Bell Labs Rec." 43.11.460.(1965).59. "Electronics." 38.26.55.(1965).
6. Отчет НИО ЛТИ им. Ленсовета по теме N 1847/ Руководитель работы Лавров И.С.- N ГР 32915- Ленинград, 1962.
7. Александров Е.М. Химическая металлизация оксидного слоя и влияние её на свойства оксидного катода. Дис. канд. техн. наук. -Иваново, 1969.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Н.Е. Кожевникова – начальник лаборатории синтеза эмиссионно-активных соединений АО «Плутон», г. Москва; e-mail: azariia@bk.ru

В.И. Капустин – доктор физико-математических наук, профессор, главный специалист технического центра «Базовые технологии ЭВП», МИРЭА-Российский технологический университет; e-mail: kapustin@mirea.ru

И.П. Ли – доктор технических наук, заместитель генерального директора по научно-технологическому развитию АО «Плутон», г. Москва; e-mail: i.li@pluton.msk.ru

СИНТЕЗ И РАЗМОЛ ИГОЛЬЧАТОГО ТРОЙНОГО КАРБОНАТА БАРИЯ-СТРОНЦИЯ-КАЛЬЦИЯ ДЛЯ КАТОДОВ СВЧ-ПРИБОРОВ

М.Б. Карсакова, В.И. Капустин, И.П. Ли, Н.Е. Кожевникова

АННОТАЦИЯ

В работе представлены основные результаты проведения разработки технологии синтеза тройного карбоната бария-стронция-кальция, частицы которого имеют игольчатую форму, а также проведения разработки технологии размола полученного образца с последующим изучением результатов с использованием методов растровой микроскопии и седиментационного анализа.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

КАТОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОКСИДНЫЙ КАТОД, РАСТРОВАЯ МИКРОСКОПИЯ, СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

SYNTHESIS AND GRINDING OF NEEDLE TRIPLE CARBONATE OF BARIUM-STRONTIUM-CALCIUM FOR CATHODES OF MICROWAVE DEVICES ULTRAHIGH FREQUENCY DEVICES

M.B. Karsakova, V.I. Kapustin, I.P. Li, N.E. Kozhevnikova

ABSTRACT

The work presents the main results of the development of the synthesis of triple barium-strontium-calcium carbonate, whose particles have a needle shape, as well as the development and subsequent study of the results using scanning microscopy and sedimentation analysis.

KEYWORDS

CATHODE MATERIALS, OXIDE CATHODE, SCANNING MICROSCOPY, SEDIMENTATION ANALYSIS

Тройные карбонаты бария-стронция-кальция различных марок широко используются для нанесения оксидных покрытий в производстве катодов электровакуумных приборов. Из всех типов катодов в электровакуумных приборах оксидные катоды являются одним из самых распространённых, так как сочетают в себе эффективность, долговечность, работу при относительно небольших температурах и сравнительно небольшую стоимость. Выбор способа получения тройного карбоната бария-стронция-кальция и способа его нанесения на катод зависит от того, какие требования предъявляются к оксидному катоду в данном конкретном случае [1-3]. При изучении влияния формы кристаллов тройных карбонатов на эмиссию авторами [4] были проведены испытания катодов показавшие, что кристаллы с игольчатой структурой дают лучшую эмиссию, чем сферические и мелкие частицы, образующие плотное покрытие.

Целью работы являлась разработка технологии синтеза игольчатого тройного карбоната бария-стронция-кальция, а также разработка технологии его размола в шаровой мельнице с полимерным связующим для применения его в качестве компонента катодного материала для СВЧ-приборов.

Игольчатый тройной карбонат, получали приливанием трёх молярного водного раствора карбоната аммония комнатной температуры, стабилизированного аммиаком, к 0,2-молярному водному раствору соответствующих азотнокислых солей температурой 80°C. Средний размер зерна, измеряемый по методу газопроницаемости Козени-Кармана на приборах серии ПСХ, для данного образца равен 1,5 мкм. На снимке с растрового электронного микроскопа (Рис.1.) видно, что зёрна представляют собой как одинарные, так и сросшиеся иголки, размером до 26 мкм в длину и 1-1,5 мкм в ширину.

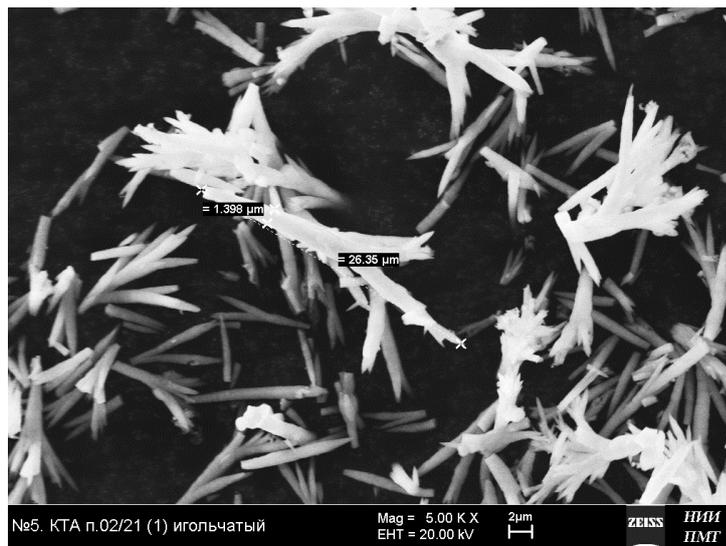


Рис.1. Внешний вид игольчатого тройного карбоната (увеличение в 5000 раз)

Размол игольчатого карбоната проводился в фарфоровом барабане с использованием алундовых шаров. На 75 г прокаленного порошка тройного карбоната брали 50 мл 3% биндера на основе полибутилметакрилата, 7,5 мл диэтилоксалата и 75 г алундовых шаров. Валковая мельница, используемая для перемешивания оксидных суспензий, имеет скорость вращения валков 60-80 об/мин. Перемешивание оксидной суспензии осуществлялось в течение 50 часов, с отбором проб через 1-6-25-50 часов соответственно. Изучение результатов размолы проводилось с использованием методов растровой микроскопии (Рис. 2 а-г).

На рис. 2г видно, что не все игольчатые частицы были размолоты. Следовательно, для получения более равномерного распределения частиц по размеру, время размолы следует увеличить. Так же о необходимости увеличения времени размолы свидетельствуют результаты проверки на агрегативную устойчивость суспензии.

Для проведения проверки на агрегативную устойчивость использовался метод седиментации. В мерный цилиндр заданного диаметра с плоским дном помещали 7 мл пробы суспензии и доливали 65 мл смеси растворителей следующего состава: 47,5 мл биндера на основе полибутилметакрилата, 16,5 мл изоамилацетата и 7 мл диэтилоксалата. Пробу суспензии тщательно перемешивали со смесью растворителей в течение 2-3 минут. Затем цилиндр со смесью устанавливали на штатив вертикально по отвесу. Высоту столба осадка контролировали в течение 5 часов (Табл. 1).

Суспензия в мерном цилиндре представляла собой малопрозрачную взвесь с трудноразличимой границей осадок-суспензия, образовавшийся на поверхности прозрачный слой очень медленно увеличивался в объёме и за 5 часов не превысил 3 мм. Границу осадка

определяли, просвечивая суспензию фонариком. Образовавшийся осадок имел рыхлую структуру.

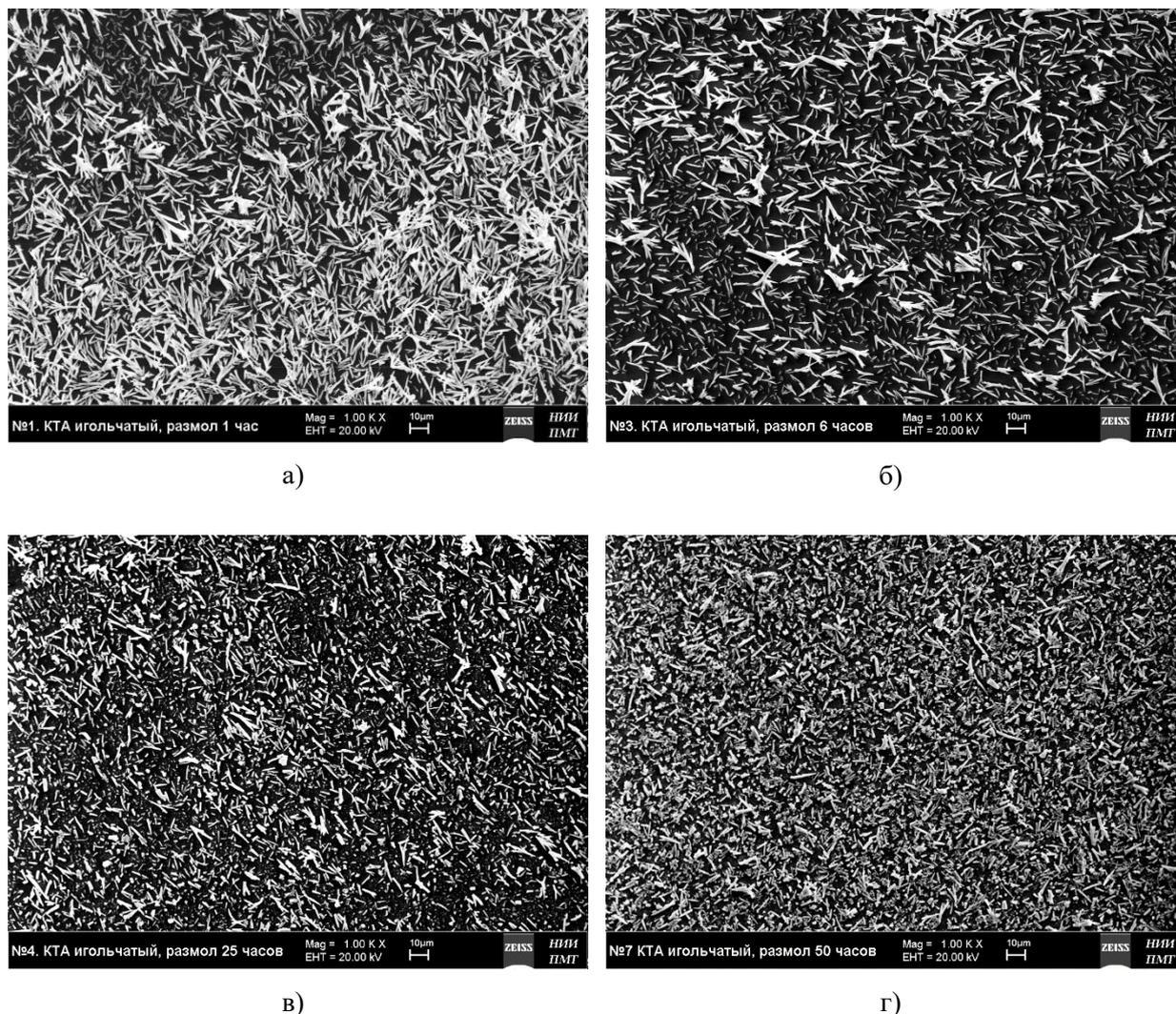


Рис.2. Результаты размолта игольчатого тройного карбоната в течение а)- 1 часа; б) - 6 часов; в) - 25 часов; г) - 50 часов; (увеличение в 1000 раз)

Таблица 1
 Результаты проверки суспензии на агрегативную устойчивость.

Время седиментации, ч	Высота столба осадка, мм	
	По технологии для суспензии КТА 1-6 с размером частиц 1-2 мкм	Экспериментальная для суспензии КТА игольчатого
1	1	28,5
2	Не указано	34,5
3	Не указано	46
4	3	49,5
5	Не указано	56

ВЫВОДЫ

По быстрому образованию высокого столба осадка можно предположить наличие в суспензии большого числа частиц, размер которых превышает 2 мкм, что так же можно увидеть на рис. 3.

Так же потеря агрегативной устойчивости и быстрое образование высокого столба рыхлого осадка свидетельствует о коагуляции суспензии. Так как осадки, образующиеся из коагулированных суспензий, являются более рыхлыми, имеют больший седиментационный объём, чем осадки, получаемые из агрегативно устойчивых суспензий [5,6].



Рис.3. Результаты размола игольчатого тройного карбоната в течении 50 часов. (Увеличение в 10 000 раз)

Для получения более равномерного распределения частиц по размеру и увеличения агрегативной устойчивости время размола следует увеличить.

ЛИТЕРАТУРА

1. Способ изготовления эмиссионного материала для оксидных катодов// Патент РФ № 2019878 26.02.1992 Класс патента: H01J9/04 / Александров Е.М.; Шофман Г.С.; Лубянецкая К.Ф.; Фельдман Ф.С.
2. Способ получения мелкодисперсных порошков тройных и двойных карбонатов щелочноземельных элементов// Патент РФ № 180572 1966.03.26 Класс патента: C01F 11/18 / Артюшенко А.И., Батура З.Е., Кривобок В.И., Находнова А.П.
3. Кудинцева Г.А., Мельников А.И., Морозов А.В., Никонов Б.П. Термоэлектронные катоды. - М. Энергия, 1966. - 368с.
4. Оксидный катод. Сборник трудов международного конгресса, посвященного 50-летию открытия оксидного катода. Под ред. Проф. Б.М. Царева. Изд. Иностранной литературы. - М. - 1957 г.
5. Лит.: Фролов Ю. Г., Курс коллоидной химии, М., 1982;

6. Фридрихсберг Д. А., Курс коллоидной химии, 2 изд., Л., 1984.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

М.Б. Карсакова – инженер-технолог I категории лаборатории синтеза эмиссионно-активных соединений АО «Плутон», г. Москва.

В.И. Капустин – доктор физико-математических наук, профессор, главный специалист технического центра «Базовые технологии ЭВП», МИРЭА-Российский технологический университет; e-mail: kapustin@mirea.ru

И.П. Ли – доктор технических наук, заместитель генерального директора по научно-технологическому развитию АО «Плутон», г. Москва; e-mail: i.li@pluton.msk.ru

Н.Е. Кожевникова – начальник лаборатории синтеза эмиссионно-активных соединений АО «Плутон», г. Москва; e-mail: azariia@bk.ru

РЕСТАВРАЦИЯ МЕТАЛЛОПОРИСТЫХ КАТОДОВ ЭЛЕКТРОВАКУУМНЫХ ПРИБОРОВ СВЧ

В.А. Смирнов, А.В. Крылов

АННОТАЦИЯ

Рассмотрены основные физико-химические процессы деградации металлопористых (импрегнированных) катодов на основе барий-кальциевого алюмината при работе в электровакуумном приборе. Предложен способ реставрации (восстановления эмиссионной способности) катодов, отработавших ресурс (или потерявших эмиссию по другим причинам), основной операцией которого является пропитка вольфрамовой матрицы сплавом окислов ВаО- Li_2O в атмосфере водорода. При этом снижается температура пропитки, и поры матрицы не засоряются дополнительной порцией окиси алюминия.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МЕТАЛЛОПОРИСТЫЙ КАТОД, РЕСТАВРАЦИЯ КАТОДА, ПРОПИТКА КАТОДА,
ВОЛЬФРАМОВАЯ МАТРИЦА, ВАКУУМНЫЕ ПРИБОРЫ СВЧ

METAL-POROUS CATHODES OF MICROWAVE VACUUM DEVICES RESTORATION

V.A. Smirnov, A.V. Krylov

ABSTRACT

The main physicochemical processes of degradation of metal-porous (impregnated) cathodes based on barium-calcium aluminate during operation in an electric vacuum device are considered. A method of restoration (restoration of emission capacity) is proposed cathodes that have spent their life (or lost emission for other reasons), the main operation of which is the impregnation of a tungsten matrix with an alloy of oxides of $\text{BaO-Li}_2\text{O}$ in a hydrogen atmosphere. At the same time, the impregnation temperature decreases, and the pores of the matrix are not polluted with an additional portion of aluminum oxide.

KEYWORDS

METAL-POROUS CATHODE, CATHODE RESTORATION, CATHODE IMPREGNATION,
TUNGSTEN MATRIX, MICROWAVE VACUUM DEVICES

В производстве электровакуумных приборов известна практика их реставрации с заменой катодного узла или катодной ножки, например, в случае мощных электровакуумных приборов (ЭВП) сверхвысоких частот (СВЧ), стоимость которых достигает 1 млн. долларов и более. Сам катодный узел оценивается примерно в 10%, а металлопористый катод (МПК) – эмиттер электронов, до 5% от стоимости прибора.

Для кернов катодов таких изделий как мощные гиротроны, многолучевые клистроны, магнетроны и разборные приборы с крупногабаритными эмиттерами, рассчитанными на большие токи, для физических экспериментов (рис. 1) используются дефицитные тугоплавкие металлы и сплавы: Мо, Мо-Re, высокой чистоты и специального профиля, а также особо чистый W порошок с узкой фракцией по гранулометрическому составу.

Кроме того, необходимо дорогостоящее технологическое оборудование, например, крупногабаритные высокотемпературные водородные печи, плазменная установка для формирования пористой вольфрамовой матрицы со специальной щелевой структурой пор [1].

Поэтому актуальной задачей является создание технологии реставрации указанных видов МПК с целью уменьшения расхода дефицитных материалов, сокращение затрат на оборудование и продления срока использования катодов в приборах.



а)



б)

Рис. 1 Внешний вид катода гиротрона конической формы с эмитирующим поясом (а)
Крупногабаритный катод со сферической формой эмиттера для разборных ЭВП диаметром 200 мм на ток 3–5 кА (б)

Для обоснования технологических операций реставрации МПК рассмотрим некоторые основные физико-химические процессы, ограничивающие срок его службы. Тройной алюминат бария $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (он же $3\text{BaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) в составе вещества для пропитки ($3\text{BaO} \cdot 0,5\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) при рабочей температуре катода теряет бариевую составляющую за счет испарения по реакции:



Это согласуется с диаграммой состояния $\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ [2], приведенной на рис.2а. Соединение BaAl_2O_4 более термически стойкое, так как имеет температуру плавления примерно на 150°C выше, чем $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{O}_6$. Моноалюминат кальция еще более термически стоек.

Максимальная глубина обеднения бариевой компонентой открытых пор вольфрамовой матрицы, при которой еще обеспечивается минимальный порог испарения ($\sim 10^{-12} \text{ г/см}^2 \text{ с}$) для поддержания эмиссионной способности катода, составляет 300 мкм [3, 4] при плотности матрицы 72–75% от плотности W .

Нами дополнительно проведены микрорентгеноспектральные исследования катодов с матрицей с плотностью 78–80%, изготовленных плазменным методом, после 10 тыс. часов работы в диоде при температуре 1070°C ярк. с отбором тока 10 А/см^2 в непрерывном режиме. Участок поверхности излома матрицы вблизи эмитирующей поверхности исследовался с помощью точечного зонда диаметром около 1 мкм и с глубиной проникновения 0,4–0,5 мкм. На рисунке 3 показана интенсивность характеристического рентгеновского излучения вольфрама (WLa) и бария (BaLa) на одном и том же участке. Видно, что поверхностный слой матрицы на глубине 40–60 мкм существенно обеднен барием.

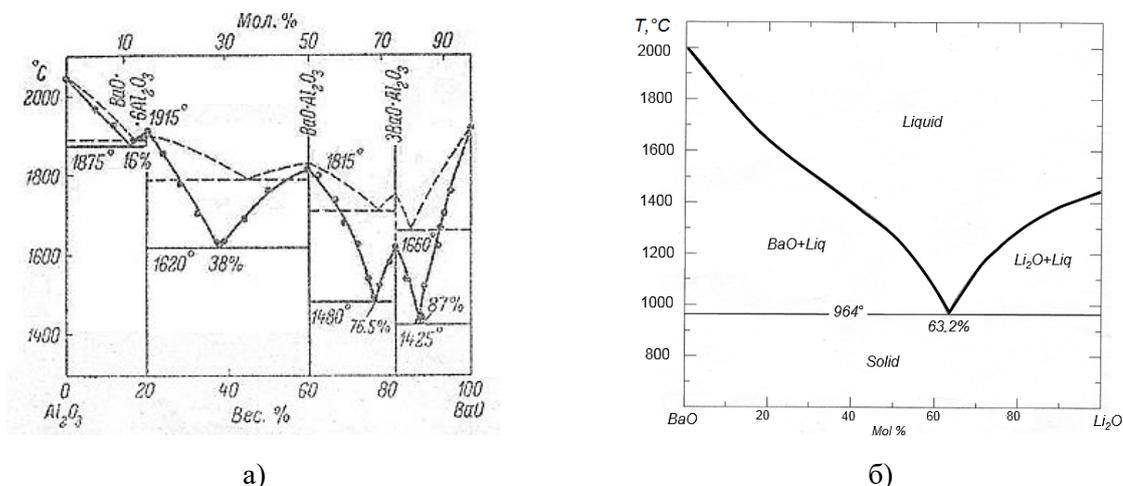
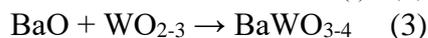


Рис. 2 Диаграммы состояния систем: а) - BaO – Al₂O₃, б) - Li₂O – BaO

При этом скорость испарения с катода еще составляет примерно 10^{-10} г/см² с [1]. Отсюда прогнозируемая долговечность таких катодов в указанном режиме отбора тока ограничена 50 000 часами.

Кроме того, идут и другие химические процессы:



Следует отметить, что CaO и Al₂O₃ практически не расходуются ввиду их меньшей химической активности и низкой скорости испарения по сравнению с BaO.

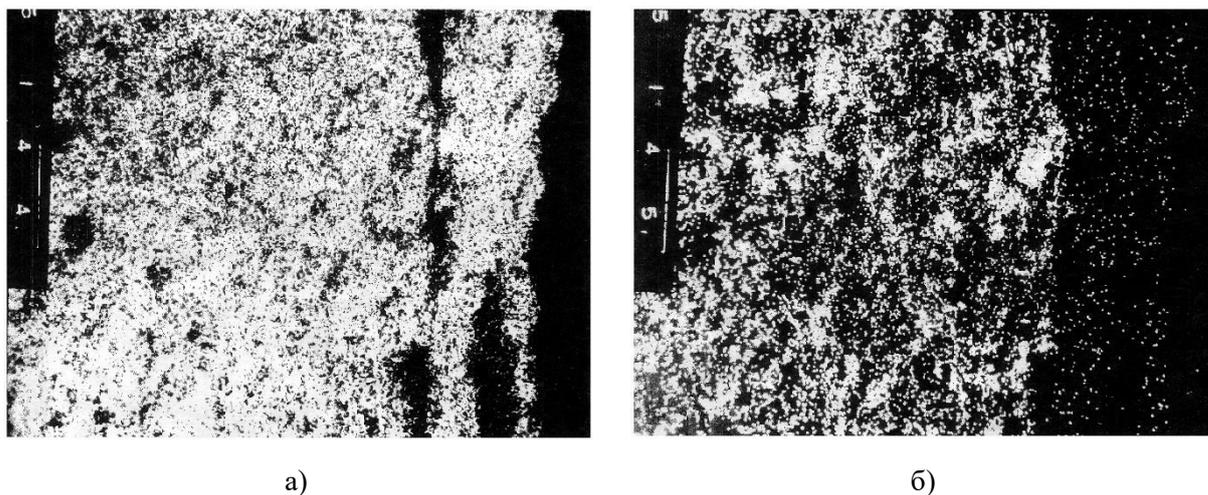
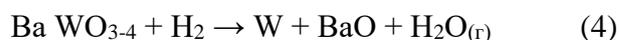


Рис. 3 Фотография излома матрицы, $\times 500$ (изображение получено по характеристическим рентгеновским излучениям: а – WL α , б – BaLa

Предлагается следующая схема реставрации катодов приборов СВЧ, отработавших срок службы или вышедших из строя вследствие натекания, перегорания и т.п.:

1. Травление в карбоновой кислоте, например, в уксусной для удаления нежелательных напылений в вакууме. Эта кислота не реагирует с моноалюминатами Ba, Ca с Mo и W и, таким образом, не нарушает сцепления частиц W в губке.

2. Восстановительный отжиг в водороде при температурах 1000–1100°C для разрушения вольфраматов:



3. Далее теоретически возможна пропитка W матрицы BaO, однако это не лучшее решение из-за большой температуры плавления BaO (1920°C), что приводит к спеканию W губки, делает ее поры закрытыми, и, кроме того, происходит рекристаллизация Mo керна и его охрупчивание. Расчет на поверхностную взаимную диффузию Al₂O₃ и BaO или перенос их через парогазовую фазу с постепенным снижением температуры плавления (вследствие образования алюминатов бария) не оправдан так как, требует увеличения времени пропитки, что нежелательно по тем же причинам. По этому варианту необходимы дополнительные исследования для подбора возможных температурно-временных режимов пропитки.

Поэтому более целесообразно пропитывать катод составом BaO – Li₂O (BaO 70–80%, Li₂O 20–30% мол., или BaO 95–97%, Li₂O 3–5% вес.), имеющим температуру плавления 1500–1600 °C, рис. 26 [5]. Окись лития Li₂O имеет одинаковую с BaO эмиссионную способность и на порядок большую скорость испарения, которая, однако, нивелируется, согласно закону Рауля, ее малым содержанием (3–5% вес.) в веществе.

Пропитка составом BaO – Li₂O не вносит дополнительно компоненты CaO и Al₂O₃, избыток которых может закупоривать поры W матрицы. Проникающий в поры состав вступает в реакцию с оставшимися компонентами, и за счет активной диффузии образуется эмиссионный материал, близкий по составу, к указанному выше.

Следует отметить, что ранее [6–8] был разработан и применен эмиссионный состав 3BaO·0,5CaO·0,5Li₂O·Al₂O₃ (Li₂O 2,5–3% вес) с температурой плавления 1150–1200°C и температурой пропитки 1400–1500°C для изготовления крупногабаритных эмиттеров диаметром более 200 мм.

По предлагаемому способу нами была успешно проведена реставрация крупногабаритного катода диаметром 200 мм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Смирнов В.А., Потапов Ю.А., Коннов А.В. 55 лет плазменной технологии эффективных термокатодов для мощных СВЧ приборов // Электронная техника. Серия 1. СВЧ-техника, 2021 г. вып. 2, стр. 67
2. Торопов Н.А., Борзаковский В.П., Лапин В.В., Курцева Н.Н. Диаграммы состояния силикатных систем // Справочник, Л.: Наука, 1969 г., с. 210, 222
3. Par A. M., Shroff et Pallvel Lies cathodes impregness // Revue Technique Tomson-GSF, 1982, v. 14, №3, p. 583
4. Marrian C. R. K., Shin A., Haas G. A. On scattering spectroscopy studies o barium and oxigen tungsten – based dispenser catode // Appl. Surfuce. Sci, 1985, v. 24, № 3–4, p. 372
5. Yu H., Lin H. S. and Jin Z. P. // Z. Metallkd, 90, 7, 499–504, 1999
6. Смирнов В.А., Красницкая И.Е., Патент № 2066892, РФ, 06.09.199
7. Смирнов В.А. Эмиссионный материал для металлопористых катодов // 9-ая научно-техническая конференция «Вакуумная наука и техника», 2002 г., с. 322–323

8. Smirnov V.A. Fusible Aluminates for Dispenser Cathodes //Fourth IEEE International Vacuum Electron Sources Conference (IVESC), Proceedings, Saratov, Russia, July 15–19, 2002, p. 93

ISBN 978-5-6048852-1-5



9 785604 885215