

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева
Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)
ООО «НПО «Измеритель»
ООО «ФЕРРИ ВАТТ»
Группа компаний «Криосистемы»
ООО «ВЛС-Инжиниринг»
ООО «Инверс-Инжиниринг»
АО «ВАКУУМ.РУ»
Группа компаний «Научное оборудование»
Институт проблем машиноведения РАН
Российское научно-техническое вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

3–5 июня 2025
Санкт-Петербург, Россия

June 3-5, 2025
St. Petersburg, Russia

32nd All-Russian Conference with International Participation
«VACUUM TECHNIQUE AND TECHNOLOGY – 2025»



ВНИИМ
ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева"



СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
ПЕРВЫЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ



ИНВЕРС
инжиниринг



вакуум.рф



**НАУЧНОЕ
ОБОРУДОВАНИЕ**
ГРУППА КОМПАНИЙ

Труды 32-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2025»

3–5 июня 2025 г.
Санкт-Петербург

Вакуумная техника и технологии - 2025. Труды 32-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 3-5 июня 2025 г./ под ред. Тетерука Р.А., Шарифуллиной К.Р. – СПб.:Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2025.-270 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 32-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов, применению вакуумных технологий в промышленности и научных исследованиях и, в частности, в атомной промышленности, металлургии и добывающих отраслях.

Программный комитет

Пронин А.Н. – генеральный директор ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» - председатель.

Тетерук Р.А. – руководитель НИО государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» – зам. председателя.

Шاپовалов В.И. – профессор Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – сопредседатель по секции «Вакуумная техника».

Розанов Л.Н. – профессор ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» – зам. председателя.

Нестеров С.Б. – президент РНТВО имени академика С.А. Векшинского – член оргкомитета.

Полянский В.А. – директор ФГБУН «Институт Проблем Машиноведения Российской Академии Наук» – член оргкомитета.

Чернышенко А.А. – руководитель НИЛ госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления (вакуума) ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» – сопредседатель по секции «Контроль герметичности».

Кузнецов В.Г. – руководитель лаборатории ИПМаш РАН - сопредседатель по секции «Вакуумные технологии».

Жировов Е.В. – заместитель генерального директора по спецработам АО «Криогенмонтаж» – член оргкомитета.

Капустин Е.Н. – генеральный директор ОАО «Вакууммаш» – член оргкомитета.

Марцынюков С.А. – доцент Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Добрецов К.Г. – директор по маркетингу ООО «НПО «Измеритель» – член оргкомитета.

Желонкин Я.О. – генеральный директор ООО «ФЕРРИ ВАТТ» – член оргкомитета.

Бурмистров А.В. – проректор по учебной работе КНИТУ, Россия, Казань – член оргкомитета.

Одиных В.В. – зам. ген. директора по науке ОАО НИИТМ (Научно-исследовательский институт точного машиностроения), Россия, Москва – член оргкомитета.

Панфилов Ю.В. – зав. кафедрой «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, Москва – член оргкомитета.

Потрахов Н.Н. – зав. кафедрой «Электронные приборы и устройства» «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Кострин Д.К. – доцент кафедры «Электронные приборы и устройства» «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Колесник Л.Л. – ученый секретарь РНТВО имени академика С.А. Векшинского – член оргкомитета.

Ответственность за достоверность сведений и сохранение государственной или корпоративной тайны несут авторы публикаций.

ISBN 978-5-7629-2872-4

Спонсоры конференции

Гелиевый течеискатель ТИ1-50

Универсальный мобильный автоматизированный электронный прибор, изготовленный по ТУ 4215-023-07517692-2010, с полным набором функций современного течеискателя



Выпускаемые «НПО «Измеритель» высокочувствительные масс-спектрометрические гелиевые течеискатели, ТИ1-50 и ТИ1-50И, используются стратегическими отраслями промышленности, в том числе предприятиями атомной, космической, полупроводниковой и микроэлектронной. Продукция «НПО «Измеритель» используется в научно-исследовательских организациях.

«НПО «Измеритель» принимает заказы на разработку и производство вакуумных систем и систем контроля герметичности любого уровня сложности под конкретные, частные задачи, в том числе подключение к оборудованию заказчика; на разработку алгоритмов контроля герметичности, специальных электронных систем управления и программного обеспечения под требования заказчика.

Основными преимуществами выпускаемых течеискателей являются: высокая чувствительность к пробным газам во всех режимах работы, самотестирование, ремонтпригодность, интерфейс на русском языке.

Благодаря перечисленным качествам, высокой квалификации и оперативности сотрудников при пусконаладочных работах, гарантийным и послегарантийным обслуживанием, продукция «НПО «Измеритель» получила заслуженное одобрение у российских специалистов и рекомендована для использования на самых ответственных производствах.

Особенности течеискателя ТИ1-50

- Большой цветной дисплей с комфортным для восприятия отображением информации о состоянии течеискателя, а также о ходе процесса вакуумных испытаний в текстовой и графических формах
- Максимальное время отображения графика испытаний 8 часов
- Верхнее расположение входного фланца
- Возможность архивирования и просмотра результатов испытаний, как в самом течеискателе, так и с переносом на внешний ПК
- Возможность сохранения в памяти прибора до 4000 результатов испытаний
- Высокая надежность течеискателя за счет непрерывного тестирования состояния вакуумной системы
- Автоматическая подстройка и калибровка по встроенной, а также внешней
- контрольной течи
- Широкий диапазон регистрируемых потоков натекания
- Следящая и динамическая компенсация фона
- Интерфейсы управления RS232C, RS485
- Управление с помощью двухпозиционного энкодера
- Квазисенсорная панель с управляющей мнемосхемой

Технические характеристики

Максимальная чувствительность:

- по гелию по входу 5×10^{-13} мЗхПа/с
- по гелию со щупом 1×10^{-10} мЗхПа/с

Время отклика по входу 1 с

Время отклика со щупом 10 м 5 ± 1 с

Производительность:

- форвакуумный насосом 1,5 мЗ/час
- ТМН 50 л/с

Время выхода на рабочий режим (первично/повторно) 5/1 мин

Напряжение питания 220±22 В

Потребляемая мощность 500 Вт

Габаритные размеры 484х470х392 мм Масса 38 кг

Дополнительные опции:

транспортная тележка, щупы-пробозаборники, дистанционный пульт управления, набор для обдува гелием, вакуумная камера, насосы другой производительности.

Сервисное обслуживание

НПО «Измеритель» совместно с ООО «АС-Техникс» осуществляют монтажные, пуско-наладочные работы, а также сервисное обслуживание приборов ТИ1-14, ТИ1-22М, ТИ1-22 ГЕЛМАСС, ТИ1-22, ТИ1-30, ТИ1-50, выпущенных ранее АО «Завод Измеритель».

Более 10 лет ООО «АС-Техникс» являлся официальным сертифицированным партнером АО «Завод Измеритель» в вопросах сервиса и гарантийного обслуживания всех видов течеискателей.

Установка контроля герметичности МИКРО-4



Предназначена для контроля герметичности и разбраковки элементов с замкнутой оболочкой в полупроводниковой, электротехнической и других отраслях промышленности. Устройство работает совместно с течеискателем.

Принцип работы

Контроль герметичности изделий с замкнутой оболочкой предшествует этап подготовки изделий к контролю. Подготовка заключается в помещении изделий в камеру опрессовки и выдержке их под избыточным давлением гелия. Гелий накапливается, проникая через дефекты в корпусе изделия. Подготовленные к контролю изделия извлекаются из камеры опрессовки и перемещаются в установку контроля. Гелий, вытекающий из дефектов корпуса, регистрируется течеискателем и по уровню сигнала оценивается значение утечки (т.е. значение негерметичности изделия).

Установка контроля герметичности **МИКРО-4** имеет четыре встроенных камеры - стакана, в которые последовательно загружаются испытуемые изделия для проведения испытаний на герметичность.

По завершении испытания для стакана переместившегося в позицию перед оператором включается индикатор статуса изделия - «БРАК» или «ГОДЕН».



Технические характеристики:

Максимальная производительность шт/час	300 при загрузке 1 изделия в стакан
Внутренние размеры стакана * высота	55 мм; диаметр-80мм; количество стаканов - 4
Чувствительность к потоку гелия	5-10-10 м3-Па/с.
Наличие трех предустановленных программируемых порогов отбраковки изделий с возможностью быстрого выбора	
Загрузка, выгрузка и разбраковка изделий	ручная
Количество обслуживающего персонала	1 чел. (рабочее положение – сидя)
Питание установки	сеть 220В, 50 Гц.
Потребляемая мощность	не более 2 кВт
Габаритные размеры	690 * 890 * 1010 мм.
Масса установки	не более 150 кг

* Размер может быть изменен по согласованию с заказчиком

Производство, поставка, сервисное обслуживание:

ООО «НПО «Измеритель»
195271, г. Санкт-Петербург, Кондратьевский пр. 72
+7 (812) 635-13-43

ООО «АС-Техникс»
105094, г. Москва, Золотая улица дом 11
+7 (495) 989-23-21
<https://as-technics.ru/>
as@as-technics.ru

GELIKON

НПО «ГЕЛИКОН»

Научно-производственное объединение «Геликон» более 15 лет производит вакуумное и нестандартное испытательное оборудование.

ПРОДУКЦИЯ

- Течеискатели гелиевые масс-спектрометрические
- Аксессуары для течеискателей отечественного производства
- Пневмостенды и пневмопульты заправки изделий
- Арматура вакуумная, в т.ч. нестандартная
- Камеры вакуумные и опрессовочные
- Системы контроля герметичности
- Откачные вакуумные системы
- Течеискатели галогенные
- Печи вакуумные



УСЛУГИ

- Техническое обслуживание, ремонт и модернизация гелиевых течеискателей
- Контроль герметичности методом гелиевой масс-спектрометрии
- Разработка систем управления технологическими процессами
- Разработка вакуумного оборудования
- Ремонт вакуумных насосов

www.gelikonspb.ru
info@gelikonspb.ru
+7 (812) 372-50-22
+7 (962) 702-80-50
198097, Санкт-Петербург,
ул. Трефолева, д. 2, лит. Р, офис 411



**ОТЕЧЕСТВЕННЫЙ ГЕЛИЕВЫЙ
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ
ТЕЧЕИСКАТЕЛЬ**

ТИ1-50М «ГелиТест»



Течеискатель внесен в
Государственный реестр
средств измерений

**ЛОГИЧНОЕ ПРОДОЛЖЕНИЕ ЛИНЕЙКИ
ОТЕЧЕСТВЕННЫХ
ТЕЧЕИСКАТЕЛЕЙ ТИ1-XX**

Содержание

Секция «Пленарные доклады»

<i>С.Б. Нестеров</i> «19-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VacuumTechExpo. Итоги и перспективы»	12
<i>Е.Н. Капустин, А.Е. Капустин</i> «Перспективы обеспечения технологического суверенитета России в вакуумном машиностроении»	16
<i>Я.О. Желонкин</i> «Вакуумная техника и технологии - часть Национального технологического суверенитета или Частная инициативная самоотверженность?»	22
<i>А.В. Бурмистров, Е.Н. Капустин</i> «Подготовка кадров для вакуумного машиностроения»	29
<i>Ю.В. Панфилов, В.А. Мельников</i> «Взгляд на систему высшего технического образования и предложения по совершенствованию практической подготовки студентов»	34
<i>В.А. Полянский, Ю.А. Яковлев, А.М. Полянский, П.А. Романов, И.Л. Федечкин, С.В. Филиппов</i> «Определение содержания газовых компонент в металлических образцах методом вакуум-нагрева»	39

Секция «Вакуумная техника и вакуумные измерения»

<i>Е.А. Кондратьев, П.Г. Нечаев, Д.М. Черешко</i> «Разработка отечественного активного датчика вакуума с холодным катодом на диапазон давлений от 1 до 10^{-9} Па»	42
<i>Д.А. Воронов</i> «Исследование зависимости градуировочной характеристики терморезистивных вакуумметров от их ориентации в пространстве»	48
<i>А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Д.А. Козлов, Л.К. Кузнецова, Ю.С. Шпанский</i> «Анализ деформационных процессов в уплотнителе крупных прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений»	53
<i>А.А. Краснов, А.М. Семенов</i> «Разработка и применение высоковакуумных насосов на основе нераспыляемых геттеров в ИЯФ СО РАН»	59
<i>А.Ю. Кочетков, П.Н. Берёзко</i> «Климатическая камера для проведения испытаний в условиях поверхности небесных тел солнечной системы»	66
<i>У.С. Гордеева</i> «Разработка регрессионной модели с использованием глубокой нейронной сети для аппроксимации параметров турбомолекулярного вакуумного насоса»	72

Секция «Контроль герметичности»

<i>В.Д. Лычаков, А.С. Матяш, П.И. Кюркчю, А.В. Мараховский</i> «Вакууметрический метод контроля герметичности трубчато-пластинчатых теплообменных аппаратов»	80
--	----

Секция «Вакуумные технологии»

<i>В. Кошуро, М. Фомина, А. Фомин</i> «Индукционно-термическое вакуумное напыление молибденовых покрытий на керамические подложки»	85
<i>А.Л. Каменева, А.Ю. Клочков, В.В. Карманов, В.Ф. Маточкин</i> «Изучение зависимости трибологических и адгезионных свойств покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ от напряжения смещения в процессе импульсного магнетронного распыления»	89
<i>В.Н. Володин, Б.К. Кенжалиев, С.А. Требухов, А.В. Ниценко, К.А. Линник, Ф.Х. Тулеутай, А.А. Требухов</i> «О разделении свинцово-сурьмяного сплава дистилляцией в вакууме»	94

- В. Кошуру, М. Фомина, Е. Осипова, А. Фомин* «Исследование структуры и микротвердости танталовых многослойных покрытий, сформированных на титане электроискровым нанесением при разном давлении и типе рабочей газовой среды» 98
- Ю.В. Панфилов, А.Л. Петелин, Ван Ифань* «Исследование влияния температуры мишени на скорость магнетронного распыления» 103
- В.Г. Кузнецов* «Особенности нанесения покрытий на изделия сложной формы в плазме вакуумно-дугового разряда» 108
- Ю.В. Ануфриев, В.В. Сень, С.А. Соколов, И. А. Филиппов, Н.В. Порохов, А.М. Мумляков, А.В. Лакалин, М.И. Красильников* «Масштабируемый автоэмиссионный нагреватель для быстрого равномерного отжига токопроводящих подложек и технологических источников для нанесения покрытий» 113
- М.В. Мурашкин, А.В. Бухаров* «Проект экспериментальной установки по получению криогенных монодисперсных мишеней из ксенона и криптона» 118
- S.V. Sidorova, A.D. Kouptsov, I.E. Pimenov* «Расчет и моделирование параметров системы ионной обработки в вакууме» 120
- С.А. Требухов, Б.К. Кенжалиев, В.Н. Володин, К.А. Линник, А.А. Требухов, Е.А. Оспанов, А.А. Шахалов* «Очистка паровой фазы селена от капельной взвеси в процессе вакуум-дистилляционного рафинирования» 126
- А.А. Черкасов, М.В. Шандриков, Е.М. Окс, К.П. Савкин* «Влияние инъекции электронов на параметры сильнотоочного импульсного магнетронного разряда» 131
- А.В. Молчанов, В.Ю. Мишин, И.А. Демин, М.А. Захаров, М.В. Чиркин* «Моделирование откачки в технологии производства кольцевых лазеров» 136
- К.А. Зиньковский, Э.Ф. Вознесенский, К.С. Александров, Н.З. Кашапов, А.Е. Карноухов, Я.О. Желонкин* «Инвертированный магнетрон для получения коррозионностойких Ni покрытий на проволочных изделиях» 142
- Н.З. Кашапов, К.А. Зиньковский, Э.Ф. Вознесенский, Я.О. Желонкин, К.С. Александров, А.Е. Карноухов* «Изготовление гибкого нагревательного элемента на полимерной основе с применением PVD технологий» 147
- В.Ю. Кожевников, А.В. Козырев, А.О. Коковин, Н.С. Семенюк* «Метод численных итераций потоков (NuFI): новый подход к фундаментальному моделированию динамики плазмы в вакуумной и плазменной электронике» 152
- В.Е. Мисников, О.Л. Шутьев, М.А. Мелкомуков, Е.П. Хренова, Д.С. Половинко, А.Д. Шумков* «Исследование влияния параметров процесса дугового напыления из многокомпонентной мишени на свойства покрытий на основе CrAlSiN» 159
- В.Е. Мисников, М.А. Мелкомуков, О.Л. Шутьев, Е.П. Хренова, Д.И. Волков, Р.А. Фоменко* «Исследование ресурсных характеристик фрез с многослойными покрытиями, осажденными при помощи вакуумного дугового разряда» 165
- Р.А. Каракулов, А.А. Акопян, Р.И. Нуртдинов, А.Ю. Соколов, П.И. Коновалов* «Влияние методов и режимов формирования покрытия AlN на коэффициент отражения экрана электронно-оптического преобразователя» 169
- Д.К. Черченко, Д.А. Комаров, Д.А. Калашиников* «Численное моделирование процесса термодесорбции в ЭВП СВЧ методом Монте-Карло» 175

- Ю.О. Просовский, О.Ф. Просовский, А.Н. Исамов, В.А. Смольянинов* «Получение тонких пленок перспективным методом PARMS – технологией будущего» 180
- В.А. Смольянинов, О.Ф. Просовский, А.Н. Исамов, Ю.О. Просовский, Д.Н. Петрачков* «Оптимизация алгоритма для получения градиента толщины токопроводящих оптических покрытий при их нанесении на изделия авиационного остекления» 186
- A.E. Zimakov, M.S. Klokov* «Особенности соединения, полученного электронно-лучевой сваркой пары материалов ВТ1-0 и ЦМ-2А» 190
- Г.В. Качалин, О.С. Зилова, К.С. Медведев, В.А. Касьяненко* «Изучение влияния мощности разряда на характеристики покрытий оксида циркония, стабилизированного иттрием, полученных методом реактивного магнетронного распыления неохлаждаемой мишени» 195
- Н.И. Сушенцов, Д.Е. Шашин, А.Д. Дьячков, А.Л. Романов* «Технологические особенности нанесения проводящих покрытий на керамические основания методом магнетронного распыления» 201
- А.С. Пустогачев, П.С. Джумаев* «Влияние параметров магнетронного осаждения на пористость титановых покрытий» 206
- А.В. Трухачев, М.В. Седнев, Н.С. Трухачева* «Профиль краевой металлизации оптически прозрачных окон ИК-фотоприёмных устройств, формируемый методом вакуумного напыления» 211
- М.И. Васильев, Ю.Д. Дудник, А.А. Сафронов, В.Н. Ширяев, О.Б. Васильева* «Исследования технологических параметров при создании покрытий импульсным лазерным осаждением в вакууме» 215
- М.Г. Воробьев, А.Г. Кузьмин, Ю.А. Титов, О.И. Коньков, С.В. Разумов, С.А. Кукушкин* «Изучение газовой фазы в процессе синтеза гибридных структур SiC/Si методом согласованного замещения атомов» 219
- А.Д. Федоров, С.В. Федоров, М.А. Волосова* «Зондовая диагностика плазмы магнетронного разряда при ассистировании двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом» 223
- А.А. Чикин, Н.П. Бобырь, А.С. Анциферова, Е.Н. Егорова* «Конструктивные особенности и ключевые этапы сооружения стенда перст» 228
- Д.И. Беленко, Д.С. Шарковский, В. И. Шаповалов* «Применение дифференциальной модели для изучения магнетронного распыления горячей мишени» 233
- В.Д. Зуев, А.А. Рыжов, С.А. Гурин, М.Д. Новичков, Д.В. Агафонов, А.Э. Шепелева, В.И. Грищенко, Е.А. Сударева* «Исследование и получение многослойных ТРП с линейной характеристикой сопротивления от температуры» 239
- А.В. Литвинов, М.О. Этрекова, Н.Н. Самотаев, К.Ю. Облов* «Импульсное лазерное осаждение тонких пленок Ga₂O₃ для высокотемпературных датчиков водорода» 245
- Д.К. Зефания, В.И. Шаповалов, Д.С. Шарковский, А.В. Николаев* «Распыляемый узел магнетрона для осаждения пленок металлических стекол» 249
- В.Д. Зуев, А.А. Рыжов, М.Д. Новичков, Д.В. Агафонов, А.Э. Шепелева, А.М. Киреев, А.А. Горбунцов, А.А. Хижняк* «Исследование влияния материала адгезионного подслоя контактных площадок на стабильность тонкопленочных тензорезисторов» 254
- В.И. Шаповалов, Д.С. Шарковский* «Влияние термоэлектронной эмиссии горячей мишени на вах магнетрона» 260

В.Д. Зув, А.А. Рыжов, М.Д. Новичков, Д.В. Агафонов, А.Э. Шепелева, В.А. Антонов, А.А. Горбунцов, А.А. Хижняк «Исследование влияния режимов синтеза на стабильность тонкопленочных тензорезисторов» 266

Пленарные доклады

19-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VaciuumTechExpo. Итоги и перспективы

С Б Нестеров

Российское научно-техническое вакуумное общество им. академика С.А. Векшинского, адрес: 105005 г. Москва, ул. Радио, д.12, стр.2

E-mail: sbn1108@yandex.ru

Аннотация. Приведена информация об итогах работы 19-й Международной выставки вакуумного и криогенного оборудования VaciuumTechExpo, описана целевая аудитория выставки, приведено описание тематики деловой программы, рассмотрены направления и перспективы развития вакуумной и криогенной техники.

Ключевые слова: российское вакуумное общество; выставка вакуумного и криогенного оборудования; вакуумная техника; криогенная техника; нанотехнология; инновации; подготовка кадров; ЦВК «Экспоцентр»; Международная выставочная компания

Введение

С 1 по 3 апреля 2025 года в ЦВК «Экспоцентр» состоялась 19-я Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования VaciuumTechExpo.

В этом году в выставке приняли участие 64 компании из России, Китая и Беларуси. VaciuumTechExpo посетили 1 678 специалистов (на 7% больше, чем в прошлом году), из которых 59% пришли на выставку впервые. Площадь выставочной экспозиции составила более 3 000 м², что на 44% больше, чем в прошлом году.

В числе посетителей – руководители и специалисты научно-исследовательских институтов, представители предприятий нефтегазового и энергетического комплекса, машиностроения, строительства, а также медицинской, пищевой, космической и других отраслей.

На выставке были представлены технологические достижения и новинки оборудования отечественных и зарубежных компаний, занятых в сфере производства и поставок вакуумного и криогенного оборудования.

В этом году в выставке впервые приняли участие компании «АКА-Scan», «АкадемВак», «Дана Инжиниринг», «ЕвроСтальСтрой», «Ист Вакуум», «Истпартнер», «МРТ», НПО «Вакуумные технологии», НПП «ЭСТО», ПК «РОСНА Инжиниринг», «Ресурс и Сервис», «СтратНаноТек», «Тула-Терм».

Церемония открытия выставки

В торжественной церемонии открытия выставки приняли участие президент Российского научно-технического вакуумного общества имени академика С.А. Векшинского и соорганизатор программы деловой программы выставки д.т.н., профессор Нестеров С.Б., вице-президент Российского и Международного Союзов научных и инженерных общественных объединений, государственный советник РФ 1 класса Друкаренко С.П., заведующий кафедрой «Холодильной и криогенной техники, систем кондиционирования и жизнеобеспечения» МГТУ им. Н.Э. Баумана д.т.н., профессор Бондаренко В.Л., летчик-космонавт, Герой РФ Полещук

А.Ф., заместитель генерального директора «Международной выставочной компании» – организатора выставки VacuumTechExpo Газарян Р.А.

Летчик-космонавт, Герой Российской Федерации Александр Полещук на церемонии торжественного открытия отметил особое значение выставки для космической отрасли: «Это отличная дискуссионная площадка для специалистов, для экспертов в этой области. Космическая техника является одним из потребителей вакуумной техники. И мы, космонавты, живем как бы в вакууме, но благодаря вашему усилию живем в герметичных объемах. Поэтому у нас к вам особая благодарность».

С борта МКС участников выставки поздравили космонавты Роскосмоса Анатолий Иванишин, Иван Вагнер и Кирилл Песков:

«Уважаемые коллеги! Сердечно поздравляем вас с началом работы 19-й международной выставки вакуумного и криогенного оборудования и 19-й научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология».

2025 год ознаменован тем, что 20 лет назад, в апреле было подписано соглашение между Российским вакуумным обществом и Международной выставочной компанией об организации международной выставки вакуумного оборудования.

Ваша работа в области создания испытательного оборудования для космической техники и определения негерметичности космических аппаратов очень актуальна для нас.

Желаем вам успехов во всех направлениях вашей деятельности, в том числе по созданию вакуумного и криогенного оборудования и подготовке высококвалифицированных кадров».

Научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология»

В рамках деловой программы выставки прошла Международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология», партнером которой выступило Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика С.А. Векшинского. Конференция была посвящена инновационным разработкам и перспективным направлениям развития вакуумного и криогенного оборудования, новейшим достижениям в физике вакуума, в том числе методам обработки поверхностей, созданию перспективных материалов и покрытий.

В качестве спикеров на конференции выступили представители профессиональных ассоциаций, научно-исследовательских институтов, образовательных учреждений и компаний – производителей вакуумного и криогенного оборудования.

В конференции приняли участие 200 слушателей. Более 60 спикеров представили свои доклады в секциях: вакуумные технологии и оборудование; криогенная техника и технологии; новые технологии и формирование тонких пленок. Методика исследования. Технологическое оборудование; нанотехнология и биотехнология.

Особое внимание в этом году было уделено криогенным технологиям – в рамках деловой программы была представлена отдельная тематическая секция по криогенному оборудованию, включающая 16 докладов. В формировании секции приняли участие специалисты МГТУ им. Н.Э. Баумана.

37 молодых участников конференции были награждены дипломами.

Конкурс «Лучший инновационный продукт 2025»

Традиционно в рамках выставки прошел конкурс «Лучший инновационный продукт–2025», по результатам которого экспертным жюри в лице Никулина Н. К., к. т. н., доцента МГТУ им. Н.Э. Баумана; Одинокова В. В., д. т. н., профессора, заместителя генерального директора АО «НИИ точного машиностроения»; Панфилова Ю.В., д. т. н., профессора, заведующего кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана; Нестерова С.Б., д. т. н., профессора, президента Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С. А. Векшинского были определены 17

призеров, чьи инновационные решения были признаны наиболее перспективными и значимыми для развития производства вакуумного и криогенного оборудования.

1. АО «Вакууммаш», г. Казань. Двухроторный вакуумный насос НВД-4400.
2. ООО «ВЛС – Инжиниринг», г. Санкт-Петербург. Камера термовакuumная Space VS – 300.
3. ООО «Дана Инжиниринг», г. Москва. Установка электронно-лучевого напыления оптических покрытий FERMI.
4. ООО «Современное вакуумное оборудование» «Криосистемы», г. Москва. Спиральный вакуумный насос малой производительности DSP3.
5. ООО «НПП «Завод МДУ», г. Новокузнецк, Кузбасс. Установка напорно-вакуумная УНВ на базе ротационного вакуумного насоса серии РВН.
6. ООО «МИЛЛАБ», г. Москва. Система вакуумная техническая CSP 510.
7. ООО «НПО «Вакуумные технологии», г. Москва. Инверсно-магнетронный вакуумметр Сенсор Один (Sensor One).
8. АО «НПП «ЭСТО», г. Москва, Зеленоград. Установка плазмохимического травления ЭСТОХОРС 200S L RIE.
9. ООО «НПФ «Прогресс», г. Санкт-Петербург. Течеискатель гелиевый МС-9.
10. ООО «САВТЕК», г. Москва, Зеленоград. Установка плазменной очистки SAVTECH PS.
11. ООО «ФЕРРИ БАТТ», г. Казань. Установка вакуумного магнетронного напыления БАТТ 1500-2Мд-И-III.
12. ООО «Хайвак», г. Москва. Высоковакуумные откачные посты серии Turbo HV.
13. ООО «Ист-Гласс», Московская область, г. Одинцово. Ионный источник Холла безнитевого нейтрализатора.
14. ООО «ОПТИКОН», г. Новосибирск. Вакуумный датчик с холодным катодом ДВВ – К – 01.
15. ООО «СНТ Продакшн», г. Минск. Вакуумная технологическая установка Stratnanotech Ultra.
16. ООО «НПП «Системы контроля», г. Пермь. Первичные нанометрические преобразователи для вакуумметров Мерадат – ВИТ для измерения абсолютного давления в диапазоне от $1,3 \cdot 10^{-5}$ до $1,0 \cdot 10^5$ Па.
17. ООО «Электровакуумные технологии», г. Москва. Сверхвысоковакуумный манипулятор.
18. Компания «Пинч», г. Москва. Линейка вакуумных вводов движения и вращения, систем позиционирования.

Надеемся, что деловые связи, которые удалось установить на VacuumTechExpo 2025, принесут участникам выставки новые контракты и заказы.

ВакуумТехЭкспо продолжает развиваться, привлекая всё больше внимания профессионального сообщества. В 2026 году выставка пройдет с 21 по 23 апреля на новой площадке – в выставочном центре «Тимирязев Центр».

Выводы

Международная выставка вакуумного и криогенного оборудования является площадкой, которая дает возможность обсуждать ключевые проблемы инженерного дела в России XXI века. Наиболее насущными являются 2 проблемы. Это трансфер технологий в реальный сектор экономики и дефицит инженерных кадров.

Благодарности

Выражаем благодарность Международной выставочной компании за предоставленные материалы об итогах выставки.

Список использованных источников

- [1] Тезисы 19-й Международной научно-технической конференции «*Вакуумная техника, материалы и технология*» под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова. Москва: Электровакуумные технологии, 2025 – 149 с.

Перспективы обеспечения технологического суверенитета России в вакуумном машиностроении

Е Н Капустин, А Е Капустин

АО «Вакууммаш», г. Казань, Российская Федерация

E-mail: kapustinen@vacma.ru

Аннотация. Статья посвящена АО «Вакууммаш», являющимся ведущим предприятием в России по разработке и выпуску вакуумной техники, разработки которого обеспечивают технологический суверенитет России в вакуумном машиностроении. Описаны инновационные направления разработок новой продукции.

Ключевые слова: Вакууммаш, российский производитель, технологический суверенитет

Нам сегодня особенно важно определить дальнейшие пути развития отечественной экономики, и в том числе, важнейшей её составляющей – вакуумного машиностроения. Долгие годы рынок России был заполнен импортным, в первую очередь европейским, американским, японским оборудованием, а АО «Вакууммаш» оставалось практически единственным отечественным производителем вакуумных насосов и арматуры.

Сегодня нам брошен новый вызов – санкционные ограничения. А на рынок хлынуло китайское оборудование. И нам необходимо решить – хотим ли мы, чтобы на российских предприятиях приоритетно использовалась российская техника, в том числе на предприятиях Росатома, Роскосмоса, Ростеха? Или мы под видом импортозамещения будем развивать «китаезамещение» и поставлять китайское оборудование, которое порой не ремонтируется и не обслуживается?

Сегодня появляются новые российские производители, и необходимо объединить усилия, чтобы обеспечить действительный технологический суверенитет России. АО «Вакууммаш» готово взять на себя эти функции и объединить российские компании, работающие в сфере вакуумной техники, для достижения общей цели – достижения технологического суверенитета России в вакуумном машиностроении

Все хорошо знают - АО «Вакууммаш» был и остаётся флагманом российского вакуумного машиностроения. Инвестирует в новое производство, в кадровый потенциал. Разрабатывает и осваивает производство инновационных вакуумных насосов, без которых невозможно развитие многих отраслей промышленности. В нашем портфеле сегодня самые лучшие в мире диффузионные вакуумные насосы, которые мы долгие годы разрабатывали и поставляли компании Leybold GmbH, спиральные вакуумные насосы, насосы Рутса большой и малой производительности, винтовые вакуумные насосы, водокольцевые и пластинчато-роторные насосы, вакуумная арматура, т.е. большинство необходимого вакуумного оборудования. Однако для того, чтобы сохранять лидерские позиции нельзя стоять на месте. Необходимо разрабатывать новые виды оборудования, востребованные заказчиками. Тем более, что опыт последних лет доказал необходимость разработки и освоения производства всех необходимых средств откачки в России.

Так что такое технологический суверенитет? И что нужно для того, чтобы его достичь?

Понятие «технологического суверенитета» дано в **«Концепции технологического развития на период до 2030 года»**, утвержденной Распоряжением Правительства РФ от 20 мая 2023 № 1315-Р и получило дальнейшее развитие в Федеральном законе от 28.12.2024 № 523-

ФЗ **«О технологической политике»**. Более того, в Федеральном законе говорится уже о технологическом лидерстве Российской Федерации!

Технологический суверенитет – это наличие в стране (под национальным контролем) **критических и сквозных технологий** собственных линий разработки и условий производства продукции на их основе, обеспечивающих устойчивую возможность государства и общества достигать собственные национальные цели развития и реализовывать национальные интересы.

Технологический суверенитет обеспечивается в 2 основных формах:

1. *Исследования, разработка и внедрение критических и сквозных технологий*
2. *Производство высокотехнологичной продукции, основанное на указанных технологиях.*

Так какими технологиями и производством какой продукции обеспечивается технологический суверенитет в вакуумном машиностроении?

Так сложилось, что исторически Вакууммаш производил вакуумные насосы, которые работают с использованием вакуумного масла. В 60-е -70-е годы прошлого века просто не было других технологий. Это очень хорошие и надёжные насосы, но сегодня наука и промышленность предъявляют новые требования к вакууму – он должен быть без углеводородов. Поэтому расширение номенклатуры безмасляных средств откачки является важнейшим условием сохранения лидирующих позиций «Вакууммаша».

Так как именно, возможность разрабатывать и производить безмасляные вакуумные насосы является, по нашему мнению, ключевым показателем технологического суверенитета России [3].

Таким образом, технологический суверенитет России в вакуумном машиностроении обеспечивается возможностью разрабатывать и производить безмасляные (сухие) средства откачки, в первую очередь:

- спиральные вакуумные насосы;
- турбомолекулярные вакуумные насосы;
- винтовые вакуумные насосы;
- двухроторные вакуумные насосы (насосы Рутса);
- криогенные вакуумные насосы.

Как мы помним, технологический суверенитет складывается из двух базовых составляющих – возможность разрабатывать и возможность производить.

И здесь необходимо особо подчеркнуть, что разработка и постановка на производство такой инновационной высокотехнологичной вакуумной техники невозможна без науки, без подготовленных инженерных кадров. Поэтому казанский тандем Вакууммаш-КНИТУ (КХТИ) играет особую роль.

После создания в 1959 году завода по производству вакуумной техники в Казани стало очевидно, что создания одного лишь производства недостаточно для начала выпуска нового оборудования. Нужны новые знания, новые разработки, а значит и новые кадры. И здесь надо отметить комплексный подход советского правительства к решению сложнейших задач.

Поэтому почти одновременно с заводом было создано Специальное конструкторское бюро (СКБ) по вакуумному оборудованию, которое много раз реформировалось, развивалось вместе с заводом и все советские годы оставалось ведущим отраслевым институтом, разрабатывающим вакуумную технику для всех отраслей промышленности. Позднее СКБ (затем ЦКБ ВТ, СКБ «Электрофизприбор», НИИ Вакууммаш) вошло в состав Вакууммаша и стало ядром конструкторской службы завода.

А чуть позже принимается решение о начале подготовки на Механическом факультете Казанского химико-технологического института (сегодня это Казанский национальный исследовательский технологический университет) специалистов по вакуумной технике, первый выпуск которых состоялся в 1981 году. А уже в июне 1985 г. в соответствии с приказом Минвуза РСФСР курс "Вакуумная техника" выделен в самостоятельную кафедру "Вакуумная техника

электрофизических установок (ВТЭУ)". Кафедра стала кузницей кадров не только для Вакууммаша, но и для других предприятий вакуумного машиностроения России, ближнего и дальнего зарубежья.

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

Необходимо подчеркнуть, что в последнее десятилетие взаимодействие АО «Вакууммаш» и КНИТУ-КХТИ вышло на совершенно иной уровень. Это не только подготовка новых инженерных кадров, но и подготовке кадров высшей квалификации и защита диссертаций, это и курсы по вакуумной технике для рабочих и специалистов завода, и что самое главное, реализация совместных проектов по разработке новых типов вакуумных насосов, в том числе никогда не производившихся в России.

Государство тратит сегодня очень много сил для того, чтобы «подружить» вузовскую науку и промышленные предприятия для того, чтобы ВУЗы готовили именно тех специалистов, которые нужны на рынке. Запускает проекты по созданию ПИШей (Передовых инженерных школ). Однако такая совместная работа возможна там, где есть команды единомышленников, способные работать «плечом к плечу», а не только осваивать выделенные государством деньги.

В КНИТУ такой командой для Вакууммаша является группа инженеров и преподавателей под руководством профессора, доктора технических наук, директора Института химического и нефтяного и машиностроения Бурмистрова А.В. А начался этот новый этап тесного сотрудничества в 2013 году, когда АО «Вакууммаш» совместно с КНИТУ при поддержке Министерства образования и науки РФ начали проект по разработке и созданию производства первого в России безмасляного спирального вакуумного насоса [1, 2]. В результате реализации данного проекта был создан типоразмерный ряд вакуумных спиральных насосов (НВСп) производительностью 4, 12, 35 и 60 м³/час и организовано высокотехнологичное серийное производство безмасляных спиральных вакуумных насосов.

Продолжением работы по сухим вакуумным насосам стал самый амбициозный проект, вернее сразу три проекта, реализацию которых мы начали в 2018 году для космодрома «Восточный» – это разработка принципиально новых для нас средств откачки – больших механических бустерных насосов (насосов Рутса) НВД - 2000, разработка винтовых вакуумных насосов НВВ-630 и разработка турбомолекулярных вакуумных насосов на магнитном подвесе НВТ-400. Вакууммаш в кратчайшие сроки разработал и изготовил все необходимое оборудование. Но самое главное, что в рамках выполнения ОКР для космодрома «Восточный» мы получили важнейшие компетенции по безмасляным средствам откачки, в том числе по турбомолекулярным насосам, причём на магнитном подвесе.

В настоящее время мы продолжаем разработки всех трёх типов насосов [4, 5].

Серийно выпускаются насосы Рутса НВД-200, НВД-600 и НВД-2500 с быстротой действия 200, 600, 2500 куб.м/час. Разработаны, изготовлены и проходят испытания опытных образцов насосов НВД-4400 и НВД-7000 с быстротой действия 4400 и 7000 куб.м/час (рисунок 1) [6].



Рисунок 1. 3D-модели насосов НВД-2500, НВД-4400, НВД-7000.

Серийно выпускается винтовой вакуумный насос НВВ-650 с быстротой действия 650 куб.м/час, агрегаты на базе винтовых насосов суммарной производительностью 1200 куб.м/час (рисунок 2). Разрабатывается насос НВВ-300 [7].



Рисунок 2. Агрегат НВВ-1200 на выставке Вакуумтехэкспо-2024.

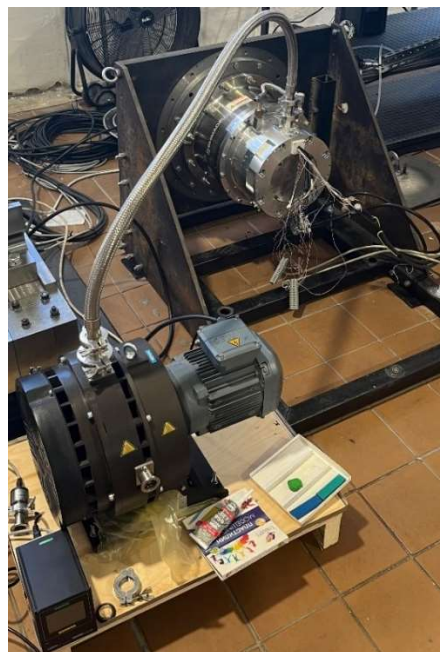


Рисунок 3. 3D-модель турбомолекулярного насоса НВТ-3200. Насос НВТ-3200 на испытательном стенде.

Разработан, изготовлен и проходит испытания опытный образец турбомолекулярного вакуумного насоса НВТ-3200 с быстротой действия 3200 л/с (Рис.3).

В 2023 году поставлена задача начать разработку и освоение криогенных вакуумных насосов.

Одной из важнейшей задач на ближайшие годы будет задача по разработке базовых насосов для микроэлектроники. В этой области к вакуумным насосам, в связи с особенностями технологического процесса, предъявляются дополнительные требования – насосы должны быть в химически стойком исполнении.

План по Новой технике на ближайшие годы включает десятки новых насосов, расширение линеек выпускаемых насосов по производительности и областям применения [8,9].

Необходимо отметить, что изготовление безмасляных механических вакуумных насосов очень непростая в технологическом смысле задача. Высочайшие требования по точности изготовления основных узлов, контролю качества, точности сборки являются основой для производства этих насосов. Вакууммаш смог решить эти задачи. Ведь Вакууммаш сегодня – это суперсовременное высокотехнологичное предприятие.

Таким образом, на Вакууммаше реализована и вторая базовая составляющая технологического суверенитета – это возможность производить высокотехнологичные безмасляные вакуумные насосы. И это гарантия обеспечения технологического суверенитета России в вакуумном машиностроении.

Таким образом, подводя итоги, следует ещё раз подчеркнуть, что в Казани благодаря тесному сотрудничеству промышленного предприятия и университета создана инновационно-ориентированная система непрерывного высшего образования в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии, что позволяет разрабатывать действительно уникальные продукты. А наличие такого современного предприятия как Вакууммаш, позволяет эти уникальные современные продукты производить и поставлять на российский рынок.

Поэтому мы уверенно говорим, что «Вакууммаш» - лидер российского вакуумного машиностроения, КНИТУ – лидер в подготовке специалистов вакуумщиков, а Казань – ВАКУУМНАЯ СТОЛИЦА РОССИИ.

Список использованных источников

- [1] Капустин, Е.Н. Создание высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов в России / Е.Н. Капустин, А.Е. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вестник Казанского технологического университета. – 2014, Т.17. - № 19 - С. 280 -283
- [2] Капустин, Е.Н. Этапы разработки типоразмерного ряда отечественных безмасляных спиральных вакуумных насосов/ Е.Н. Капустин, А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев // Вакуумная техника и технология. –2015. – Т. 25, № 2. - С. 176-180.
- [3] Бурмистров, А.В. Некоторые аспекты выбора безмасляных насосов среднего вакуума / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.А. Райков // Вестник Казанского технологического университета. - 2013, Т.16. – № 10. - С.220-223.
- [4] Бурмистров, А. В. Разработка нового типоразмерного ряда ДВН типа Рутс / А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, Е.Н. Капустин, А.А. Исаев // Наноиндустрия. - Наноиндустрия. Спецвыпуск (2s, том 13). – 2020. – С. 54-61.
- [5] Патент № 2730769 Российская федерация, МПК F04C 25/02 (2020.02); F04C 18/126 (2020.02). Двухроторная машина: №2020107745: заявл. 19.02.2020: опубл. 25.08.2020 / Исаев А.А., Саликеев С.И., Бурмистров А.В., Райков А.А., Бронштейн М.Д., Капустин Е.Н.; заявитель и патентообладатель АО «Вакууммаш» Бюл. № 24 – 10 с. : ил. - Текст: непосредственный.
- [6] АО "ВАКУУММАШ". Официальный сайт VACMA. URL: <https://vacma.ru/>. Режим доступа: свободный (дата обращения: 26.02.2025).
- [7] Ласкин, А.А. Экспериментальное исследование откачных характеристик винтового вакуумного насоса / Ласкин А.А., Капустин Е.Н., Райков А.А., Бурмистров А.В. // Вакуумная техника и технологии - 2024. Материалы 31-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 2024. С. 118-122.

- [8] Бурмистров, А. В. Новые совместные разработки средств получения «сухого» вакуума АО «Вакууммаш» и КНИТУ / А. В. Бурмистров, Е. Н. Капустин // Материалы VI Всероссийской студенческой научно-технической конференции «Интенсификация тепло-массообменных процессов, промышленная безопасность и экология», Казань, 2022. – С.28-32.
- [9] Капустин А. Е. Разработка и экспериментальное исследование ДВН типа Рутс с трехлепестковым профилем роторов / Капустин А. Е., Бурмистров А.В. // Материалы XI Российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология», Казань, 2023. – С.87-88.

Вакуумная техника и технологии - часть Национального технологического суверенитета или Частная инициативная самоотверженность?

Я О Желонкин

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Казань, А.Куtua 159

Email: zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

Мировые события, свидетелями которых мы являемся в период с 2020 г по настоящее время, наглядно иллюстрируют, насколько рискованным для национальных технологических интересов является тезис «купим зарубежом». Глобализация производственных цепочек – прекрасная стратегия уменьшения себестоимости продукции и расширения географии сбыта в условиях внешнеполитического «штиля», но позволю себе метафоричное сравнение: как известно по творчеству И.К. Айвазовского - море не всегда пребывает в статичном состоянии.

Следовательно, необходимо создавать собственные технологии и продукты. Но возникает вопрос: как сделать конкурентоспособный продукт в условиях, когда зарубежные аналоги доступнее, дешевле и зачастую качественнее, особенно если речь идет о создании и «обкатке» продукта на относительно небольшом рынке РФ?

Настоящая статья является авторским взглядом на вопрос «Национального технологического суверенитета», с акцентом на отрасль Вакуумной техники и технологий (ВТТ) и отступлениями о том, как Группа компаний «ФЕРРИ ВАТТ» видит свое развитие в эпоху «цифровой революции», которая несется на «сверхзвуковых» скоростях в условиях внешнеполитической турбулентности.

Технологические мировые тренды

Современные темпы развития техники и технологий неуклонно движутся вперед. Основным драйвером роста многих компаний стали цифровые продукты и решения, которые способны масштабироваться глобально без значительных логистических и производственных затрат, напрямую достигая потребителя. Также цифровые решения активно завоёвывают и классические отрасли экономики, помогая оптимизировать и автоматизировать процессы. Активное развитие Искусственного интеллекта открывает возможности акселерации эффективности в широкой палитре процессов – от научных разработок до принятия решений в производственных и бизнес-задачах.

Какие инновации ожидает человечество [1] и что, технологически, способствует их развитию?

- Транспорт – развитие эффективности электропривода и накопителей энергии, водородный двигатель (топливный элемент), вакуумный поезд, беспилотная авиация, повышение эффективности узлов и агрегатов за счет использования новых материалов и покрытий, облегчение конструкций за счет внедрения композитных материалов;
- Энергетика – совершенствование и новые атомные электростанции, многообещающий термоядерный синтез, сверхпроводимость, возобновляемая энергетика (ВЭС, СЭС);
- Промышленность – роботизация, цифровизация и автоматизация процессов (Индустрия 4.0), аддитивные технологии, новые материалы, развитие новых логистических маршрутов, включая Арктику;
- Образ жизни человека – сенсоры контроля физиологического и эмоционального состояния, смарт-текстиль, предиктивность принятия решения в различных задачах (покупки,

управление временем, планирование и др.), здоровое питание, экологичная среда обитания, носимые накопители энергии и повышение производительности вычислительной техники (микро- и квантовая электроника);

- Космонавтика – спутниковая связь и интернет, космический туризм, колонизация и индустриализация Луны, полет на Марс.

В основе вышеперечисленных технологических трендов лежит множество производственных технологий, однако в каждом из них присутствуют, в том или ином объеме, технологические процессы, протекающие в вакууме: электроника (микро или квантовая) – это циклическая последовательность вакуумных процессов напыления, литографии и травления; супер конденсаторы – дисперсные или пленочные материалы с напыленными в вакууме покрытиями с высокой электрической емкостью; композиты – подготовка смолы и пропитка высокотехнологичных изделий производится в вакуумных камерах с управляемым нагревом; увеличение эффективности в узлах трения и металлорежущего инструмента – нанесение специальных покрытий в вакууме; материалы, создаваемые в вакууме более плотные и чистые от негативных примесей; продукты, прошедшие вакуумную лиофилизацию могут храниться (опять же в вакуумной упаковке) бесконечно длительное время без потери полезных и вкусовых характеристик. Список можно продолжать долго.

Таким образом, вакуумная техника и технологии как отрасль является столь же фундаментальной для производства различных продуктов – и это не просто «лоббирование собственных компетенций», а объективная, легко подтверждаемая [2], оценка.

В настоящее время ГК «ФЕРРИ ВАТТ» сосредоточена на развитии следующих стратегических направлениях:

- Технологии поверхностного **упрочнения деталей машин и инструмента** – оборудование, технология и центры по напылению. Реализовано более 20 проектов для различных задач;

- Технологические решения для **наземной и космической ядерной** энергетики. Реализовано более 25 уникальных единиц вакуумного технологического оборудования для производства и испытания изделий;

- Производство **гибкой электроники** по собственной технологии и на своем оборудовании (сенсоры IoT, SMART-Текстиль);

- Серийное производство оборудования для формования **композитов**. Реализованы проекты вакуумной инфузии «черного крыла» МС-21, деталей серии двигателей гражданской авиации нового поколения ПД8/ПД-14/ПД35;

- Вакуумные решения для **аддитивного** производства. Реализованы проекты 3D принтеров электронно-лучевой наплавки и спекания порошков в вакууме;

- Производство **сублимированных** продуктов питания по собственной уникальной технологии;

- Запуск в Иннополисе (Республика Татарстан) **первого в РФ современного** (цифровая автоматизация процессов) **производства вакуумного оборудования** «4-го поколения», в т.ч. UHV-класса для средств производства микроэлектроники, с замкнутым производственным циклом «сырье-эксплуатация»;

- Использование **ИИ в процессах разработки новых материалов и тонкопленочных покрытий**. В стадии подготовки к реализации проект синтеза новых сплавов с использованием ИИ – **проект представлен Президенту РФ Путину В.В.** в рамках Форума будущих технологий 2025.

Кто же воплощает технологические тренды?

Исследователи многих стран отмечают статус Быстрорастущих компаний (БРК) как основного локомотива развития экономик мира. Под термином БРК понимаются компании со среднегодовым приростом выручки более 20% в течение 3-х лет. Среди БРК также выделяют сегмент «Техногазели» - БРК, деятельность которых связана с высокотехнологичными

секторами экономики. «Составляя менее 10% общей популяции фирм, БРК обеспечивают больше половины прироста ВВП и занятости. Причем если исключить вклад газелей, то в большинстве стран изменение занятости вообще окажется отрицательным» [3]. Рост БРК в большинстве определяется повышением производительности труда, а не экстенсивным расширением. Компании БРК, а в особенности, «техногазели» требуют существенных инвестиций для кратного масштабирования из малых компаний в региональных или международных гигантов. Так, 54 государства реализуют программы поддержки, отмечая, что именно БРК, а в особенности, «техногазели» являются драйвером роста экономик в современной действительности. Зарубежные программы поддержки носят индивидуальный характер и направлены не на отдельные проекты, а на индивидуальное сопровождение компаний до глобальных «чемпионов» [4]. Для оценки доли БРК, прямо или косвенно связанных с Вакуумной техникой и технологиями попытаемся проанализировать «вершину айсберга» мировых гигантов:

В таблице представлены ТОП-10 компаний по рыночной капитализации в мире по данным сервиса CompaniesMarketcap [5] на февраль 2025 года:

#	Наименование	Рыночная капитализация	Деятельность	Роль ВТТ в деятельности компании
1	Apple	\$3.548 трлн	Разработка ПК, гаджетов, ПО	Вакуумные технологии производства микроэлектроники (МЭ)
2	Microsoft	\$3.085 трлн	Разработка ПО	Деятельность компании определяется уровнем развития МЭ/ВТТ
3	NVIDIA	\$2.940 трлн	Разработка GPU, чипов, серверов.	Вакуумные технологии производства МЭ
4	Alphabet (Google)	\$2.504 трлн	Разработка ПО	Деятельность компании определяется уровнем развития МЭ/ВТТ
5	Amazon	\$2.499 трлн	Коммерция и облачные вычисления	Рост компании обязан облачным ИТ решениям, которые аппаратно завязаны на МЭ/ВТТ
6	Saudi Aramco	\$1.794 трлн	Нефтяная добыча	Низкая роль ВТТ в показателях компании. ВТТ позволяют увеличить ресурс узлов и агрегатов (защита от коррозии, износа)
7	Meta Platforms*	\$1.746 трлн	Разработка ПО	Деятельность компании определяется уровнем развития МЭ/ВТТ

8	Tesla	\$1.301 трлн	Электромобили, накопители энергии, робототехника.	Высокая доля ВТТ при производстве батарей [6], износостойкие покрытия в узлах трения. Рост компании определяется уровнем автоматизации/МЭ/ВТТ
9	TSMC	\$1.085 трлн	Производство МЭ	Вакуумные технологии производства МЭ
10	Broadcom	\$1.037 трлн	Разработка МЭ	Вакуумные технологии производства МЭ

* компания запрещена в РФ и признана экстремистской

Таким образом, вакуумные технологии являются неотъемлемой частью успеха мировых технологических гигантов, которые выросли из стартапов, обеспечивая создание инновационных продуктов и решений. Без вакуумных технологий многие современные достижения, такие как миниатюризация электроники, развитие электромобилей или освоение космоса, были бы невозможны. Это подчеркивает их фундаментальную роль в технологическом прогрессе и конкурентоспособности компаний.

БРК в РФ

В РФ к высокотехнологичным БРК «техногазелям» относятся только 13% БРК (порядка 5000 компаний) с совокупной выручкой за 2023 г. 3,3 трлн. руб. [4], тогда как выручка одного из мировых лидеров в области ВТТ, производителя микроэлектроники Taiwan Semiconductor Manufacturing Company Ltd. по данным сервиса tradingview.com за 2024 год составляет 87,9 B\$ (7,79 трлн. руб. по курсу 02.03.2025).

Рассмотрим другую категорию БРК в РФ – компании имеющих статус «Национальных чемпионов», количество которых на начало 2024 года составляет 124 компании. По расчетам Ассоциации «Национальных чемпионов», совокупная выручка компаний-участниц проекта в 2023 г. достигла почти 700 млрд руб., а рост выручки в 2024 г. по сравнению с 2023 г. составил 35%. По открытым источникам [7], установлено, что из представленных компаний – 3 компании имеют прямое или косвенное отношение к ВТТ в качестве разработчиков или эксплуатантов, что составляет 2,4% от общего числа участников. Если предположить о равномерном распределении выручки между участниками, тогда на направление ВТТ выручка составит 16,8 млрд руб.

Рост производительности труда у Российских БРК составляет 25% ежегодно, среднее значение выручки на 1 сотрудника в 2023 году среди БРК составило 10,8 млн. руб. В России в период с 2020 по 2023 гг. БРК внесли основной вклад в экономический рост ВВП, обеспечив 75% прироста выручки страны [4].

Рост выручки в ГК «ФЕРРИ ВАТТ» за период 2021-2024 гг. составил 351% со среднегодовым темпом прироста 65%. Рост производительности труда за указанный период составил 182%, со среднегодовым темпом прироста 44%. Среднее значение выручки на сотрудника в 2024 г. составило 9,75 млн. руб.

Во время заседания Совета по стратегическому развитию и национальным проектам 18.07.2022 г. Президентом России В.В. Путиным было указано на важное значение БРК для технологического и социально экономического развития страны: «Если совсем недавно от развития этого сектора экономики зависело эффективное, в нужном нам темпе развитие экономики и страны в целом, то сейчас от этого зависит просто выживаемость экономики. Это один из ключевых вопросов». Указом Президента РФ «О национальных целях развития

Российской Федерации на период до 2030 года и на перспективу до 2036 года» от 7 мая 2024 года п.7. Целевые показатели по цели «Технологическое лидерство» установлена цель увеличить к 2030 году выручку малых технологических компаний не менее чем в семь раз по сравнению с уровнем 2023 года (обеспечивается при среднегодовом темпе роста выручки 38%).

Есть ли потенциал?

Анализ текущих лидеров мировой экономики и технологических прогнозов подчеркивает значимость ВТТ как стратегической отрасли высоких технологий. При этом малый рынок ВТТ в РФ (десятки млрд. руб.) формирует мега-рынки (триллионы рублей) внутреннего потребления высокотехнологичной продукции. Вакуумная техника, как отрасль, является стратегической для обеспечения национального технологического суверенитета страны в различных направлениях – транспорте, энергетике, оборонной способности, уровне цифрового развития. При этом Вакуумная техника, как отрасль, на сегодняшний день не имеет национальной программы развития.

Российская научная и производственная среда отрасли ВТТ имеет все предпосылки для успешного преодоления существующих конкурентных и технологических отставаний с другим странами при правильной и своевременной политике в отрасли, позволяющей преодолеть следующие барьеры:

- Конкуренция за технические характеристики. «Не боги горшки обжигают» - детальный анализ импортной техники показывает, что не все предлагаемые решения являются уникальными и единственно верными. За частую, зарубежные компании, имея доступ к глобальным рынкам сбыта (США/Европа) или большие внутренние рынки (Китай) обеспечивают рост продаж товаров за счет маркетинга, а не технического превосходства, что бессознательно усыпляет фокус на улучшении продукта.
- Конкуренция за кооперации. Для более эффективной синергии потенциала ВТТ и других отраслей необходимо создание отраслевой электронной платформы (профессиональной соц. сети) с функционалом аналитики, каталогизации предприятий и выявления производственного потенциала, статистики объемов экспорта/импорта, повышения коммуникативной доступности между наукой (фундаментальной и прикладной) и производителями оборудования, выявления научных задач у бизнеса, повышения скорости подбора исполнителей, увеличения степени информированности о проводимых отраслевых мероприятиях, мерах государственной поддержки.
- «Догонять или перегонять». Возращение компаний с целью вывода на рынок РФ высокотехнологичной продукции требует больших инвестиций, окупаемость которых на внутреннем рынке РФ, в виду малого объема рынка, маловероятна, поэтому целеполаганием эффективного построения бизнесов в области ВТТ должно быть создание экспортноориентированной конкурентной продукции. Необходимость формирования всесторонней поддержки и адресного сопровождения компаний по индивидуальной программе роста БРК, основываясь на международном опыте [4].
- Конкуренция за качество. Отставание системное и требует инвестиций и ментальной перепрошивки производителей. Причины – недостаточность производственных мощностей, площадей, оборудования, автоматизации процессов, подходов к кооперации, культуре производства. Текущий уровень производств в РФ требует значительных изменений.
- Конкуренция за финансы. Высокие ставки ЦБ ограничивают привлечение долгосрочных инвестиций для кратного роста. Получение авансов от Заказчиков также обременены обязательством в получении банковских гарантий, лимиты на которые привязываются к объемам выручки предыдущих периодов – что также ограничивает финансовые ресурсы для кратного роста. Финансирование на специальные счета (казначейство, счета ГОЗ) требует механизмов замещающего льготного кредитования, для повышения финансовой гибкости и ликвидности средств. Пересмотр политики в области авансовых

обязательств по оплате налога на прибыль, что понижает показатель ликвидности для компаний с длительным циклом производства, характерным для ВТТ.

- Конкуренция с импортом. Отсутствие одинаковых условий реализации отечественной продукции относительно зарубежных аналогов. «Лазейка» в виде возможности получения целевых средств напрямую на зарубежные счета в коммерческих банках минуя казначейское сопровождение и спецсчета ГОЗ повышает конкурентную способность поставщиков зарубежного оборудования относительно российских производителей.

Выбор правильного и разумного пути – есть задача Государственной политики в области формирования стратегических целей и инструментов технологического развития, а задача производителей – быть верным своему делу и отстаивать свои интересы и стратегические интересы страны.

Заключение

Успех технологического лидерства в различных сферах может быть достигнут за счет **правильного баланса** между формированием Государством **стратегических целей технологического развития** со ставками на ключевых отраслях, разработкой политики поддержки с четкими показателями на продукт и плановый внутренний сбыт с последующей поддержкой экспорта, а также за счет **частной инициативной самоотверженности** исполнителей, движимых предпринимательским духом, и опирающейся на **государственные меры**, которые обеспечивают **достижимость результатов** даже в условиях ограниченного внутреннего рынка. Неправильно сбалансировав эту систему, можно пропустить очередную технологическую волну и потерять преимущества встречать новые волны. Настоящие внешнеполитические события тормозят развитие существующих лидеров, вынуждают регионализировать производственные цепочки, что открывает уникальное «окно возможностей» обнулить существующий гандикап (преимущество) индустриальных стран, чтобы «догнать и перегнать». Анализ существующей структуры мировой экономики и прогнозов развития человечества показывает, что в это «окно» идти **без ставки на Вакуумную технику и технологии**, как фундаментальную производственную отрасль нового быта [8] – означает снова остаться на обочине прогресса и пропустить следующую «волну» инноваций.

Список использованных источников

- [1] «Горизонт 2040. Технологии» Глобальные технологические тренды 2022–2040 годов. Сценарная прогнозная оценка к 2040 году по ключевым направлениям развития технологий. <https://asi.ru/>
- [2] Lars Montelius. Vacuum, the enabling technology / Interview / 2018 Physics World Focus on Instruments and Vacuum, IOP Publishing, August 2018, p. 25-27. <https://physicsworld.com/p/magazine/archive/instruments-vacuum-2018/>
- [3] ArtiG. G., Medvedev D., Olafsen E. High Growth Firms: Facts, Fiction, and Policy Options for Emerging Economies. World Bank; 2019.
- [4] Быстрорастущие компании: вклад в рост экономики и устойчивость к кризисам. Российский и международный опыт / Д. С. Медовников, С. Д. Розмирович, Т. К. Оганесян, Е. А. Прохин, Н. А. Поташев, С. А. Мазурова, А. К. Степанов; под общ. ред. Д. С. Медовникова ; Нац. исслед. ун-т «Высшая школа экономики». — М.: Изд. дом Высшей школы экономики, 2024. — 130, [2] с. — (Аналитические доклады Высшей школы бизнеса ВШЭ ; вып. 8). — 500 экз. — ISBN 978-5-7598-4102-9 (в обл.). — ISBN 978-5-7598-4073-2 (e-book).
- [5] <https://companiesmarketcap.com/>
- [6] Salman Zafar. Vacuum Technology is driving electric mobility, 20.02.2025, Bioenergy consult: <https://www.bioenergyconsult.com/vacuum-technology-drives-e-mobility/>
- [7] <https://www.natchamp.org/about/members/>

- [8] Я.О. Желонкин. «Послезавтра» вакуумных технологий / Вакуумная техника и технологии - 2023. Труды 30-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 20-22 июня 2023 г./ под ред. Тетерука Р.А., Анцуковой А.И, Шарифуллиной К.Р. – СПб.:Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2023. - С. 30-33.

Подготовка кадров для вакуумного машиностроения

А В Бурмистров¹, Е Н Капустин²

¹ ФГБОУ ВО «Казанский Национальный Исследовательский Технологический Университет, Казань, Россия

² АО «Вакууммаш», Казань, Россия

E-mail: burm@kstu.ru

Аннотация. Представлена история создания вакуумного кластера в Казани. Особое внимание уделено развитию взаимосвязи ВУЗ – завод. Рассмотрены некоторые результаты такого взаимодействия и перспективы создания новых конструкций вакуумных насосов и агрегатов.

Ключевые слова: вакуумная техника, специализированная лаборатория, подготовка кадров

Введение

История развития новой для Советского Союза отрасли - вакуумного машиностроения в Казани берет свое начало с Постановления ЦК КПСС и Совета Министров Союза ССР № 656-295 от 16.06.1959 года, согласно которому Казанский завод сельхозмашиностроения был перепрофилирован на выпуск вакуумного оборудования для нужд народного хозяйства, и, в связи с изменением профиля выпускаемой продукции, Постановлением Совета Народного хозяйства Татарского экономического административного района №335 от 29 августа 1959 года, переименован в Казанский механический завод Первого Управления машиностроения Татсовнархоза.

Уже через год распоряжениями Совета Министров РСФСР №290-р от 23.01.1961 года и Татсовнархоза от 28.02.1961 года на базе СКБ Казанского механического завода было организовано самостоятельное Центральное Конструкторское Бюро Вакуумной Техники (ЦКБ ВТ) с подчинением Производственно-техническому Управлению Татсовнархоза (Приказ ЦКБ ВТ по личному составу №ба от 13.03.1961 года). Уже тогда руководство страны осознавало, что без налаживания выпуска вакуумной техники практически невозможно развитие стратегических отраслей народного хозяйства – атомной и оборонной промышленности, космоса, авиации, металлургии... Поэтому в эти послевоенные годы, одновременно с развитием атомной промышленности и незадолго до первого полета человека в космос, была поставлена сложнейшая задача – разработать и освоить выпуск самой широкой номенклатуры средств откачки, включая сверхвысоковакуумные насосы, вакуумной арматуры и вакуумных установок. Решение данной задачи было возможно только при наличии высококвалифицированных кадров, специализирующихся именно на вакуумной технике.

Создание профильной кафедры

Несмотря на наличие большого количества технических вузов в Советском Союзе, в том числе и в Казани, их выпускники не удовлетворяли требованиям в области расчетов и конструирования вакуумной техники, поскольку они не были знакомы со спецификой механизмов, работающих в условиях вакуума. Приступая к работе, молодые специалисты были вынуждены самостоятельно изучать вакуумную технику практически с азов, а это отражалось на сроках и качестве разрабатываемой продукции.

Предвидя, что выпускники, специализирующиеся в вакуумной технике, будут востребованы не только на заводах Казани, но и на других предприятиях страны, где осваивались в то время

перспективные вакуумные технологии, было принято решение организовать в одном из казанских вузов подготовку специалистов по этому направлению. Выбор пал на кафедру теоретических основ теплотехники Казанского химико-технологического института (ныне - Казанского национального исследовательского технологического университета). Возглавляющему в те годы кафедру профессору А.Г. Усманову удалось собрать коллектив единомышленников, объединивший ученых и производителей. Руководить спецкурсом «Вакуумная техника» был назначен доцент Панфилович К.Б. (впоследствии - профессор), была разработана документация для открытия в КХТИ новой специальности 0632 «Вакуумная техника электрофизических установок», разработан учебный план, который включал набор дисциплин, необходимых инженеру для работы в области вакуумной техники: физические основы вакуумной техники, вакуумные измерения и испытания вакуумного оборудования, конструкции насосов и запорной арматуры, вакуум-технологические процессы и вакуумные установки, расчет и конструирование оборудования, расчеты вакуумных систем.

Первый набор на эту специальность был осуществлен в 1975 году. Это было время формирования преподавательского коллектива, наполнения дисциплин содержанием, оттачивания тематик и содержания курсовых и дипломных проектов, подготовки учебно-методической документации. Именно тогда с «Вакууммаша» на кафедру пришли практики, ставшие прекрасными высококвалифицированными преподавателями. Старшему поколению хорошо знакомы фамилии сотрудников «Вакууммаша», которые начали работать над подготовкой молодых специалистов и сразу завоевали любовь и уважение студентов. Достаточно назвать Ф.Д. Путиловского, Л.А. Беляева, М.Ш. Галимарданова, Р.Р. Зиганшина.

С самого начала взаимодействия ВУЗа и завода, АО «Вакууммаш», являвшийся основным потребителем молодых инженеров, оказывал содействие в оснащении лабораторий кафедры, один день в неделю студенты обучались непосредственно на территории АО «Вакууммаш», выполняли лабораторные работы на стендах и установках, задействованных в выполнении проектов, связанным с новейшими разработками предприятия. Руководство курсовыми и дипломными проектами, поручалось ведущим специалистам НИИВакууммаш, а сами темы чаще всего брались из практической деятельности объединения.

В 1985 году спецкурс «Вакуумная техника» отделился от кафедры ТОТ, и была открыта самостоятельная кафедра «Вакуумная техника электрофизических установок» (ВТЭУ), которую возглавил декан механического факультета, профессор Г.Х. Мухамедзянов. Для организации обучения непосредственно на предприятии был создан филиал кафедры. Защиты дипломных проектов проводились на территории НИИВакууммаш, что придавало особую значимость и торжественность. За короткий срок выпускники кафедры начали свою деятельность на различных предприятиях Советского Союза, от космодрома Байконур до предприятий Загорска и Сарова.

АО «Вакууммаш» и здесь оказало помощь в оснащении лабораторий и, во многом благодаря этому, на кафедре ВТЭУ было сформировано восемь специализированных лабораторий. Хочется особо отметить, что, не смотря, на сложнейшие перестроечные годы, Н.Ф. Капустин, директор АО «Вакууммаш» в это время, передал КНИТУ промышленную установку УВН-4ЭД. Благодаря этому на кафедре ВТЭУ появилась полноценная лаборатория вакуумного напыления, укомплектованная магнетронной, резистивной и дуговой установками.

Таким образом, уже в 80-х годах XX столетия в Казани сформировался крупный центр вакуумного машиностроения Российской Федерации [1]. Стоит отметить, что в то время в Москве успешно функционировал еще один центр вакуумной техники - НИИ вакуумной техники им. С.А. Векшинского, который, к сожалению, за годы перестройки перестал существовать.

Начиная с 2013 года сотрудничество КНИТУ и АО «Вакууммаш» вышло на качественно новый уровень. Именно в этом году началась реализация проекта «Создание высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов для индустрии наносистем и наноматериалов», выполнявшегося согласно постановления

Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 года N218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства». В результате реализации данного проекта впервые в России был создан типоразмерный ряд вакуумных спиральных насосов (НВСп) производительностью 4, 12, 35 и 60 м³/час (рис.1) и организовано высокотехнологичное серийное производство безмасляных спиральных вакуумных насосов [2, 3].



Рисунок 1. Типоразмерный ряд спиральных вакуумных насосов НВСп.

Совсем недавно этот ряд был дополнен насосом НВСп -20, а в настоящее время ведется работа проектированию «герметичного» спирального насоса, необходимого в первую очередь для микроэлектроники и атомной промышленности. Создание производства безмасляных спиральных насосов, относящихся к классу бесконтактных насосов, и требующих высочайшей точности изготовления рабочих элементов насосов, потребовало коренного обновления станочного парка и средств контроля. За последние 10 лет на АО «Вакууммаш» были установлены десятки станков с ЧПУ. Фактически полностью обновлены три цеха общей площадью более 40 000 м². Ознакомиться с новым производством в 2018 году приезжал Президент РТ Р.Н. Минниханов (рис.2). Следует подчеркнуть, что именно здесь, после знакомства с коллективом предприятия, был учрежден конкурс «Инженер года Республики Татарстан». 1 декабря 2023 года Раис РТ Минниханов Р.Н. посетил завод с уже приятной и торжественной миссией – поздравить с 80-летием и вручить государственные награды.

Отметим также, что в 2003 г. КНИТУ и АО «Вакууммаш» стали инициаторами организации Первой Российской студенческой научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология». Сейчас эти конференции проводятся раз в два года. В них участвуют ведущие специалисты в области вакуумной техники со всей России, которые выступают на пленарной секции с докладами о новейших разработках. Студенты технических вузов (Москва, Саратов, Красноярск, Улан-Удэ, Воронеж, Таганрог, Омск, Оренбург, Орел, Йошкар-Ола, Уфа, Тула, Томск) делают доклады о своей научно-исследовательской работе в области вакуумной техники. В апреле нынешнего года состоялась уже XII-я конференция. За это время в материалах конференции опубликовано почти 800 докладов, а в рамках проводимых традиционных пленарных заседаний заслушано более 70 докладов ведущих ученых и специалистов по вакуумной технике.



Рисунок 2. Сотрудники АО «Вакууммаш» с Президентом РТ Р.Н. Миннихановым.

Нельзя не выделить еще одну очень важную сторону совместной деятельности. Общеизвестно, что вакуумная техника является очень наукоемкой сферой, чего стоят только теплообменные процессы в вакууме или вопросы течения газа в вакуумных структурах. Поэтому научные исследования и подготовка кадров высшей квалификации стали неотъемлемой частью взаимодействия. Лучшие молодые специалисты АО «Вакууммаш» совмещают работу с обучением в аспирантуре КНИТУ, итогом которой становятся диссертации, представляемые к защите по специальности 2.5.10 «Гидравлическая, вакуумная, компрессорная техника и пневмосистемы» на диссертационном Совете в КНИТУ. За последние три года ведущие специалисты АО «Вакууммаш» - Тюрин А.В. и Исаев А.А. защитили кандидатские диссертации, еще двое учатся в аспирантуре сейчас. Очень важно, что тематика диссертаций не просто связана с вакуумной техникой, но еще и с перспективной тематикой предприятия. Во многом благодаря этому за последние годы получено почти 10 совместных патентов на изобретения, посвященных спиральным и двухроторным насосам. Очень важно, что, например, запатентованный эллиптический профиль [4] используется в серии новых НВД, а профиль спиралей - в линейке НВСП [5].

Очень важно, что тематики совместных проектов отвечают современным направлениям развития вакуумной техники, причем некоторые тематики предлагаются «Вакууммашем», например – создание спиральных или турбомолекулярных насосов, а в некоторых случаях инициатором разработки является КНИТУ. Примером может служить исследование и разработка многолопастных (3-х и 4-х лопастных) насосов внешнего сжатия [6].

Еще одно важнейшее направление совместных работ – проведение курсов повышения квалификации. Здесь в КНИТУ реализуются краткосрочные программы от 16 до 72 часов. В прошлом году такое обучение прошли 30 работников АО «Вакууммаш» и «Ферри Ватт» с получением удостоверения установленного образца. В этом году география расширилась – Глазов, Владимир, С. Петербург...

Повышение уровня знаний сотрудников предприятий в области вакуумной техники в КНИТУ осуществляется также через магистратуру. В 2025 году реализуется две магистерские

программы: Проектирование и эксплуатация вакуумного технологического оборудования; Инжиниринг в вакуумной технике и технологии». В настоящее время на кафедре учится 19 сотрудников АО «Вакууммаш» и «Ферри Ватт». Все занятия специально проводятся в вечернее время.

Следует отметить новый аспект в совместной работе ВУЗа и предприятий. Естественно, что кафедра для выполнения плана приема в бакалавриат всегда занималась профориентацией в школах и техникумах. Обычно это выезды в школы или приглашение школьников в ВУЗ. Однако с прошлого года встречи со школьниками начали проводить прямо на территории АО «Вакууммаш». Там школьники видят современнейшее оборудование, видят, как работают выпускники КНИТУ.

Подготовка высококвалифицированных кадров немыслима без современной лабораторной базы. Поэтому на кафедре ВТЭУ было создано 8 специализированных лабораторий, в которых студенты изучают все аспекты будущей работы. Учитывая динамику развития вакуумной техники оборудование в лабораториях должно непрерывно обновляться. Именно этому способствует договор о совместной (КНИТУ и Вакууммаш) подготовке инженерных кадров, на основании которого Вакууммаш провёл реконструкцию Лаборатории «вакуумных насосов и агрегатов». Новая концепция Лаборатории предусматривает использование в процессе обучения только отечественного оборудования, и в первую очередь насосов АО «Вакууммаш». Генеральный директор АО «Вакууммаш» лично осуществлял контроль за реконструкцией, предлагая варианты размещения стендов и наполнения оборудованием лаборатории. В оснащении Лаборатории приняли участие также ООО «ВЦМО», г. Владимир, ООО «Геликон», г. Санкт-Петербург, ЗАО МНС, г. Ульяновск, ООО «Приборы контроля», г. Пермь. Работы по реконструкции и оснащению Лаборатории проводятся на безвозмездной основе и являются вкладом компаний в развитие вакуумной науки и техники в России.

Заключение

Одно из последних организационных событий вакуумного кластера в Казани – создание Комитета «Вакуумное машиностроение» при Минпромторге Республики Татарстан. В настоящее время он объединяет уже более 30 предприятий, связанных с вакуумной техникой и технологиями, что позволяет объединить усилия единомышленников и еще раз подтвердить, что Казань – вакуумная столица России.

Список использованных источников

- [1] Аляев В А, Бурмистров А В, Нестеров С Б, Капустин Е Н 2017 Сборник докладов и научных статей международной сетевой конференции *«Новые стандарты и технологии инженерного образования: возможности вузов и потребности нефтегазохимической отрасли - Синергия - 2017»* (Казань: изд-во «Бронто») 410
- [2] Капустин Е Н, Капустин А Е, Бурмистров А В, Саликеев С И 2014 *Вестник Казанского технологического университета*. т.17. № 19 280-3.
- [3] Капустин Е Н, Бурмистров А В, Саликеев С И 2015 *Вакуумная техника и технология*. т.25. № 2 176-80.
- [4] Исаев А А, Саликеев С И, Бурмистров А В, Райков А А, Бронштейн М Д, Капустин Е Н 2020 *Двухроторная машина* (патент №2730769 Российская федерация, заявитель и патентообладатель АО «Вакууммаш»)
- [5] Бурмистров А В, Райков А А, Саликеев С И, Бронштейн М Д, Капустин Е Н 2017 *Спиральная машина* (патент на изобретение №2616894 Российская Федерация, заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «КНИТУ», АО «Вакууммаш»)
- [6] Малин И А, Бурмистров А В, Райков А А, Саликеев С И 2024 *Известия Вузов. Машиностроение*. № 4 61-9.

Взгляд на систему высшего технического образования и предложения по совершенствованию практической подготовки студентов

Ю В Панфилов¹, В А Мельников²

¹Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, 105005, г. Москва, Россия

²АО «Плутон», 105120, г. Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. Проанализирован опыт подготовки студентов в МГТУ им. Н.Э. Баумана для промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов. Предложены пути совершенствования практической подготовки студентов.

Ключевые слова: Система высшего технического образования, практическая подготовка студентов

Было объявлено, что в 2025 году будет прекращен набор абитуриентов в технические ВУЗы по системе «бакалавриат – магистратура», потом – что это произойдет в 2026 году, сейчас, по неофициальным данным – в 2027 году. До сих пор не утверждены Федеральные государственные образовательные стандарты (ФГОС) 4-го поколения и новый перечень специальностей. Обсуждение проектов ФГОС 4-го поколения, в основном, сводилось к срокам обучения и новой модели, включающей базовое и специализированное высшее образование, дополнительное образование в форме магистратуры, академическую и производственную аспирантуру. Были выбраны несколько ВУЗов, которым поручено апробировать в виде эксперимента новую модель высшего образования.

Промежуточные результаты этих экспериментов пока, по нашему мнению, надежд на существенное улучшение подготовки инженерных кадров не вселяют. Тут можно вспомнить и о библейских «благих намерениях», и о современных провидцах – «хотели, как лучше, а получилось, как всегда». Объективности ради, можно отметить, что в вузовском сообществе нет единого мнения сколько лет, чему и как учить, каково должно быть соотношение теоретической и практической подготовки, и даже, кто должен учить студентов – преподаватели вузов или сотрудники промышленных предприятий? Ныне действующие ФГОСы поколения 3++ и проекты ФГОСов 4-го поколения направлены на более тесную связь учебных заведений и промышленных предприятий, т.е. на подготовку специалистов по заказам предприятий.

В данной статье представлены мнения авторов – заведующего кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана и генерального конструктора АО «Плутон» по этим вопросам, а также проанализирован 30-летний опыт кафедры «Электронные технологии в машиностроении» по практико-ориентированной системе подготовки студентов, в том числе с участием научных работников АО «Плутон».

Итак, по мнению представителя промышленности, текущая система образования, основанная на двухступенчатой схеме «бакалавриат + магистратура» представляется и неэффективной, и неперспективной: бакалавр воспринимается работодателями как недообразованный инженер, а прием на работу молодого магистра – это только начало пути становления специалиста. При этом, никто не опровергает наличие талантливых молодых людей, способных быстро освоить азы профессии и приступить к восхождению по служебной

и профессиональной лестнице. К сожалению такие студенты не составляют большинство выпускников ВУЗов.

Сколько же лет студент должен провести в вузе, чтобы как можно быстрее стать полезным предприятию? Существует стойкое впечатление, что получить инженерное образование за 4 года невозможно, просто не будет хватать практики работы на предприятиях промышленности, а 6 лет, включая магистратуру, представляется как напрасно потраченное время. Когда же практика на предприятии будет полезна и эффективна? Тогда, когда студент может выполнять работу, которую работодатель захочет оплачивать. После первого и второго курса такое вряд ли возможно, если только на второстепенных или третьестепенных ролях, что не улучшает мнение студента о будущей работе, а скорее ухудшает. Практика на предприятии после третьего курса представляется наиболее подходящей. Если такая практика на предприятии будет только одна единственная, то вероятность, что это то, что нужно и для студента, и для предприятия не очень высока. Студенты все разные, как по уровню образования и по уровню знаний, так и по уровню мотивации.

Выпускная квалификационная работа (ВКР) бакалавра при перспективе еще через 2 года выполнить дипломную работу магистра – это лишняя трата времени на работу, которая высоким качеством отличаться скорее всего не будет. У студента мало опыта в общении с промышленностью и экономикой, мало знаний о том, что будет востребовано на его будущем рабочем месте. Отсутствие такого опыта не дает студенту сфокусироваться на приоритетных задачах своего образования, и он вынужден осваивать в равной мере всё, что ему преподают в расчете на то, что может быть это пригодится в будущем.

Когда образование в основном было 5-летним, были ВУЗы, которые и тогда предлагали учиться 6 лет, например, медицинские. Это было вызвано необходимостью дать возможность студенту погрузиться в среду его будущей работы и оценить свою способность трудиться в этой области и уровень удовлетворенности от работы по избранной профессии. Для технических вузов этот пример, возможно, также будет полезен с точки зрения уделения большего внимания производственной практике студентов, что не только позволит им быстрее адаптироваться к производственной деятельности, но и решить вопросы дополнительных заработков, которые часто стоят перед студентами, особенно старших курсов.

Таким образом, предложение состоит в том, что необходимо в учебных планах больше времени уделять общению студента с производством, с прикладной наукой, с экономикой в целом. При этом необходимо, также, и преподавательскому составу более тесно взаимодействовать с предприятиями промышленности для повышения собственной квалификации, получения информации о новых технологиях, новых разработках, новых научных достижениях. Это необходимо для того, чтобы преподаватель не повторял от года к году учебный материал без каких-либо изменений, что конечно проще, а регулярно дополнял содержание занятий с поправкой на современные требования промышленности.

Учить студента 6 лет – это значит на 20 % повышать стоимость образования, на год задержать выход специалистов в промышленность, многие из которых имеют желание быстрее получить диплом и устроиться на высокооплачиваемую работу (такое желание иметь совсем не вредно, вредно его не иметь), на год больше заставлять наши предприятия ждать высококвалифицированных специалистов в промышленности при наличии острого дефицита в кадрах. В данном случае ключевым словом является слово «высококвалифицированный». Для достижения такого положения дел, чтобы это определение касалось большинства выпускников, необходимо сложить ради синергетического эффекта пожелания всех заинтересованных сторон:

- государство с желанием получить быстрее и дешевле высокообразованные и высокоэффективные кадры;
- студента с его желанием (и возможностью) быстро (в течение 5 лет) получить полномасштабное высшее образование и диплом, который даст ему возможность полноценно и на длительный период без необходимости доучиваться устроиться на предприятие, на котором

(как часто бывает) он и так работал в период времени перед выпуском; - ВУЗ с желанием не только быть профинансированным государством, но получающим возможность поощрения наиболее талантливых преподавателей, а также возможность интенсивного совершенствования учебно-лабораторной базы, повышения квалификации преподавательского состава вплоть до защиты кандидатских и докторских диссертаций и получения ученых званий.

Таким образом, взгляд на систему высшего технического образования и предложения по её совершенствованию сводятся к следующему:

1. Образование должно быть 5-летним, инженерным;
2. В течение или после каждого семестра необходимо организовывать практики на предприятиях: на младших курсах – ознакомительные, начиная с третьего курса и далее – производственные;
3. Было бы рационально одну или две практики за время обучения организовать на зарубежных предприятиях;
4. Практика должна давать возможность студенту зарабатывать и по этой причине не должна быть краткосрочной;
5. На последних курсах практика должна предполагать участие студента в процессе управления производством;
6. Для более качественного планирования теоретического образования и получения практических навыков необходимо шире использовать механизм образования базовых кафедр на предприятиях с привлечением к проведению занятий руководителей и специалистов самого предприятия;
7. На предприятиях желательно держать хоть и небольшой, но ориентированный только на образовательный процесс парк оборудования, при этом его амортизацию разрешить включать в состав накладных расходов предприятия;
8. Практика должна давать возможность студенту получать квалификационные документы сначала по производственным специальностям, затем необходимые для руководителей;
9. Руководитель практики от ВУЗа должен иметь существенную надбавку к зарплате «за наставничество», например, он должен трудоустроиться на предприятие в режиме совместительства, принимать участие в производственных планерках и руководить практикантами с целью выполнения производственного плана по порученному участку работы;
10. Более успевающие студенты должны поощряться назначением на более высокооплачиваемые должности на предприятии;
11. Летняя практика студентов должна быть более длительная, так как это дает возможность спланировать отпуска сотрудников предприятия с учетом прибывающего студенческого пополнения трудового коллектива. Возможно при этом уместно будет вспомнить историю студенческих строительных отрядов и их вклад в развитие страны;
12. Можно проработать вопрос о законодательной инициативе о предоставлении от государства хорошо зарекомендовавшим себя на предприятии студентам соответствующих льгот при покупке жилья, в виде субсидирования процентной ставки по ипотеке;
13. В приложении к диплому возможно перечислить все квалификационные документы, полученные студентом во время производственных практик, а также оценки предприятий за практики с баллами, которые пересчитываются в размер субсидирования при приобретении жилья;
14. Для работодателя эти квалификационные документы (разряд по рабочей специальности, например) и оценки за прохождение практик будут индикатором уровня адаптируемости студента к перемене своего статуса от статуса «учащийся» к статусу «трудоустроенный», что важно при первоначальном приеме на работу;
15. Если студент является носителем заработанных льгот от государства, то это в значительной мере разгружает предприятие в решении проблем принятого на работу молодого

специалиста в части приобретения жилья и повышает социальную мобильность выпускника к перемене места жительства и работы;

16. Руководитель практики от ВУЗА так же может получать поощрительные баллы, которые могут быть обоснованно пересчитаны в надбавки к заработной плате педагога «за наставничество» и не только в год наставника, а и в другие не менее важные периоды жизни страны.

Возможно, изложенные предложения позволят создать ряд дополнительных мотиваций для интенсификации процесса образования студента, для его постепенного вхождения в производственную сферу, для более точного определения приоритетов образовательного процесса, для более высокой ответственности сторон при прохождении этапов обучения и обретения квалификации. В конечном итоге, это возможно позволит улучшить ситуацию с кадровым голодом в промышленности и экономике в целом.

Примерами целенаправленной подготовки студентов для конкретной области промышленности и отдельных предприятий можно считать Передовую инженерную школу МГТУ им. Н.Э. Баумана «Системная инженерия ракетно-космической техники» [1] и круглогодичный инженерный практикум [2] на предприятии АО «Плутон» и в Научно-образовательном центре «Функциональные микро и наносистемы» МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Передовая инженерная школа (ПИШ) была создана как дополнение к существующей модели подготовки, компенсируя ее недостатки и используя ее сильные стороны в рамках фундаментальных основ образования и имеющейся лабораторной базы МГТУ им. Н.Э. Баумана. Целью ПИШ является подготовка специалистов для решения прорывных задач ракетно-космической отрасли на базе формирования уникальной модели компетенций и нового формата интеграции образовательных технологий, практической и научно-исследовательской работы студентов. Основные задачи: разработка образовательных программ для подготовки высококвалифицированных инженерных кадров для ракетно-космической отрасли; прохождение студентами старших курсов практик и стажировок, в том числе в формате работы с наставниками; повышение квалификации и профессиональной переподготовки профессорско-преподавательского состава на базе высокотехнологичных компаний.

Основной целью инженерного практикума является раскрытие индивидуальных склонностей и способностей студентов путем их вовлечения в реальную инженерную деятельность в составе трудовых коллективов базовых предприятий кафедры или научно-образовательных центров университета. При этом решаются два важных методических принципа подготовки специалистов – дисциплины по выбору и индивидуальное руководство студентами: на третьем курсе каждый студент самостоятельно выбирает направление обязательной, отнесенной к аудиторной работе, научной или производственной деятельности, которой он занимается в течение трех семестров в бакалавриате и четырех семестров в магистратуре под руководством ведущего преподавателя кафедры.

Так, круглогодичный инженерный практикум на предприятии АО «Плутон» студенты кафедры «Электронные технологии в машиностроении» проходят, начиная с 3-го курса вплоть до защиты ВКР бакалавра после 4-го курса. Для поступивших в магистратуру эта работа продолжается еще два года. Выбор именно этого предприятия для прохождения практикума студенты делают сами (на 2-м курсе они проходили ознакомительную практику на нескольких базовых предприятиях кафедры). Основная задача кафедры состоит в подборе вместе с руководителями подразделений АО «Плутон» конкретных рабочих мест и в определении тематики курсовых проектов и ВКР, связанной с производственными или научными задачами подразделения.

Занимаясь одной тематикой несколько лет, студенты в состоянии решать реальные научные или производственные задачи, многие из них получают за это вознаграждения в виде трудоустройства на полставки. К моменту защиты ВКР бакалавра или магистра у них уже имеются публикации, в том числе в высокорейтинговых отечественных и зарубежных

журналах. У тех, кто собирается поступать в аспирантуру, имеется солидный задел для подготовки кандидатской диссертации.

В Научно-образовательный центр «Функциональные микро и наносистемы» (НОЦ ФМН) студенты 3-го курса попадают также по своему желанию, но после строгого отбора. Это связано со сложностью задач (технология элементной базы гибридных вычислений, микрофлюидики, МЭМС и МОЭМС) и освоением работы на самом современном, но очень дорогостоящем технологическом и аналитическом оборудовании. В период с 2015 по 2024 год через НОЦ ФМН прошли 26 студентов кафедры – бакалавров и магистрантов, большинство из которых поступили в аспирантуру. В период с 2019 по 2024 год шестеро выпускников кафедры – сотрудников НОЦ ФМН, выполнили и защитили кандидатские диссертации.

В заключении можно отметить, что одним махом изменить систему высшего технического образования невозможно, т.к. новые преподавательские кадры, также, как и инженерные быстро не появляются, мотивацию преподавателей постоянно совершенствоваться, а студентов лучше учиться можно поднять не только высокой зарплатой и стипендией (например, как во времена СССР), но и высокими поощрительными выплатами за получение производственных квалификационных документов за время прохождения производственных практик. Для промышленности недостаточно только улучшение практической подготовки студентов ВУЗов в виде производственных практик и стажировок, одновременно нужно готовить для неё наладчиков оборудования и операторов, сварщиков, слесарей и станочников, которые раньше приходили на предприятия из техникумов и ПТУ. В подтверждение к сказанному имеется нередкий опыт успешной, с должным уровнем удовлетворенности работы сотрудников с высшим образованием по рабочим специальностям, но на высокотехнологичном и сложном производственном оборудовании, которое требует значительно более высокой общей технической эрудиции и высшего политехнического (инженерного) образования.

Т.к. универсального рецепта улучшения подготовки кадров для промышленности нет, то нужно просто хорошо работать и следовать девизам: «Делай, что должно, и будь, что будет» и «На Бога надейся, но сам не плошай».

Список использованных источников

- [1] <http://bmstu.ru>
- [2] Панфилов Ю.В. Индивидуальный лабораторный практикум / Одиннадцатая Российская студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», Казань, 2023, С. 23 – 26.

Определение содержания газовых компонент в металлических образцах методом вакуум-нагрева

В А Полянский¹, Ю А Яковлев¹, А М Полянский², П А Романов³, И Л Федечкин³, С В Филиппов³

¹ ИПМаш РАН, 199178, Большой пр. ВО, дом 61, Санкт-Петербург, Россия

² ООО «НПК ЭПТ», 194021, ул. Политехническая, д. 28, литер А, пом/(ком) 20-Н/86, Санкт-Петербург, Россия

³ ФТИ им. А.Ф. Иоффе 194021, Политехническая ул., 26, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: pva@ipme.ru

Аннотация. Измерение содержания газовых компонент в сталях и других сплавах является важной задачей, так как они при малых значениях концентраций порядка 10^{-7} - 10^{-4} существенно влияют на механические и химические свойства сплавов. Существуют общепринятые представления о величине опасных концентраций. Разработаны ГСО содержания азота, кислорода, водорода с аттестованным значением концентрации этих газовых компонент в сплавах титана и стали. Проверка, проведенная методом вакуум-нагрева с использованием масс-спектрометра МС-500, показала наличие в стальных образцах большого количества воды, а кислорода, азота и водорода – значительно меньшее количество, чем принято считать. Многократные расхождения с аттестованными значениями обнаружены в ГСО стали и титанового сплава. Проблема требует срочного исследования.

Азот, водород и кислород, являются сверхмалыми элементами металлических сплавов, сильно влияющими на их механические свойства и коррозионную стойкость.

Например, влияние водорода на трещиностойкость сталей проявляется уже при значениях массовой концентрации порядка 10^{-7} . В настоящий момент для измерений в промышленности используются в основном быстрые атмосферные методы извлечения газовых компонент из сплавов, что может являться источником ошибок.

Исследованы образцы сталей, широко используемые в тепловой энергетике: сталь 20 – нержавеющие стали 12Х1МФ и 15Х1М1Ф, а также образцы ГСО 8725-2005 – углеродистая сталь СГ-18 с аттестованными значениями массовой доли водорода, азота, кислорода. Образцы ГСО 3608-87 – сплав титановый ВТ-16 с аттестованными значениями массовой доли водорода и кислорода.

Измерения выполнены методом вакуум-нагрева в диапазоне температур от 100 - 800°C по ГОСТ 21132.1-98, ГОСТ 17745-90, ГОСТ 24956-81. Для регистрации газов, экстрагированных из пробы, использовался масс-спектрометр по времени пролёта МС-500. Характерный вид спектра масс, полученный при анализе пробы трубной стали 20 в состоянии поставки приведён на рисунке 1. Объём анализируемых проб составляет ~ 1 мм³, масса ~ 8 мг.

В спектре выделяется четыре основных компонента: масса 2 – водород H₂, масса 18 – вода H₂O, масса 28 – окись углерода CO, масса 44 – углекислый газ CO₂.

Важно отметить отсутствие основных компонентов атмосферных газов: азота (N₂ – 70%) и кислорода (O₂ – 20%). Массовые числа этих газов составляют соответственно: 28 для молекулярного иона азота (N₂⁺) и 32 для молекулярного иона кислорода (O₂⁺).

В спектре отсутствуют также линии атомарных ионов азота и кислорода, что позволяет сделать вывод об отсутствии атомарных растворов этих элементов в исследованных металлах. Аналогичные результаты получены по всем исследованным стальным образцам и образцам ГСО с аттестованными значениями концентрации азота и кислорода. Концентрация водорода была определена, но в ГСО СГ-18 она оказалась кратно меньше аттестованного значения. По результатам исследований можно сделать вывод о том, что нужно разрабатывать арбитражные методы анализа содержания газовых компонент в металлах и вероятно, первое место отдать вакуумным методам контроля газового состава твёрдой пробы. Существуют два основания для принятия такого решения:

- При вакууме от 10 до 100 мкПа в измерительной системе объём газовых компонент, экстрагированных из твёрдой пробы при её нагреве, возрастает от 10^9 до 10^{10} раз. При объёме газа, выделяющегося из испытуемого образца порядка 1 мм³ при нормальных условиях в вакууме его объём возрастает от 1 м³ до 10 м³. Такие величины можно измерить точно. Использование масс-спектрометра для анализа химического состава позволяет достоверно определить состав газовых примесей в твёрдой пробе.

- Анализ твёрдой пробы в высоком вакууме позволяет снизить влияние атмосферных газов в $10^9 - 10^{10}$ раз. Влияние основных компонентов атмосферы: азот (70%), кислород (20%), вода (2-3%) на результаты анализа в высоком вакууме будет ничтожно мало.

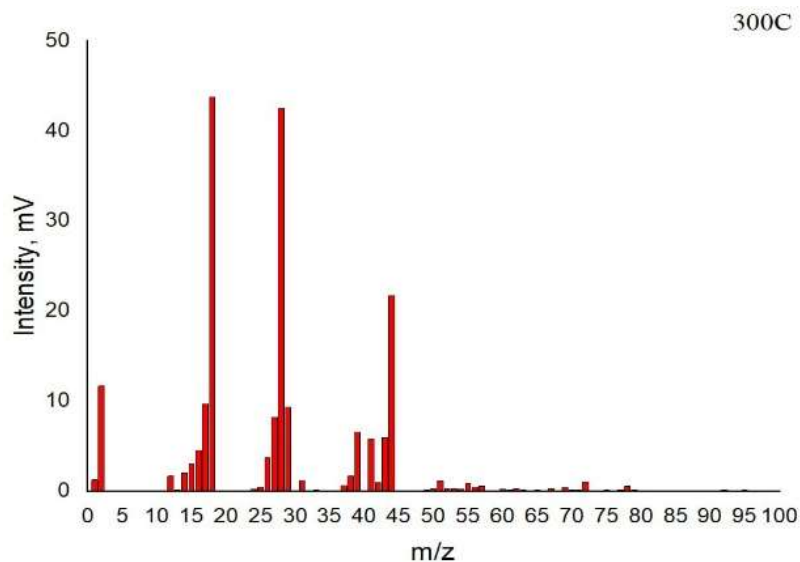


Рисунок 1. Спектр масс газовых компонент, экстрагированных из образца трубной стали 20, температура анализа 300°C. Использован отечественный прибор МС-500. По оси абсцисс – ток ионов (в мВ), по оси ординат – массовое число ионов (в атомных ед. массы).

Аттестованное значение массовой доли кислорода в ГСО 3608-87, сплав титана ВТ-16 оказалось ложным. Аттестованные значения массовой доли водорода, азота и кислорода в ГСО 8725-2005, сталь СГ-18 также оказались ложными.

В пробах сталей, используемых в тепловой энергетике, не оказалось газообразного или атомарного азота и кислорода, что расходится с данными ГОСТ 17745-90 «Стали и сплавы. Определение газов».

Данная проблема имеет большое значение для металлургии и всего машиностроения. Он безусловно требует дальнейшего исследования. Полученные данные хорошо согласуются с результатами целого ряда работ, в которых исследованы значения концентраций малых компонент сплавов в стандартных образцах и сделаны выводы о наличии значительных расхождений с аттестованными значениями.

Вакуумная техника и вакуумные измерения

Разработка отечественного активного датчика вакуума с холодным катодом на диапазон давлений от 1 до 10^{-9} Па

Е А Кондратьев, П Г Нечаев, Д М Черешко
ООО «Катод», г. Новосибирск, Россия

E-mail: katod1009@yandex.ru

Аннотация. В работе приведены данные по разработке высоковакуумных активных датчиков с холодным катодом и контроллера к ним.

Ключевые слова: Датчик с холодным катодом; аналог IKR 270; вакуумметр; контроллер вакуумметра

Введение

В связи с резким повышением цен на поставляемые высоковакуумные датчики ведущих зарубежных производителей, встала острая необходимость разработки и производства отечественных вакуумметров и контроллеров к ним. Обладая большим опытом производства и эксплуатации высоковакуумного оборудования, наличием опытных конструкторских кадров и соответствующими производственными мощностями мы и взяли за решение данной задачи.

1. Исследование конструкций различных датчиков и выбор оптимального решения

Конструктивно простые, датчики с холодным катодом, зарекомендовали себя как надежное средство измерения в безмаслянном вакууме, хотя и требуют периодического обслуживания. Первоначально, в качестве аналога, мы использовали датчик Agilent IMG-300 и разработали на основе его свою конструкцию, которую испытали совместно с многоканальным контроллером фирмы Varian. Аналог показал полное соответствие исходному варианту, однако нас не устроил, поскольку показал нестабильный запуск в диапазоне от $5 \cdot 10^{-8}$ до $5 \cdot 10^{-9}$ Па, что вероятно, связано со слабым магнитным полем (0.05Тл). Данный интервал нас интересовал, потому что в специфике нашего производства многие технологические камеры работают при давлении лучше $1 \cdot 10^{-8}$ Па. Для дальнейшего исследования мы выбрали вакуумную часть датчика IKR 270 Pfeiffer и двойного инверсно-магнетронного вакуумметра, с двумя соосно намагниченными кольцеобразными магнитами установленными полюсами друг к другу [1]. Для проведения испытания нами была использована прогреваемая сверхвысоковакуумная установка для измерения скорости действия высоковакуумных насосов [2], доработанная дополнительной цилиндрической камерой для установки нескольких датчиков и насосом с распыляемым геттером для более быстрого достижения вакуума до 10^{-10} Па. Схема установки приведена на рисунке 1.

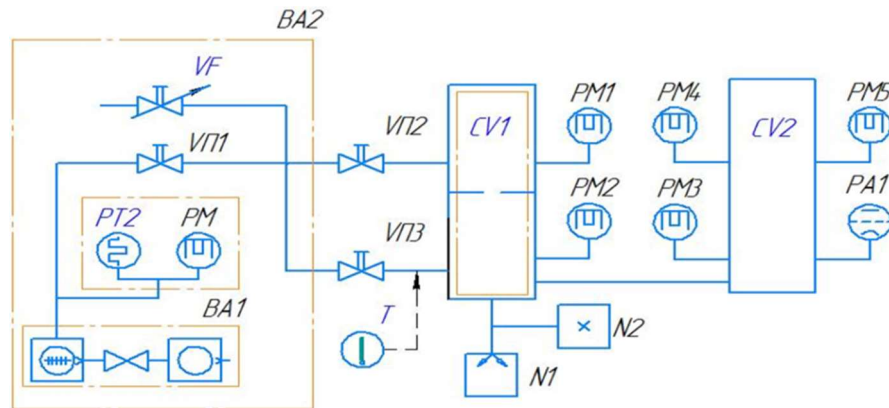


Рисунок 1. Установка для испытания экспериментальных образцов вакуумных датчиков, где, CV1,CV2 – Камера сверхвысоковакуумная; BA1 – Пост откачной HiCube 80 Eco, DN 63; VP1 – Вентиль с витоновым уплотнителем; VP2,3-Вентиль с уплотнением по меди; VF – Натекатель ручной; N1 – Насос магниторазрядный; N2-Насос с распыляемым геттером и криогенной ловушкой; PM1-PM3- вакуумметры IKR 270 Pfeiffer; PM4-PM5-экспериментальные образцы; PA1-датчик AIGX-S-DN40CF Edwards.

Исследуемые образцы вакуумной части датчиков были разработаны с возможностью установки на них электронного блока от датчика IKR 270 (рисунок 2), что позволило нам вывести сигналы со всех датчиков на шестиканальный контроллер TPG256 A.



Рисунок 2. Конструкции датчиков с установленными на них электронными блоками Pfeiffer: а) – аналог датчика IKR 270, б) – двойной инверсно-магнетронный датчик, в) – оригинальный датчик IKR 270.

Параллельно измерения проводились с помощью ионизационного датчика AIGX-S-DN40CF Edwards со своим контроллером. Датчики IKR 270 измеряли до давления $1 \cdot 10^{-9}$ Па, а AIGX-S-DN40CF до $5 \cdot 10^{-8}$ Па. Несколько слов о диапазоне измерения, в нем нас интересовала работоспособность датчика при давлении 10^{-9} Па, ввиду приведённых выше обстоятельств и предел в районе 1Па, так как в нем, обычно, происходит автоматическое включение высоковакуумного датчика по сигналу форвакуумного. На этом, верхнем пределе, измерения проводились с использованием датчика AIGX-S-DN40CF работающим до давления $6.6 \cdot 10^{-2}$ Па.

Проведенные измерения показали, что оба исследуемых датчика имеют линейные характеристики в логарифмических координатах в диапазоне от 3 Па до $1 \cdot 10^{-9}$ Па. При этом, аналог датчика IKR 270 имеет точно такую зависимость выходного тока от давления что и у прототипа. Двойной инверсно-магнетронный датчик имеет несколько более высокую чувствительность в области низкого вакуума, чем IKR 270. Хотя экспериментальные

конструкции и не были снабжены шайбой, эмитирующей электроны, как в прототипе, они устойчиво включались до давления $1 \cdot 10^{-9}$ Па, что, вероятно, обусловлено сильным магнитным полем (0.1 Тл) и использованием в качестве катода электрода из WT20, обладающего слабой радиоактивностью. На наш дальнейший выбор повлияло наличие в нашей организации порядка 150 вакуумметров IKR 270 и предлагаемое решение должно было предусматривать возможность их капитального ремонта, путем замены вакуумного или электронного блока. Исходя из этого, мы выбрали для дальнейших исследований, датчик, наиболее совпадающий по своим характеристикам с IKR 270.

2. Разработка измерительного блока для активного датчика и контроллера для него.

При разработке конструкции измерительного блока вакуумметра мы предусмотрели возможность использования его в качестве ремонтного для IKR 270 без дополнительной переделки и подстройки. Поэтому электронный блок точно также конструктивно устанавливается на вакуумную часть датчика Pfeiffer. На рис. 3 приведены электронные блоки нашей разработки, IKR-270 и наш вакуумметр.



Рисунок 3. Измерительный блок нашей разработки (а), оригинальный блок Pfeiffer (б), активный датчик нашей разработки (в).

Главным отличием нашего измерительного блока, является наличие встроенного контроллера расчета и отображения давления в Паскалях на OLED дисплее. Это расширяет возможности применения изделия без внешнего контроллера, достаточно подать на разъем вакуумметра питание 24В и считывать показания давления непосредственно с дисплея. В свою очередь блок оснащен, как и прототип, разъемом HIRSCHMANN GO 6 UM, имеет выходной сигнал 0-10В и может применяться совместно с контроллерами Pfeiffer, как полный аналог IKR-270. Блок не чувствителен к помехам, имеет защиты от смены полярности и перегрузок. Микроконтроллерное управление измерительным узлом и высоковольтным генератором позволило оптимизировать работу блока при измерении токов от 200 пА и добиться высокой точности расчета характеристики "напряжение-давление". Согласно спецификациям Pfeiffer зависимость давления от выходного напряжения блока определяется выражением $P=10^{1,25U-d}$, где P-давление, U-выходной сигнал, d-константа ($d=10.75$ при давлении в Па). Моделирование передаточной характеристики логарифмического малошумящего усилителя позволила повторить эту зависимость с точностью 0,5 % и получать стабильный сигнал при давлении порядка 10^{-10} Па.

В электронном блоке имеются три построечных резистора, один из которых согласовывает выходной сигнал и показания индикатора, а два других используются для индивидуальной подстройки вакуумметра к зависимости, приведенной на рисунке 4.

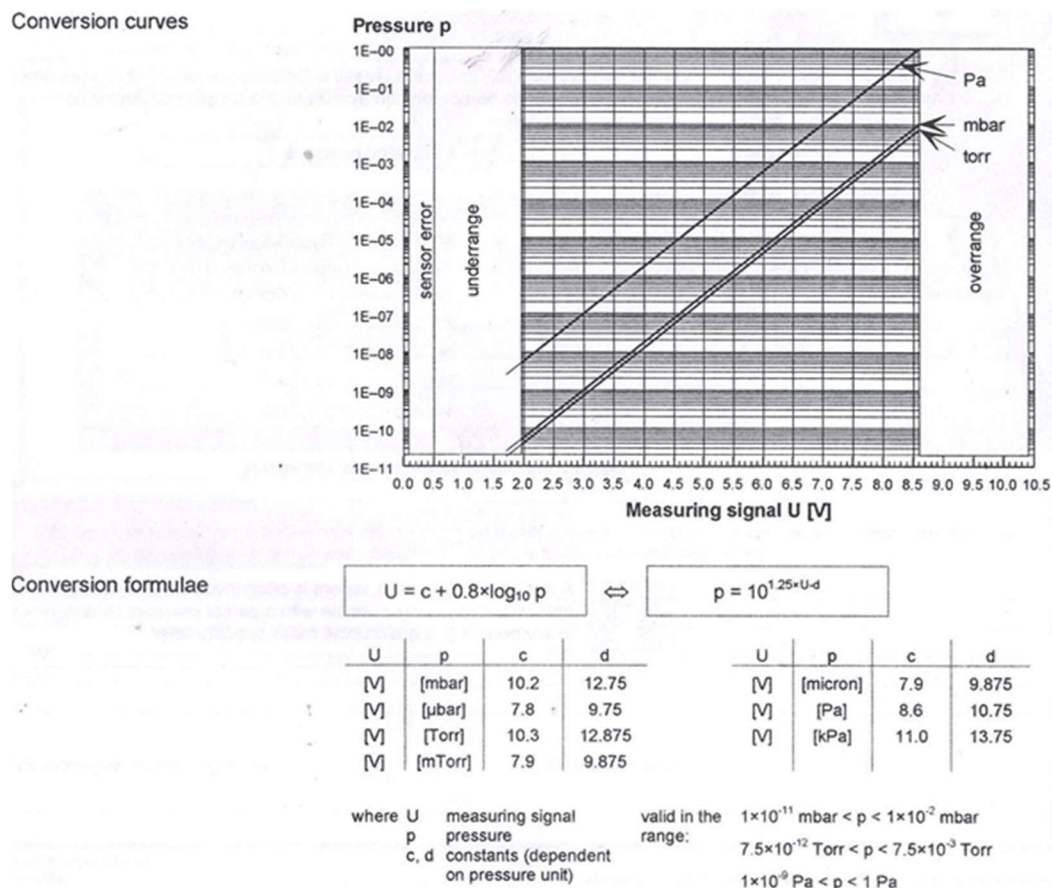


Рисунок 4. Зависимость выходного сигнала вакуумметра от давления [4].

При этом погрешность измерения, как следует из таблицы 1, укладывается в $\pm 30\%$ в диапазоне от 10^{-8} до 10^{-1} Па.

Таблица 1. Сравнительные измерения давления (Па): P1-IKR 270 Pfeiffer с контроллером TPG256A; P2-AISX-S-DN40 с контроллером EDWARDS; P3-наш активный датчик с контроллером МЕРАДАТ 16М6

№ ИЗМ	P1	P2	P3	Л и ЗМ	P1	P2	P3	Л из М	P1	P2	P3
1	5,5·10 ⁻⁹		6,7·10 ⁻⁹	1	6,8·10 ⁻⁶	5,3·10 ⁻⁶	6,3·10 ⁻⁶	2	1,1·10 ⁻³	1,3·10 ⁻³	7,4·10 ⁻⁴
2	6,2·10 ⁻⁹		7,7·10 ⁻⁹	1	1,3·10 ⁻⁵	1,1·10 ⁻⁵	1,2·10 ⁻⁵	2	1,7·10 ⁻³	2·10 ⁻³	1,2·10 ⁻³
3	1,6·10 ⁻⁸		2·10 ⁻⁸	1	3,4·10 ⁻⁵	2,7·10 ⁻⁵	2,7·10 ⁻⁵	2	2,5·10 ⁻³	3·10 ⁻³	1,7·10 ⁻³
4	5·10 ⁻⁸		6,7·10 ⁻⁸	1	4,9·10 ⁻⁵	4,1·10 ⁻⁵	3,8·10 ⁻⁵	2	3·10 ⁻³	3,6·10 ⁻³	2·10 ⁻³
5	1,4·10 ⁻⁷	8,7·10 ⁻⁸	1,7·10 ⁻⁷	1	6,8·10 ⁻⁵	5,8·10 ⁻⁵	5,2·10 ⁻⁵	2	3,4·10 ⁻³	4,1·10 ⁻³	2,3·10 ⁻³

6	1,91 0 ⁻⁷	1,410 -7	2,41 0 ⁻⁷	1 6	1,11 0 ⁻⁴	9,610 -5	7,71 0 ⁻⁵	2 6	410 ⁻³ 0 ⁻³	4,61 0 ⁻³	2,710 ⁻³
7	3,51 0 ⁻⁷	2,410 -7	4,11 0 ⁻⁷	1 7	1,61 0 ⁻⁴	1,510 -4	1,11 0 ⁻⁴	2 7	5,810 -2	4,21 0 ⁻²	1,410 ⁻²
8	7,91 0 ⁻⁷	5,410 -7	8,11 0 ⁻⁷	1 8	2,51 0 ⁻⁴	2,510 -4	1,81 0 ⁻⁴	2 8	2,110 -1	210 ⁻¹	610 ⁻²
9	1,21 0 ⁻⁶	8,610 -7	1,21 0 ⁻⁶	1 9	3,91 0 ⁻⁴	4,110 -4	3,71 0 ⁻⁴	2 9	410 ⁻¹ 0 ⁻¹	3,81 0 ⁻¹	210 ⁻¹
10	5,51 0 ⁻⁶	4,810 -6	5,41 0 ⁻⁶	2 0	6,51 0 ⁻⁴	710 ⁻⁴	4,41 0 ⁻⁴	3 0	8,710 -1	9,51 0 ⁻¹	3,810 ⁻¹

В качестве одноканального контроллера к нашему вакуумметру мы использовали контроллер Мерадат М16М6 [3], в котором заложено степенное преобразование входного сигнала в показания вакуума. Правда, в контроллере не заложено питание датчика 24В, поэтому мы его незначительно доработали, добавив дополнительный стабилизированный источник, мощностью 3 Вт. Используя большое количества вакуумметров Pfeiffer на своем производстве, наши электронщики разработали многоканальный (до 16 подключаемых датчиков) контроллер, конструктивно размещенный в корпусе EUROPAC PRO F 3U84HP 355D (рисунок 5).

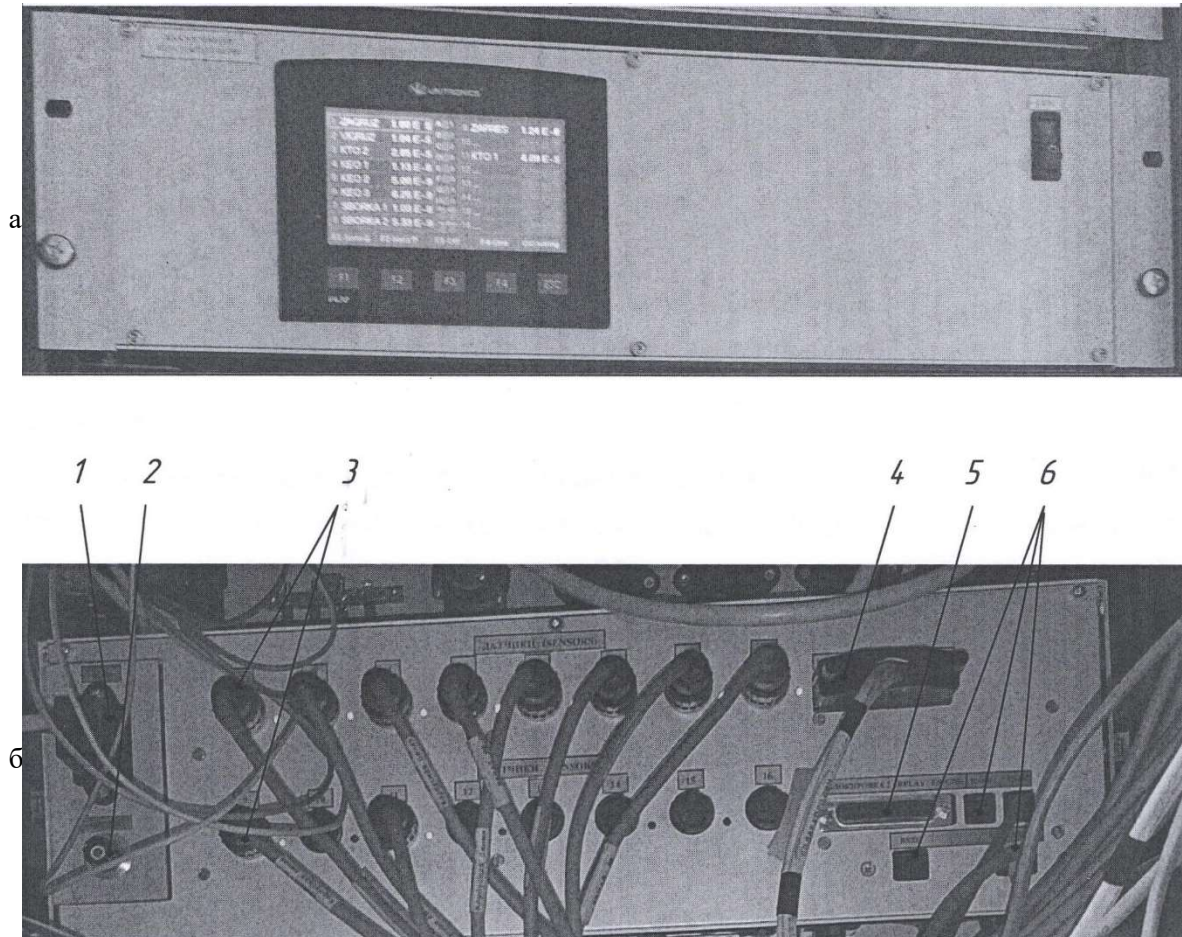


Рисунок 5. Внешний вид 16-канального контроллера (а) – с лицевой стороны , (б) –со стороны разъемов (1 – разъем электропитания «220В»; 2 – клемма заземление; 3 – группа разъемов подключения датчиков; 4 – разъем подключения реле блокировок 1 (реле А, В, С, D); 5 – разъем подключения блокировок 2 (реле Е, F, G, H); 6 – сетевые интерфейсы RS232, RS485 и ethernet).

Контроллер работает с датчиками PKR 251, IKR 270, и их аналогами, обеспечивает питание датчиков, преобразование их сигналов в показания давления и имеет релейные выходные сигналы, настраиваемые на каждом канале индивидуально, которые позволяют использовать вакуумметр в системах автоматического управления. Контроллер оснащен сетевыми интерфейсами RS232, RS485, ethernet.

В настоящее время, мы ведем разработку двухканального контроллера для наших вакуумметров, аналогичного TPG 261.

Заключение

В рамках работ по импортозамещению критически важного измерительного оборудования, ООО «Катод» удалось разработать активный датчик с холодным катодом для измерений давлений в диапазоне от 1 до 10^{-9} Па. Датчик по своим характеристикам не уступает аналогам иностранного производства и может применяться как отдельно в своей линейке оборудования, так и совместно с существующими системами в качестве ремкомплекта. Производство вакуумметра налажено на дочернем предприятии ООО «Оптикон». Подготавливается документация для аттестации активного датчика во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Разработанный вакуумметр оснащается контроллерами отечественного производства.

Список использованных источников

- [1] B. R. Kendal and E.J. Drabetsky. J. Vac. Sch. Technol, A14(May-Jun 1996) p.1292.
- [2] К. А. Куныгин, П. Г. Нечаев, Труды 31-й научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технология-2024» с.111.
- [3] ООО НПП «Системы контроля», Россия, Пермь, ул. Докучаева, 31а, termodat.ru.
- [4] Pfeiffer, Operating Instructions, Compact Cold Cathode Gauge IKR 270.

Исследование зависимости градуировочной характеристики терморезистивных вакуумметров от их ориентации в пространстве

Д А Воронов

ООО НПП «Системы контроля», 614031, Пермь, Россия

E-mail: voronov-termodat@mail.ru

Аннотация. В статье представлены результаты экспериментального исследования влияния пространственной ориентации терморезистивного вакуумметра (на примере прибора APGX-H) на точность его измерений. Установлено, что изменение положения чувствительного элемента прибора с вертикального на горизонтальное существенно увеличивает относительную погрешность измерений в диапазоне давлений от 10^3 до 10^5 Па, достигая значений до 20–22%. Показано, что повторная калибровка прибора согласно руководству по эксплуатации, устраняет возникшую погрешность лишь частично. На основе результатов исследования сделан вывод о необходимости учета пространственной ориентации при эксплуатации терморезистивных вакуумметров для обеспечения высокой точности измерений.

Введение

Измерение низкого абсолютного давления газа является важной задачей в вакуумной технике, которая решается применением различных типов вакуумметров. Для измерения в области среднего вакуума в промышленности наиболее часто применяются тепловые терморезистивные вакуумметры, также известные в зарубежной литературе как вакуумметры Пирани.

Принцип действия таких вакуумметров основан на зависимости теплопроводности газа от давления. Обычно передача теплоты осуществляется от чувствительного элемента манометрического преобразователя (тонкой металлической нити или спирали), нагреваемого электрическим током, к металлическому корпусу, находящемуся при комнатной температуре [1]. При этом в терморезистивных вакуумметрах значение пропускаемого через чувствительный элемент тока меняется таким образом, чтобы поддерживать его температуру постоянной вне зависимости от изменения давления газа.

Уравнение теплового баланса для таких вакуумметров можно представить в следующем виде:

$$W = W' + W_{\text{и}} + W_{\text{в}} \quad (1),$$

где W – мощность, подводимая к нагреваемому чувствительному элементу, W' , $W_{\text{и}}$ и $W_{\text{в}}$ – мощности тепловых потерь вследствие конвективно-кондуктивной теплоотдачи через газ, излучения чувствительного элемента и кондуктивного теплоотвода через электрические вводы чувствительного элемента, соответственно [2]. При этом мерой давления в тепловых вакуумметрах служит только мощность W' , а мощности $W_{\text{и}}$ и $W_{\text{в}}$ стараются свести к минимуму.

Мощность тепловых потерь W' наряду с теплопроводностью газа, имеющая место при любом давлении, включает появление при относительно высоком давлении ($>10^3$ Па) конвективной теплопередачи, связанной с локальными изменениями плотности газа в условиях

устойчивого градиента температур между чувствительным элементом преобразователя и его корпусом.

Конвекция зависит от формы и ориентации чувствительного элемента в пространстве. Однако подавляющее большинство производителей вакуумметров не указывают в каком положении необходимо устанавливать манометрический преобразователь, а также как можно скомпенсировать эту зависимость. Чтобы убедиться в актуальности данной проблемы было проведено экспериментальное исследование зависимости градуировочной характеристики терморезистивного вакуумметра от его положения в пространстве.

1. Описание эксперимента

Целью эксперимента являлось изучение влияния пространственной ориентации терморезистивного вакуумметра на его показания и количественная оценка этого влияния.

Для проведения эксперимента был выбран вакуумметр Пирани APGX-H производителя "Edwards Limited", рег. № 44391-10.

Вакуумметр имеет следующие метрологические характеристики [3]:

- диапазон измерений, Па: от $3 \cdot 10^{-2}$ до $1,3 \cdot 10^5$;
- предел допускаемой относительной погрешности измерений давления: $\pm 20\%$.

Данный вакуумметр позиционируется как вакуумный конвекционный датчик с увеличенным диапазоном измерения в области высоких давлений за счет использования зависимости конвективного теплообмена от давления [4].

В руководстве по эксплуатации на вакуумметр APGX-H указано, что он может быть установлен в любом положении, однако заводская калибровка преобразователя проводится в вертикальном положении. Чтобы обеспечить корректность измерения давления в выбранном положении, рекомендуется выполнить повторную калибровку вакуумметра при атмосферном давлении [5].

Вакуумметр имеет нормированный выход по напряжению 1,9-9,2 В с формулой пересчета напряжения V в давление P (в Паскалях):

$$P = 10^{(V-4)} \quad (2)$$

Для регистрации напряжения и его последующего преобразования в давление был использован электронный самописец Мерадат-М16М6 рег. № 42020-09. Мерадат-М16М6 в диапазоне напряжений от 0 до 10 В имеет предел допускаемой основной приведенной погрешности преобразования сигнала $\pm 0,5\%$ [6]. Также электронный самописец способен осуществить расчёт значений давления по формуле (2) или с использованием градуировочной таблицы, предварительно заданной пользователем [7].



Рисунок 1. Внешний вид электронного самописца Мерадат-М16М6 (слева) и вакуумметра APGX-H (справа).

Исследование проводилось на эталонной вакуумной установке 2-го разряда УВЭ-СК-1, рег. № 85479-22.

Установка имеет следующие метрологические характеристики [7]:

- Диапазон измерений и воспроизведения абсолютного давления, Па: от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^5$;
- Пределы допускаемой относительной погрешности измерений абсолютного давления, %
 - в поддиапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ Па: $\pm 15\%$.
 - в поддиапазонах от $1 \cdot 10^{-1}$ до $1 \cdot 10^5$ Па: $\pm 5\%$.

Оценка относительной погрешности вакуумметра APGX-H производилась методом непосредственного сличения с эталонными вакуумметрами.

На первом этапе вакуумметр APGX-H был расположен таким образом, что его чувствительный элемент, выполненный в виде тонкой спирали, располагался вертикально. Для исключения влияния других факторов (таких как, износ чувствительного элемента, изменение температуры окружающей среды и пр.) была снята индивидуальная градуировочная характеристика данного вакуумметра.

Далее полученная индивидуальная градуировочная характеристика была использована в качестве пересчётной зависимости для электронного самописца Мерадат-М16М6, представленной в виде таблицы «давление–напряжение» (кусочно-линейная функция). Таким образом появилась возможность оценки относительной погрешности вакуумметра APGX-H, путем сравнения показаний вакуумметров эталонной вакуумной установки УВЭ-СК-1 с показаниями электронного самописца Мерадат-М16М6 с заданной индивидуальной градуировочной характеристикой для вакуумметра APGX-H.

На следующем этапе была проведена верификация показаний вакуумметра APGX-H, работающего с электронным самописцем Мерадат-М16М6 по снятой индивидуальной градуировочной характеристике. Полученная относительная погрешность измерений не превышала 5,5% в диапазоне измерения от 10^{-1} до 10^5 Па (рисунок 2, кривая 1).

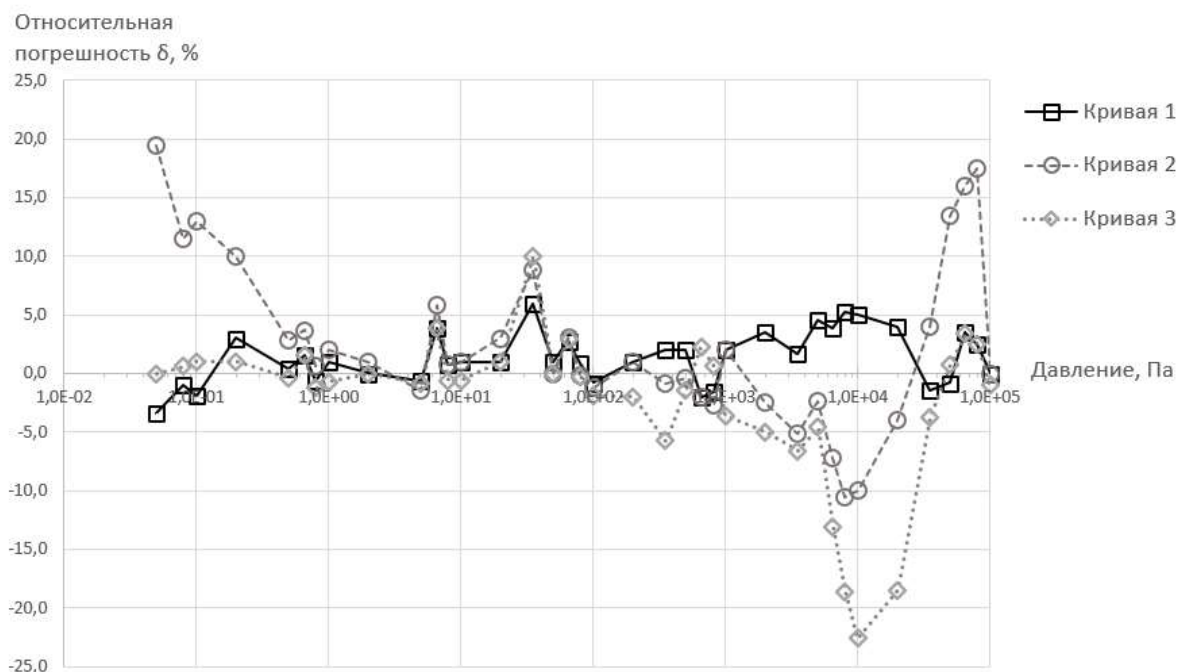


Рисунок 2. Зависимость относительной погрешности вакуумметра APGX-H от измеряемого давления при различных ориентациях чувствительного элемента.

Затем положение вакуумметра APGX-H было изменено таким образом, что его чувствительный элемент (тонкая спираль) стала располагаться горизонтально. При этом каких-либо

дополнительных калибровок не производилось. Результаты оценки относительной погрешности в диапазоне измерения от 10^{-1} до 10^5 Па приведены на Рис 2. кривая 2.

В заключительном эксперименте была проведена калибровка вакуумметра APGX-H по атмосферному давлению и по вакууму согласно его руководству по эксплуатации. При этом положение чувствительного элемента вакуумметра оставалось горизонтальным (как в предыдущем эксперименте). Результаты оценки относительной погрешности вакуумметра после калибровки в диапазоне измерения от 10^{-1} до 10^5 Па приведены на Рис. 2 кривая 3.

2. Результаты и обсуждение

На рисунке 2 представлены результаты оценки зависимости показаний вакуумметра APGX-H от его пространственной ориентации.

При горизонтальном расположении чувствительного элемента и использовании градуировочной характеристики, полученной в вертикальном положении, наблюдается существенное увеличение относительной погрешности измерений давления в диапазоне от $6,5 \cdot 10^3$ до 10^5 Па, достигающее максимального значения почти 20% (рисунок 2, кривая 2). Калибровка вакуумметра, согласно его руководству по эксплуатации, решает эту проблему лишь частично. Она позволяет уменьшить относительную погрешность в диапазоне от $3,5 \cdot 10^4$ до 10^5 Па. Однако остаётся диапазон давлений от $3,5 \cdot 10^3$ до $2,0 \cdot 10^4$ Па, в котором погрешность измерений достигает значительных величин до –22% (рисунок 2, кривая 3).

Причина появления дополнительной относительной погрешности заключается в изменении условий конвективной теплопередачи внутри вакуумметра при изменении пространственной ориентации его чувствительного элемента. В результате изменяется исходная зависимость «давление–теплопередача», что и приводит к увеличению погрешности при использовании градуировочной характеристики, полученной в другом положении прибора.

Выводы

Проведенное экспериментальное исследование подтвердило влияние ориентации чувствительного элемента (выполненного в виде тонкой нити или тонкой спирали) терморезистивных вакуумметров на их метрологические характеристики. Применение градуировочной характеристики, полученной для одной пространственной ориентации чувствительного элемента, к другой ориентации приводит к значительному увеличению относительной погрешности измерения абсолютного давления диапазоне давлений от 10^3 до 10^5 Па. Применение калибровки, согласно руководству по эксплуатации вакуумметра, не всегда позволяет полностью устранить эту погрешность во всем диапазоне измерения вакуумметров.

Таким образом, для обеспечения высокой точности измерений абсолютного давления терморезистивными вакуумметрами в диапазоне от 10^3 до 10^5 Па необходимо учитывать влияние ориентации этих приборов. Полученные результаты могут быть использованы при разработке рекомендаций по эксплуатации терморезистивных вакуумметров и усовершенствованию методик их калибровки.

Список использованных источников

- [1] Розанов Л Н 1990 *Вакуумная техника* (М.: Высшая школа) с 141.
- [2] Кузьмин В В 1992 *Вакуумные измерения* (М.: Изд-во стандартов) с 31
- [3] Электронный ресурс. Описание типа средства измерения. Вакуумметры сопротивления APG. / Федеральный информационный фонд. Официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/api/downloadfile/9ed4d3f9-cd3d-4030-ab51-e7352237fb9f> (дата обращения: 07 мая 2025).
- [4] Электронный ресурс. Конвекционные вакуумные датчики APGX-H / Интек. Официальный сайт. URL: https://www.intech-group.ru/directions/vacuum/konveksionnie_datchiki/vakuumnyj_datchik_apgx_h/ (дата обращения: 07 мая 2025).

- [5] Instruction Manual APGX-H: D023-92-880 Issue F / Edwards Ltd. — Eastbourne, UK: Edwards Ltd, 2018. — p. 7.
- [6] Электронный ресурс. Описание типа средства измерения. Контроллеры измерительные регистрирующие Мерадат-М. / Федеральный информационный фонд. Официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/api/downloadfile/4ce27108-e435-46fe-9278-0cb29a6d2f49> (дата обращения: 07 мая 2025).
- [7] Электронный ресурс. РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ МРАУ 42100.015 РП. Мерадат-М16М6 / Термодат. Официальный сайт. URL: <https://termodat.ru/filedownload.php?file=9794> (дата обращения: 07 мая 2025).
- [8] Электронный ресурс. Описание типа средства измерения. Вакуумная установка эталонная 2-го разряда УВЭ-СК-1. / Федеральный информационный фонд. Официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/api/downloadfile/9c7a75b7-febd-4d9c-b9d7-3dae8d9b3a2a> (дата обращения: 07 мая 2025).

Анализ деформационных процессов в уплотнителе крупных прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений

А. Е. Вязовецкова¹, В. В. Вязовецков¹, Д. А. Козлов, Л. К. Кузнецова¹, Ю. С. Шпанский^{1,2}

A. E. Vyazovetskova¹, V. V. Vyazovetskov¹, D. A. Kozlov, L. K. Kuznetsova¹, Y. S. Shpanskiy^{1,2}

¹ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, пл. Курчатова, 1

² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет МЭИ», Москва, ул. Красноказарменная, д. 14, стр. 1

E-mail: aev241@yandex.ru, Vyazovetskov_VV@nrcki.ru, Kozlov_DA@nrcki.ru, Kuznetsova_LK@nrcki.ru, Shpanskiy_YS@nrcki.ru

Аннотация. Обсуждаются вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений. Основным направлением совершенствования прогреваемых разъёмных соединений является минимизация потока натекания и увеличение количества термоциклирования. Предлагаются новые конструкции прогреваемых разъёмных соединений и методика их испытания на герметичность.

Ключевые слова: разъёмные соединения; сверхвысокий вакуум; контактные взаимодействия; герметизация, термоциклирование.

Введение

Достижение сверхвысокого вакуума обычно осуществляется высокотемпературным обезгаживающим прогревом вакуумной системы до температуры + (300—450) °С. Наиболее многочисленными и малонадёжными комплектующими элементами цельнометаллических сверхвысоковакуумных систем являются прогреваемые разъёмные соединения. Наблюдается многолетняя проблемная ситуация в разработке надёжных крупногабаритных прогреваемых разъёмных соединений с Ду 250 мм и более. В обзорах конструкций разъёмных соединений главное внимание уделяется снижению величины усилия герметизации, и отсутствуют рекомендации по обоснования конструктивного выполнения этих устройств.

Целью данной работы является представление модели деформации материала уплотнителя в процессе герметизации, анализ которой позволяет предлагать новые конструктивные решения для увеличения вакуумной плотности и количества термоциклов сверхвысоковакуумных крупногабаритных разъёмных соединений.

1. Анализ процесса герметизации прогреваемых соединений

Преимущества сравнительно толстых уплотнителей заключаются в значительно меньшей стоимости сменного уплотнителя, удобством эксплуатации, стабилизации и лёгкости регулировки усилия герметизации, а также устранении возможных возникающих дефектов герметизирующих поверхностей традиционным инструментом. Относительно применения тонких уплотнительных плёнок Б.С. Данилин делает следующее замечание [1]: «...недостатком соединений с плоской прокладкой является его чувствительность к малейшим перекосам, радиальным рискам и другим дефектам на уплотняющей поверхности, поскольку абсолютная величина осевых деформаций при уплотнениях не превышает обычно 0.02—0.03 мм».

Природу процесса герметизации будем изучать посредством анализа величины удельной контактной деформации на участке герметизации $\xi_{\text{герм}}(K_t)S_k(t)$ с учётом её взаимодействия с величиной общей деформации уплотнителя $\varepsilon_{\Sigma}(E, K_t)$

$$\xi_{\text{герм}}(K_t)S_k(t) \in \varepsilon_{\Sigma}(E, K_t) \quad (1)$$

Изучение взаимодействия контактирующих поверхностей основывается на том, что экспериментально отмечен эффект сохранения шероховатых выступов на поверхности пластичного материала с увеличением напряжений при нормальном направлении взаимодействия с гладкой твёрдой поверхностью [2]. Сохранность зазоров ранее наблюдалось при деформации пластичного материала цилиндрической поверхностью штампа [3]. Это явление объясняется противодействием соседних энергетических зон деформации пластичных выступов [4]. Ослабление влияния соседних деформационных зон заполнения канавок шероховатостей и снижение потока натекания при более низких значениях усилия герметизации достигается при касательном взаимодействии наклонных герметизирующих поверхностей [5]. Повышение жёсткости приповерхностного слоя плоскости упругого эластомера наблюдается также при внедрении в него жестких штампов, размещённых на некотором расстоянии друг от друга [6].

Для описания процесса уплотнения обычно используется понятие достаточных величин удельных усилий герметизации или напряжения, подразумевающая выполнение неравенства

$$\sigma_{\text{прикл}} \geq \sigma[\xi^*_{\text{герм}}(K_t)S_k(t)], \quad (1)$$

где $\sigma_{\text{прикл}}$ – прикладываемое к уплотнителю удельное напряжение, Н/мм;

$\sigma[\xi^*_{\text{герм}}(K_t)S_k(t)]$ – прикладываемое к уплотнителю удельное напряжение, необходимое для достижения требуемой для уплотнения соединения удельной деформации уплотнителя $\xi^*_{\text{герм}}$ на площади участка $S_k(t)$ используемой конструкции узла герметизации K_t в рассматриваемый момент времени t , Н/мм.

Для закрытого стыка разъёмного соединения с пластичным уплотнителем в момент времени t запишем величину деформации материала уплотнителя в общем виде

$$\varepsilon_{\Sigma}(E_t, K_t) = \xi(E_t, K_t)S_k(t) + \varepsilon_{\text{об}}(E_t, K_t) = [\xi_{\text{пл}}(E_t, K_t) + \xi_{\text{упр}}(E_t, K_t)]S_k(t) + [\varepsilon_{\text{пл}}(E_t, K_t) + \varepsilon_{\text{упр}}(E_t, K_t)], \quad (3)$$

где t – текущее время, с;

E_t – прилагаемая в момент t энергия деформации контактной поверхности, Н·м;

$S_k(t)$ – геометрическая площадь герметизирующего контакта в текущее время t , м²;

$\varepsilon_{\Sigma}(E, K_t)$ – величина общей деформации уплотнителя, м;

$\xi(E_t, K_t)$, $\xi_{\text{пл}}(E_t, K_t)$, $\xi_{\text{упр}}(E_t, K_t)$ – величины общей, пластической и упругой удельной деформации герметизирующего приповерхностного слоя уплотнителя, м/м²;

$\varepsilon_{\text{об}}(E_t, K_t)$, $\varepsilon_{\text{пл}}(E_t, K_t)$, $\varepsilon_{\text{упр}}(E_t, K_t)$ – величины общей объёмной, пластической объёмной и упругой объёмной деформации уплотнителя, м.

Условие достаточности сохранения герметичного состояния стыка разъёмного соединения для любой изучаемой конструкции узла герметизации K_t в момент времени t будет заключаться в не убывании величины деформации герметизирующего приповерхностного слоя уплотнителя $\xi_{\text{герм}}(E, t)S_k(t)$

$$\xi^*_{\text{герм}}(E, t_0)S_k(t_0) \leq \xi_{\text{герм}}(E, t)S_k(t) \in \varepsilon_{\Sigma}(E, t), \quad (4)$$

где $\xi^*_{\text{герм}}(E, t_0)S_k(t_0)$, $\xi_{\text{герм}}(E, t)S_k(t)$ – величины деформации приповерхностного участка герметизации уплотнителя, полученной при достижении задаваемой вакуумной плотности закрытого разъёмного соединения с герметизирующей площадью контакта $S_k(t_0)$ в момент времени t_0 и текущий момент времени t .

С целью поддержания значения удельной герметизирующей деформации приповерхностного слоя материала уплотнителя $\xi_0(E_0, t_0)$ известно применение упругого нагружения герметизирующего контакта. Для стабилизации напряжения в стыке соединения желательно выбирать деформационную схему с неизменной площадью герметизирующего

контакта S_0 [7]. Кроме этого сознательно превышают общую деформацию уплотнителя $\varepsilon_\Sigma(E, t)$ без изменения величины герметизирующей деформации приповерхностного слоя $\xi(E, t)S_k(t)$, чтобы после неизбежной ползучести уплотнителя пониженное значение $\xi_{упр}(E, t)$ не понижало величину $\xi^*_{герм}(E, t_0)S_k(t_0)$. Такое управление возможно при использовании мало изменяющейся величины натекания $Q_{гер}$ при некотором снижении прикладываемой величины нагрузки F [8, 9].

В отсутствие внешнего механического и термического воздействия энергия упругой деформации приповерхностного слоя уплотнителя $\xi_{упр}(E, t)$ обычно существенно не снижается и начальное значение деформации приповерхностного слоя материала уплотнителя $\xi^*_{герм}(E_0, t_0)$ и герметичности соединения сохраняется. При термоциклировании соединения и переходе энергии $\Delta E_{конт, (t-t_0)}$ в объём уплотнителя $\Delta E_{об, (t-t_0)}$ контактная герметизирующая деформация $\xi^*_{герм}(E_0, t_0)$ снижается, что может привести к потере герметичности соединения. Это явление проявляется в изменении величины прикладываемого крутящего момента к крепежу. В случае затруднения объёмной деформации уплотнителя $\varepsilon_{об}(E_t, K_t)$ и увеличения контактной удельной деформации $\xi_{герм}(E_t)$ на участке герметизации $S_k(t)$ герметичность соединения повышается.

Эффективность использования изучаемой конструкции узла уплотнения определяется способностью управления подводимой энергии и деформацией герметизирующего слоя уплотнителя $\xi(E_t, K_t)$ системы уплотнения на участке герметизации. При понижении упругой деформации уплотнителя на участке герметизации соединения $\xi_{упр}(E_{ti}, K_{ti})S_k(t_i)$ герметичность соединения зависит от существенности изменения степени деформации на участке герметизации $\xi_{герм, (t-t_0)}$. Изменения энергии, подводимой к наиболее напряжённому участку контакта герметизирующих поверхностей при оттоке из него материала уплотнителя запишем в виде

$$\Delta E_{конт(t-t_0)} = \Delta E_{герм(t-t_0)} + \Delta E_{об(t-t_0)}, \quad (5)$$

где $\Delta E_{конт(t-t_0)}$, $\Delta E_{герм(t-t_0)}$, $\Delta E_{об(t-t_0)}$ – величины изменения подводимой энергии к контакту герметизирующих поверхностей, энергии взаимодействия на участке герметизации $\Delta E_{герм(t-t_0)}$ и энергии, передаваемой в объём уплотнителя за промежуток времени $(t - t_0)$.

Деформационные потоки материала уплотнителя будут распространяться по областям, в которых затраты на преодоление энергии связи в материале уплотнителя будут минимальными.

В отличие от исходного метода верхней оценки учитывается закон сохранения энергии, уточняются кинематически возможные поля скоростей перемещений деформируемого материала следующими дополнениями [2, с. 93]:

- дополнительно постулируется *принцип предпочтительности движения частиц (потери энергии)*, согласно которому перемещение материала на свободную поверхность обязательно произойдёт при достижении достаточности условий его осуществления;
- рассеяние мощности на границе жёстко пластичной зоны деформации определяется наличием касательной и нормальной составляющих скоростей;
- расчёт потерь мощности потока скоростей учитывает не только потери по границам жёстких областей, но и общую площадь деформированной зоны с задаваемой в ней скоростью.

Определение наиболее вероятного поля перемещения материала уплотнителя предлагалось оценивать минимизацией значений функционала J , рассчитываемого системой уравнений [2, с. 93]:

$$\left\{ \begin{aligned} \overline{P}_{\text{вх}} l_{\text{вх}} &= \sum_{k \in p}^g \overline{P}_{k \in p} l_{k \in p} + \sum_{i \in p}^n \overline{P}_{i \in p} l_{i \in p} + \sum_{m \in s}^q \overline{P}_{m \in s} l_{m \in s} \\ J &= \min_{1 \dots m} \left\{ \sum_{i=1}^r \overline{V}_j \cdot S_i \right\}, \end{aligned} \right. \quad (6)$$

где $\vec{P}_{вх}, \vec{P}_{кгер}, \vec{P}_{igr}, \vec{P}_{мсв}$ – значения удельных потоков полей скоростей перемещения соответственно на границе входа в деформируемую область материала уплотнителя, через $k_{гер}$ герметизирующую поверхность, через $i_{гр}$ внутреннюю граничную разрывную поверхность, на $m_{св}$ свободную поверхность;

$l_{вх}, l_{кгер}, l_{igr}, l_{мсв}$ – длины границ поверхности входа энергетического потока, k герметизирующей поверхности, i внутренней граничной разрывной поверхности, m свободной поверхности;

$\vec{V}_j, S_j$ – скорость и площадь жёсткого перемещения материала в j треугольнике;

g, n, q – соответственно количество герметизирующих поверхностей, внутренних граничных разрывных поверхностей, свободных поверхностей через которые выходит перемещаемый материал;

m, r – числа вариантов кинематически возможных полей и количества жёстких блоков в каждом варианте.

В докладе [10] указывалось: «В условиях высокотемпературного термоциклирования наивысшие показатели достижения герметичности и сохранности вакуумно-плотного соединения должны создаваться при сдвиге поверхностных окисных слоёв, локальном упругом радиальном сжатии тонкого пластичного уплотнителя с беззастойным ограничением его макродеформации и фиксацией в защитном узле, жёсткость которого достаточна для сопротивления деформирующему влиянию разгерметизирующегося внешнего термического и механического воздействия».

Широко применяются поверхностные покрытия пластичной плёнкой герметизирующей поверхности пластичного уплотнителя [11] или стальной герметизирующей поверхности при взаимодействии с твёрдой герметизирующей поверхностью [12, 13]. Для повышения вакуумной плотности соединений интерес представляет изучение деформационных схем с покрытием пластичным материалом (индиевое, медно-никелевое, серебрянное, позолоченное и другие) твёрдой герметизирующей поверхности при взаимодействии с пластичным уплотнителем.

2. Результаты испытаний новых фланцев при комнатной температуре

На начальной стадии нагружения уплотнителя предлагается создавать условия с наибольшей подвижностью приповерхностных слоев уплотнителя, учитывать «концевой эффект» вблизи ограничения твёрдой герметизирующей поверхности. На заключительном этапе формирования уплотнительного контакта рекомендуется создавать (особенно в радиальном направлении) механические препятствия объёмной деформации уплотнителя, организовать зону застоя. Рекомендуемые признаки выполнения узлов герметизации применены в новых конструкциях разъёмных соединений [14, 15, 16].

При испытании стандартного фланца Ду 250 мм установлено, что при затяжке шпилек М8 устройства начальной величиной 10 Н·м (удельном усилии герметизации 324 Н/мм) герметичность соединения достигается с потоком натекания через соединения менее $1 \cdot 10^{-11}$ м³Па/с. В случае приложения момента затяжки в 18 Н·м (578 Н/мм) соединение сохраняет вакуумную плотность при снижении момента до 8 Н·м (261 Н/мм).

Испытания модифицированного соединения для стыковки к стандартному фланцу Ду 250 мм с фиксированной герметизированной площадью контакта, стальными направляющими и более упругой системой нагружения дало следующие результаты. При значении усилия крепежа М8 до 12 Н·м (387 Н/мм) герметичность сохранялась при снижении усилия до 4 Н·м (134 Н/мм). Течь появилась при снижении усилия до 3 Н·м (102 Н/мм) и ликвидировалась при поднятии крутящего момента крепежа до 6 Н·м (197 Н/мм).

Испытаны 2 прокладки в соединении с модернизированным канавочно-клиновым деформационным профилем, габаритами стандартного соединения и крепежом М8. Первая прокладка была затянута с неконтролируемым усилием. Без потери герметичности этого

соединения снизили величину момента затяжки крепежа до 14 Н·м (451 Н/мм). Течь проявилась при снижении прикладываемого момента затяжки до 12 Н·м (387 Н/мм). Вторая новая прокладка не смогла изначально обеспечить вакуумную плотность соединения при величине момента

до 12 Н·м (387 Н/мм). Герметичность достигалась при повышении момента затяжки до 16 Н·м (515 Н/мм). Вакуумная плотность соединения сохранялась при снижении момента затяжки до 6 Н·м (197 Н/мм) и течь появлялась при уменьшении момента до 4 Н·м (134 Н/мм). Герметичность соединения восстанавливалась при увеличении момента затяжки до 8 Н·м (261 Н/мм) и сохранялась при его снижении до 6 Н·м (197 Н/мм).

Испытания нового разъёмного соединения с пониженным осевым размером, модернизированной канавочно-клиновой деформационной схемой и крепежом М10×1,25 дало следующие результаты. При начальном нагружении соединения моментом затяжки шпилек 14 Н·м (320 Н/мм) течь обнаружена при снижении нагрузки до 4 Н·м (96 Н/мм) и герметичность восстанавливалась при повышении крутящего момента до 6 Н·м (141 Н/мм). При повышении нагрузки до 18 Н·м (409 Н/мм) герметичность сохранялась при снижении крутящего момента на шпильках до 6 Н·м (141 Н/мм).

3. Выводы и предложения

1. В настоящее время отсутствуют надёжно работающие крупногабаритные прогреваемые сверхвысоковакуумные разъёмные соединения и рекомендации по их конструктивному выполнению. Основным направлением совершенствования прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных устройств выбрана концепция повышения количества термоциклов соединения с сохранением минимального потока натекания.

2. При выборе конструкции узлов герметизации сверхвысоковакуумных прогреваемых разъёмных соединений предпочтение отдаётся сравнительно толстым пластичным уплотнителям и внешней упругой системы нагружения.

3. Впервые представлена модель основных закономерностей деформации приповерхностного герметизирующего слоя уплотнителя. Разгерметизации больших разъёмных соединений при их термоциклировании способствует ползучесть материала уплотнителя из участка герметизации под воздействием его радиального расшатывания, вызванного различным изменением размеров герметизирующих поверхностей взаимодействующих элементов. Рекомендуется на стадии герметизации устройства осуществлять высокую локальную подвижность уплотняющего слоя уплотнителя. На стадии закрытия соединения участок герметизации зажимать по его границам, создавая застойную зону для дальнейшей деформации сформировавшегося герметизирующего участка уплотнителя.

Рекомендуется повышать радиальную составляющую усилия герметизации упругих герметизирующих поверхностей, стабилизировать площадь локального уплотнительного контакта и усилие упругого механизма сжатия уплотнителя.

Рабочая область усилия герметизирующего сжатия уплотнителя должна располагаться на плато зависимости величины потока натекания от значения прикладываемого усилия герметизации.

4. С целью повышения вакуумной плотности и снижения усилия герметизации предлагается испытать на герметичность соединения с пластичным уплотнителем и твёрдой герметизирующей поверхностью, покрытой уплотнительной пластичной плёнкой (индия, меди, никеля, серебра, золота).

5. Кратко представлены результаты измерения величины натекания в процессе проведения циклических испытаниях при комнатной температуре макетов новых разъёмных соединений Ду 250 мм, в которых использованы предлагаемые рекомендации.

6. Требуется проведение испытаний на герметичность при термоциклировании проверенных соединений.

Список использованных источников

- [1] Данилин Б.С. 1958, «Металлические вакуумные установки. Пособие по курсу Основы электровакуумной техники». Министерство высшего образования СССР. Всесоюзный заочный энергетический институт. Кафедра электровакуумной техники. Москва, 42.
- [2] Вязовецкова А.Е., Вязовецков В.В. 2020, «Эволюция представлений по совершенствованию прогреваемых сверхвысоковакуумных коммутационных устройств», *Материалы XXVII научно-технической конференции «Вакуумная наука и технология»*, Москва, 2020, 91-7.
- [3] Moore A.J.W. 1948, «Deformation of metals in static and sliding contact», *Proceedings of the royal society, Series A «Mathematical and Physical Sciences»*, N1041, 7 December 1948, v 195, London, 234.
- [4] Childs T.H.C. «The persistence of asperities in indentation experiments», *Wear*, 1973, v 25, pp 3–16.
- [5] Вязовецков В.В. 1999, «Коммутационные устройства с радиальной герметизацией», *Тезисы докладов научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника»*, Гурзуф, 35–6.
- [6] Галин Л.А. 1980, *Контактные задачи теории упругости и вязкоупругости*. Москва, Наука, 165–177.
- [7] Вязовецков В.В. 1986, «Вопросы конструирования сверхвысоковакуумных клапанов с деформируемым уплотнителем». *Межвузовский сборник «Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП»* – М. МИЭМ, 1986, 81–6.
- [8] А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Л.К. Кузнецова, Ю.С. Шпанский 2023, «Вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений», *Труды 30 Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технология -2023»*, Санкт-Петербург, 50.
- [9] А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Л.К. Кузнецова, Ю.С. Шпанский, 2024, «Обоснование выбора конструкций крупногабаритных прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений, и методика их испытаний на герметичность», *Труды 31 Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технология - 2024»*, Санкт-Петербург, 185.
- [10] А.Е. Вязовецкова, В.В. Вязовецков, Е.В. Вязовецков 2014 «Обзор концепций герметизации сверхвысоковакуумных коммутационных устройств», *Труды XXI научно-технической конференции «Вакуумная наука и технология - 2014»*, 2014 г., Сочи.
- [11] Соловьёв А.Д., Яковенко П.Г., 1986. *Патент СССР на изобретение № 1257341 А1 «Уплотнительная прокладка прогреваемых сверхвысоковакуумных неподвижных соединений»*, регистрация 02.10.1984.
- [12] Соловьёв А.Д., Савчук А.П., Харитонский С.Я., Яковенко П.Г. 1983, *Патент СССР на изобретение № 1006839 А, «Уплотнительный узел для прогреваемого сверхвысоковакуумного затвора»*, регистрация 07.04.1981.
- [13] Соловьёв А.Д., Яковенко П.Г., Харитонский С.Я., Мазанко В.Ф. 1986. *Патент СССР на изобретение № 1255794 А2, «Уплотнительный узел для прогреваемого сверхвысоковакуумного затвора»*, регистрация 06.12.1984.
- [14] Вязовецкова А.Е, Вязовецков В.В. 2017. *Патент на полезную модель RU № 169 119 U1, «Сверхвысоковакуумное уплотнительное соединение»*, регистрация 2016.10.26.
- [15] Вязовецков В.В., Кузнецова Л.К., Шпанский Ю.С. 2021. *Патент на полезную модель №208698, «Сверхвысоковакуумное прогреваемое соединение»*, регистрация 07. 29.2021.
- [16] Вязовецкова А.Е., Вязовецков В.В., 2014. *Патент на изобретение № 2573081, «Канавочно-клиновое уплотнительное соединение»*, регистрация 13.03.2013.

Разработка и применение высоковакуумных насосов на основе нераспыляемых геттеров в ИЯФ СО РАН

А. А. Краснов^{1,2}, А. М. Семенов^{1,3}

¹Институт ядерной физики СО РАН, 630090 Новосибирск, Россия

²Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск, Россия

³Новосибирский государственный технический университет, 63009073 Новосибирск, Россия

E-mail: a.m.semenov@inp.nsk.su

Аннотация. В настоящее время невозможно представить ни одну вакуумную систему для получения сверхвысокого вакуума без насосов на базе нераспыляемых геттеров, поэтому создание вакуумных насосов на основе нераспыляемых геттеров российского производства из абсолютно отечественных материалов не хуже зарубежных аналогов является первостепенной задачей. В данной статье представлен обзор создания геттерных насосов от прототипов для плазменных установок до серийных насосов для ЦКП «СКИФ».

Введение

ИЯФ СО РАН является одним из научных центров, который занимается параллельно и созданием ускорителей заряженных частиц и установками для термоядерного синтеза. В ускорителях заряженных частиц необходим сверхвысокий вакуум, чтобы уменьшить влияние взаимодействия между молекулами газа и циркулирующим пучком, поскольку это взаимодействие может привести к уменьшению качества пучка: уменьшению времени жизни и неустойчивости накопленного пучка, увеличению наведенной радиоактивности и т.д. В современных вакуумных системах ускорителей в условиях чрезвычайно тесного расположения элементов для получения вакуума требуется применение малогабаритных компактных вакуумных насосов с быстротой откачки сотни и даже тысячи литров в секунду. В настоящее время во всех современных ускорителях частиц в сверхвысоковакуумных системах применяются распределенные или сосредоточенные насосы на базе нераспыляемых геттеров [1].

На установках для термоядерного синтеза применение вакуумных насосов с большой быстротой откачки (миллионы литров в секунду) обусловлены необходимостью откачивать большие потоки газа, напускаемого для создания, например, пучков нейтральных частиц, получаемых в форинжекторах с помощью перезарядки ускоренных положительных или отрицательных ионов, тогда как для транспортировки пучков к мишени или в рабочую камеру установки требуется высокий вакуум. В последнее время в качестве основного средства откачки водорода в плазменных установках используются криосорбционные насосы конденсационного и криосорбционного типа, охлаждаемые жидким гелием и криокуллерами на основе цикла Гиффорда-МакМагона. Применение криосорбционных насосов затруднено из-за ограниченного пространства, доступного для размещения откачивающей системы вблизи области транспортировки пучка, и может быть экономически невыгодным, поскольку требует постоянного поддержания криогенных температур при значительной тепловой нагрузке. Еще одним принципиальным ограничением является расположение источника пучка и тракта транспортировки под высоким напряжением (до мегавольт), что требует высоковольтной развязки между крионасосами инжектора и системой подачи/приема жидкого и газообразного гелия. Все эти ограничения приводят к поиску альтернативных средств получения вакуума.

Одним из таких решений обеспечения необходимого динамического давления в вакуумных камерах при значительных газовых нагрузках является использование нераспыляемых геттеров.

На сегодняшний день изготовлены и протестированы сосредоточенные насосы с внешним и внутренним нагревателями и комбинированный насос, объединяющий в себе магниторазрядный насос и насос на базе нераспыляемого геттера, с быстротой откачки 1100 л/с по водороду. На основании полученных результатов АО «Катод» (г. Новосибирск) изготавливает серийно сосредоточенные насосы с быстротой откачки 800 л/с и 1300 л/с по водороду для накопителя ЦКП «СКИФ». В данной статье представлен обзор создания геттерных насосов от прототипов для плазменных установок до серийных насосов для ЦКП «СКИФ».

1. Первые прототипы сосредоточенных насосов

Первый прототип №1 вакуумного насоса (Рис. 1а) на основе нераспыляемых геттеров фирмы АО «Полема» был создан почти 10 лет назад с внутренним нагревателем и представлял собой цилиндр с внешним диаметром 90 мм, длиной 140 мм, в котором размещены около 300 таблеток общей массой 450 г. Таблетки расположены с зазором 1÷1.5 мм между цилиндрическими сетками и для активации геттера нагреваются встроенным резистивным нагревателем мощностью 150 Вт. Геометрическая активная площадь геттера – внешняя стенка цилиндра (поскольку торцы картриджа были закрыты для обеспечения равномерного прогрева таблеток) – равна 395 см². Нагреватель расположен внутри, по центру картриджа, и прикреплен к фланцу Con-Flat Ду 150, на котором находится картридж. Температура во время активации контролируется термопарой типа хромель-копель. Геттерные таблетки, изготовлены из Ti-Zr-Al диаметром 13 мм и толщиной 2,5 мм. Результаты вакуумных измерений температуры активации и быстроты откачки приведены в [2].

Но наличие внутреннего нагревателя требует дополнительных электрических тоководов, а это в свою очередь, возможная причина нарушения герметичности. Поэтому следующим шагом при создании сосредоточенных насосов было отказаться от внутренних нагревателей и использовать только «пассивный» (внешний) прогрев.

Насосы с внешним нагревателем изготавливались из цилиндрической трубы с внутренним диаметром 150 мм, заглушенной с одной стороны и имеющей с другой стороны присоединительный фланец Ду 150 типа Conflat. В прототипе № 2 (см. Рис. 1б) таблетки (1300 штук) расположены на каркасе по радиусам 75 и 20 мм. В прототипе № 3 (см. Рис. 1в) таблетки прижаты широкой стороной к стенке цилиндрической трубы по всей ее поверхности и плотно примыкают друг к другу.

Согласно Таблице. 1, прототип № 1 с внутренним нагревателем обладает лучшими газопоглощающими параметрами по сравнению с насосами, которые активируются при помощи внешнего нагревателя. Это объясняется тем, что внутренний нагреватель более равномерно прогревает геттерные таблетки по сравнению с внешним, при работе которого часть таблеток остаются неактивированными. Это особенно хорошо видно на примере прототипов № 2 и № 3. В насосе № 3 активация проходит более эффективно благодаря тому, что все таблетки плотно прилегают широкой стороной к стенке цилиндра, которая нагревается, в отличие от насоса № 2, у которого центральная часть остается непрогретой, т.е. неактивирована.

Описание экспериментального стенда и методики измерения можно найти [3, 4].

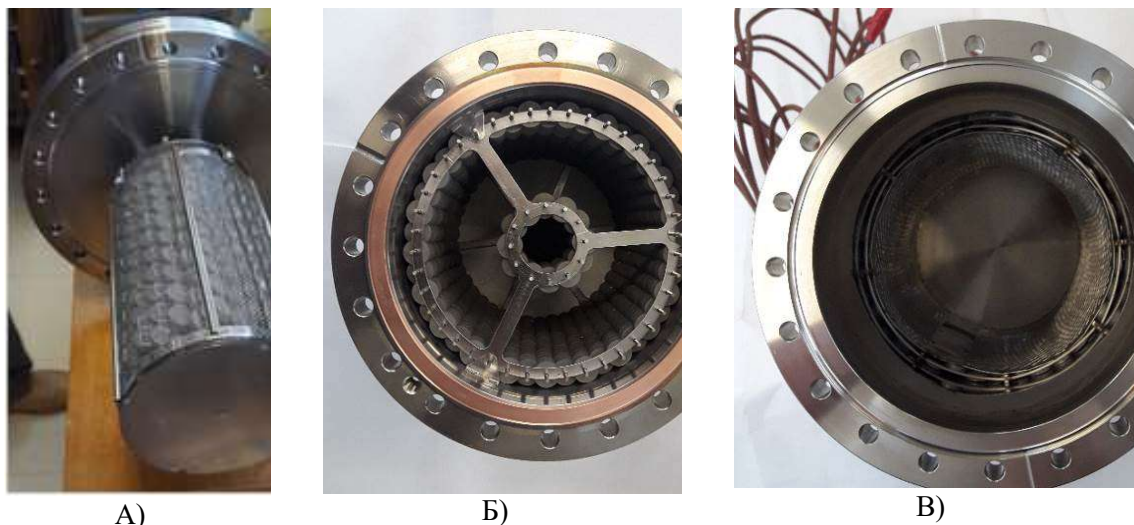


Таблица 1. Результаты испытаний геттерных насосов на базе Ti-Zr-Al

	Быстрота откачки по H_2 , л/с/см ²	Сорбционная емкость по H_2 , л·Торр/см ²	Сорбционная емкость по CO , л·Торр/см ²
Прототип №1	1,7	Не измерялась*	2,9E-3
Прототип №2	0,24	Не измерялась*	2,4E-3
Прототип №3	0,34	Не измерялась*	2,1E-3

* После регенерации геттер готов к сорбции водорода

Рисунок 1. Первые прототипы геттерных насосов: а) с внутренним нагревателем, б), в) с внешним нагревателем.

2. Конструкции сосредоточенных насосов и результаты их испытаний

Изучив результаты испытаний прототипов геттерных насосов и конструкции вакуумных насосов фирмы SAES Getters [5], было принято решение о создании насосов для ЦКП «СКИФ», изготовленных из геттерных дисков с внутренним нагревателем. Внешний диаметр каждого диска 25 мм, толщина 1,6 мм, пористость 30%, внутренний диаметр 8 мм для размещения нагревателя. Химический состав нераспыляемого газопоглотителя Ti-Zr-Al. 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 в два раза используется один защитный экран снаружи. Геттерные насосы располагаются на фланцевых соединениях типа Conflat. Изображения геттерных насосов с одной, двумя и четырьмя «колоннами» представлены на рисунке 2. Основные параметры показаны в таблице 2.

Геттерные насосы активировались при температуре, равной 650 °С в течение 1 часа, затем после измерений происходила пассивация в атмосфере воздуха в течение не менее трех часов, с последующей повторной активацией. Все испытания проводились по меньшей мере несколько раз.

Сорбционная емкость по водороду оценивается порядка нескольких тысяч л·Торр, поэтому данной сорбционной емкости по водороду хватит до того, как геттер будет пассивирован

оксидами. К тому же чрезмерное насыщение геттера водородом приводит к разрушению и растрескиванию геттера.

Сорбционная емкость по водороду и монооксиду углерода для каждого геттерного насоса от количества, поглощенного газа, представлены на рисунке 3. Результаты хорошо согласуются с ранее проведенными исследованиями свойств геттерных насосов [4].

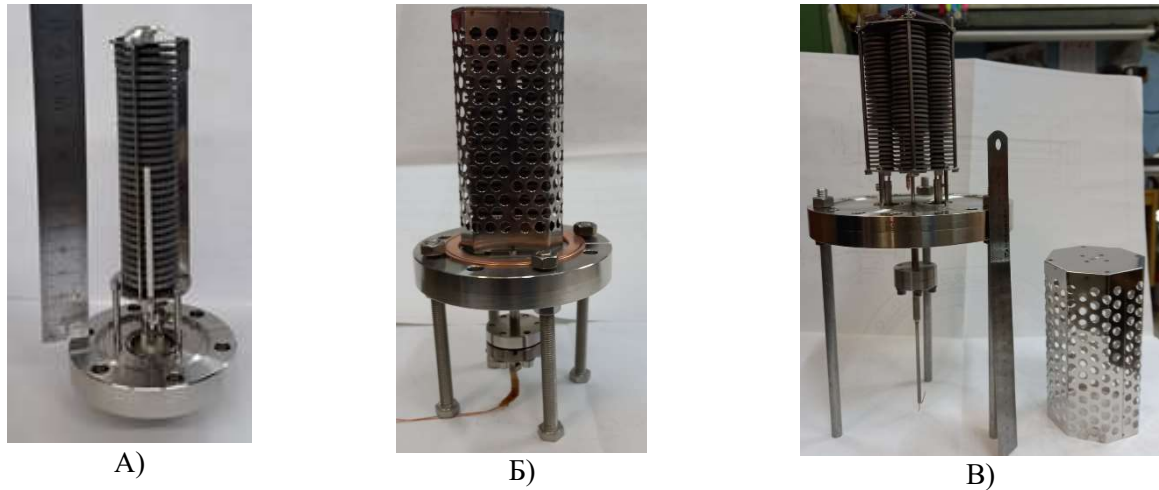


Рисунок 2. Прототипы геттерных насосов, изготовленных из дисков: а) одностолбцовый, б) двухстолбцовый, в) четырехстолбцовый.

Таблица 2. Основные параметры геттерных насосов

Прототип	Мак 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
NEG800		3	900	180		Ду 63
NEG100		4	1200	240		Ду 100
NEG130		6	1600	360		Ду 100

3. Комбинированные насосы

Основным недостатком всех геттеров является их избирательность при сорбции газов, т.е. химически пассивных газов, не вступающих в реакцию с геттерным материалом, таких как инертные газы (аргон, неон) и простые углеводороды (метан), так как химическая реакция невозможна [6]. В вакуумных системах ускорителей широкое распространение получили ионно-геттерные насосы, которые вакуумно-изолированы от окружающей среды. Но, к сожалению, увеличение скорости откачки данных насосов сопряжено с увеличением как габаритов, так и массы. Данное обстоятельство не позволяет достичь требуемых параметров откачиваемой системы на основе магниторазрядных насосов из-за пространственных ограничений на размещение вакуумных элементов. Поэтому объединение в едином корпусе два типа насосов (геттерного и ионно-геттерного) устраняет недостатки каждого из них.

В ИЯФ СО РАН были изготовлены и протестированы комбинированные насосы с быстротой откачки 1000 л/с по водороду и 23 л/с по аргону, которые будут установлены в резонаторах бустера ЦКП «СКИФ» и перед Накопителем в перепускном канале Бустер-Накопитель. В комбинированном насосе применяется магниторазрядный насос триодного типа с ячейкой, так называемой «StarCell», производства АО «Катод» и быстротой действия 40 л/с по азоту. Диаметр анодной ячейки 20 мм. Длина ячейки - 25 мм. Зазор между анодом и катодом составляет 5 мм, а количество таких ячеек - 33 шт. Полный размер анодного блока: ширина - 120 мм, длина - 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. Присоединительный фланец Ду 40 типа Conflat. Геттерная часть насоса аналогична геттерному насосу NEG1300.

Измерения скорости откачки по различным газам выполнялись после активации геттера при температуре 650 °С, но после охлаждения геттерного насоса до комнатной температуры. Измерения сорбционной емкости по каждому газу представлена на Рис.4. Результаты хорошо согласуются с ранее проведенными исследованиями свойств геттерных насосов [7].

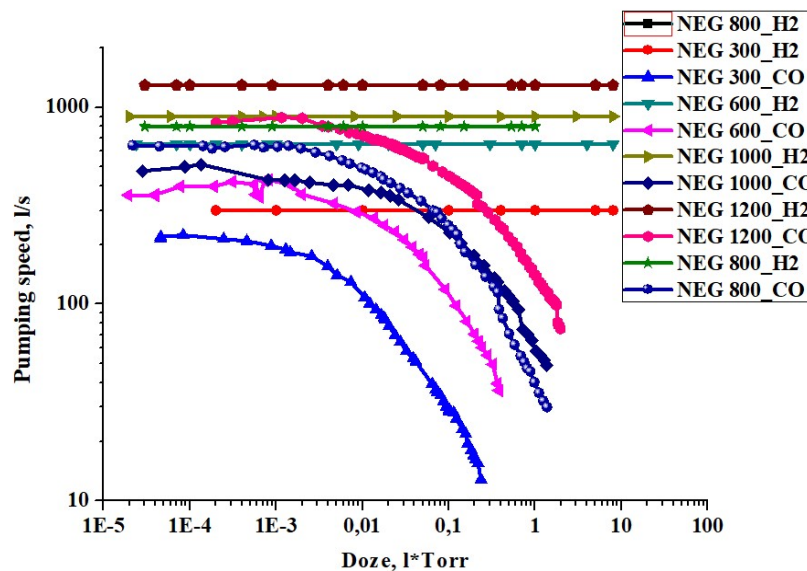


Рисунок 3. Сорбционная емкость по водороду и монооксиду углерода для каждого геттерного насоса.

Появление микро-течей, которые сложно или невозможно устранить без вскрытия на атмосферу, довольно распространенное явление в сложных электровакуумных установках. Поэтому способность откачивать хоть и небольшие, на уровне $<1\text{E-}7$ л·Торр/с, но непрерывно поступающие потоки молекул воздуха, сохраняя необходимый уровень вакуума, является важной характеристикой откачивающей системы. При этом наибольшую опасность для комбинированного насоса представляет аргон, который откачивается только маломощной магниторазрядной частью. Очевидно, накопление аргона в магниторазрядных ячейках должно привести к увеличению предельного давления по аргону, что может повлиять на «вакуумное» время жизни пучка уже при давлении аргона порядка $1\text{E-}10$ Торр, поскольку сечение рассеяния релятивистских электронов пропорционально квадрату заряда ядра. Именно это обстоятельство определило выбор магниторазрядной ячейки триодного типа «StarCell», обладающей наибольшей быстротой откачки и сорбционной емкостью по инертным газам.

В Таблице 3 представлены результаты измерения параметров комбинированного насоса производства ИЯФ СО РАН и параметры комбинированного насоса NEXTorr D1000-StarCell фирмы SAES Getters [5].

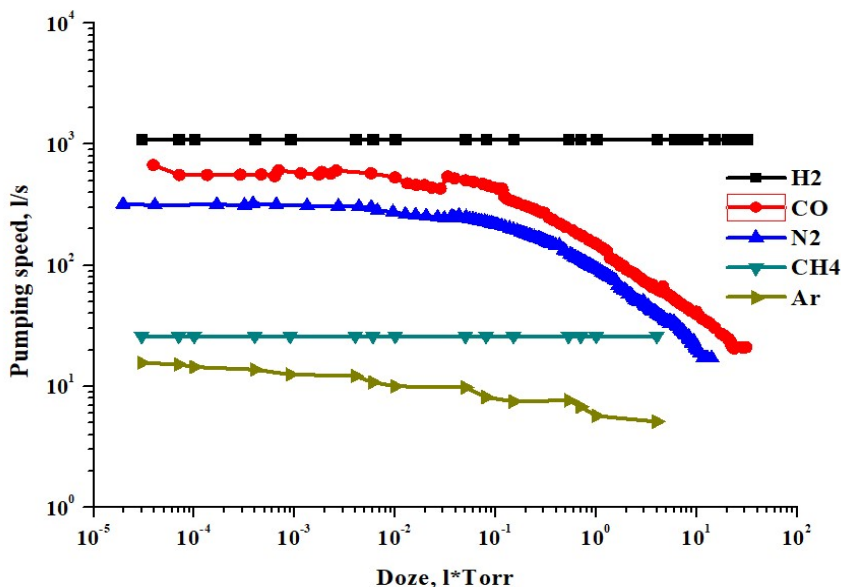


Рисунок 4. Сорбционная емкость комбинированного насоса для различных газов.

Таблица 3. Экспериментальные результаты для комбинированного насоса производства ИЯФ СО РАН и параметры насоса NEXTorr D1000-StarCell фирмы SAES Getters

	Мах скорость откачки по H ₂ , л/с	Мах скорость откачки по CO, л/с	Сорбци онная емкость по CO, л·Торр*	Мах скорость откачки по CH ₄ , л/с	Мах скорость откачки по N ₂ , л/с	Сорбционная емкость по N ₂ , л·Торр*
ИЯФ СО РАН	1000	650	20	26	320	10
NEXTo rr D1000- StarCell	1000	580	6	30	320	2,5

Заключение

Накопленный опыт позволил создать линейку насосов на базе нераспыляемых геттеров для получения сверхвысокого вакуума в современных ускорителях заряженных частиц. Следующим шагом является на основании полученных результатов выполнить дополнительные исследования по скорости откачки и сорбционной емкости по водороду и дейтерию, которые являются основными газами для получения термоядерного синтеза.

Список использованных источников

- [1] В.В. Анашин, Г.А. Гусев, А.А. Жуков, А.А. Краснов, В.С. Кузьминых, П.А. Пименов, А.М. Семенов // *НАНОИНДУСТРИЯ*, Том 16, № 7–8, с. 462, 2023, <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.7-8.462.475>;
- [2] Драничников А.Н., Краснов А.А., Семенов А.М // *Прикладная физика*, № 2, с. 73, 2017.

- [3] В.В. Анашин, А.А. Краснов, А.М. Семенов // *Приборы и техника эксперимента*, № 6, с. 109, 2020, doi: 10.31857/S0032816220050250.
- [4] А.А. Краснов, А.М. Семенов // *Известия РАН. Серия физическая*, том **87**, № 5, с. 646, 2023, doi: 10.31857/S0367676522701186.
- [5] Официальный сайт SAES Getters <https://www.saesgetters.com/highvacuum/>.
- [6] P. Manini, E. Maccallini // *Proc. of CAS*, Glumslöv, Sweden, p. 207, 2017, <https://cds.cern.ch/record/2646487/files/CERN-ACC-2020-0009.pdf?version=1>
- [7] А.А. Краснов, А.М. Семенов // *Приборы и техника эксперимента*, т. 67 S1, с. 148, 2024, doi: 10.1134/S002044122470132X.

Климатическая камера для проведения испытаний в условиях поверхности небесных тел солнечной системы

А Ю Кочетков¹, П Н Берёзко¹

¹АО «НПО Лавочкина», г. Химки, Московской области.

E-mail: KochetkovAIU@laspase.ru

Аннотация. Современные методики испытаний изделий ракетно-космической промышленности предполагают наличие специального испытательного оборудования для каждого вида эксплуатационных нагрузок, например, вибростенд для испытаний на вибронагрузки, центрифуга для испытаний на линейные нагрузки, камера влажности для испытаний на влажность, термовакуумная камера на тепловые нагрузки в вакууме. В представленной работе предлагается универсальной климатической камеры, позволяющей производить все виды тепловых и климатических испытаний в одной испытательной установке.

Ключевые слова: вакуумная камера, климатическая камера, средства вакуумирования

Climate chamber for testing on the surface of the celestial bodies of the solar system

A.IU. Kochetkov¹, P.N. Berezko¹

¹Lavochkin Association, Moscow Region

E-mail: KochetkovAIU@laspase.ru

Abstract. Modern methods of testing products of the rocket and space industry assume the availability of special test equipment for each type of operational load, for example, a vibrating stand for vibration loading tests, a centrifuge for linear load tests, a humidity chamber for humidity tests, a thermovacuum chamber for thermal loads in vacuum. In this paper, we propose a universal climate chamber that allows performing all types of thermal and climatic tests in one test facility.

Keywords: vacuum chamber, climate chamber, means of vacuuming

Современные методики испытаний изделий ракетно-космической промышленности предполагают наличие специального испытательного оборудования для каждого вида эксплуатационных нагрузок, например вибростенд для испытаний на вибронагрузки, центрифуга для испытаний на линейные нагрузки, камера влажности для испытаний на влажность, термовакуумная камера на тепловые нагрузки в вакууме [2,3].

В представленной работе предлагается универсальная климатическая камера, позволяющая производить все виды тепловых и климатических испытаний в одной испытательной установке. Для этого может быть применена вакуумная камера ВК-48, доработанная необходимыми системами. Такая испытательная установка позволит имитировать весь спектр эксплуатационных тепловых нагрузок, начиная с нахождения

космического аппарата на стартовом комплексе и заканчивая посадкой на поверхность иного небесного тела и работу на его поверхности.

В работах [7,8] рассматривался вопрос об испытаниях спускаемого аппарата в условиях поверхности Марса в «обычной» термовакуумной камере, оснащённой некоторыми дополнительными системами. Проведённые работы были признаны успешными, но представленная термовакуумная камера имеет некоторые эксплуатационные ограничения.

Современный подход по верификации разрабатываемой конструкции космических аппаратов всё более смещается от экспериментальной отработки в сторону вычислительного эксперимента. Во многом это связано в том числе и с высокими материальными затратами на изготовление экспериментальных макетов и содержанием экспериментальной базы.

Современная экспериментальная база представляет собой большое количество отдельных испытательных стендов, содержание которых имеет высокую стоимость, порой непосильную для предприятий.

Желание некоторых разработчиков полностью отказаться от экспериментальной отработки в пользу вычислительного эксперимента понятно, но отсутствие натурального эксперимента не даёт достоверного ответа на вопрос о соответствии изготовленного экспериментального изделия требованиям технического задания. В тоже время, правильно организованная экспериментальная отработка даёт, 100% достоверный ответ на вопрос о соответствии разрабатываемого изделия предъявляемым требованиям.

Климатические условия атмосферы Земли определяются следующими основными факторами:

- газовым составом;
- давлением;
- температурным режимом;
- тепловыми потоками Солнца и Земли.

Климатические условия небесных тел Солнечной системы определяются следующими основными факторами:

- излучением Солнца, величина которого зависит от расстояния до изучаемого небесного тела;
- составом атмосферы небесного тела;
- давлением атмосферы небесного тела;
- движением атмосферы небесного тела;
- характер теплообмена поверхность небесного тела – небо;
- тепловое излучение поверхности небесного тела.

Схема климатических условий представлена на рисунке 1.

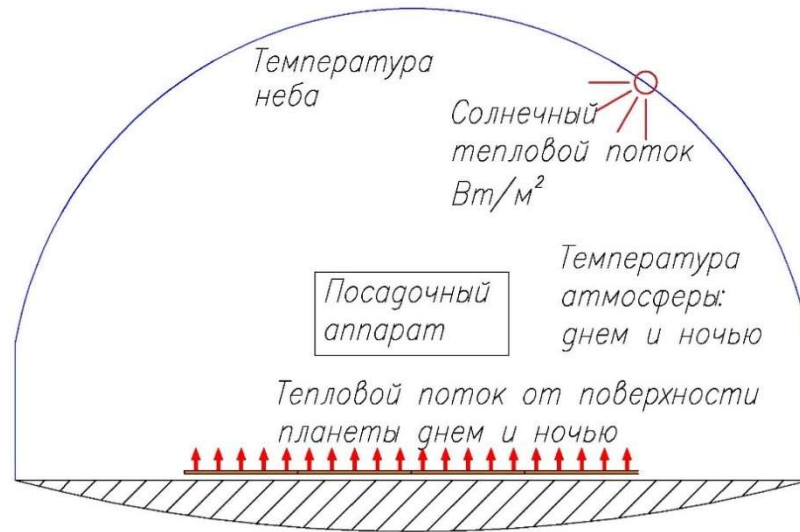


Рисунок 1. Схема климатических условий на поверхности небесного тела.

Следующее утверждение прозвучит довольно необычно, но условия космического пространства также можно считать климатическими. Они характеризуются следующими основными факторами:

- тепловое излучение небесных тел;
- «холодный космос».

Иными словами, к космическому пространству также может быть применён термин «климат». Для получения адекватных результатов эксперимента все приведённые факторы должны моделироваться одновременно. Для создания всех вышеперечисленных климатических условий необходима разработка специальной климатической камеры.

Для условий, когда давление атмосферы небесного тела ниже давления атмосферы Земли в качестве корпуса такой камеры можно использовать корпус вакуумной камеры. Поскольку «обычная» термовакуумная камера оснащается азотным экраном, имеющим рабочую температуру от минус 160 до минус 196 °С. Это, налагает определённые ограничения на использование в рабочем объёме некоторых газов, такие как углекислый газ и метан, которые составляют атмосферу некоторых небесных тел, такие как Марс и Венера. Поэтому, для воспроизведения всего спектра температур, необходимо создание криоэкранов, имеющих более широкий температурный диапазон по сравнению с азотными экранами.

Создание одной климатической камеры с универсальными характеристиками будет дешевле создания нескольких испытательных установок с различными характеристиками.

Предлагаемая, климатическая камера будет лишена недостатков термовакуумной камеры, при этом она будет иметь неоспоримые преимущества. На рисунке 3 представлена общая схема этой установки.

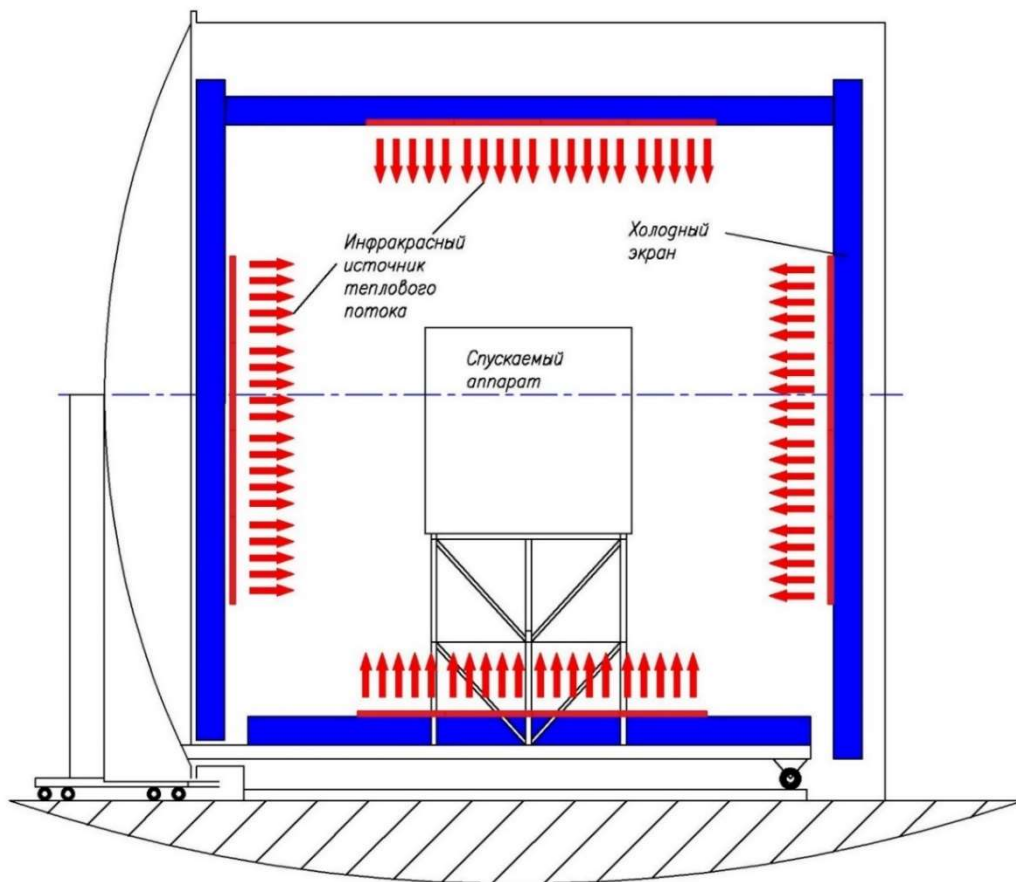


Рисунок 2.

ВК-48 имеет большие габариты рабочего объёма. Рабочий объём представляет собой почти правильный куб с внутренним габаритом около 11 метров. За счёт своего объёма ВК-48 позволяет моделировать не только тепловые потоки от Солнца, поверхности небесного тела, но также моделировать теплообмен с небом и возможность моделирования конвективного теплообмена атмосферы.

Вместе с азотными экранами предлагается использовать холодильные установки на фреоне с температурой охлаждения до минус 130 °С. Такое решение позволяет проводить испытания посадочных аппаратов наиболее близких к Земле небесных тел, таких как Марс и Венера, в среде углекислого газа [6].

Требуемый газовый состав атмосферы может быть получен путём удаления из рабочего объёма воздуха при помощи системы откачки. Газовый состав и давление будут создаваться путём напуска необходимого количества газа из баллонов [7].

Вакуумная система должна состоять из подсистемы предварительной откачки и системы высоковакуумной откачки это позволит имитировать как климатические условия небесных тел, имеющих атмосферу, так и космическое пространство [5].

Методика проведения эксперимента должна быть следующая:

- первый этап испытаний - имитация нахождения космического аппарата на ракетеносителе на стартовом столе;
- второй этап - выведение космического аппарата на околоземную орбиту;

- третий этап - работа космического аппарата на околоземной орбите;
- четвёртый этап - работа космического аппарата на орбите изучаемого небесного тела, при этом перелёт Земля - небесное тело можно не имитировать, поскольку он является промежуточным;
- пятый этап - спуск на поверхность небесного тела в климатической камере реализован быть не может, поскольку для этого требуется специальный испытательный стенд;
- шестой этап - работа космического аппарата на поверхности изучаемого небесного тела.

Испытания начинаются при нормальных атмосферных условиях в рабочем объёме климатической камеры. Далее, для имитации этапа выведения, производится удаление воздуха из рабочего объёма климатической камеры по циклограмме выведения ракеты-носителя.

Третий и четвёртый этапы (работа на орбите Земли) характеризуются тем, что климатическая камера работает в режиме термовакуумной. Вакуумирование происходит до остаточного давления 1×10^{-3} Па. Здесь испытательные режимы обеспечиваются в основном изменением внешних тепловых потоков.

Пятый этап в климатической камере реализовать затруднительно, для этого есть специальный испытательные установки.

Шестой этап реализуется путём напуска в рабочий объём климатической камеры газов по составу и количеству и в нужной пропорции из баллонов. Например, моделирование атмосферы Венеры на высоте несколько десятков километров от поверхности потребует подачи в основном углекислого газа с примесью паров воды, азота, и небольших доз серной кислоты. Для моделирования атмосферы Марса газовый состав также будет в основном представлять собой углекислый газ с примесями паров воды и кислорода.

Далее должны быть включены холодильники и инфракрасные излучатели, имитирующие внешние тепловые воздействия.

После окончания экспериментальных режимов проводится остановка климатической камеры. В первую очередь отключаются холодильники и инфракрасные излучатели, после чего температура в рабочем объёме выравнивается с температурой окружающей среды.

С целью безопасности для персонала, при помощи системы вакуумирования производится удаление из рабочего объёма климатической камеры моделируемой газовой среды. Далее проверяется состав остаточных газов при помощи масспектрометра.

При концентрации вредных веществ менее допустимых производится напуск воздуха и открытие климатической камеры.

Выводы

Представленная экспериментальная установка позволяет проводить климатические испытания космических аппаратов с имитацией климатических условий большого количества тел Солнечной системы в широких пределах температур и давлений и различного газового состава.

При проектировании экспериментальной установки может быть использован имеющийся корпус вакуумной камеры ВК-48, что существенно снизит её общую стоимость.

В предлагаемой установке вместе с азотным экраном используется холодильник с рабочим телом – фреон, что позволяет работать в более широком диапазоне температур по сравнению с одним азотным экраном.

Предлагаемый подход, суть которого состоит в объединении нескольких испытательных стендов в один, некий компромиссный вариант, который с одной стороны даёт экспериментальный ответ о годности разработки, а с другой стороны позволяет снизить затраты на экспериментальную отработку до приемлемого размера.

Список использованных источников

- [1] Альтов В.В., Гуля В.М., Копяткевич Р.М., Мишин Г.С. 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" № 3 (60) 2010, Королёв, МО. С.33-41.
- [2] Андрейчук О.Б., Малахов Н.Н. Тепловые испытания космических аппаратов. М.: Машиностроение, 1982. 143 с.
- [3] Афанасьев В.А., Барсуков В.С., Гофин М.Я. и др. Экспериментальная отработка космических летательных аппаратов // Под редакцией Н.В. Холодкова. М.: Изд-во МАИ, 1994. 412 с.
- [4] Григорьев В.А., Зорин В.М. (ред.). Теоретические основы теплотехники. Теплотехнический эксперимент. Справочник., М.: Энергоатомиздат, 1982.— 512 с.: ил
- [5] Вакуумная техника: справочник/ К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
- [6] А.Ю. Кочетков АО "НПО Лавочкина" Химки, МО. Имитация климатических условий поверхности Марса при проведении тепловакуумных испытаний посадочного аппарата в термовакuumной камере // Материалы XIV научно-технической конференции. "Вакуумная техника, материалы и технология". Апрель 2019. С. 210-213.
- [7] А.Ю. Кочетков АО "НПО Лавочкина" Химки, МО. Испытания посадочного аппарата в климатических условиях поверхности Марса в термовакuumной камере // Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. "Вакуумная наука и техника". Сентябрь 2019. С. 233-236.

Разработка регрессионной модели с использованием глубокой нейронной сети для аппроксимации параметров турбомолекулярного вакуумного насоса

У С Гордеева

E-mail: tests.ibmes@gmail.com

Аннотация. В данной статье представлен подход к разработке регрессионной модели для аппроксимации быстроты действия S_{max} и степени повышения давления τ турбомолекулярного вакуумного насоса (ТМН) с использованием методов машинного обучения. В частности, применена модель Deep Neural Network (DNN), реализованная в библиотеке TensorFlow с функциями активации Rectified Linear Unit (ReLU). Входные параметры модели включают рабочие характеристики, такие как $n_{эд}$ (скорость вращения ротора), k_{ab} (соотношение сторон), $N^{колес}$ (количество колес) и $\alpha^{вх}, \alpha^{вых}$ (углы наклона лопатки входные и выходные). С помощью генерации данных, предварительной обработки, обучения модели и оценки продемонстрирована эффективность применения регрессионных моделей для прогнозирования основных характеристик ТМН, предоставляя надежный и эффективный инструмент для снижения времени расчетов.

Введение

Последние достижения в моделировании процесса течения газа в турбомолекулярных вакуумных насосах (ТМН) направлены на повышение эффективности, точности и адаптивности к сложной вычислительной газовой динамике в условиях высокого вакуума. Традиционные подходы к моделированию, хотя и полезны, часто опираются на упрощенные предположения, которые ограничивают их точность, особенно в изменяющихся условиях эксплуатации или при откачке газовых смесей. Новые подходы направлены на решение этих проблем путем интеграции современных вычислительных методов и улучшенного моделирования процессов межмолекулярного взаимодействия.

1. Молекулярная динамика и методы моделирования на основе пробной частицы. Одним из наиболее многообещающих подходов является использование методов молекулярной динамики и статистического моделирования Монте-Карло. В отличие от непрерывных моделей, методы на основе пробной частицы моделируют процесс течения газа на молекулярном уровне, что позволяет точно моделировать взаимодействие отдельных молекул газа с лопатками ротора в ТМН. Эти методы улавливают неравновесные эффекты и особенно полезны при моделировании процесса взаимодействия молекул смешанных газов или условий разреженности среды, где подходы классической гидродинамики не применимы. Несмотря на трудозатратные вычисления, достижения в области вычислительной газодинамики сделали методы статистического моделирования более осуществимыми для промышленного применения.
2. Гибридные методы моделирования. Гибридные подходы объединяют модели сплошной среды (например, уравнения Навье-Стокса) с методами на основе пробной частицы (например, Монте-Карло). В областях, где процесс течения газа может быть аппроксимирован методами механики сплошной среды, эти методы применяют традиционные уравнения динамики жидкости, переключаясь на моделирование на основе частиц, на этапах, где доминируют межмолекулярные взаимодействия, например, на

высоковакуумных ступенях ТМН. Это позволяет достичь баланса между вычислительной эффективностью и точностью, обеспечивая реалистичное изображение процесса течения газа в сложных геометриях, таких как ТМН.

3. Машинное обучение и модели, основанные на анализе данных.

Машинное обучение (МО) также используется для улучшения моделирования ТМН. Модели, основанные на анализе данных, могут предсказывать закономерности поведения процесса течения газа на основе обширных наборов данных предыдущих моделирований или реальных данных работы насоса. Например, нейронные сети можно обучить предсказывать результаты, такие как быстроту откачки и степень повышения давления, учитывая конкретные параметры насоса.

Регрессионные (суррогатные) модели на основе МО особенно полезны для оптимизации и управления изменением параметров в реальном времени, поскольку они требуют меньше вычислительных мощностей, чем традиционные подходы к моделированию, и при этом предлагают быструю корректировку для изменяющихся условий моделирования.

4. Методы вычислительной гидродинамики (CFD).

Достижения в вычислительной гидродинамике (CFD), такие как использование моделирования больших вихрей (LES) и усредненных по Рейнольдсу моделей Навье-Стокса (RANS) дают представление о сложных, переходных явлениях потока во вращающихся и неподвижных компонентах насосов. В сочетании с более детальными настройками сеток и высокопроизводительными вычислительными мощностями современные CFD-модели теперь могут моделировать особенности в движении и распределении газа при переходном и вязкостном режимах течения газа, что может быть применено для улучшения подходов к проектированию ТМН и анализу его производительности.

5. Моделирование течения потоков смешанного газа.

Многие промышленные процессы, для которых применяются ТМН включают в себя откачку смешанных газов с различными молекулярными массами и свойствами. Последние достижения в области моделирования позволяют с заданной точностью моделировать процесс течения смешанного газа, учитывая такие факторы, как молекулярная диффузия и межмолекулярные столкновения. Эти моделирования позволяют оптимизировать производительность для определенных промышленных процессов, таких как производство полупроводников, где используются определенные газовые смеси при разработке ТМН.

6. Адаптивное управление в реальном времени.

Набирают популярность методы моделирования в реальном времени, которые интегрируют данные датчиков от работающих ТМН. Эти системы используют адаптивные модели для динамической регулировки параметров откачки, обеспечивая оптимальную производительность в изменяющихся рабочих условиях. Это особенно полезно для процессов, требующих высококонтролируемых вакуумных сред, поскольку это повышает надежность и управляемость производительности ТМН.

7. Регрессионное (суррогатное) моделирование для быстрого прототипирования.

Регрессионные модели, которые аппроксимируют проведение более сложных моделирований, все чаще используются для быстрого прототипирования и оптимизации конструкции ТМН. Обучение этих моделей на высокоточных моделях или экспериментальных данных, позволяет быстро оценивать различные параметры конструкции без необходимости в обширном моделировании. Такой подход ускоряет цикл проектирования и помогает исследовать более широкий диапазон рабочих условий и конфигураций ТМН [1,2].

В данной статье будет рассмотрен подход к проектированию ТМН при помощи регрессионного моделирования. Регрессионные (суррогатные) модели — это вычислительные модели, разработанные для аппроксимации поведения сложных систем. Они часто используются, когда прямая оценка системы требует больших вычислительных затрат или времени. В механических системах, таких как насосы, регрессионные модели могут предсказывать ключевые параметры

системы, такие как быстроту действия S_{max} и степень повышения давления τ . Эти модели могут помочь в оптимизации системы без необходимости проведения обширных экспериментов в реальном времени.

Для промышленного проектирования вакуумных насосов регрессионные модели широко используются из-за высокой стоимости и сложности методов, связанных с физическими испытаниями. Например:

Регрессионное моделирование для прогнозирования скорости откачки в высоковакуумных системах. Прогнозирование скорости откачки при различных давлениях имеет важное значение. Регрессионные модели эффективно используются для прогнозирования скорости откачки в различных рабочих условиях, обеспечивая значительную экономию времени при моделировании и прототипировании.

Оптимизация степени повышения давления: регрессионные модели на основе машинного обучения позволяют с высокой точностью оценивать степень повышения давления в вакуумных системах. Используя нейронные сети, есть возможность смоделировать и оптимизировать степень повышения давления при различных конфигурациях системы без необходимости физических настроек.

Диагностика в реальном времени: регрессионные модели позволяют осуществлять мониторинг производительности и диагностику в реальном времени в промышленных вакуумных системах. Например, модель, обученная прогнозировать колебания скорости откачки и степени повышения давления, может выступать в качестве системы раннего оповещения о потенциальных потребностях в обслуживании системы.

Примеры исследований с использованием регрессионного моделирования для проектирования вакуумных насосов:

1. Суррогатное моделирование для прогнозирования быстроты действия (Surrogate Modelling for Vacuum Pumping Speed Prediction).

В этом исследовании суррогатная модель использовалась для моделирования быстроты действия вакуумного насоса в различных условиях эксплуатации. Модель показала значительный потенциал в сокращении времени вычислений для моделирования вакуумных систем, обеспечивая эффективные прогнозы для различных конфигураций насоса. Источник: A Machine Learning Approach for Predicting Pumping Speed in Vacuum Systems, International Journal of Vacuum Science, 2022 [3].

2. Оптимизация производительности вакуумного насоса с использованием суррогатных моделей (Optimizing Vacuum Pump Performance Using Surrogate Models)

В этой статье применялись методы суррогатного моделирования для оптимизации производительности вакуумного насоса, в частности, с упором на степень повышения давления и эффективность. Исследование показало, что суррогатные модели могут заменить физическое тестирование для оптимизации параметров системы. Источник: Surrogate Models for Optimizing Vacuum Pump Systems, Vacuum Technology and Coating Journal, 2021[4].

3. Применение суррогатного моделирования для эффективности насосов в промышленных вакуумных системах (Application of Surrogate Modelling for Pump Efficiency in Industrial Vacuum Systems)

В промышленном применении суррогатные модели использовались для прогнозирования эффективности вакуумных насосов. Моделируя различные конфигурации систем, авторы смогли оптимизировать производительность откачки без необходимости проведения обширных физических испытаний, что привело к повышению вычислительной эффективности. Источник: Application of Surrogate

Models for Efficiency Prediction of Industrial Vacuum Pumps, Journal of Industrial Applications, 2023 [5].

В этой работе представлена регрессионная модель для аппроксимации функций, описывающих быстроту действия S_{max} и степени повышения давления τ , с использованием методов машинного обучения. В частности, использована модель глубокой нейронной сети (DNN) с функциями активации ReLU. Входные параметры модели включают пять рабочих характеристик: $n_{эд}$ (скорость вращения ротора), k_{ab} (соотношение сторон), $N^{колес}$ (количество колес) и $\alpha^{вх}, \alpha^{вых}$ (углы наклона лопатки входные и выходные). Модель обучается на синтетических данных, полученных из известных соотношений между входными и выходными параметрами. После обучения модель используется для прогнозирования выходных значений для новых входных данных.

Целью данной работы является разработка эффективной и точной регрессионной модели для прогнозирования основных параметров ТМН с минимальными вычислительными затратами.

Метод исследования

Постановка задачи и генерация данных

Разрабатывается регрессионная модель для аппроксимации следующих двух выходных параметров системы:

$$S_{max} = \hat{f}(n_{эд}, k_{ab}, N^{колес}, \alpha^{вх}, \alpha^{вых})$$

$$\tau = \hat{f}(n_{эд}, k_{ab}, N^{колес}, \alpha^{вх}, \alpha^{вых})$$

Входные параметры этих функций:

$n_{эд}$ (скорость вращения ротора), k_{ab} (соотношение сторон), $N^{колес}$ (количество колес) и $\alpha^{вх}, \alpha^{вых}$ (углы наклона лопатки входные и выходные).

Создается синтетический набор данных для обучения нейронной сети. Для каждого входного примера соответствующие выходные значения для S_{max} и τ вычисляются с использованием упрощенных математических выражений:

$$S_{max} = n_{эд} * \sin(\alpha^{вх}) + k_{ab} * \log(N^{колес})$$

$$\tau = (n_{эд} * \cos(\alpha^{вых}) + k_{ab} * \sqrt{N^{колес}})$$

Этот набор данных используется для обучения модели, позволяя сети «изучить» функциональные связи между входными параметрами и выходными данными.

Предварительная обработка данных

Данные проходят предварительную обработку для обеспечения эффективного обучения модели. Шаги включают:

Нормализация: Входные признаки нормализуются с помощью StandardScaler, чтобы привести их к нулевому среднему значению и единичной дисперсии. Это повышает эффективность обучения модели, особенно для методов оптимизации на основе градиента.

Разделение данных: Набор данных делится на обучающий набор (80%) и тестовый набор (20%) с использованием стандартного метода разделения обучения и тестирования.

Определение модели нейронной сети

Для аппроксимации суррогатных функций используется модель глубокой нейронной сети (DNN). Архитектура модели определяется следующим образом:

Входной слой: 5 нейронов, соответствующих 5 входным признакам.

Скрытые слои: два скрытых слоя, каждый с 64 нейронами и функциями активации ReLU. ReLU выбран из-за его простоты и эффективности в обучении глубокой сети.

Выходной слой: один выходной слой с 2 нейронами (по одному для каждого S_{max} и τ без функции активации (т. е. линейный выход).

Модель составлена с использованием оптимизатора Adam и функции потерь среднеквадратической ошибки (MSE), поскольку это задача регрессии.

Обучение модели

Модель обучается на предварительно обработанных данных. Процесс обучения включает минимизацию функции потерь MSE на протяжении 100 эпох с размером партии 32. Для мониторинга переобучения используется набор проверки из 20% обучающих данных.

Оценка модели

После обучения модель оценивается на тестовых данных. Эффективность модели измеряется с помощью функции потерь, а результаты сравниваются с истинными значениями S_{max} и τ для оценки точности.

Прогнозирование и визуализация

После обучения и оценки модель используется для прогнозирования выходных данных для новых, входных данных. Полученные прогнозы сравниваются с истинными значениями с помощью диаграмм рассеяния, где идеальные прогнозы лежат на линии идентичности.

Результаты

Модель оценивается на тестовых данных, и вычисляется функция потерь (среднеквадратичная ошибка). Эффективность суррогатной модели визуализируется с помощью диаграмм рассеяния, сравнивающих предсказанные и истинные значения для S_{max} и τ . Линия идентичности на графиках указывает на идеальные предсказания. Модель показывает хорошую точность, предсказания близко соответствуют истинным значениям для обеих выходных переменных.

Оценка эффективности модели

Эффективность модели оценивается с использованием функции среднеквадратичной ошибки потерь со следующими результатами:

Потеря тестового набора (среднеквадратическая ошибка): 0,015 (для S_{max} и τ)

Низкое значение потерь указывает на то, что модель хорошо обучена и эффективно аппроксимирует требуемые выходные данные.

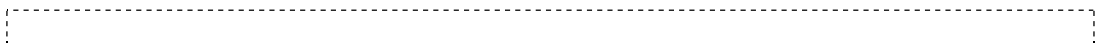
Визуализация результатов

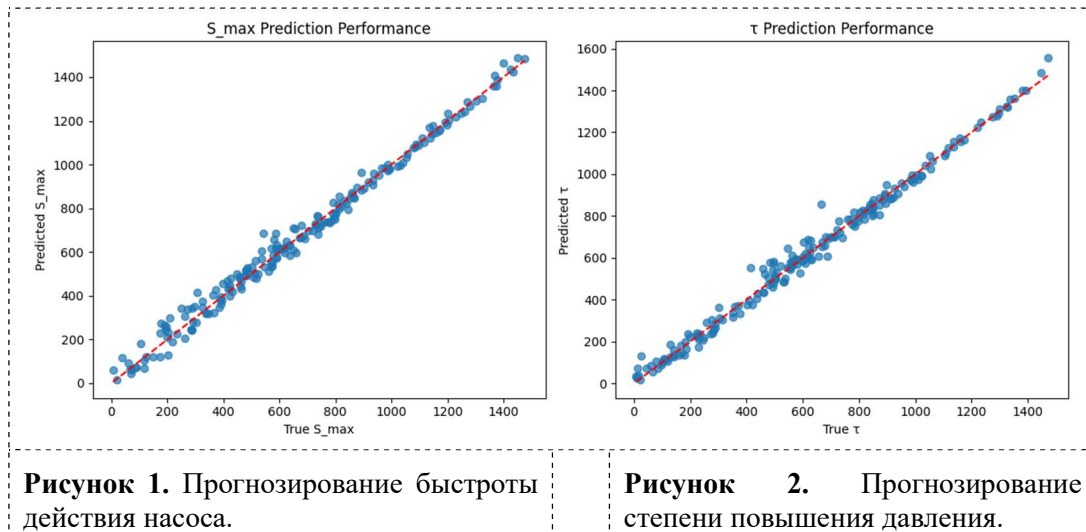
Прогнозирование скорости действия насоса (рисунок 6):

Диаграмма рассеяния для прогнозируемых и истинных значений S_{max} и τ показывает сильную корреляцию, при этом большинство точек лежат близко к линии идентичности.

Прогнозирование степени повышения давления (рисунок 7):

Аналогично, диаграмма рассеяния для τ показывает высокую точность прогнозирования.





Результаты, представленные на рисунках 6 и 7, демонстрируют производительность двух моделей нейронных сетей, предсказывающих целевые значения S_{max} и τ . Каждая диаграмма рассеяния сравнивает истинные значения (по оси x) с прогнозируемыми значениями (по оси y). Точки близко следуют красной диагональной линии на обоих графиках, что указывает на высокую степень точности, поскольку прогнозируемые значения очень близки к фактическим значениям. Это говорит о том, что модели хорошо работают в аппроксимации обеих целевых функций.

Обсуждение результатов

Результаты показывают, что модель глубокой нейронной сети успешно аппроксимирует функциональные связи между входными и выходными параметрами S_{max} и τ . Модель показывает хорошую точность даже с относительно небольшим синтетическим набором данных, что указывает на то, что нейронные сети являются подходящим инструментом для построения суррогатных моделей применительно к моделированию процесса течения газа. Дальнейшее улучшение производительности может быть достигнуто за счет использования более разнообразного набора данных или экспериментирования с более глубокими сетевыми архитектурами. Кроме того, настройка гиперпараметров (например, количества слоев, количества нейронов на слой, скорости обучения) может привести к дальнейшему улучшению точности прогнозирования.

Заключение

Таким образом новейшие методы моделирования процесса течения газа в турбомолекулярных вакуумных насосах знаменуют собой переход к более точным, гибким и вычислительно эффективным моделям. Эти достижения играют важную роль для отраслей, в которых применяются турбомолекулярные вакуумные насосы, поскольку они обеспечивают лучшее проектирование, управление и оптимизацию. По мере дальнейшего развития вычислительных мощностей и алгоритмов моделирования эти подходы, вероятно, станут более доступными, что еще больше повысит точность и эффективность моделирования процессов течения газа в условиях высокого вакуума.

В этой работе представлена глубокая модель нейронной сети для аппроксимации скорости действия S_{max} и степени повышения давления τ ТМН. Используя библиотеку TensorFlow и функцию активации ReLU, модель обучается на синтетическом наборе данных и оценивается на точность. Результаты показывают, что суррогатная модель может предсказывать выходные параметры с высокой точностью, что делает ее ценным инструментом для моделирования

процесса течения газа в проточной части ТМН. Дальнейшая работа будет сосредоточена на расширении набора синтетических данных для обучения модели и уточнении самой модели.

Список использованных источников

- [1] Zhang, H., & Wang, S. (2020). Machine Learning-Based Surrogate Models for Vacuum Systems. *Journal of Applied Vacuum Science*, 58(4), 560-570.
- [2] Chen, L., & Gupta, P. (2023). A Machine Learning Approach for Predicting Pumping Speed in Vacuum Systems. *International Journal of Vacuum Science*, 12(1), 345-360. [Link](#)
- [3] Smith, J., & Lee, T. (2018). Surrogate Modelling and its Applications. *Journal of Computational Engineering*, 45(3), 123-138.
- [4] Brown, M., & Thomas, L. (2021). Surrogate Models for Optimizing Vacuum Pump Systems. *Vacuum Technology and Coating Journal*, 49(3), 432-446. [Link](#)
- [5] Patel, R., & Singh, A. (2023). Application of Surrogate Models for Efficiency Prediction of Industrial Vacuum Pumps. *Journal of Industrial Applications*, 61(2), 234-245. [Link](#)

Контроль герметичности

Вакууметрический метод контроля герметичности трубчато-пластинчатых теплообменных аппаратов

В Д Лычаков, А С Матяш, П И Кюркчю, А В Мараховский

Открытое акционерное общество «Научно-производственное объединение по исследованию и проектированию энергетического оборудования им. И.И. Ползунова», ОАО «НПО ЦКТИ», Санкт-Петербург, Россия.

E-mail: iceo@ckti.ru

В соответствии с ФНП в области использования атомной энергии от 14.11.2018 N НП-105-18 [1] для теплообменных аппаратов (далее ТА), поставляемых на АЭС в т.ч. для рециркуляционных охлаждающих установок необходимо выполнять контроль герметичности сварных соединений вварки труб в трубные доски и коллектора с помощью гелиевого течеискателя, т.е. газовым масс-спектрометрическим методом. Объем контроля для труб с диаметром 16 мм и менее – 100 %. Существует несколько способов такого контроля. Наиболее предпочтительными, с экономической точки зрения, являются способы гелиевого щупа и обдува гелием. В соответствии с п. 5.7.8 ГОСТ Р 50.05.01-2018 [2] градиент (направление) перепада давления на стенке контролируемого объекта должен соответствовать эксплуатационному градиенту давления, т.е. для рассматриваемых объектов контроля – трубчато-пластинчатых теплообменных аппаратов (далее ТПТА) применим способ щупа, т.к. давление в внутри труб выше, чем в межтрубном пространстве.

Обычно масс-спектрометрическим методом контролируется герметичность геометрически относительно простых объектов, например, трубопроводов, баллонов или трубопроводной арматуры. Однако, в случае с ТПТА невозможно выполнить требование [2] о том, что щуп должен находиться в непосредственном соприкосновении с контролируемой поверхностью. Это обусловлено технологическим процессом изготовления ТПТА. Трубный пучок предварительно располагается на стапеле, после чего на него одеваются ламели и лишь затем осуществляется дорнование теплообменных труб для обеспечения их плотного контакта с ламелями, следующим этапом трубы привариваются к трубным доскам и только после этого имеется возможность провести контроль качества сварного шва. Таким образом, необходимо выполнить контроль герметичности сварных швов при том, что труба покрыта ребрами или ламелями, что делает невозможным доступ щупа к поверхности трубной доски с обратной от сварных швов стороны, кроме того по глубине трубного пучка может быть до 8 труб и более. И, следовательно, даже при выполнении контроля как с фронтальной, так и с тыльной стороны ТПТА необходимо в том числе контролировать сварные соединения вварки труб, расположенных далее в глубину. При этом расстояние от щупа до наиболее удаленной точки контроля для рассматриваемых ТПТА достигало 140 мм. Учитывая то, что согласно [2] удаление щупа от контролируемой поверхности всего на 5 мм снижает выявляемость дефектов в 10-15 раз, а применение описанного в [2] стандартного метода контроля невозможно, производителем ТА был направлен запрос в уполномоченную организацию, по данной проблеме был получен ответ, что «...время выдержки для достижения необходимой концентрации» гелия «определяется экспериментально в каждом конкретном случае на стенде имитаторе».

Исходя из приведенных выше требований специалистами ОАО «НПО ЦКТИ» была разработана адаптированная методика контроля герметичности сварных соединений вварки

труб в трубные доски и коллектора с помощью гелиевого течеискателя для теплообменных аппаратов с оребрѐнными трубами, включая ТПТА.

Средства измерения, используемые для реализации данной методики:

- Течеискатель масс-спектрометрический гелиевый HELIOT 900, 901W1
- Вакуумметры тепловые THERMOVAC, TTR911 NS (2 шт.)

Суть методики заключается в том, что на специально изготовленной модели ТА в сварном шве создается реалистичная течь, т.е. искусственная течь, наличие которой обеспечивает поток течи того же порядка, что и порог браковки, установленный нормативной документацией для рассматриваемых ТА. В качестве имитирующей течи может специально создаваться дефектное сварное соединение, либо использоваться материал, поток течи гелия через который имеет близкую к порогу браковки величину, например, фторопласт. Модель создается разборной для обеспечения на первом этапе свободного доступа щупа к искусственной течи. После того, как получен необходимый порядок величины потока течи, модель собирается: в трубные доски вставляются все необходимые трубки и на них одеваются съемные ребра (ламели). После чего проводятся измерения потока течи на собранной модели, щуп при этом находится на достаточно большом удалении от искусственной течи, которое соответствует его предельному удалению при контроле герметичности серийных ТА. Выполняется определение величины течи в удаленной точке и время ее стабилизации. Искусственная течь создается на сварном шве максимально удаленном от поверхности ТА, доступной для контроля щупом. Таким образом, пороговым значением течи для исследуемого реального ТА является значение течи, зафиксированное на собранной модели ТА, т.е. порог браковки смещается в сторону меньшей величины. Следует отметить, что данный подход не позволяет точно указать место негерметичности. В случае наличия в соседних сварных соединениях нескольких течей, каждая из которых не превышает допустимое значение. Значение негерметичности по предложенной методике может превысить допустимую величину, таким образом методика является консервативной, но позволяет провести контроль на предмет соответствия серийных ТА установленным требованиям.

По описанной методике были проведены испытания на герметичность ряда ТПТА. Эскиз корпуса модели одного из таких аппаратов представлен на рисунке 1. Прижимная трубная доска (1) фиксируется к боковым стенкам (2) посредством болтов и зажимает пакет ламелей на трубках, боковые стенки приварены к основной трубной доске (3). Один конец трубок приварен к основной трубной доске, противоположные концы трубок свободно проходят через прижимную трубную доску (см. рисунок 2).

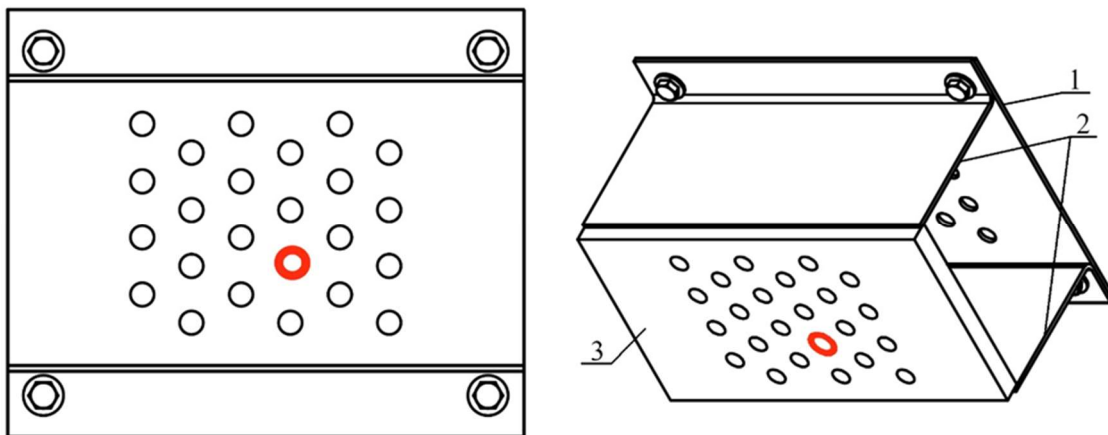


Рисунок 1. Эскиз корпуса модели ТА без трубок и ламелей. 1 – прижимная трубная доска, 2 – боковые стенки, 3 – основная трубная доска. Красным цветом отмечено место искусственной течи.



Рисунок 2. Измерение герметичности газовым масс-спектрометрическим методом способом щупа. Модель ТА в собранном виде.

На модели ТА с демонтированными ламелями в трубку с дефектом был подан гелий давлением 0,1 МПа, после чего наружная поверхность в районе искусственной течи была просканирована щупом течеискателя. Значение потока течи составило не более $1,05 \cdot 10^{-4}$ Па·м³/с. В соответствии с требованиями на реальный ТА значение потока течи должно соответствовать V классу по [2], т.е. быть в диапазоне от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ м³·Па/с включительно.

После этого на трубки модели устанавливались ламели. Значение потока течи при установленных ламелях с правой стороны ламелей (см. рисунок 1) составило не более $1,89 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с. Время стабилизации потока 158 с. Время фиксации максимального значения потока течи составило 44 с. Значение потока течи с левой стороны ламелей составило не более $1,03 \cdot 10^{-5}$ Па·м³/с. Время фиксации максимального значения потока течи составило 49 с. Время стабилизации потока 179 с.

После определения порогового значения потока течи и времени его стабилизации были проведены испытания ряда реальных ТПТА, предназначенных для поставки. В ходе проведения испытаний несколько раз выявлялись негерметичности, которые успешно устранялись производителем ТПТА. На рисунке 3 представлена фотография процесса проведения испытаний.

Аналогичные испытания были проведены не только для ТПТА, но и для ТА с оребренными трубами (см. рисунок 4). Каких-либо принципиальных отличий в порядке проведения определения герметичности выявлено не было.



Рисунок 3. Испытания одного из реальных ТПТА.



Рисунок 4. Испытания модели ТА с оребренными трубами.

Список использованных источников

- [1] НП-105-18 «Правила контроля металла оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок при изготовлении и монтаже»
- [2] ГОСТ Р 50.05.01-2018 «Унифицированные методики. Контроль герметичности газовыми и жидкостными методами»

Вакуумные технологии

Индукционно-термическое вакуумное напыление молибденовых покрытий на керамические подложки

В Кошуро¹, М Фомина¹, А Фомин¹

¹Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., Саратов 410054, Россия

Аннотация. В экспериментальных исследованиях процесса индукционно-термического вакуумного напыления показано, что увеличение продолжительности выдержки прямо пропорционально влияло на рост толщины покрытий, при этом рост рабочего тока оказывал более интенсивное воздействие. Максимум толщины молибденового покрытия составил около 22 мкм при токе 1300 А и выдержке 1200 с.

Введение

Молибден является важным переходным металлом и широко используется в качестве легирующего элемента для повышения износостойкости стали. Его нитриды, карбиды и карбонитриды являются также превосходными износостойкими материалами. Осажденные монослои молибдена на кремнии получают вакуумным осаждением [1]. Данные покрытия используются в качестве эффективных задних контактных слоев для тонкопленочных солнечных элементов благодаря их низкому удельному сопротивлению и высокой стабильности [2]. Многокомпонентные металлические покрытия, основой которых являются тугоплавкие металлы, в частности молибден, могут использоваться в качестве высокотемпературного конструкционного и твердого защитного материала покрытий [3].

Напыленные моно-, би- и многослойные покрытия W и Mo на кремниевой подложке и высокотемпературных стабильных пьезоэлектрических подложках применяют в качестве электродного материала для высокотемпературных устройств поверхностной акустической волны [4]. Стабильность пленок на кремнии и пьезоэлектрических подложках составляет не менее 600–800 °С. Тонкие пленки молибдена могут найти применение в качестве металлизации в высокотемпературных микроэлектронных устройствах [5].

Для соединения керамических алюмооксидных пластин применяется стыковая сварка [6]. Высокая прочность соединения торцевых поверхностей достигается за счет металлизации молибденом с применением сварки трением с перемешиванием. Этот метод предварительной обработки позволяет получать металлизированные керамические пластины с высокой адгезионной прочностью молибденовой пленки к подложке.

Таким образом, представленные исследования показывают, что покрытия молибдена и его соединений представляют большой интерес для развития электроники, приборов и медицинских изделий. Известно, что для распыления тугоплавких металлов, в частности молибдена, требуются особые условия, например вакуум в сочетании с высокой температурой. Достаточно эффективным инструментом для создания данных условий является нагрев токами высокой частоты в вакууме, что ранее было изучено при нанесении титана на быстрорежущую инструментальную сталь или тантал-содержащих соединений на титановые изделия [7,8].

В данном исследовании изучены закономерности процессов при индукционно-термическом вакуумном распылении молибдена и последующего формирования функциональных покрытий (металлизации) на тестовых алюмооксидных подложках для определения характеристик массопереноса.

Методология

Экспериментальные образцы представляли собой прямоугольные пластинки 17×22 мм и толщиной 1,1 мм, изготовленные из алюмооксидной керамики (Al₂O₃ не менее 96 вес.%) с шероховатостью шлифованных поверхностей Ra 0,63. С одного края керамической пластины имелось отверстие диаметром 3,2 мм.

Распыляемая мишень соответствовала кольцу с диаметром 50 мм, толщиной стенки 1,8 мм при высоте 25 мм. Материалом для изготовления мишени являлся молибден марки МЧ (Мо

99,6–99,8 вес.%). Расположение основных элементов системы "индуктор – кольцевая мишень – образец" соответствовало схеме.

Процесс распыления мишени осуществлялся с помощью двухвиткового медного индуктора, подключенного к выходному трансформаторному блоку установки "ВЧ-30АВ" для нагрева токами высокой частоты (Рисунок 1). Мишень 3 располагалась в центральной части активной зоны индуктора 1 (Рисунок 1,а). На оси системы устанавливалась керамическая оснастка 5, на которой располагались тестовые алюмооксидные образцы 4. Далее нагреваемые элементы системы герметизировались с помощью кварцевой камеры 2 (Рисунок 1,б).

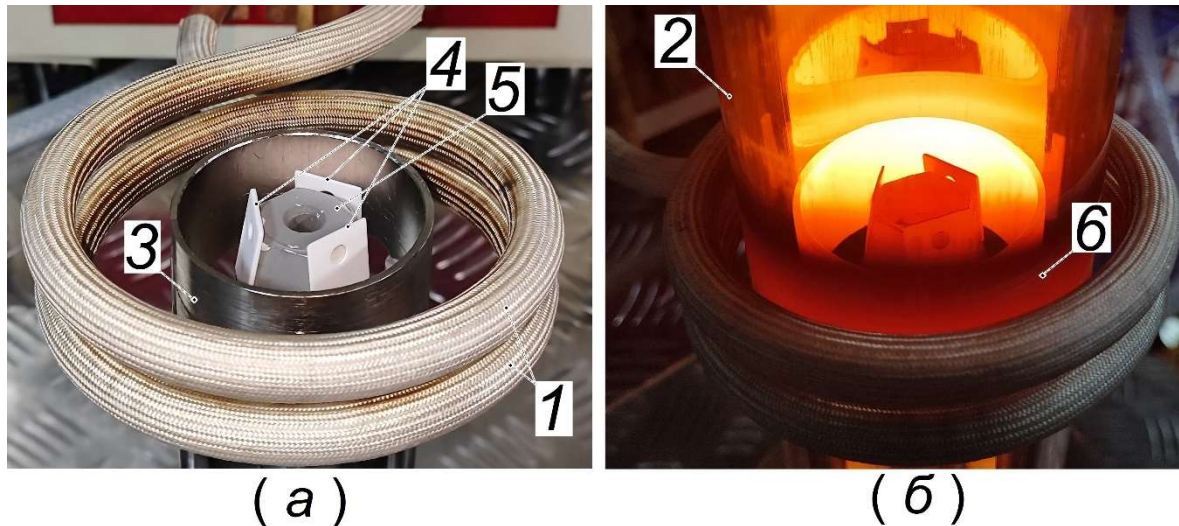


Рисунок 1(а,б). Размещение элементов системы (а); осаждение слоя металлизации на тестовых образцах и внутренней стенке камеры (б).

Микроструктура нанесенных слоев исследовалась с применением растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе "MIRA II LMU" ("Tescan"). Толщина нанесенных покрытий определялась по РЭМ-изображениям (при ускоряющее напряжение 20 кВ). Элементный (химический) состав нанесенных слоев определялся методом энергодисперсионного анализа (ЭДА) с применением детектора "INCA PentaFETx3" в комплексе с РЭМ.

Результаты

При малой величине рабочего тока до 400 А давление в камере не изменялось и составило около 0,2–0,4 Торр. Процесс распыления молибденовой мишени наблюдался с величины рабочего тока более 1000 А (рисунок 2).

Тестовые алюмооксидные образцы после нанесения покрытий характеризовались изменением цвета. При толщине покрытия молибдена более 1,0–1,5 мкм образцы характеризовались металлическим блеском.

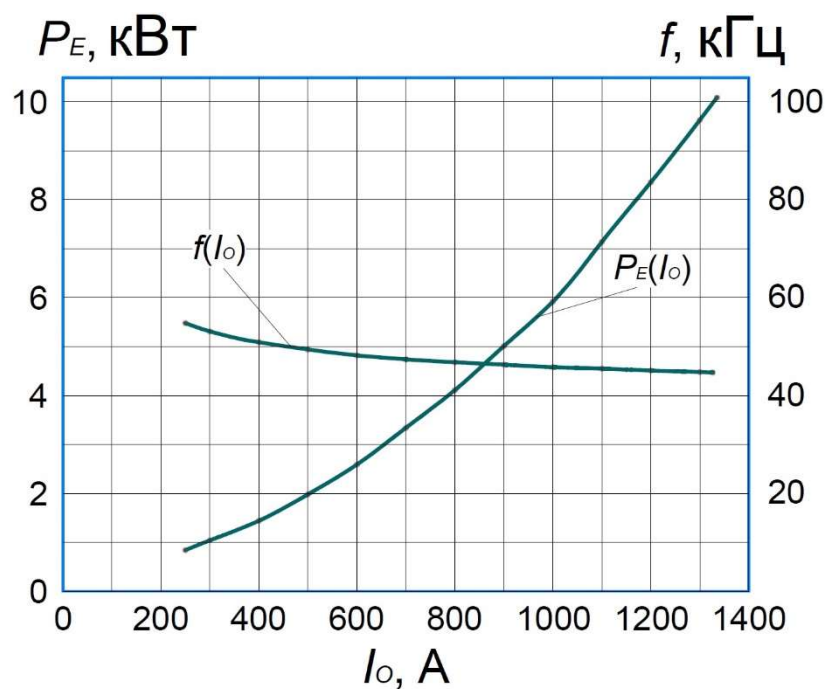


Рисунок 2. Зависимость потребляемой электрической мощности и частоты от величины рабочего тока.

Микроструктура молибденового покрытия характеризовалась наличием вытянутых агломератов частиц, которые в свою очередь были послойно сформированы из отдельных зерен (рисунок 3). В структуре покрытия выделялись кластеры, размер которых сопоставим с толщиной покрытия (рисунок 3,а).

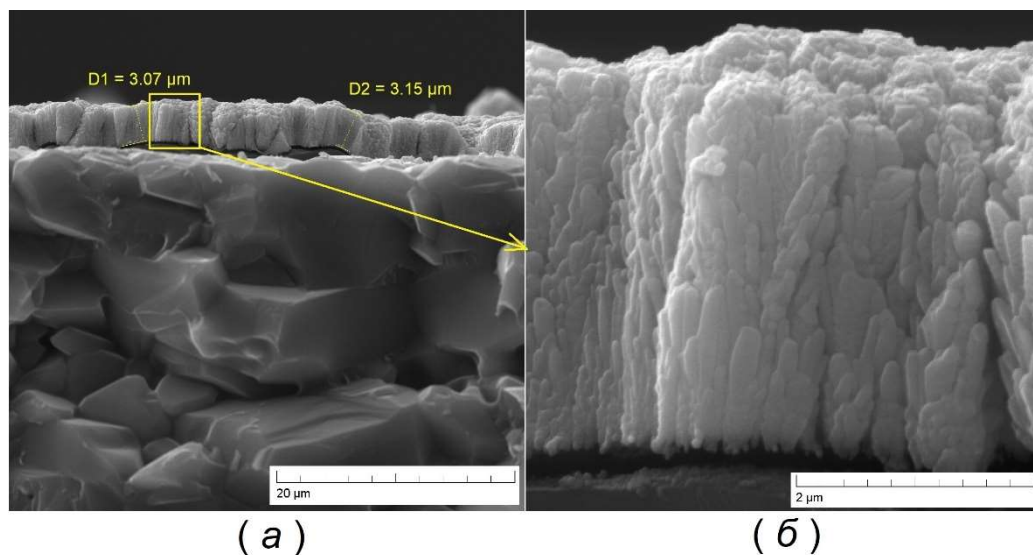


Рисунок 3(а,б). Характерная микроструктура молибденового покрытия (а); увеличенный фрагмент направленной текстуры (б).

На увеличенном фрагменте покрытия заметна столбчатая структура, ориентированная перпендикулярно подложке.

Для зависимости толщины от рабочего тока и выдержки отмечался максимум 22,2 мкм, достигаемый при максимальном рабочем токе 1300 А и выдержке 1200 с (таблица 1). Минимум соответствовал толщине 2,3 мкм при минимальном рабочем токе 1100 А и выдержке 300 с.

Таблица 1. Зависимость толщины молибденовых покрытий от факторов процесса.

	Рабочий ток (А)	Выдерж ка (с)	Толщина (мкм)
1-1	1100	300	2,3±0,3
1-2	1100	600	4,1±0,4
1-3	1100	900	10,8±2,5
1-4	1100	1200	9,2±1,0
2-1	1200	300	2,9±0,4
2-2	1200	600	7,8±0,8
2-3	1200	900	8,5±1,0
2-4	1200	1200	14,5±1,9
3-1	1300	300	5,7±1,0
3-2	1300	600	9,3±0,9
3-3	1300	900	15,0±1,9
3-4	1300	1200	22,2±4,3

Выводы

Изменение рабочего тока с 1100 до 1300 А способствовало росту толщины покрытия в 1,4–1,5 раз. В свою очередь увеличение выдержки в 3–4 раза обеспечивало 2–3-кратный рост толщины покрытия молибдена. Таким образом, выбранные факторы разрабатываемого процесса, а именно рабочий ток и выдержка в указанных диапазонах, обеспечивали эффективный массоперенос при распылении и последующий рост покрытий.

Благодарность

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-29-00010, <https://rscf.ru/project/25-29-00010/>.

Список использованных источников

- [1] Rane G K, Menzel S, Gemming T and Eckert J 2014 *Thin Solid Films* **571** (1) 1.
- [2] Dai X, Zhou A, Feng L, Wang Y, Xu J and Li J 2014 *Thin Solid Films* **567** 64.
- [3] Zhang Y, Xu Z, Zhang Z, Yao W, Hui X and Liang X 2022 *Surf. Coat. Technol.* **431** 128005.
- [4] Rane G K, Menzel S, Seifert M, Gemming T and Eckert J 2015 *Mater. Sci. Eng. B* **202** 31.
- [5] Park E, Seifert M, Rane G K, Menzel S B, Gemming T and Nielsch K 2020 *Materials* **13** 3926.
- [6] Sonomura H, Katagiri K, Yamaguchi T, Tanaka K, Ozaki T, Hasegawa Y, Tanaka T and Kakitsuji A 2022 *Ceram. Int.* **48** (16) 23381.
- [7] Koshuro V, Fomina M and Fomin A 2022 *Compos. Struct.* **281** 115045.
- [8] Koshuro V, Fomina M, Zakharevich A and Fomin A 2022 *Ceram. Int.* **48** (13) 19467.

Изучение зависимости трибологических и адгезионных свойств покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ от напряжения смещения в процессе импульсного магнетронного распыления

А Л Каменева, А Ю Клочков, В В Карманов, В Ф Маточкин

Пермский национальный исследовательский политехнический университет,
614990, Пермь, Россия

Аннотация. На основании экспериментально полученных зависимостей элементного состава покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ от напряжения смещения в процессе импульсного магнетронного распыления и зависимостей коэффициента трения и глубины проникновения индентора в покрытие $Zr_{1-x}Al_xN$ от содержания в нем Al и стехиометрического коэффициента покрытия установлена величина оптимального напряжения смещения на подложке, обеспечивающая максимальную адгезионную прочность покрытия к подложке и минимальный коэффициент трения.

Введение

Многочисленные исследования ученых в области функциональных тонкопленочных покрытий доказывают, что физико-механические, трибологические и адгезионные свойства покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ определяются от их фазовым и элементным составом, направлением преимущественной кристаллографической ориентации, зависящими от технологических и температурных параметров процесса осаждения [1-11]. Отрицательное напряжение смещения в процессе импульсного магнетронного распыления является важным технологическим параметром для улучшения механических, трибологических и адгезионных свойств покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$. Рост напряжения смещения приводит к повышению энергии ионов, бомбардировке подложки энергичными частицами во время роста покрытия, улучшению поверхностной диффузии осажденных ионов, увеличению остаточного напряжения сжатия и адгезионной прочности покрытия к подложке, что положительно влияет на твердость покрытия [12].

Значительное увеличение твердости покрытия Ti-Al-Zr-N в пределах от ~ 26,5 до 33,1 ГПа достигается при увеличении напряжения смещения на подложки от -50 до -100 В, что объясняется структурным переходом в предпочтительную кубическую фазу в сочетании с повышенным напряжением [12]. Araiza и др. [3] объясняют низкие значения нанотвердости 12–20 ГПа покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ по сравнению с нанотвердостью 27 ГПа покрытия ZrN внедрением в них кислорода и, как следствие, наличием оксидов алюминия и циркония, а также увеличением мягкой фазы (100)AlN в покрытиях $Zr_{1-x}Al_xN$ по мере увеличения алюминия.

Цель исследования - изучить влияние напряжения смещения на подложке в процессе импульсного магнетронного распыления на трибологические и адгезионные свойства покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ вследствие изменения его элементного состава.

1. Материалы и методы исследования.

В качестве подложек использовались сталь 03X11H10M2T и твердый сплав ВК8. Для повышения адгезии покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ к подложке поверхность исследуемых образцов очищалась тлеющим разрядом в аргоне и подвергалась ионной очистке-нагреву с использованием электродугового испарителя в течение 10 и 15 минут, соответственно. Покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ получали на модернизированной установке ННВ-И1 методом импульсного магнетронного распыления однокомпонентных циркониевой и алюминиевой мишеней.

Элементный состав мишеней: сплав циркония Э110 (Zr – 98,89%; Hf – до 0,01%; Nb – до 0,9-1,1%), и алюминий высокой чистоты А99 (Al – 99,99%; Fe – до 0,003%; Si – до 0,003%; Ti до 0,002%; Cu до 0,002%; Zn до 0,003%, Mn до 0,002%, Mg до 0,001%, Ga – до 0,003%). Процесс осаждения покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ проводили при отрицательном напряжении смещения на подложке, $U_{см}$: -100 В, -150 В и - 200 В для изучения его влияния на фазовый и элементный состав, адгезионные и трибологические свойства покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$. Остальные технологические параметры процесса осаждения: Р - давление газовой смеси аргона и азота, $I_{маг}$ и $U_{маг}$ - ток и напряжение на магнетроне, N_2 - содержание азота в газовой смеси с Ar и Т - продолжительность процесса осаждения были постоянными или изменялись незначительно ($I_{подл}$ - ток на подложке) (таблица 1).

Таблица 1. Технологические параметры осаждения покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$.

№ покрыти я	$U_{см}$ (В)	$I_{подл}$ (А)	$U_{маг}$ (В)		$I_{маг}$, (А) (Zr / Al)	Р (Па)	N_2 (%)	Т, (мин)
			Zr	Al				
1	100	0.38	420	450				
2	150	0.40	400	380	6	0.7 5	10	60
3	200	0.41	380	350				

Элементный состав покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ исследовался с использованием сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA3, оснащенного энергодисперсионным спектрометром Oxford X-Max. Изображения получали на детекторе вторичных электронов Эверхарта-Торнли при ускоряющих напряжениях 6,5 кВ, 10 кВ, 20 кВ, 30 кВ. Обработка результатов элементного анализа покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ и дифракции обратно рассеянных электронов проводилась в программном комплексе Aztec вышеуказанного микроскопа. Из кремниево-дрейфовых, безазотных детекторов повышенной чувствительности использовался энергодисперсионный детектор X-Max. Разрешение по линии Mn-K α составляло 123-125 эВ, скорость счета до 200 000 имп/с.

Адгезионную прочность покрытий определяли с использованием скретч-тестера REVETEST (CSM Instruments) с радиусом кривизны сферического алмазного индентора типа Rockwell C 600 мкм. Индентор при исследовании прочности сцепления перемещался по поверхности покрытия с непрерывно возрастающей нагрузкой на нее от 1 Н до 70 Н. Физические параметры: акустическая эмиссия, коэффициент трения, глубина проникновения индентора в покрытие и величина нормальной нагрузки регистрировались в зависимости от нагрузки вдавливания. Для получения достоверных результатов на поверхность каждого покрытого образца наносилось по три царапины. Условия испытаний: скорость движения индентора, длина царапания и скорость отдачи составляли 5 мм/мин, 5 мм и 3 Н/сек, соответственно. В результате испытаний определялась минимальная нагрузка, которая соответствует минимальной глубине проникновения индентора в покрытие, первоначальному появлению трещины и отслаиванию определенных участков покрытия. Коэффициент трения определялся при различных постоянных нагрузках: 20 Н, 30 Н, 40 Н, 70 Н [13].

2. Изучение влияния напряжения смещения на элементный состав, трибологические и адгезионные свойства покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$

Покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$, осажденные при различном напряжении смещения $V_{см} = -100, -150, -200$ В, были проанализированы методом EDX-анализа. Элементный состав покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$

приведен в таблице 2, энергодисперсионные спектры, полученные с участков покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ при различном напряжении смещения на подложке - на рисунке 1.

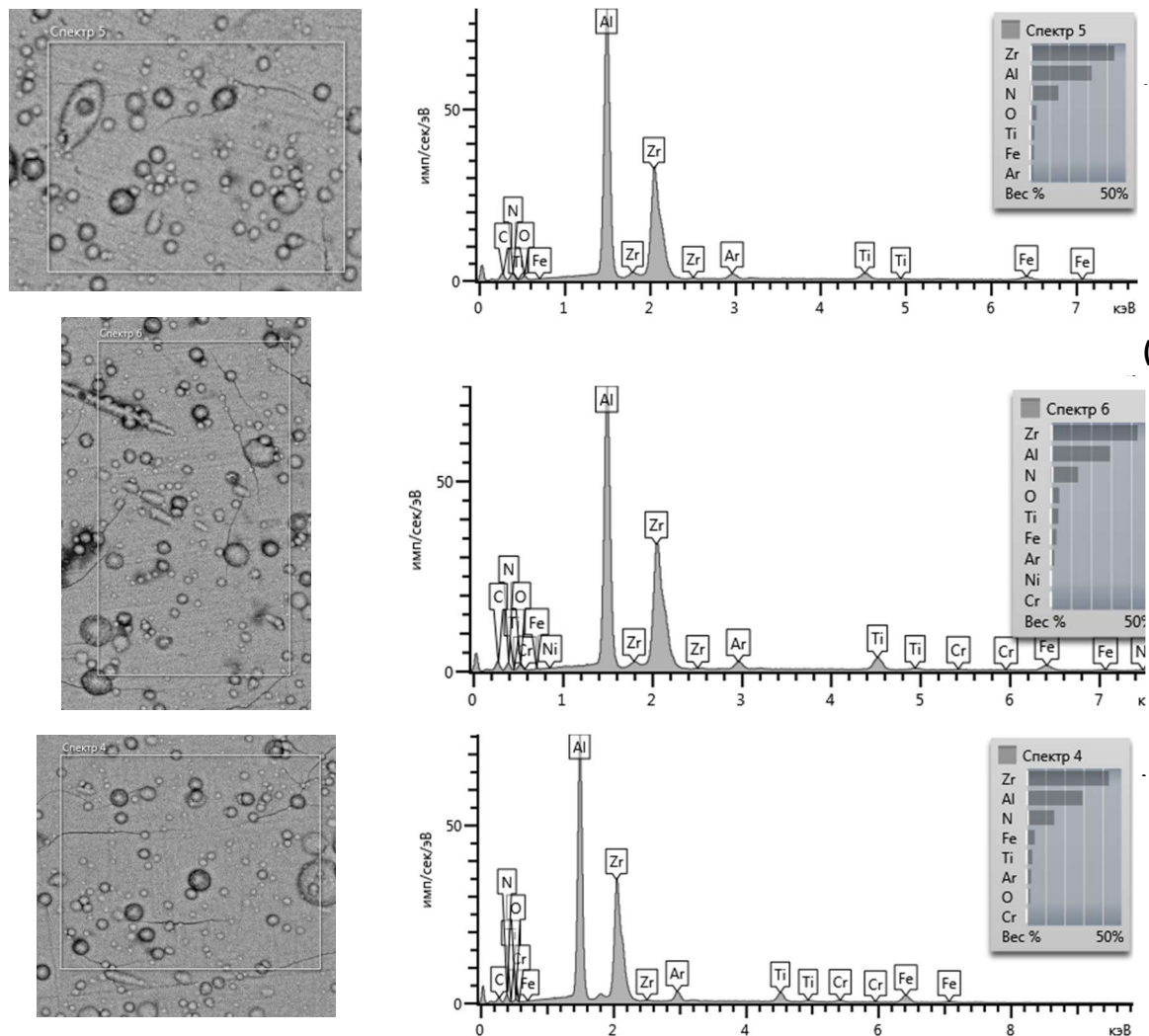


Рисунок 1. Энергодисперсионные спектры, полученные с участков покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ при различном напряжении смещения на подложке: а) -100 В; б) -150 В; в) -200 В.

Таблица 2. Элементный состав $Zr_{1-x}Al_xN$ покрытия в зависимости от напряжения смещения на подложке.

№ покрытия	$U_{см}, В$	Zr, ат.%	Al, ат.%	N, ат.%	Al/Zr	N/(Zr+Al)	$Zr_{1-x}Al_xN$
1	100	17.96	44.58	37.46	2.45	0.60	$Zr_{0.29}Al_{0.71}N$
2	150	18.61	43.06	38.33	2.31	0.62	$Zr_{0.30}Al_{0.70}N$
3	200	18.21	41.9	39.89	2.30	0.66	$Zr_{0.31}Al_{0.69}N$

Скретч-тестирование покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$, осажденных на тестовые образцы из стали 03X11H10M2T, проводили при критической нагрузке $L_{c5}=70$ Н для разрушения покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ до подложки и установления максимальных величин коэффициента μ и силы трения $F_{тр}$ и глубины проникновения индентора в покрытие P_d . Результаты скретч-тестирования покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ приведены на рисунке 2.

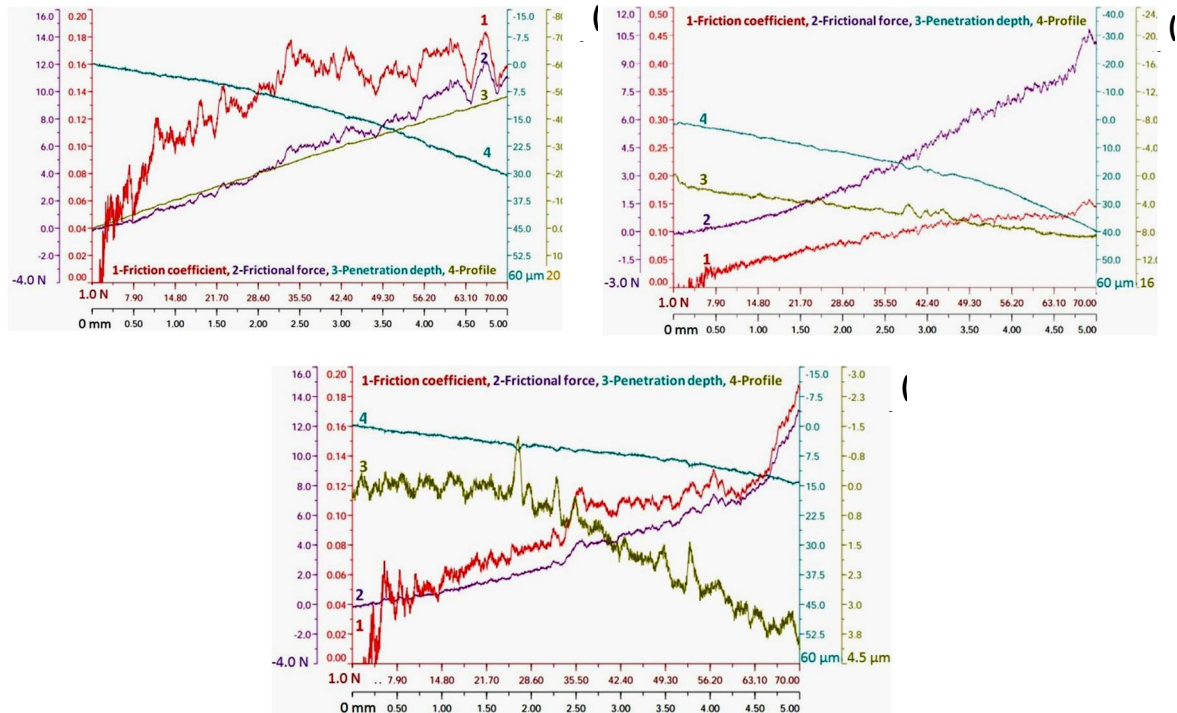


Рисунок 2. Профили коэффициента трения (1), силы трения (2), глубины проникновения индентора в покрытие (3), акустической эмиссии (4), измеренных вдоль скретч-дорожки на поверхности покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$, осажденных на тестовые образцы из стали 03X11H10M2T при различном напряжении смещения на подложке: а) -100 В; б) -150 В; в) -200 В.

3. Результаты и обсуждение

Количество Zr в покрытиях $Zr_{1-x}Al_xN$ в исследованном диапазоне $U_{см}$ изменяется незначительно (табл. 2, рис. 1). С увеличением величины $U_{см}$ количество Al в покрытиях $Zr_{1-x}Al_xN$ снижается с повышением количества N в них по отношению к металлическим компонентам. Анализируя стехиометрический коэффициент $N/Me=0,6...0,6$, можно заключить, что покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ не являются стехиометрическими. 3D зависимости трибологических (μ) и адгезионных свойств (P_d) покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ от содержания в них Al и стехиометрического коэффициента проиллюстрированы на рисунке 3. Снижение Al и рост N в покрытии при незначительном снижении Zr приводит к уменьшению соотношения Al/Zr и повышению текстурного коэффициента. 3D зависимости μ и P_d от Al и стехиометрического коэффициента носят экстремальный характер. Минимальные величины $\mu=0,16$ и $P_d=14$ мкм соответствуют покрытию $Zr_{0,30}Al_{0,70}N$, осажденному при $U_{см} = -150$ В.

Заключение

В данной работе изучено влияние напряжения смещения в процессе импульсного магнетронного распыления на элементный состав, трибологические и адгезионные свойства покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$. Для определения коэффициента трения и адгезионных свойств сформированных покрытий $Zr_{1-x}Al_xN$ были проведены трибологические испытания с использованием скретч-тестера REVETEST (CSM Instruments) с алмазным сферическим

индентором типа “Роквелл С” радиусом закругления 600 мкм. Минимальные величины коэффициента и силы трения, глубины проникновения индентора в подложку соответствуют покрытию $Zr_{0.30}Al_{0.70}N$, осажденному при $U_{см} = -150$ В.

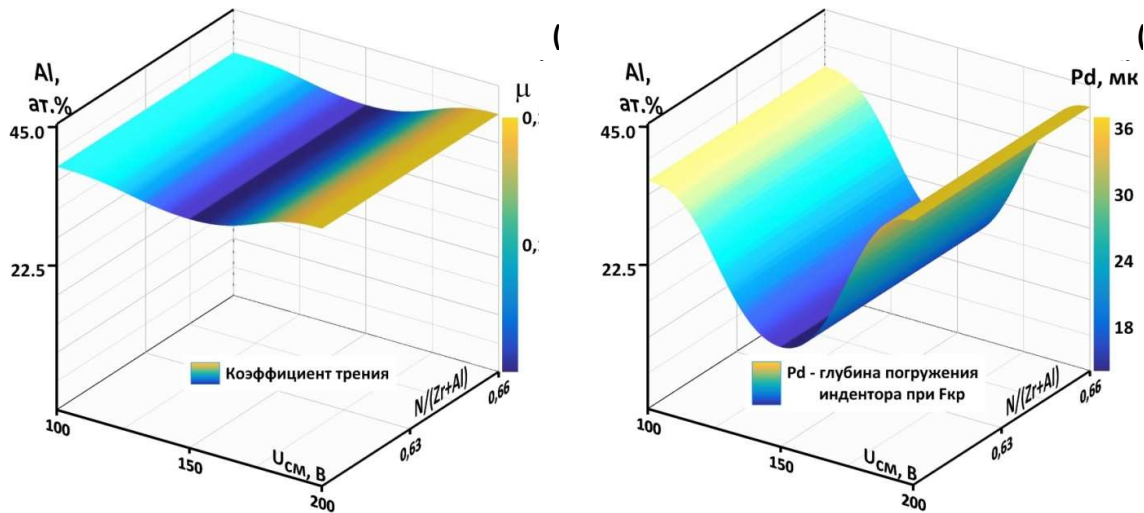


Рисунок 3. 3D зависимости трибологических (μ) и адгезионных свойств (P_d) покрытия $Zr_{1-x}Al_xN$ от содержания в нем Al и стехиометрического коэффициента покрытия при различном напряжении смещения на подложке: а) -100 В, б) -150 В, в) -200 В.

Список использованных источников

- [1] RogströmL, Johansson-JöesaarMP, LandälvL, AhlgrenM, OdénM 2015*Surface&Coatings Technology***282** 180-7.
- [2] LamniR, SanjinésR, Parlinska-WojtanM, KarimiAandLévy F 2005*J. Vac. Sci. Technol. A***23(4)** 593-8.
- [3] AraizaJJ, SánchezO 2009*JournalofPhysicsD: AppliedPhysics***42(11)** 115422.
- [4] FranzR, LechthalerM, PolzerC, Mitterer C 2012*SurfaceandCoatingsTechnology***206(8-9)** 2337–45.
- [5] MakinoY, MoriM, MiyakeS, SaitoK, AsamiK 2005*Surf. Coat. Technol.***193** 219-22.
- [6] HasegawaH, KawateM, SuzukiT 2005*Surf. Coat. Technol.***200** 2409-13.
- [7] ShengS, ZhangR, VeprekS 2008*ActaMater***56** 968-76.
- [8] HolecD, RachbauerR, ChenL, WangL, LuefD, Mayrhofer PH 2011*SurfaceandCoatings echnology***206(7)** 1698–704.
- [9] SpillmannH, WillmottP, MorsteinM, UggowitzP 2001*Appl. Phys.***A73** 441-50.
- [10] KlostermannH, FietzkeH, ModesT, ZywitzkiO 2007*Rev. Adv. Mater. Sci.***15** 33-7.
- [11] КаменеваАЛ, КлочковаАЮ, ГилевВГ, КаменеваНВ, СушенцовНИ, СтепановСА 2020*Конструкции из композиционных материалов***1** 58-63.
- [12] YangB, ChenL, XuYX, PengYB, FenJC, DuY, WuMJ 2013*Int. J. Refract. Met. Hard***38** 81–6.
- [13] КаменеваАЛ, КлочковаАЮ 2023*Вестник ПНИПУ Машиностроение, материаловедение***25(4)** 62-70.

Ю. 2023 *Вестник ПНИПУ Машиностроение, материаловедение* **25(4)** 62-70.

О разделении свинцово-сурьмяного сплава дистилляцией в вакууме

В Н Володин, Б К Кенжалиев, С А Требухов, А В Ниценко, К А Линник, Ф Х. Тулеутай и А А Требухов

АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, 050010, Алматы, Республика Казахстан

E-mail: s.trebukhov@satbayev.university

Аннотация. В работе рассмотрена возможность разделения свинцово-сурьмяного сплава на исходя полной, включающей фазовый переход расплав – пар диаграмме состояния, построенной на основании парциальных величин давления пара компонентов. Дистилляционное извлечение сурьмы из свинцово-сурьмяных сплавов в вакууме возможно до содержания ее 40 ат. % (28 масс. %) Sb. Дальнейшее обеднение расплава сурьмой будет сопровождаться совместным испарением со свинцом. Рафинирование черновой сурьмы испарением в вакууме не должно составлять технологических затруднений. Паровая фаза над сплавами сурьмяного края диаграммы состояния практически полностью представлена сурьмой.

Восстановительная плавка антимоната натрия – NaSbO_3 (побочного продукта схемы рафинирования черного свинца) на свинцовый коллектор предполагает получение свинцово-сурьмяного сплава. В соответствии со стандартом количество сурьмы в свинцово-сурьмянистых сплавах колеблется от 0,15 до 12,0 масс. % Sb [1]. Кроме того, представляет интерес процесс извлечения сурьмы из сплава в элементной форме.

Ранее антимонатный концентрат, содержащий, содержащий до ~50 % Sb, перерабатывали совместно с сурьму содержащими рудами на Кадамжайском сурьмяном комбинате (Киргизия). К настоящему времени встал вопрос о производстве сурьмы и ее соединений в Республике Казахстан.

В последние годы появились исследования по получению черновой сурьмы [2] и металлической сурьмы с низким содержанием мышьяка из антимонатного концентрата [3]. Ведутся работы по изучению термодинамических характеристик свинец содержащих систем [4] и разделению сплава свинец-сурьма [5].

Диаграмма состояния свинец сурьма эвтектического типа [6], построена на основе большого числа экспериментальных данных, и предполагает неограниченную растворимость свинца и сурьмы в жидком состоянии.

О возможности дистилляционного разделения металлов на элемент можно судить на основании полных, включающих фазовый переход расплав – пар диаграмм состояния, построение границ которого возможно на основании парциальных величин давления пара компонентов, предложенного нами.

Несмотря на значительное количество работ, посвященных исследованию системы свинец-сурьма, значения термодинамических функций, особенно при высоких температурах, для сплавов имеют отличия. В этой связи нами методом переноса определены характеристики сплавов свинца, при 1173-1273К. Отличительной особенностью являлось определение только давления пара свинца, в то время как давление пара сурьмы находили на основании коэффициентов активности, полученных интегрированием уравнения Гиббса-Дюгема с использованием вспомогательной функции Даркена. Это обусловлено достоверностью данных,

полученных для большого числа определений давления пара свинца при этих температурах, и позволило избежать возможного рассогласования данных, получаемых одновременно.

Для приготовления сплавов использованы особо чистые свинец и сурьма с содержанием 99,99 мас.% основного элемента. Величины давления пара свинца и сурьмы приведены в табл. 1.

Парциальные давления пара аппроксимированы температурно-концентрационными выражениями.

Таблица 1. Давление пара свинца и сурьмы в системе Pb -Sb

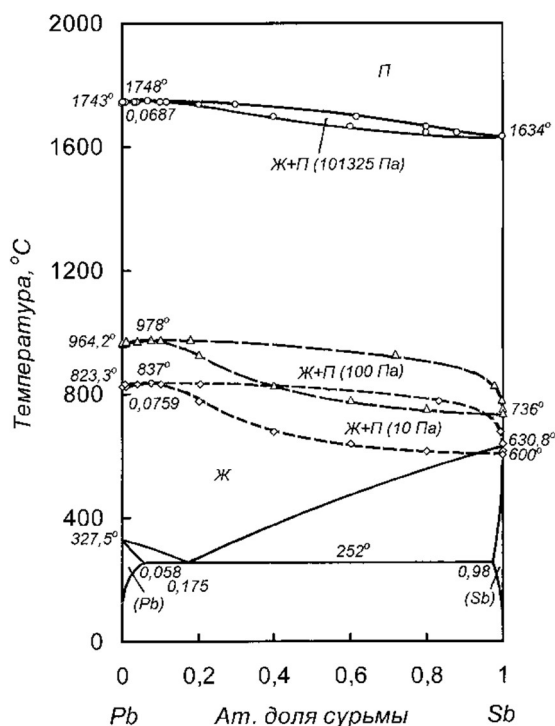
Состав сплава, атомная доля		Температура, °C	Давление пара свинца, Па	Давление пара сурьмы, Па
свинец	сурьма			
0	1,0	1173	-	788
0,1906	0,8094		2,3	595
0,4061	0,5939		5,3	417
0,5909	0,4091		9/10*	237
0,6996	0,3004		13/13	129
0,7247	0,2753		14	106
0,8614	0,1386		22	16
0,9532	0,0486		31	0,2
1,0	0		38	-
0	1,0	1273	-	1988
0,1906	0,8094		13/13	1620
0,4061	0,5939		28/29	1170
0,5909	0,4091		46/48	694
0,6996	0,3004		63/61	394
0,7247	0,2753		68/91	329
0,8614	0,1386		103/143	59
0,9532	0,0486		140/179	1
1,0	0		166	-
0	1,0	1373	-	4655
0,1906	0,8094		56/60	3829
0,4061	0,5939		115/114	2835
0,5909	0,4091		185/190	1743
0,6996	0,3004		245/240	1029
0,7247	0,2753		263/301	870
0,8614	0,1386		386/455	182
0,9532	0,0486		509/616	5
1,0	0		590	-

Примечание: числитель расчетные данные.

Границы фазового перехода жидкость-пар – температура кипения и состав паровой фазы приведены в табл. 2. Фазовая диаграмма свинец-сурьма, дополненная фазовыми переходами жидкость-пар, изображена на рисунке 1.

Таблица 2. Температура кипения и состав паровой фазы для сплавов свинец-сурьма при давлении 0,1 МПа, 100 и 10 Па

Содержание Pb в сплаве, ат. доля	Давление, Па:					
	101325		100		10	
	Температура кипения, °С	Содержание Sb в паре ат. доля	Температура кипения, °С	Содержание Sb в паре, ат. доля	Температура кипения, °С	Содержание Sb в паре, ат. доля
1,0	1743	0	964,2	0	823,3	0
0,99	1745	0,0047	967	$4,60 \cdot 10^{-5}$	826	$9,84 \cdot 10^{-6}$
0,96	1747	0,0320	974	0,0083	833	0,0053
0,9313	1748	0,0687	-	-	-	-
0,9245	-	-	978	0,0755	-	-
0,9241	-	-	-	-	837	0,0759
0,9	1747	0,1168	976	0,1783	834	0,2039
0,8	1736	0,2982	928	0,7188	777	0,8298
0,6	1696	0,6171	827	0,9759	679	0,9922
0,4	1667	0,7988	780	0,9958	637	0,9990
0,2	1644	0,8806	754	0,9990	614	0,9998
0	1634	1,0	736	1,0	600	1,0

**Рисунок 1.** Фазовая диаграмма свинец-сурьма.

Форма области сосуществования жидкой фазы и пара показывает наличие азеотропной смеси при 6,87 ат.% сурьмы при атмосферном давлении и 7,55 ат.% при 100 Па и 7,59 ат.% Sb при 10 Па.

При содержании сурьмы в сплавах менее состава азеотропа паровая фаза в соответствии с законом Коновалова обогащается свинцом с накоплением сурьмы в остатке от дистилляции,

выше - сурьма преимущественно испаряется. Это хорошо согласуется с данными экспериментальных исследований по разделению свинцово-сурьмяных сплавов в вакууме, где установлено, что дистилляция свинца (в неравновесных условиях) из сплава, содержащего 1 мас.% сурьмы, при 1000оС сопровождается получением свинцового конденсата с 0,032-0,17 мас.%.Sb, 5 мас.% - соответственно 0,36-2,7 мас.%.Sb.

Дистилляционное извлечение сурьмы из свинцово-сурьмяных сплавов в вакууме возможно до содержания ее 40 ат. % (28 масс. %) Sb. Дальнейшее обеднение расплава сурьмой будет сопровождаться совместным испарением со свинцом. Рафинирование черновой сурьмы испарением в вакууме не должно составлять технологических затруднений. Паровая фаза над сплавами сурьмяного края диаграммы состояния практически полностью представлена сурьмой. Ограничением служит величина давления ~20 Па, ниже которого возможна кристаллизация твердого раствора свинца в сурьме из расплава.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и образования Республики Казахстан (проект BR24992757).

Список использованных источников

- [1] ГОСТ 1292-81. Сплавы свинцово-сурьмянистые. Введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.81.3 3259. 10с.
- [2] Терликбаева А., Сыдыков А., Мазулевский Е., Бердикулова Ф. Восстановительная плавка антимонатного концентрата свинцового производства//Промышленность Казахстана. 2016. №4. С.45-48.
- [3] Терликбаева А.Ж, Сыдыков А.О., Бердикулова Ф.А., Мазулевский Е.А. Получение металлической сурьмы с низким содержанием мышьяка из антимонатного концентрата//Металлургия цветных металлов. 2018. №2. С28-33. DOI dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2-28-33.
- [4] Arkhipov P.A., Grishenkova O.V., Kholkina A.S. Thermodynamic characteristics of liquid metallic alloys containing lead, antimony and bismuth// Journal of Molecular Liquids. 2021. V.335. 116071. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.116071>
- [5] Chen Chen, Yifu Li, Hongwei Yang, Baoqiang Xu, Jinping Ma. Clean and efficient separation of Pb-Sn alloy by vacuum gasification – Fractional condensation// Vacuum/ 2024. V.225. 113231. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2024.113231>
- [6] Диаграммы состояния двойных металлических систем. Под ред. Лякишева Н.П. М.: Машиностроение, 2001, т.3. кн. 1. 872 с.

Исследование структуры и микротвердости танталовых многослойных покрытий, сформированных на титане электроискровым нанесением при разном давлении и типе рабочей газовой среды

В Кошуро¹, М Фомина¹, Е Осипова¹ и А Фомин¹

¹Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., Саратов 410054, Россия

E-mail: dimirion@mail.ru

Аннотация. Исследовались структура поверхности, толщина и микротвердость танталовых четырехслойных покрытий, полученные на титане электроискровым нанесением в среде воздуха или аргона при разном давлении. Слои формировали при плотности постоянного тока 1,3, 2,6 и 5,2 А/мм² и постоянной скорости перемещения электрода-инструмента (60 мм/мин). Локальные покрытия в виде линий шириной 0,32- 1,1 мм характеризовались толщиной от 4,9 до 28,8 мкм и микротвердостью порядка 3,9-11,5 ГПа. Установлено, что давление и тип газовой среды при ЭИН оказывают значительное влияние на указанные параметры.

Введение

Срок службы титановых изделий, функционирующих в агрессивных средах, увеличивают путем нанесения покрытий из тугоплавких металлов, сплавов, оксидов и карбидов [1,2]. Подобные слои увеличивают твердость и износостойкость, коррозионную стойкость и устойчивость к термоциклическим нагрузкам [3-5]. Одним из методов, позволяющих формировать локальные слои на проводящих материалах, является электроискровое нанесение (ЭИН). Условия ЭИН влияют на объем переносимого материала, его элементно-фазовый состав, механические характеристики [6]. Одним из факторов является взаимодействие наносимого металла с газовой рабочей средой. Для повышения эффективности использования защитной газовой среды оборудование для ЭИН предлагается размещать в вакуумной камере. Первоначально производится откачка вакуумной камеры до 10 Па, затем подается рабочий газ (аргон) и осуществляется нанесение покрытий [7]. Коллективом проводились исследования танталовых монослоев сформированных ЭИН на титане с использованием системы позиционирования с числовым программным управлением в мановакуумной камере при пониженном и повышенном давлении газовой среды [8]. В результате было установлено, что тип и давление газовой среды оказывают значительное влияние на состав, структуру и микротвердость формируемых однослойных покрытий.

Данная работа посвящена изучению влияния рабочего тока ЭИН, давления и типа газовой рабочей среды, на структуру и микротвердость танталовых четырехслойных покрытий.

Методология

В экспериментальных работах использовались электроды-инструменты из тантала марки ТВЧ диаметром 3 мм, длиной 30 мм и радиусом закругления около 0,7±0,05 мм. Покрытия наносились на образцы из титана ТА2 (аналог ВТ1-0) диаметром 36 мм и высотой 3 мм с осевым отверстием 12 мм.

Процесс ЭИН проводился с применением комплекса оригинальной конструкции с ЧПУ, основные технологические части которого были размещены в мановакуумной камере «МР-80» [8]. Нанесение танталовых слоев производилось в среде воздуха (380 и 760 торр – 0,5 и 1,0 ат) и аргона (380, 760 торр, выборочно при 1140 торр – 0,5, 1,0 и 1,5 атм) при рабочем токе I равном 0,5, 1,0 и 2,0 А, что с учетом диаметра пятна контакта обеспечивало среднюю плотность тока 1,3, 2,6 и 5,2 А/мм² соответственно. Слои наносили за четыре прохода перемещением электрода-инструмента относительно поверхности образца по линейной траектории при скорости обработки 60 мм/мин. После завершения ЭИН в каждой серии экспериментов производилось обновление радиуса закругления танталового электрода.

Защитная газовая среда в камере формировалась поэтапно. Первоначально из камеры откачивался воздух до остаточного давления не менее 0,5 атм (~380 торр) с помощью форвакуумного насоса «Favor Cool VP-2A». Затем осуществлялся напуск аргона, продувка технологического объема в течение 5 минут, повторная откачка до 300 торр и формирование рабочего давления p . Контроль за величиной давления осуществлялся с помощью вакуумметра «Inflex AGP3000» и манометра «РОСМА ТМ-510Р.00 М2».

Оценка структуры нанесенных слоев проводилась с использованием оптической микроскопии (микроскоп «МБС-10» и оптическая система микротвердомера «ПМТ-3М») и растровой электронной микроскопии (РЭМ) с применением микроскопа «MIRA II LMU». Толщина покрытий h измерялась по оптическим изображениям поперечных микрошлифов с применением программы «Metallograph» в режиме «ручных измерений» [9]. Микротвердость поверхности покрытий измерялась на микротвердомере «ПМТ-3М» при нагрузке на индентор Виккерса равной 0,49 Н (~50 гс).

Построение регрессионных зависимостей, описывающих влияние давления p , рабочего тока I при различном типе рабочей атмосферы (воздух или аргон) на ширину (D , мм), толщину четырехслойного покрытия (h , мкм) и микротвердость поверхности ЭИН-покрытий (H , ГПа), проводили с использованием программы «DataFit9».

Результаты и обсуждение

Макроструктура танталовых многослойных покрытий на титановых образцах зависела в значительной мере от тока (рисунок 1а). При минимальном токе $I = 0,5$ А отмечались участки, в которых наблюдались следы от механического воздействия (рисунок 1, а). При большем токе $I = 1,0$ – $2,0$ А вышеописанных дефектов не наблюдалось, но при этом визуализировались отдельные оплавленные участки и крупные капли нанесенного материала, что связано со сбоями в работе системы позиционирования или залипанием электрода инструмента. Установлено, что на ширину линий, нанесенных в воздушной среде значительное влияние оказывал ток I (рисунок 1, b). Использование аргона, особенно при повышенном давлении 1,5 атм (1140 торр) позволило наносить тантал с характеризуемый мелкозернистой структурой и меньшим количеством дефектов в виде крупных проплавленных участков по сравнению с другими режимами (рисунок 1, а). При этом на ширину дорожек влияние значительное влияние оказывало и давление аргона (рисунок 1, c).

В процессе ЭИН покрытия формировались отдельными сплэтами. Указанные частицы наблюдались по всей поверхности нанесенного слоя и образовывали гетерогенную структуру. Давление газовой среды оказывало значительное влияние на равномерность размер сплэтов и их распределения по поверхности (рисунок 2). Наиболее равномерные по микроструктуре слои формировались при давлении в 1,0 и более ат, при этом наименьшим размером структурных элементов отличались нанесенные в аргоне слои (рисунок 2).

Газовая среда, ее тип и давление оказывали влияние также и на толщину формируемых покрытий (рисунок 3). В воздушной среде за 4 прохода тантал формировал слои толщиной от 7,3 до 24,1 мкм, при этом максимальной производительностью характеризовался процесс ЭИН при атмосферном давлении. Значительное влияние оказывал ток (рисунок 3, а).

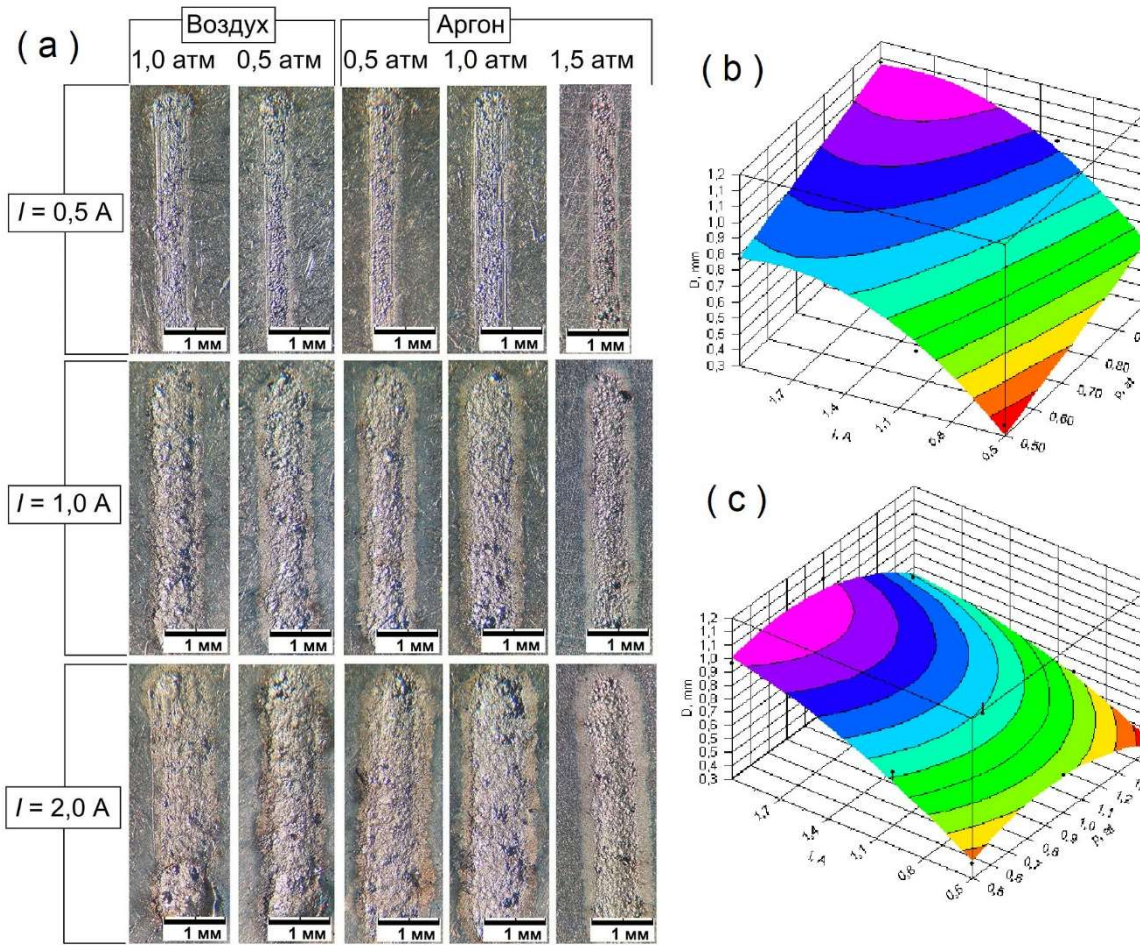


Рисунок 1. Макроструктура четырехслойных танталовых ЭИН-покрытий (а) и регрессионные модели, описывающие влияние рабочего тока I , А, давления p , атм воздуха (b – $D(I, p) = 0,56p + 1,12I - 0,31I^2 - 0,46$, $R^2 = 0,98$) и аргона (с – $D(I, p) = 1,15p + 0,8I - 0,59p^2 - 0,14I^2 - 0,13pI - 0,37$, $R^2 = 0,98$) на ширину D , мм формируемых дорожек.

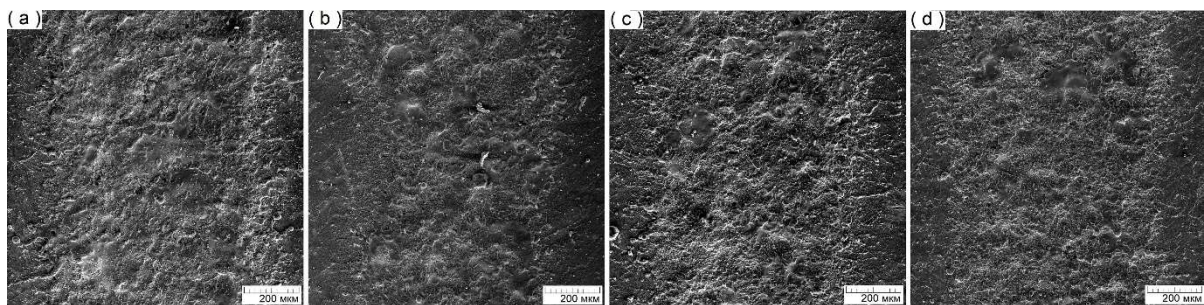


Рисунок 2. Морфология поверхности четырехслойных танталовых покрытий, сформированных ЭИН при рабочем токе 1,0 А и давлении 760 торр (а, d) и 380 торр (b, c) в воздушной среде (а, b) и аргоне (с, d).

Танталовые покрытия, сформированные в среде аргона, характеризовались толщиной от 4,9 до 28,9 мкм (рисунок 3, b), соответственно производительность ЭИН в воздушной среде при атмосферном и пониженном давлении выше, чем при проведении процесса в аргоне. При 1,5 атм аргона производительность значительно возросла.

Монослои сформированные на воздухе и в аргоне при давлении 0,5-1,0 атм отличались толщиной от 3,6–6,5 до 13,2–22,0 мкм [8]. Незначительное различие в толщине покрытий, формируемых за 1 и за 4 прохода вероятно связано с переплавлением и уплотнением слоев при повторной ЭИН.

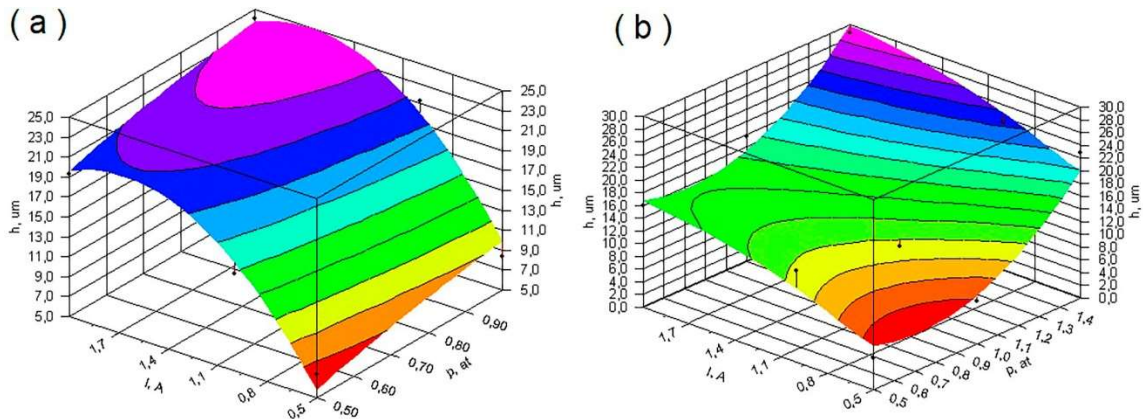


Рисунок 3. Регрессионные модели, описывающие влияние рабочего тока I , А, давления p , атм воздуха (а – $h(I,p) = 6\ln p + 36,9I - 11,1I^2 - 5,75$, $R^2 = 0,97$) и аргона (б – $h(I,p) = 35,21 - 34,3p + 23,8I^2 - 16,2/I + 3,82/I^2$, $R^2 = 0,94$) на толщину h , мкм формируемых четырехслойных покрытий.

Использование аргона в качестве газовой среды оказывало влияние и на микротвердость формируемых покрытий, что вероятно связано с уменьшением содержания кислорода и азота в составе ЭИН-слоев. Слоистые системы, нанесенные в воздушной среде, отличались большим значением твердости (8,1-11,5 ГПа), чем полученные в аргоне (3,9-10,0 ГПа). Стоит отметить, что наибольшее влияние на твердость покрытий оказывал ток (рисунок 4).

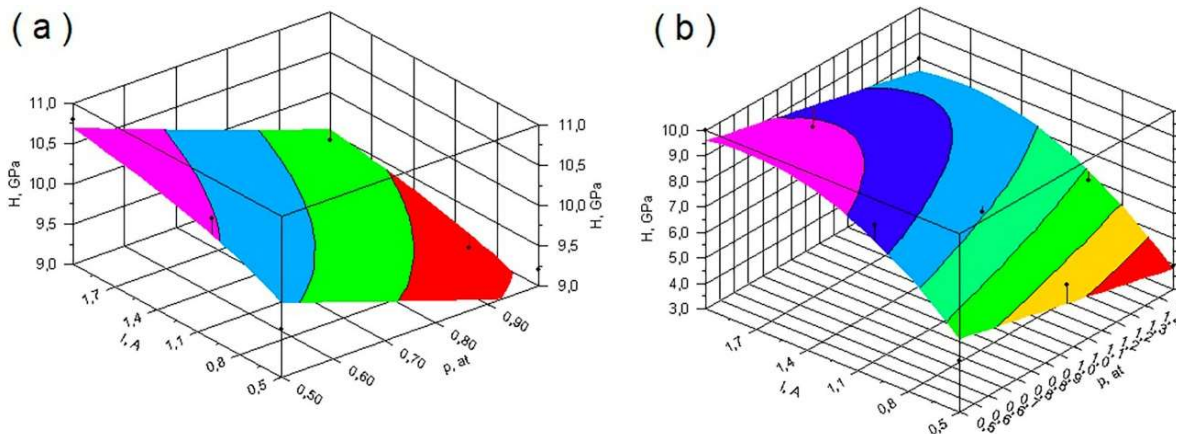


Рисунок 4. Регрессионные модели, описывающие влияние рабочего тока I , А, давления p , атм воздуха (а – $H(I,p) = 11,54 \times 0,8^p \times I^{5,4}$, $R^2 = 0,88$) и аргона (б – $H(I,p) = 3,14 - 2,1p + 8,7I - 2,5I^2$, $R^2 = 0,94$) на микротвердость поверхности H , ГПа формируемых четырехслойных покрытий.

Монослои, полученные при аналогичных режимах ЭИН и в воздушной среде характеризовались микротвердостью 5,4–12,3 ГПа. Использование среды аргона позволило снизить твердость поверхности однослойных покрытий до 5,3–9,0 ГПа [8]. Незначительное увеличение микротвердости слоев, нанесенных за 4 прохода по сравнению с однослойными, косвенно подтверждает гипотезу о переплавке и уплотнении наносимого материала.

Выводы

В результате исследований установлено, что основное влияние на структуру и микротвердость покрытий оказывает ток при ЭИН. Тип атмосферы не критично влияет на параметры структуры, но при давлении больше атмосферного происходит резкое изменение свойств наносимых танталовых слоев, что необходимо учитывать в случае разработки технологических процессов.

Сопоставление полученных результатов с данными для монослоев, позволили сделать вывод, что покрытия, формируемые за 1 и 4 прохода аналогичны по своим свойствам, при этом увеличение проходов не приводит к значительному росту слоев, вероятно за счет явлений переплавки и уплотнения нанесенного материала.

Благодарность

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № № 24-29-00542, <https://rscf.ru/project/24-29-00542/>

Список использованных источников

- [1] Peng X M, Xia C Q, Zhou L, Huang L, Li D F and Wu A R 2014 *Surf. Coat. Tech.* **349** 622-35.
- [2] Lee S L, Windover D, Audino M, Maston D W and Mcclanahan E D 2002 *Surf. Coat. Tech.* **149** (1) 62-9.
- [3] Rahmati B, Zalnezhad E, Sarhan Ahmed A D, Kamiab Z, Tarizi B Nasiri and Abas W A B W 2015 *Ceram. Int.* **41** (10) 13055-63.
- [4] Koivuluoto H, Bolelli G, Lusvarghi L, Casadei F and Vuoristo P 2010 *Surf. Coat. Tech.* **205** (4) 1103-7.
- [5] Balla V K, Bodhak S, Bose S and Bandyopadhyay A 2010 *Acta. Biomater.* **6** (8) 3349-59.
- [6] Sheveyko A N, Manakova O S, Zamulaeva E I, Kudryashov A E, Potanin A Y, Sukhorukova I V, Zhitnyak I Y, Gloushankova N A, Levashov E A and Shtansky D V 2016 *Surf. Coat. Tech.* **302** 327-5.
- [7] Замулаева Е И, Купцов К А, Петржик М И, Муканов С К, Логинов П А и Левашов Е А 2024 *Электронная обработка материалов* **60** (4) 1-13.
- [8] Koshuro V A, Fomina M A and Fomin A A 2025 *Int. J. Refract. Met. H.* **130** 107151.
- [9] Fomina M., Koshuro V., Papshev V., Rodionov I., Fomin A. 2018 *Data in Brief* **20** 1409–14.

Исследование влияния температуры мишени на скорость магнетронного распыления

Ю В Панфилов, А Л Петелин, Ван Ифань

Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, 105005, г. Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. Проанализированы требования к многослойным тонким пленкам для реализации самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Дано теоретическое обоснование повышения скорости магнетронного распыления неохлаждаемой мишени.

Ключевые слова: Самораспространяющийся высокотемпературный синтез, многослойные тонкие пленки, магнетронное распыление, неохлаждаемая мишень

Большинство традиционных методов пайки предполагают нагрев всей структуры, что может негативно влиять на срок службы компонентов. Технология соединения на основе самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1], основанная на самоподдерживающейся реакции горения, позволяет решить проблемы соединения без нагрева всей структуры, упростить технологию пайки, повысить производительность процесса и значительно снизить энергозатраты.

Самораспространяющаяся реакция представляет собой химический процесс между двумя или более реагентами (например, Al/Ni), который инициируется внешней энергией, сопровождается мгновенным выделением большого количества тепла и самопроизвольным распространением в непрореагировавшие области. В настоящее время технология СВС-соединения успешно применяется для соединения керамики с металлом, пайки двух металлических материалов (рис. 1), монтажа микроэлектронных чипов и т.д.

Для СВС-соединения используются относительно толстые (30 – 100 мкм) пленки, которые в настоящее время преимущественно изготавливаются методом магнетронного распыления. Однако при интенсивном проведении процесса осаждения могут возникать чрезмерные внутренние напряжения в материале пленки, которые могут активировать самораспространяющуюся реакцию, делая невозможным продолжение осаждения, тогда, как небольшие скорости осаждения приводят к снижению производительности процесса. В связи с этим необходимо моделирование процесса магнетронного распыления для повышения скорости осаждения без существенного увеличения режимов работы магнетрона.

Повысить скорость осаждения пленки магнетронным методом можно путем использования неохлаждаемой мишени [2, 3, 4], однако, в настоящее время нет полного понимания причин повышения скорости распыления материала мишени. Поэтому, целью статьи является теоретическое описание влияния температуры мишеней из алюминия и никеля на скорость магнетронного распыления.

Пороговая энергия ионного распыления U_0 , т.е. минимальная энергия иона, которая приводит к выбиванию атома мишени приблизительно равна $4H$, где H – теплота сублимации [5]. Коэффициент распыления атомов мишени имеет следующую зависимость от энергии иона:

$$S(E) = \frac{3}{4\pi^2} \alpha \frac{E_{max}}{U_0},$$

где α – коэффициент, зависящий от отношения молекулярной массы иона и атома мишени, E_{max} – максимальная энергия, передаваемая ионом атому мишени при их столкновении.

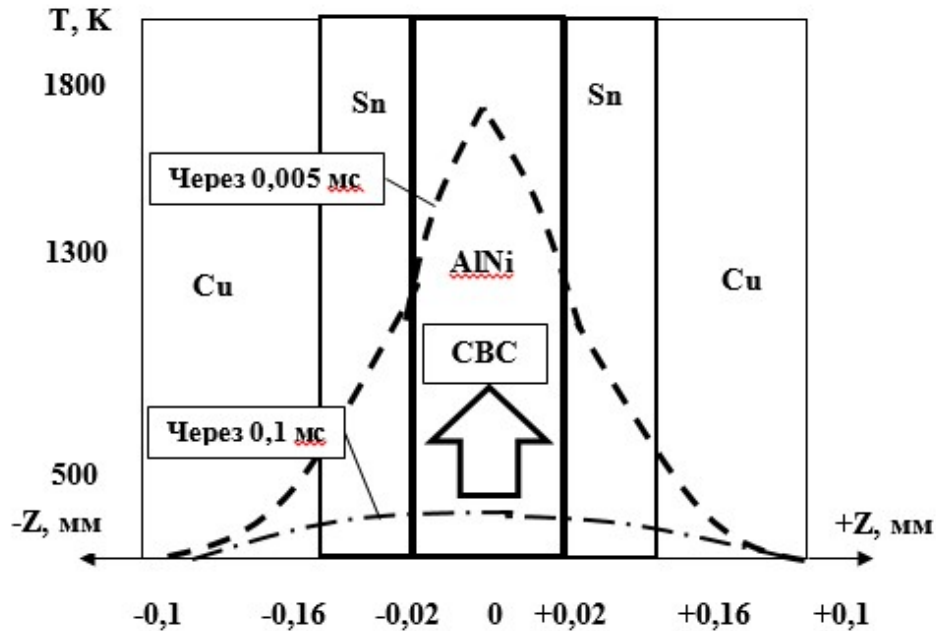


Рисунок 1. Схема соединения медных пластин припоем из олова методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в AlNi фольге.

Т.е. коэффициент распыления изменяется обратно-пропорционально U_0 , а, следовательно, и теплоте сублимации H , которая зависит от энергии межатомных связей. В [6] было сделано предположение, что увеличение скорости распыления неохлаждаемой мишени идет за счет уменьшения пороговой энергии ионного распыления U_0 , а, следовательно, увеличения коэффициента распыления.

Теоретическое обоснование увеличения коэффициента ионного распыления материала основано на известной модели эффекта парных соударений (рис. 2) и расчете энергии, необходимой для потери связи атомов в кристаллической решетке (возгонки). При столкновении с поверхностью твердого тела ионный пучок может рассеиваться атомами или группой атомов облучаемого образца, при этом происходит отклонение траектории ионов от первоначального направления и обмен энергии между ними и атомами мишени.

В зависимости от материала взаимодействующих частиц и энергии ионного пучка обмен энергии может быть упругим (с ядрами) и неупругим (с электронами). При энергиях ионов, характерных для магнетронного распыления, в основном, имеет место упругое взаимодействие, при котором потеря энергии иона E_n , по глубине проникновения x рассчитывается по следующей формуле [5]:

$$\frac{dE_n}{dx} = 0,278 \frac{Z_1 Z_2}{\sqrt{Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}}} \frac{M_1}{M_1 + M_2} N, \frac{\partial B}{\partial m},$$

где Z_1 и M_1 , Z_2 и M_2 - атомный номер и молекулярная масса ускоренного иона, атомный номер и молекулярная масса атома материала мишени, соответственно; N - плотность атомов материала мишени, нм^{-3} .

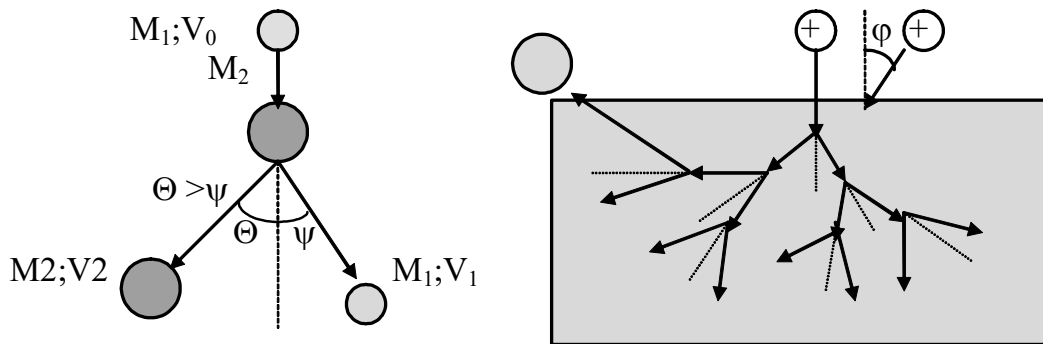


Рисунок 2. Иллюстрация эффекта парных соударений: M_1 и M_2 – молекулярная масса иона и материала мишени, соответственно; V_0 и V_1 – скорость движения иона начальная и после столкновения с атомом мишени, соответственно; V_2 – скорость движения атома мишени после столкновения с ионом; Θ и ψ – углы разлета атома мишени и иона, соответственно, после столкновения; ϕ – угол падения иона.

Для распыления атомов мишени, как правило, используется инертный газ аргон, у которого $Z_1 = 18$, $M_1 = 40$ г/моль. При распылении мишени из алюминия ($Z_2 = 13$, $M_2 = 27$ г/моль), для которого плотность атомов N составляет $60,2$ атом/нм³, а потеря энергии иона аргона при упругих соударениях равна

$$\frac{dE_n}{dx} = 0,278 \cdot \frac{18 \cdot 13}{\sqrt{18^{2/3} + 13^{2/3}}} \cdot \frac{40}{40 + 27} \cdot 60,2 = 664,02 \frac{\text{эВ}}{\text{нм}}.$$

При распылении мишени из никеля ($Z_2 = 28$, $M_2 = 59$ г/моль), для которого плотность атомов N составляет $90,91$ атом/нм³, а потеря энергии иона аргона при упругих соударениях равна

$$\frac{dE_n}{dx} = 0,278 \cdot \frac{18 \cdot 28}{\sqrt{18^{2/3} + 28^{2/3}}} \cdot \frac{40}{40 + 59} \cdot 90,91 = 1283,05 \frac{\text{эВ}}{\text{нм}}.$$

Расчёт количества атомов материала мишени, выбитых из кристаллической решетки и способных вылететь с поверхности мишени в вакуум в результате передачи им части энергии иона аргона, в зависимости от температуры мишени, можно провести по следующей методике:

- 1) На «нагрев» области воздействия иона до температуры плавления $T_{пл}$ (потери связи атомов в кристаллической решетке) нужна энергия $\Delta H = C_v n \Delta T$, где C_v – теплоемкость материала мишени, n – число молей, подвергшихся воздействию иона, ΔT – разность температуры плавления материала мишени и температуры мишени при воздействии иона;
- 2) Принимаем, что для потери связи атомов в кристаллической решетке (возгонки) необходима энергия $\Delta h = \Delta H / (n N_A)$, где N_A – число Авогадро;
- 3) С учетом потери энергии иона аргона при упругих соударениях, принимаем, что глубина проникновения иона в поверхность мишени $x = E_n / (dE/dx)$, где E_n – начальная энергия иона при столкновении с поверхностью мишени, а средняя энергия воздействия иона аргона на атомы мишени составляет $\Delta E = E_n / 2$;
- 4) Принимаем, что область (объем) взаимодействия ионов аргона с поверхностью мишени из алюминия составляет $V = x^3$;
- 5) Масса области взаимодействия ионов аргона с поверхностью мишени составляет $m = V \rho$, где ρ – плотность материала мишени, а число молей n , подвергшихся воздействию иона, равно $n = m / M$, где M – молекулярная масса материала мишени;

- б) Тогда один ион аргона с энергией ΔE может активировать к потере связи атомов в кристаллической решетке (возгонке) следующее количество атомов материала мишени: $s = \Delta E / \Delta h$.

В качестве примера рассчитаем количество атомов алюминия и никеля, выбитых из кристаллической решетки и способных вылететь с поверхности мишени в вакуум в результате передачи им части энергии иона аргона, в зависимости от температуры мишени.

Алюминий имеет следующие характеристики:

Теплоёмкость $C_v = 24,7$ Дж/(моль К).

Плотность $2,7$ г/см³.

Атомная масса 27 г/моль.

Температура плавления $T_{пл.} = 931$ К.

Энергия иона аргона при соударении с мишенью из алюминия составляет:

$E = 10^3$ эВ $= 1,602 \cdot 10^{-19} \cdot 10^3 = 1,602 \cdot 10^{-16}$ Дж. Потеря энергии иона аргона по глубине его проникновения в поверхность мишени из алюминия составляет $664,02$ эВ/нм. Если допустить, что основное воздействие иона аргона на атомы мишени происходит в области «поверхность – глубина проникновения», то среднюю энергию воздействия можно принять как $\Delta E = 1000/2 = 500$ эВ ($8 \cdot 10^{-17}$ Дж).

Примем, что область (объем) взаимодействия ионов аргона с поверхностью мишени ориентировочно составляет $V = x^3$, где $x = E_{и}/(dE/dx) = 1000/664,02 = 1,5$ нм. Тогда, $V = 3,375 \text{ нм}^3 = 3,375 \cdot 10^{-21} \text{ см}^3$. Масса области равна: $m = V \cdot \rho = 3,375 \cdot 10^{-21} \cdot 2,7 = 9,1 \cdot 10^{-21}$ г, что составляет количество молей: $n = m/M = 9,1 \cdot 10^{-21}/27 = 3,37 \cdot 10^{-22}$ моль.

На нагрев области мишени из алюминия от комнатной температуры до температуры плавления нужна энергия $\Delta H = C_v n (T_{пл.} - T_{нач}) = 24,7 \cdot 3,37 \cdot 10^{-22} (931 - 293) = 5,3 \cdot 10^{-18}$ Дж. Для потери связи атомов алюминия в кристаллической решетке (возгонки) необходима энергия $\Delta h = \Delta H / (n N_A) = 5,3 \cdot 10^{-18} / (3,37 \cdot 10^{-22} \cdot 6,02 \cdot 10^{23}) = 2,6 \cdot 10^{-19}$ Дж.

При этом, количество атомов алюминия, активированных к возгонке одним ионом аргона, составляет: $s = \Delta E / \Delta h = 8 \cdot 10^{-17} / 2,6 \cdot 10^{-19} = 310$ атомов.

На нагрев области воздействия иона аргона поверхности мишени из алюминия нагретую до температуры, например, $T = 0,7 T_{пл.}$ (для алюминия $T = 651,7$ К) до температуры плавления нужна энергия $\Delta H = C_v n (T_{пл.} - T_{нач}) = 24,7 \cdot 3,37 \cdot 10^{-22} (931 - 651,7) = 2,3 \cdot 10^{-18}$ Дж. Таким образом, для потери связи атомов алюминия в кристаллической решетке (возгонки) необходима энергия $\Delta h = \Delta H / (n N_A) = 2,3 \cdot 10^{-18} / (3,37 \cdot 10^{-22} \cdot 6,02 \cdot 10^{23}) = 1,1 \cdot 10^{-19}$ Дж.

При этом, количество атомов алюминия, активированных к возгонке одним ионом аргона, составляет: $s = \Delta E / \Delta h = 8 \cdot 10^{-17} / 1,1 \cdot 10^{-19} = 730$ атом, т.е. в $2,36$ раза больше, чем при не нагретой мишени.

Никель имеет следующие характеристики:

Теплоёмкость $C_v = 26,1$ Дж/(моль К).

Плотность $8,9$ г/см³.

Атомная масса 59 г/моль.

Температура плавления $T_{пл.} = 1726$ К.

При тех же характеристиках ионов аргона ($E = 10^3$ эВ $= 1,602 \cdot 10^{-19} \cdot 10^3 = 1,602 \cdot 10^{-16}$ Дж) потеря энергии иона аргона по глубине его проникновения в поверхность мишени из никеля составляет $1283,05$ эВ/нм. Если допустить, что основное воздействие иона аргона на атомы мишени никеля происходит в области «поверхность – глубина проникновения», то среднюю энергию воздействия можно принять как $\Delta E = 1000/2 = 500$ эВ ($8 \cdot 10^{-17}$ Дж).

Примем, что область (объем) взаимодействия ионов аргона с поверхностью мишени ориентировочно составляет $V = x^3$, где $x = E_{и}/(dE/dx) = 1000/1283,05 = 0,78$ нм. Тогда, $V = 0,475 \text{ нм}^3 = 4,75 \cdot 10^{-22} \text{ см}^3$. Масса области равна: $m = V \cdot \rho = 4,75 \cdot 10^{-22} \cdot 8,9 = 4,2 \cdot 10^{-21}$ г, что составляет количество молей: $n = m/M = 4,2 \cdot 10^{-21}/59 = 7,1 \cdot 10^{-23}$ моль.

На нагрев области от комнатной температуры до температуры плавления нужна энергия $\Delta H = C_v n (T_{пл.} - T_{нач}) = 26,1 \cdot 7,1 \cdot 10^{-23} (1726 - 293) = 2,65 \cdot 10^{-18}$ Дж. Для потери связи атомов никеля

в кристаллической решетке (возгонки) необходима энергия $\Delta h = \Delta H / (n \cdot N_A) = 2,65 \cdot 10^{-18} / (7,1 \cdot 10^{23} \cdot 6,02 \cdot 10^{23}) = 6,2 \cdot 10^{-20}$ Дж. При этом, количество атомов никеля, активированных к возгонке одним ионом аргона, составляет: $s = \Delta E / \Delta h = 8 \cdot 10^{-17} / 6,2 \cdot 10^{-20} = 1300$ атомов.

При воздействии иона аргона на нагретую до $0,7T_{пл}$ (1208,2 К) мишень из никеля понадобится энергия $\Delta H = C_V n (T_{пл} - T_{нач}) = 26,1 \cdot 7,1 \cdot 10^{-23} \cdot (1726 - 1208,2) = 9,6 \cdot 10^{-19}$ Дж. Для потери связи атомов никеля в кристаллической решетке (возгонки) необходима энергия $\Delta h = \Delta H / (n \cdot N_A) = 9,6 \cdot 10^{-19} / (7,1 \cdot 10^{23} \cdot 6,02 \cdot 10^{23}) = 2,2 \cdot 10^{-20}$ Дж. При этом, количество атомов никеля, активированных к возгонке одним ионом аргона, составляет: $s = \Delta E / \Delta h = 8 \cdot 10^{-17} / 2,2 \cdot 10^{-20} = 3630$ атома, т.е. в 2,79 раза больше, чем при не нагретой мишени.

Полученные результаты теоретического описания влияния температуры мишеней из алюминия и никеля на скорость магнетронного распыления нельзя считать абсолютными ввиду большого количества допущений и предположений. По нашему мнению, наибольший интерес представляют относительные величины количества активированных к возгонке атомов материала мишени в холодном и нагретом состоянии – увеличение в 2,36 и 2,79 раза для нагретой мишени достаточно хорошо согласуются с результатами экспериментов [2, 3, 4]. Т.к. невозможно точно знать глубину проникновения иона аргона в поверхность мишени и изменение энергии воздействия иона аргона на атомы мишени на всем пути пробега иона в твердом теле, то предполагается создание экспериментального стенда для определения оптимальных режимов магнетронного распыления неохлаждаемых мишеней по критерию максимальной скорости осаждения многослойных пленок толщиной 30 – 100 мкм.

Список использованных источников

- [1] Мержанов А.Г. Концепция развития СВС как области научно-технического прогресса. Черноголовка, «Территория», 2003, 368 с.
- [2] Yang Bangchao, Wang Wensheng. Thin Film Physics and Technology. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China Press, 1994: 73.
- [3] A. Caillard, M. l'Mokh, T. Lecas, A.-L. Thomann Groupe de Recherche. Effect of the target temperature during magnetron sputtering of Nickel / Vacuum 147 (2018), 82 – 91 DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.10.016.
- [4] Качалин Г.В., Медведев К.С., Зилова О.С., Тхабисимов А.Б., Илюхин Д.И. Исследование характеристик титановых покрытий, полученных методом магнетронного распыления неохлаждаемой протяженной мишени / Упрочняющие технологии и покрытия. 2024. Том 20, №12, С. 557 – 560.
- [5] Майссел Л., Глэнг Р. Технология тонких пленок. Справочник. Т.1 Пер. с англ. М.: Сов. Радио, 1977, 664 с.
- [6] Панфилов Ю.В., Ван Ифань Анализ методов нанесения тонких пленок в вакууме по критерию максимума скорости осаждения / Вакуумная техника и технология – 2024 / Труды 31-й Всероссийской науч.-тех. конф. с междунар. участием, СПб, 2024, С. 310 – 314.

Особенности нанесения покрытий на изделия сложной формы в плазме вакуумно-дугового разряда

В Г Кузнецов

ФГБУН Институт проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: kvqipme@gmail.com

Аннотация. Теоретическими и экспериментальными исследованиями показаны направления повышения производительности и качества обработки поверхности изделий плазмой вакуумно-дугового разряда. Разработана математическая модель и получены выражения для расчета толщины покрытий. Для получения правильных результатов измерений необходимо учитывать особенности обтекания изделия потоком плазмы. Результаты работы позволили на основе новых технологий и конструктивных решений освоить выпуск изделий повышенной надежности и долговечности.

Ключевые слова: вакуумная дуга, нанесение покрытий, плазменный поток, математическая модель, плазмод, соленоид, электрический зонд

При формировании покрытий с помощью вакуумно-дуговых испарителей образуются потоки металлической плазмы со скоростями порядка $10^4 - 10^5$ м/с и выше. Столь высокие скорости обуславливают особенности взаимодействия потоков с обрабатываемыми поверхностями сложных геометрических форм. Параметры плазменного потока являются главными факторами, определяющими состояние поверхностного слоя изделий как в процессе их ионной очистки, так и при формировании материалов на поверхности. Известно, что при обтекании преграды сверхзвуковым потоком плазмы за преградой образуется свободный от плазмы конус [1,2]. Это обстоятельство необходимо учитывать и при зондовой диагностике параметров плазменных потоков. Угол при вершине этого конуса 2α , причем:

$$\operatorname{tg} \alpha = V_{is} / V_{пл}, \quad (1)$$

где $V_{is} = (kT_e/M)^{1/2}$ - ионно-звуковая скорость (k – постоянная Больцмана, T_e - температура электронов, M - масса иона), $V_{пл}$ – скорость плазменного потока. Для реальных потоков металлической плазмы, генерируемой в катодных пятнах вакуумных дуг, типично значение $V_{пл} \approx 2 \cdot 10^4$ м/с, а $kT_e \approx 1 - 3$ эВ.

Информация о величине скорости потока плазмы $V_{пл}$ может быть получена из ионной ветви зондовой характеристики. Для определения эффективной приемной поверхности зонда для ионов были проведены исследования в потоке металлической плазмы вакуумной дуги. Показано [2], что эффективной приемной поверхностью зонда для ионов является поверхность, определяемая как произведение диаметра зонда d_3 и его длины L_3 , т.е. площадь продольного сечения зонда. При этом необходимо учитывать, что ионный ток насыщения на зонд складывается из двух составляющих - тока, обусловленного скоростью плазменного потока, и бомовским током.

Таким образом, для движущейся плазмы справедливо равенство, из которого может быть определен плавающий потенциал $U_{плав}$.

$$\frac{1}{2} \pi d_3 L_3 \frac{1}{4} e n_e \sqrt{\frac{8kT_e}{\pi m}} \exp\left(-\frac{eU_{плав}}{kT_e}\right) = \frac{1}{2} \pi d_3 L_3 0,6 e n_e \sqrt{\frac{kT_e}{M}} + d_3 L_3 e n_e V_{пл}. \quad (2)$$

Если считать, что $V_{пл} \gg V_{is}$, первым слагаемым в правой части равенства можно

пренебречь. Тогда, для движущейся плазмы:

$$U_{\text{плав}} = \frac{kT_e}{e} \ln(0,39 \sqrt{\frac{8kT_e}{V_{\text{пл}}}}). \quad (3)$$

Для численных значений $kT_e/e = 3$ В, $V_{\text{пл}} \approx 2 \cdot 10^4$ м/с из выражения (3) получим $U_{\text{плав}} = 9,35$ В. Для плоских зондов площади приемных поверхностей будут одинаковы как в движущейся, так и в неподвижной плазме. Поэтому для плоских зондов:

$$U_{\text{плав}} = \frac{kT_e}{e} \ln(0,7 \sqrt{\frac{M}{m}}) - \text{неподвижная плазма}, \quad (4)$$

$$U_{\text{плав}} = \frac{kT_e}{e} \ln \sqrt{\frac{8kT_e}{4V_{\text{пл}}}} - \text{движущаяся плазма}. \quad (5)$$

Численный расчет для плоского зонда в движущейся плазме дает $U_{\text{плав}} = 8,02$ В.

Информация о величине скорости потока плазмы $V_{\text{пл}}$ может быть получена из ионной ветви зондовой характеристики. Если учесть, что ионный ток насыщения на зонд складывается из двух составляющих – тока, обусловленного скоростью плазменного потока, и бомовским током, выражение для скорости плазменного потока примет вид:

$$V_{\text{пл}} = \frac{I_{i0} - 0,3\pi en_e V_{is} D_3 L_3}{en_e D_3 L_3}, \quad (6)$$

где I_{i0} – ток насыщения ионов на зонд, e – элементарный заряд, n_e – концентрация электронов, V_{is} – ионно-звуковая скорость, D_3 – диаметр зонда, L_3 – длина зонда.

Однако было показано, что покрытие наносится не только на половину поверхности зонда, обращенную к плазменному потоку, но и на часть боковой поверхности, ограниченной углом α . Поэтому бомовский ток необходимо рассчитывать с учетом дополнительной площади зонда, на которую этот ток поступает. Было получено более точное выражение для расчета скорости плазменного потока:

$$V_{\text{пл}} = \frac{I_{i0} - 0,5\pi en_e V_{is} D_3 L_3 \left(\frac{1}{2} + \frac{1}{\pi} \arctg \frac{V_{is}}{V_{\text{пл}}} \right)}{en_e D_3 L_3}. \quad (7)$$

Разница в результатах расчета по представленным выше выражениям для реального соотношения $V_{is}/V_{\text{пл}} = 1/4$ составляет приблизительно 3,7%.

Предложенная методика определения скорости плазменного потока на основе зондовой диагностики активно использовалась как при разработке технологических процессов, так и для контроля параметров процессов в условиях серийного производства.

Решена задача о проникновении плазменного потока в открытую цилиндрическую проводящую полость применительно к камерным анодам мощных генераторных ламп [3]. Данная задача анализировалась с помощью разработанной математической модели [1], основанной на уравнении баланса тока ионов при пренебрежении объемной рекомбинации. Получено выражение для определения толщины наносимого покрытия $\delta(z)$ на внутреннюю поверхность цилиндрической полости на расстоянии z от входа:

$$\frac{\delta(z)}{\delta_0} = \exp\left(-\frac{V_{is}}{V_{\text{пл}}} \cdot \frac{z}{r_0}\right),$$

(8)

где δ_0 – толщина покрытия на входе в полость при $z=0$, r_0 – радиус цилиндрической полости.

На основании полученных результатов можно утверждать, что $\delta(z)/\delta_0$ практически не зависит от геометрии полости и определяется соотношением между скоростью ионного звука и скоростью плазменного потока.

Если внутри в полости установлена диафрагма в виде диска с отверстием радиуса r_g , то необходимо учесть особенности обтекания преграды сверхзвуковым потоком плазмы. При встрече с преградой поток расширяется за ней с ионно-звуковой скоростью. С учетом этого получено выражение для вычисления координаты Z_k касания расходящегося после диафрагмы потока со стенкой:

$$Z_k = (r_0 - r_g) \cdot V_{пл} / V_{is} \quad (9)$$

После того, как произошло касание потока со стенкой, становится справедливой разработанная математическая модель и при $Z > Z_k$ можно ожидать экспоненциальную зависимость толщины покрытия от продольной координаты:

$$\frac{\delta(z)}{\delta(z_k)} = \exp \left[- \frac{V_{is}(z - z_k)}{V_{пл} r_0} \right]. \quad (10)$$

Исследования показали, что и после диафрагмы до границы касания плазмой поверхности также формируется покрытие (рисунок 1).

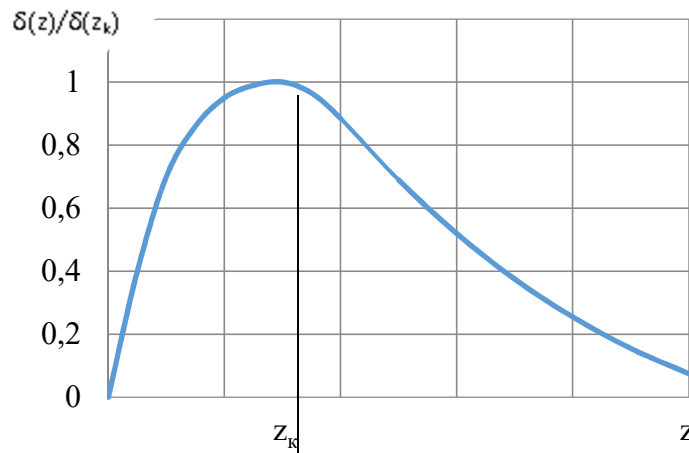


Рисунок 1. Распределение толщины покрытия на внутренней поверхности цилиндрической полости с диафрагмой на входе в полость.

Формирование покрытия в данном случае связано с извлечением ионной составляющей потока с границы плазмы на обрабатываемую поверхность под действием электрического поля. При этом происходит дрейф только ионной составляющей через своеобразный вакуумный промежуток. На специально изготовленном для исследования этого процесса макете получена зависимость толщины наносимого покрытия от напряжения смещения на подложке, на которой покрытие формируется за счет ионов, поступающих с границы плазмы через вакуумный зазор. При нанесении титана с увеличением напряжения толщина покрытия увеличивается и начиная только с напряжения приблизительно 150 В падает. То есть, только при этом напряжении процесс распыления поверхности ионами титана начинает преобладать над ростом покрытия.

Проанализирован также случай цилиндрической полости, полностью закрытой на выходе на расстоянии Z от входа. Анализ показал, что усредненная по дну полости толщина $\delta_g(z)$ покрытия должна зависеть от своих аргументов следующим образом:

$$\frac{\delta_g(z)}{\delta_g(z=0)} = \exp \left(- \frac{V_{is}}{V_{пл}} \cdot \frac{z}{r_0} \right). \quad (11)$$

Измеренные значения $\delta_g(z)$ при отмеченных ранее условиях эксперимента подтвердили, что формула (11) справедлива.

В ряде случаев эффективность поверхностной обработки плазмой вакуумно-дугового разряда может быть существенно повышена при использовании систем транспортировки плазменных потоков. Для равномерного нанесения покрытий на поверхность изделия необходимо концентрацию ионов в плазме на границе со всей поверхностью поддерживать постоянной. Такое условие может быть выполнено за счет сжатия плазменного потока при его движении вдоль поверхности, компенсируя уход ионов на поверхность сжатием плазмы. На практике эффект сжатия или фокусировки плазменных потоков, сформированных вакуумно-дуговыми испарителями, обеспечивается магнитным полем с использованием принципов плазмооптики при относительно небольших напряженностях (до 100 Э).

Разработана математическая модель для расчета магнитных систем транспортировки плазменных потоков, обеспечивающих равномерную обработку поверхности протяженных осесимметричных изделий простой и сложной геометрической формы. Получены аналитические выражения для расчета плазмодов при обработке внешней поверхности изделий цилиндрической и конусообразной формы.

Для нанесения покрытий на внешнюю поверхность длинномерных цилиндрических изделий предложено использовать фокусирующий плазмодов сопровождения [4] плазменного потока. Он представляет собой соленоид, внутри которого с некоторым зазором расположено цилиндрическое изделие. Вся система располагается по оси симметрии вакуумно-дугового испарителя. Соленоид включается согласно с фокусирующей катушкой испарителя. Зазор между соленоидом и изделием по мере удаления от катода уменьшается, что приводит к сжатию плазменного потока. Сжатие потока обеспечивается таким образом, чтобы концентрация ионов в плазме на границе с поверхностью поддерживалась постоянной вдоль всей ее длины. Разработана математическая модель и получено аналитическое выражение (12) для расчета расстояния h между боковой поверхностью изделия и плазмодом, при котором формируется покрытие, равномерное по толщине вдоль всего изделия:

$$h = \sqrt{(R + h_0)^2 - \frac{R \cdot Z}{V_{пл}} \left(\frac{kT_e}{m_i} \right)^{1/2}} - R, \quad (12)$$

где R – внешний радиус цилиндра, Z – продольная координата, h_0 – расстояние между плазмодом и цилиндром при $Z=0$.

Для осесимметричных изделий (например, конус) сжатие плазменного потока предложено осуществлять магнитным плазмодом, охватывающим их снаружи, и изображенным на рисунке 2. пунктирными линиями.

Расстояние между плазмодом и поверхностью конусообразной детали описывается математическим выражением (13):

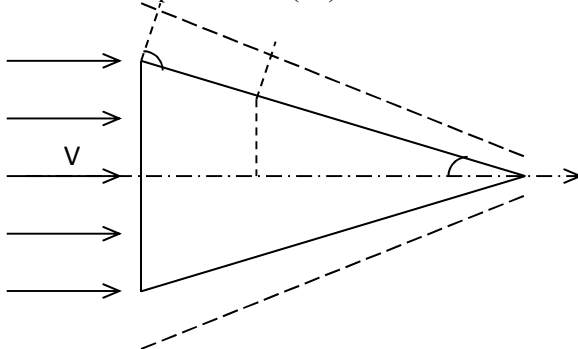


Рисунок 2. Конусообразная деталь внутри магнитного плазмодода.

$$h = \sqrt{h_0^2 + \frac{2Hh_0 \operatorname{tg} \alpha}{\cos \alpha} + (H-z)^2 \frac{\operatorname{tg}^2 \alpha}{\cos^2 \alpha} - \frac{V_{is}}{2V_{пл}} \cdot \frac{R^2 - (H-z)^2 \operatorname{tg}^2 \alpha}{\cos^2 \alpha}} - (H-z) \frac{\operatorname{tg} \alpha}{\cos \alpha}, \quad (13)$$

где α – половина угла вершины конуса; H – высота конуса; R – радиус основания конуса.

Экспериментально показано, что данные устройства не только обеспечивают высокую равномерность обработки поверхности, но и позволяют избавиться от основного недостатка метода – наличия дефектов на обрабатываемой поверхности в виде микрокапель продуктов эрозии катода.

Использование магнитных плазмодов при нанесении антисхватывающих покрытий на прессформы для получения оптической керамики позволило не только сформировать покрытия с высокой адгезией и высокой равномерностью по всей поверхности, но и не ухудшить состояние поверхности с точки зрения ее шероховатости (12 и 14 классы). На поверхность конусообразного восьмигранного в основании пуансона наносили покрытия Mo и W толщиной не более 0,5 мкм. Исследования поверхностных слоев показали, что в покрытиях отсутствовали дефекты в виде микрокапель продуктов эрозии катода. Таким образом, разработанная конструкция является эффективным сепаратором от микрокапель и обеспечивает высокое качество поверхностной обработки, как в режиме очистки поверхности, так и в режиме нанесения покрытия.

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации для ИПМаш РАН (тема № 124041500009-8)

Список использованных источников

- [1] Козлов О.В. Электрический зонд в плазме. М., Атомиздат, 1969.
- [2] И.С. Абрамов, В.Г. Кузнецов, А.А. Лисенков. Определение скорости направленного движения заряженных частиц в плазме // Электронные приборы: Сб. научн. тр./ РРТИ.- Рязань. - 1988.- С. 67-70.
- [3] Равномерность толщины покрытий наносимых на внутреннюю поверхность с помощью плазменного ускорителя // И.С. Абрамов, В.Г. Вильдгрубе, В.Г. Кузнецов, А.А. Лисенков и др. / Спец. электроника. Сер. Электровакуумные и газоразрядные приборы. – М., 1986. Вып.2. – С.61-63.
- [4] Кузнецов В.Г., Рыбников С.И., Федоров В.И. О равномерности нанесения покрытий с помощью вакуумно-дугового разряда // Известия ЛЭТИ: Сб. научн.тр.- Л.,1990. - Вып.419.- С.39-44.

Масштабируемый автоэмиссионный нагреватель для быстрого равномерного отжига токопроводящих подложек и технологических источников для нанесения покрытий

**Ю В Ануфриев, В В Сень, С А Соколов, И А Филиппов,
Н В Порохов, А М Мумляков, А В Лакалин, М И Красильников**
Институт нанотехнологий микроэлектроник РАН, 119334, Москва, Россия

E-mail: Anufriev.u@inme-ras.ru

Аннотация. Предложена конструкция масштабируемого нагревателя на основе полевой эмиссии с катодами из углеродных наностенок. Нагрев осуществляется за счет взаимодействия электронного пучка с токопроводящей подложкой. Продемонстрирована возможность достижения высокой равномерности, большой скорости нагрева и достижения температуры položки не менее 1500°C.

Введение

Нагрев подложек в вакууме применяется для увеличения адгезии, очистки поверхности, а также для изменения морфологии осаждаемых покрытий. Для нагрева подложек применяются либо кварцевые лампы, либо резистивные нагреватели из тугоплавких материалов. Применение автоэмиссионных источников электронов для нагрева подложек электронным пучком позволяет увеличить равномерность, КПД, скорость и температуру нагрева подложки.

Максимальная температура и скорость нагрева в вакууме в основном определяются такими факторами как: полезная мощность нагревателя, теплоотвод, площадь излучающей поверхности и теплоемкость нагреваемой подложки и др. В технологическом оборудовании размер подложек и конструкция подложкодержателя, обеспечивающего теплоотвод, стандартизированы, поэтому нагрев подложки в вакууме будет зависеть только от прикладываемой мощности. Предложенный автоэмиссионный нагреватель позволяет изменять мощность нагрева не только за счет изменения силы тока, но и за счет повышения напряжения смещения, позволяя реализовывать различные сценарии технологического процесса. Полученная гибкость технологического процесса нагрева не только снижает требования к электрическим гермовводам, но и позволяет работать в импульсном режиме. Предложенная универсальная конструкция позволяет масштабировать источник электронов под любой размер подложки.

1. Применение углеродных наноматериалов в качестве источника полевой эмиссии электронов

Изначально в качестве автоэмиссионного покрытия рассматривались варианты катодов с покрытием из углеродных нанотрубок, углеродных наностенок (УНС) или структурированного карбида кремния [1]. В процессе исследований была выбрана конструкция катода на основе структурированного низкоомного кремния с автоэмиссионным покрытием из углеродных наностенок. На рис. 1 приведено изображение поверхности автоэмиссионного пятна катода на основе УНС, полученное в сканирующем электронном микроскопе.

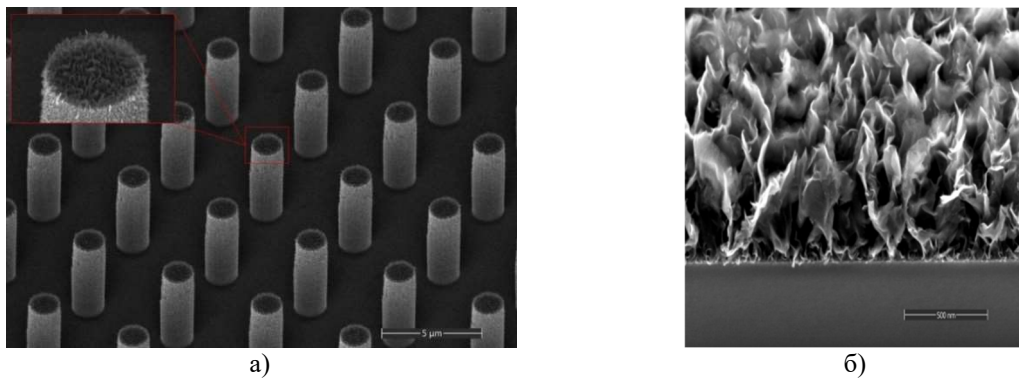


Рисунок 1. СЭМ изображение поверхности автоэмиссионного пятна катода на основе УНС: а) – общий вид структуры; б) – сечение автоэмиссионной структуры.

Конструкцию нагревателя с автоэмиссионным катодом можно реализовать в виде диодной или триодной конструкции. В первом случае энергия нагревателя и скорость нагрева будут жестко ограничены параметрами выбранной рабочей точки и крутизной ВАХ катода, но при этом КПД такой системы будет близка к максимуму. Триодная конструкция нагревателя позволяет независимо регулировать напряжение и ток нагрева, позволяя реализовывать различные сценарии технологического процесса, однако КПД такого нагревателя ограничивается конструкцией вытягивающего электрода, обеспечивающего экстракцию электронов. В предлагаемой конструкции нагревателя в качестве вытягивающего электрода используется сеточный узел, изготовленный из высоколегированного кремния марки КЭМ (100) с удельным сопротивлением $0,001 \text{ Ом}/\square$.

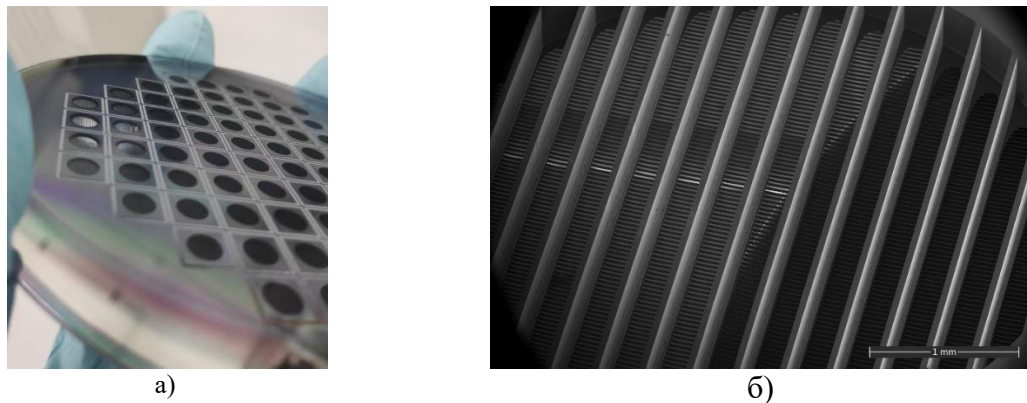


Рисунок 2. Изображение сеточного узла: а) – общий вид сеточного узла на пластине; б) – СЭМ изображение сеточного узла.

Конструкция сеточного узла (рисунок 2) представляет собой трехмерную структуру, на одной стороне которой находятся секции сеточного полотна толщиной около 10 мкм и длиной 250 мкм , при этом само сеточное полотно представляет собой массив струн шириной 10 мкм с шагом 40 мкм . На обратной стороне сеточного узла сформированы поддерживающие элементы жесткости шириной 50 мкм , проходящие на всю глубину сеточного узла.

На рис. 3а приведены результаты измерения ВАХ катодно-сеточного узла в триодной испытательной сборке по схеме с общей сеткой, при этом давление остаточных газов в камере составляло $1 \cdot 10^{-6}$ Торр, напряжение сетка-коллектор 50 В . В соответствии с экспериментальными данными, максимальное значение тока коллектора составило 10 мА при общем токе катода 18 мА , что соответствует электронной прозрачности сеточного узла $55,6\%$.

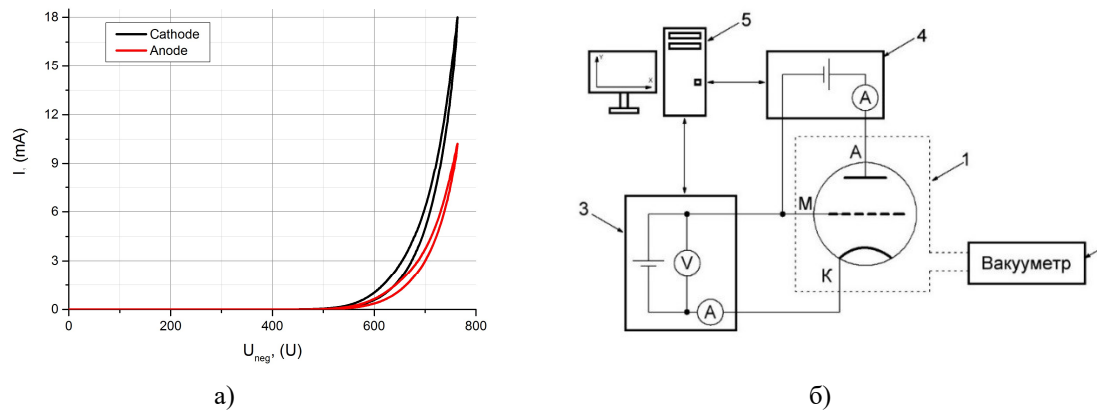


Рисунок 3. Испытания нагревателя: а) - ВАХ триодной испытательной сборки; б) – блок-схема испытательного высоковакуумного стенда.

3. Расходимость электронного пучка

Так как используемый в работе испытательный высоковакуумный стенд не позволяет получать прямые экспериментальные данные о угловом разбросе электронов на выходе, было проведено исследование выходного электронного пучка при помощи электронного люминофора. Результаты измерений позволили провести численное моделирование и оценить значение углового разброса электронов.

В эксперименте диаметр эмиссионного пятна составлял 3 мм, в качестве вытягивающего электрода использовался сеточный узел с диаметром сеточного полотна 4,2 мм. Расстояние между катодом и сеточным узлом выставлялось при помощи калиброванного спейсера толщиной 60 мкм. Напряжение на катод и люминофор подавалось относительно сеточного узла, который находится под нулевым потенциалом. Суммарное расстояние от катода до люминофора составляло 12,4 мм, расстояние от вытягивающего электрода с колодцем до люминофора составляло 6,3 мм.

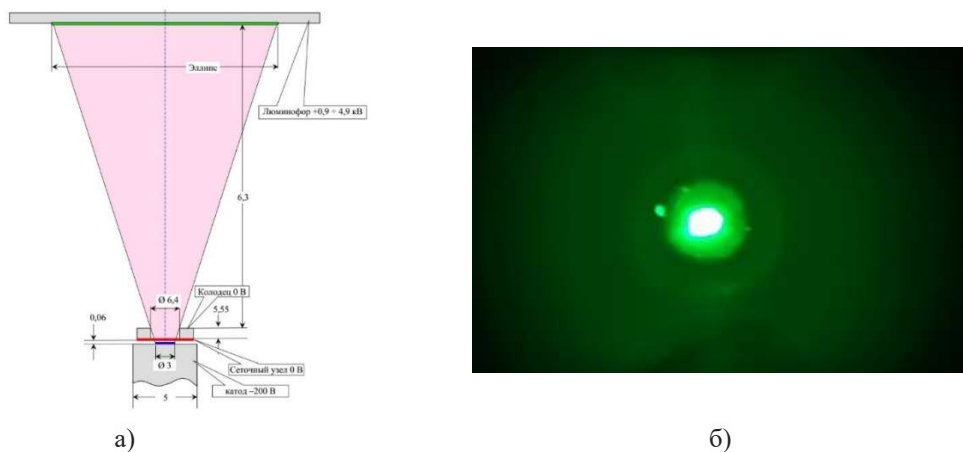


Рисунок 3. Измерение расходимости электронного пучка: а) - схема измерительной оснастки; б) - свечение люминофора под воздействием электронного пучка.

Перед измерениями на люминофоре источник электронов прошел тренировку до 11 мкА за 75 мин. Пример изображения пятна, полученного на люминофоре, от электронного пучка после сетки приведен на рис. 4б. Геометрические размеры пятна на люминофоре от электронного

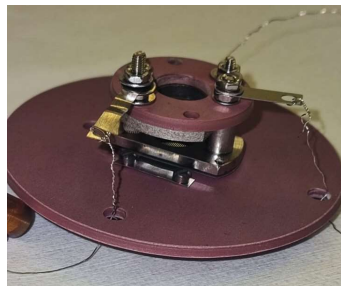
пучка, полученные с различным потенциалом на люминофоре относительно сетки при потенциале катода -200 В и величине тока 5 мкА приведены в таблице 1.

Таблица 1. Измерения геометрических размеров пятна на люминофоре от электронного пучка катода с автоэмиссионным пятном 3 мм.

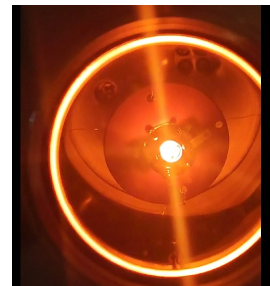
Напряжение на люминофоре, кВ	Область пятна с засветкой	
	2а, мм	2b, мм
0,9	4,58	3,67
1,9	3,64	2,7
2,9	2,81	2,12
3,9	2,32	1,88
4,9	2,21	1,79

Таким образом, было показано, что электронный луч имеет достаточно большие углы расходимости, что может быть использовано при проектировании электронно-лучевого нагревателя, обеспечивающего высокую равномерность нагрева.

Для апробации нагрева подложки при помощи электронного луча была разработан макет нагревателя (рисунок 5а) с одним автоэмиссионным источником электронов, где в качестве подложки я нагрева использовалась танталовая пластина диаметром 6 мм и толщиной 0,1 мм.



а)



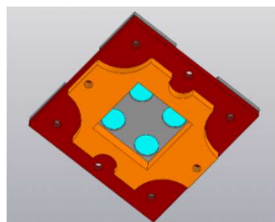
б)

Рисунок 5. Макет нагревателя с одним автоэмиссионным источником: а) – общий вид; б) - пример нагрева подложки электронным пучком в вакууме.

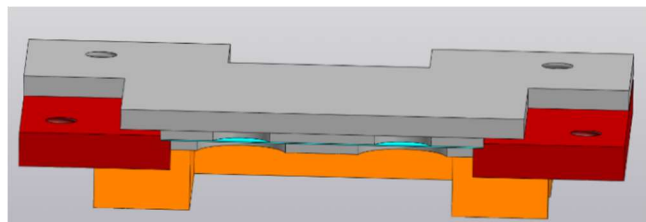
Напряжение на катоде и на подложке не превышало 1000 Вольт, ток с одного источника электронов не более 10мА. При этом КПД такой системы в основном ограничивалось прозрачностью сеточного узла.

4. Расчет динамики нагрева пластины под воздействием электронного луча

На основании полученных экспериментальных данных и решения уравнения теплопроводности были выполнены расчеты по возможности масштабирования предложенного нагревателя (рисунок 6).



а)



б)

Рисунок 6. Чертеж источника электронов для нагрева подложки размером 30х30 мм: а)- вид снизу; б) – вид в разрезе.

Расчеты проводились для подложки диаметром 30 мм для трех вариантов толщины пластины: 100, 200 и 500 мкм. На рисунке 7а показано расположение пятен электронных лучей и стационарное распределение температуры на поверхности пластины (в плоскости XY). На рис. 7б представлены зависимости температуры от времени $T(t)$ для пластин толщиной 100, 200 и 500 мкм.

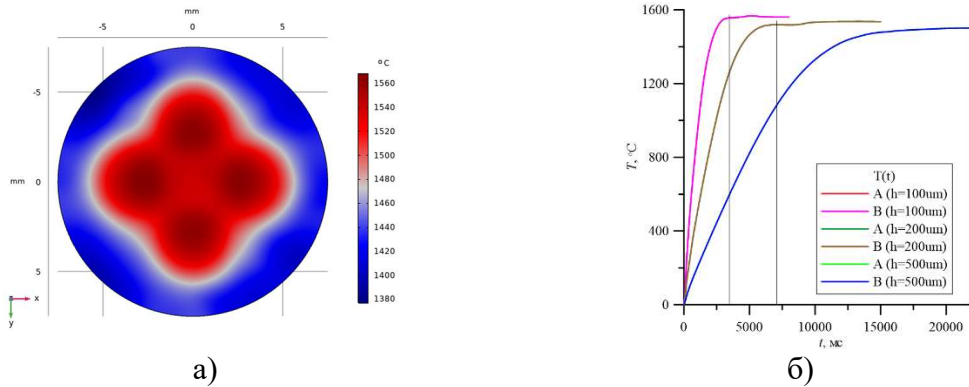


Рисунок 7. Нагрев подложки источником электронов: а) - стационарное распределение температуры на нижней поверхности пластины (в плоскости XY) б) - зависимость температуры от времени $T(t)$ для пластин различной толщины.

Видно, что случае пластины 100 мкм выход на стационарное значение температуры происходит в примерно за 3.5 секунды и достигает 1560°C. У пластины 200 мкм время выхода на стационарное значение составляет около 7 секунд и достигает 1520°C. У пластины 500 мкм время выхода на стационарное значение составляет около 22 секунд и достигает 1500°C.

Заключение

В настоящий момент разработана и изготовлена конструкция сеточного полотна нагревателя, обеспечивающая электронную прозрачность 55,6%, однако технологические возможности позволяют увеличить этот показатель более 80%, что позволит дополнительно повысить КПД узла и снизить диапазон рабочих напряжений. Освоенная в ИНМЭ РАН технология изготовления катодов и сеток на базе кремниевых пластин позволяет реализовать нагреватель для быстрого равномерного отжига подложек диаметром до 100мм и технологических источников в температурном диапазоне до 1500°C. Мощность нагрева в таких нагревателях ограничивается только источником питания и требованиями к высоковольтному вакуумному вводу. Применение в качестве материала подложек тугоплавких проводящих материалов, таких как тантал, молибден, карбид кремния и др. дает возможность не только отжигать подложки, но и проводить операции напыления тонких пленок с поверхности большой площади.

Список использованных источников

- [1] Сень В. В., Порохов Н. В., Филиппов И. А., Мумляков А. М., Ануфриев Ю. В., Шибалов М. В., Рыков А. С., Аниканов А. А., Красильников М. И., Шевченко А. Р. *Разработка масштабируемого управляемого автоэмиссионного источника электронов на основе углеродных наноматериалов, Российский форум «Микроэлектроника 2024», 10-я Научная конференция «ЭКБ и микроэлектронные модули»: Сборник тезисов*, Москва, 23–28 сентября 2024 года, Москва: Рекламно-издательский центр "Техносфера", (2024), с.1521-1522.

Проект экспериментальной установки по получению криогенных монодисперсных мишеней из ксенона и криптона

**М В Мурашкин¹, А В Бухаров²,
M V Murashkin¹, A V Bukharov²**

¹ соискатель НИУ «МЭИ», ген. дир. ООО «ВЛС»

² д.т.н., проф. НИУ «МЭИ»

E-mail: mm@vls-i.ru, boukharov@mail.ru

Аннотация. В связи с необходимостью создания мощного источника света для производства полупроводников разработан проект экспериментальной установки для создания монодисперсных мишеней из ксенона и криптона.

Ключевые слова: монодисперсные частицы, криогенные мишени, ксенон, криптон, жёсткий ультрафиолет

В связи с активным развитием полупроводниковой промышленности появилось потребность в увеличении плотности насыщения микросхем полупроводниковыми элементами. В настоящее время в литографическом процессе (перенос изображения с фотошаблона на поверхность полупроводниковой пластины) используются источники излучения с длиной волны $\lambda = 0,248$ мкм.

Одним из способов решения этой проблемы является использование для засветки фотошаблона жёсткого ультрафиолета – EUV (Extreme ultraviolet) с длиной волны $\lambda \approx 8-13$ нм. Это означает, что при тех же размерах микросхемы можно в 20 раз увеличить плотность её насыщения полупроводниковыми элементами. Источником стабильного EUV излучения может служить плазма, получаемая в результате взаимодействия мощного лазера (0,1-1 ТВт, 1000 нм, 100 Гц) с твёрдыми криогенными мишенями из инертных газов (криптона или ксенона). Такие мишени обладают большим коэффициентом выхода EUV излучения и не загрязняют фокусирующую оптику.

Для исследования проблем создания подобных мишеней разработан проект экспериментальной установки. Установка состоит из следующих частей: вакуумной камеры, системы очистки и подачи газа, криогенной системы, системы генерации монодисперсных частиц, вакуумной системы, системы метрологии.

Инертный газ ксенон или криптон, предварительно сжижается при помощи криогенной системы и под давлением поступает в систему генерации монодисперсных капель. На выходе из системы генерации образуется тонкая капиллярная струя, на которую накладывается внешнее возмущение. В результате струя разбивается на одинаковые монодисперсные капли. Распад струи на капли происходит в специальной вакуумной камере. Пролетая затем ряд дополнительных вакуумных камер капли за счёт испарения становятся твёрдыми и поступают в камеру взаимодействия с лазерным излучением. Доступ лазерного излучения в вакуумную камеру осуществляется через смотровое окно. С помощью вакуумной системы в вакуумных камерах можно изменять давление от атмосферного давления до давления тройной точки.

Вакуумная система состоит из турбомолекулярного и спирального насосов, вакуумных клапанов, затворов и натекателей, мембранного-емкостных вакуумных датчиков, азотных ловушек. Пройдя камеру гранулы, собираются в специальную азотную ловушку. Ловушка

необходима для обеспечения стабильного давления в рабочей камере. Контроль рабочих параметров установки осуществляется системой метрологии.

Список использованных источников

- [1] А. В. Бухаров, А. С. Дмитриев. Криогенные корпускулярные мишени в энергетике. М.: Издательство МЭИ, 2013. – 144 с.; ил.
- [2] A. Bukharov, M. Buescher, A. Gerasimov, V. Chernetsky. Dynamics of Cryogenic Jets: Non Rayleigh Breakup and Onset of Non-Axisymmetri Motions. Phys.Rev.Lett.100:174505, 2008.

Расчет и моделирование параметров системы ионной обработки в вакууме

S V Sidorova¹, A D Kouptsov¹, I E Pimenov²

¹ МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

² ФГУП «НАМИ», 141830, Москва, Россия

E-mail: sidorova@bmstu.ru

Аннотация. В работе показана актуальность ионной обработки в создании изделий микро- и нанoeлектроники. Проведены теоретические и практические исследования по определению коэффициента распыления монокристаллического кремния ионами аргона. Получена система уравнений, описывающая зависимость коэффициента распыления для энергий ионов от 0,05 до 250 кэВ. Приведены результаты исследования напряженности магнитного поля источника ионов. Получена экспериментальная зависимость напряженности магнитного поля вдоль плоскости ионного источника на расстоянии от оси, соответствующем радиусу канала выхода ионов. Проведено физическое моделирование для определения распределения магнитных полей в элементах конструкции ионного источника. Показаны возможные пути модернизации конструкции ионного источника.

Введение

В производстве изделий микроэлектроники в настоящее время широко используются процессы, происходящие в низкотемпературной газовой плазме низкого давления. Данные процессы используются для очистки поверхности подложек, травления диэлектрических и проводящих слоев и поверхностей подложек из кремния, кварца, керамики. Применение ионно-плазменных технологий позволяет увеличить разрешающую способность, повысить производительность труда, дает возможность автоматизировать производство изделий микроэлектроники и перейти от жидкостных технологий к методам «сухой» вакуумной очистки [1–3]. Жидкостные технологии обработки материалов в процессе создания микро- и наноструктур в принципе не могут обеспечить создания топологий с нанометровыми размерами, поэтому в современном производстве изделий микро- и нанoeлектроники приоритет отдается направлению «сухих» процессов.

Актуальными материалами для травления являются диэлектрики – это первые слои на пластине с самыми малыми размерами структур, которые должны обеспечить комплекс структурных и динамических характеристик процесса для заданной технологической нормы [4]. Другим, важным процессом является травление спейсеров затворов транзисторов первого слоя, которое главным образом характеризуется высокой точностью контроля и аккуратностью проведения процесса. Весьма высокие аспектные требования предъявляются и к травлению волноводов из оксида кремния в сложных устройствах фотоники [5]. Кроме того, требуется очистка и травление материалов подложек, в частности кремниевых. Данный материал проявляет ряд характерных электрофизических и оптических свойств, позволяющих эффективно применять его в таких областях, как оптоэлектроника, микроэлектроника, фотоника, медицина, биоинженерия и др. [6].

Помимо ионного травления, применение ионно-лучевой обработки актуально для очистки, активации и изменения морфологии поверхностей подложек, что важно при формировании покрытий нанометрового размера. При создании наноразмерных структур необходимо наличие центров кристаллизации, чтобы рост структур нанометрового размера происходил наиболее

равномерно. Для обеспечения равномерного роста наноразмерных структур и плотности формирования тонкопленочных слоев также применяется ионная обработка и ионное ассистирование процессов осаждения [7].

Физические явления, происходящие в плазме и на поверхности подложек при ее воздействии, до конца не исследованы. Однако, эти технологии с использованием низкотемпературной неравновесной газоразрядной плазмы низкого давления весьма перспективны для изготовления различных изделий микро- и нанoeлектроники, получения качественных топологий с высокой анизотропией травления, создания условий для роста наноразмерных структур и слоев, уменьшения остаточных напряжений в тонкопленочных структурах и на интерфейсе пленка–подложка.

С учетом актуальности применения ионно-плазменных процессов в производстве изделий микро- и нанoeлектроники важным являются вопросы изучения как физических характеристик самой плазмы, так и оценки геометрии системы в целом. Одним из ключевых параметров оценки физических характеристик плазмы является коэффициент распыления [8], который показывает эффективность распыления, определяя среднее число атомов, удаляемых с поверхности твёрдого тела одним бомбардирующим ионом.

Целью данной работы является определение физических параметров системы ионной обработки подложек и функциональных слоев для изделий микро- и нанoeлектроники.

1. Методика определения коэффициента распыления

Существующая полуэмпирическая модель Зигмунда [9], описывающая определение коэффициента распыления материала Y (атом/ион), как функцию от энергии ионов E_i (кэВ), основана на линейном уравнении переноса Больцмана для описания каскада столкновений в полубесконечной и случайной среде при движении частиц к подложке по нормали. Общее уравнение данной модели (1) адаптировано для расчета ионов Ar^+ , бомбардирующих подложку Si , и учитывает дополнения авторов [10, 11] – коэффициенты приведенной энергии от ядерного или упругого торможения, соотношения масс подложки и ионов. Данная модель позволяет определить Y при заданной E_i , который возможно получить на основе экспериментальных данных.

$$Y(E_i) = \frac{3,56}{U_0} \cdot \frac{Z_{Si}Z_{Ar}}{\left(Z_{Si}^{\frac{2}{3}} + Z_{Ar}^{\frac{2}{3}}\right)^{\frac{1}{2}}} \cdot \frac{0,15M_{Ar} + 0,13M_{Si}}{M_{Si} + M_{Ar}} \cdot \frac{\frac{1}{2} \ln \left(1 + \frac{E_i}{67,05}\right)}{\frac{E_i}{67,05} + 0,141 \cdot \left(\frac{E_i}{67,05}\right)^{0,42}}, \quad (1)$$

где U_0 – энергия связи Si (эВ), равная 7,83 [10, 12, 17]; Z_{Si}, Z_{Ar} – атомный номер Si и Ar соответственно, б/р; M_{Si}, M_{Ar} – масса частиц Si и Ar соответственно, а.е.м.

Дополнительным методом, подтверждающим адекватность и достоверность данных, является сопоставление эмпирических результатов многочисленных исследований по определению $Y(E_i)$ [10, 13–21].

В данной работе методика определения энергии ионов Ar^+ заключается в эмпирическом определении коэффициента распыления монокристаллического Si (100) и последующем сопоставлении его по системе уравнений (2). Уравнения позволяют рассчитать среднее значение Y на основе аппроксимации данных с Рисунка 1 для соответствующих значений E_i .

$$Y(E_i) = \begin{cases} \frac{1,45E_i^{1,3}}{0,75 + E_i^{1,3}} \cdot e^{-0,005 \cdot (E_i - 7)^2}; E \in [0,05; 10] \\ 4,07 \cdot 10^{-6} \cdot E^2 - 2,28 \cdot 10^{-3} \cdot E + 1,37; E \in [10; 250] \end{cases} \quad (2)$$

Процесс параметрической рационализации системы (2) заключался в определении наиболее простого уравнения, описывающего усредненную кривую, при наибольшей ошибке отклонения уравнения от усредненных данных, не превышающей 5 %. Таким образом, зависимость возможно описать системой уравнений, состоящей из двух уравнений:

экспоненциальной зависимости для диапазона энергий от 0,05 (включительно) до 10 кэВ; квадратичной зависимости для диапазона от 10 (включительно) до 250 кэВ.

Система уравнений имеет малую величину погрешности относительно усредненных данных Y при широком диапазоне величин E_i .

Сопоставление числа ионов, попадающих на поверхность подложки, с общим числом ионов проводили с помощью соотношения площадей, определенных эмпирически, по выражению (3):

$$k = \frac{A_{\text{п}}}{A_{\text{ии}} \cdot A_{\text{зб}}} = \frac{46,36}{144,51 \cdot 2643,43} = 1,21 \cdot 10^{-4} \quad (3)$$

где $A_{\text{п}}$ — площадь подложки, бомбардируемая ионами, мм²; $A_{\text{ии}}$ — площадь зазора катодной крышки источника ионов, мм²; $A_{\text{зб}}$ — площадь зоны бомбардировки всех ионов, мм².

2. Технологическое и исследовательское оборудование

В качестве технологической установки используется МВТУ-11-1МС, расположенная на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана. На нижнем фланце вакуумной камеры неподвижно установлен кольцевой источник ионов, испускающий поток ионов из зазора катодной крышки снизу-вверх. Подложка Si установлена на подложкодержатель и закрыта маской, которая обеспечивает защиту поверхности от травления и формирования перехода по типу ступенька для возможности измерения толщины удаленного слоя. Подложка установлена на расстоянии 156 мм от источника ионов. Из-за неоднородности магнитного поля ионы бомбардируют поверхность подложки и подложкодержателя с отклонением от нормали до 6°.

Для оценки внешнего вида границы и измерения толщины распыленного материала подложки используется сканирующий электронный микроскоп Crossbeam 550 (Zeiss, Германия), разрешение которого составляет менее 1 нм. Сканирование происходит при ускоряющем напряжении электронов 5 кВ и при настройках колонны для высокого разрешения.

Величина магнитной индукции измерялась миллитесламетром ТП2-2У-03, позволяющим численно идентифицировать аксиальную и тангенциальную составляющие поля до 2 Тл, при абсолютной погрешности измерения 2,3 мТл.

3. Определение коэффициента распыления

Технологический процесс происходит при стационарном режиме расхода газа аргона — $2,0 \pm 0,01$ см³/мин. Данный режим является оптимальным с точки зрения использования вольт-амперной характеристики и позволяет ионизировать атомы аргона с коэффициентом 1.

Расчет числа ионов происходит на основе уравнения для идеального газа и определения концентрации частиц. Так, для процесса обработки в течение 9 часов и коэффициента k общее число ионов составляет $2,45 \cdot 10^{20}$ шт.

В данной работе ионное травление Si происходит анизотропно. Угол относительно плоскости подложки составил $105^\circ \pm 0,2$. В латеральном направлении наблюдается уменьшение травленного слоя, длина участка которого составляет 230 мкм. Остальная поверхность Si травилась равномерно без изменения средней толщины слоя. При расчете объема Si учитываются выявленные геометрические отклонения. Таким образом, объем травленного Si составил $1,56 \cdot 10^{18}$ нм³, что соответствует 11,58 % от всего объема подложки.

Для расчета коэффициента Y на основе литературного обзора [22 – 24] определена плотность атомов Si в структуре подложки — $5 \cdot 10^{22}$ атомов/см³. Учитывая численные параметры, Y принимает значение, равное 0,319 атом/ион.

Тогда по уравнению (1) для $Y = 0,319$ параметр E_i принимает значение 0,371 кэВ.

Поскольку экспериментально определена энергия ионов, то для теоретической модели Зигмунда основные параметры принимают численный вид: $\epsilon = 5,53 \cdot 10^{-3}$, $S_n(\epsilon) = 1,29 \cdot 10^{-1}$. Тогда $Y_{\text{Зигмунд}} = 0,587$ атом/ион.

Таким образом, данные с текущей работы и пересчет модели Зигмунда в общем распределении коэффициента распыления от энергии ионов выглядит следующим образом (рисунок 1).

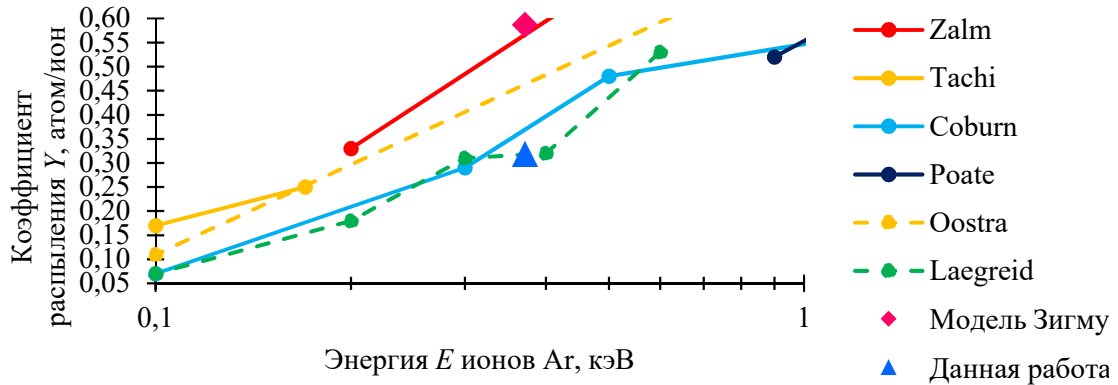


Рисунок 1. Зависимость коэффициента распыления от энергии ионов Ar^+ .

Данные результаты показывают, что оба подхода к анализу параметров позволяют получить значения, которые соответствуют выборке параметров из многочисленных работ.

Однако, исходя из распределения ионов по подложке можно заключить, что для повышения плотности ионного потока на подложке, следовательно, для повышения скорости обработки подложки необходимо уменьшать расстояние от источника ионов до подложки, если площадь поверхности подложки оставить без изменения или воздействовать на величину скорости бокового распыления δ_x возможно при отклонении потока ионов от нормального на угол до 15° для компенсации наклона стенки 105° .

4. Определение физических характеристик источника ионов

Для фокусировки ионного пучка может использоваться дополнительная внешняя магнитная система. Для внедрения дополнительной магнитной системы необходимо определить величину магнитного поля основной магнитной системы. При помощи тесламетра были проведены замеры величины магнитного поля в направлении по нормали к плоскости ионного источника и вдоль плоскости ионного источника. Для измерения полей в разных направлениях использовались зонды двух типов: с датчиком холла параллельным к плоскости измерения и перпендикулярным к плоскости измерения. По результатам интерполяции полученных значений составлены тепловые карты и сопоставлены со схемой ионного источника (Рисунок 2).

Следует отметить, что в канале выхода ионов магнитное поле, направленное по нормали к плоскости ионного источника, имеет нулевое значение, а магнитное поле вдоль плоскости имеет минимальное значение. На основе результатов измерения величины магнитного поля, получено уравнение (4), описывающее величину магнитного поля направленного вдоль плоскости ионного источника на расстоянии от оси, соответствующем радиусу канала выхода ионов:

$$B = 0,0003x^5 + 0,001x^4 - 0,4149x^3 + 8,9785x^2 - 71,316x + 201,4. \quad (4)$$

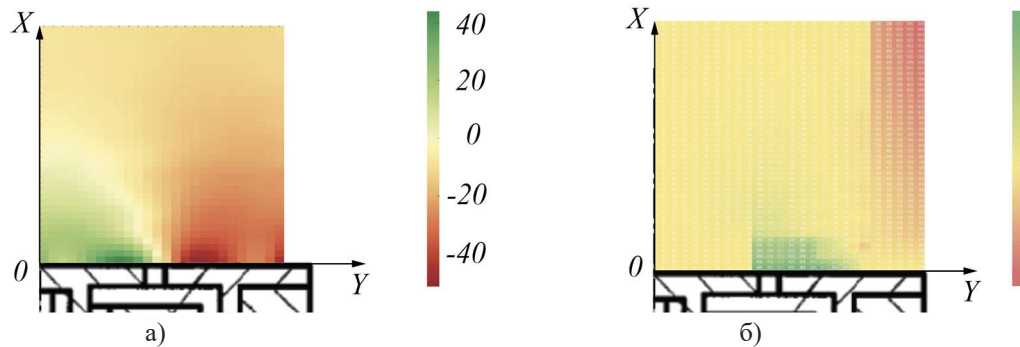


Рисунок 2. Тепловая карта изменения магнитного поля по осям X (а) и Y (б).

Для определения распределения магнитных полей в элементах конструкции ионного источника было проведено моделирование методом конечно-элементного анализа в среде автоматизированного проектирования. Полученное выражение величины магнитного поля и распределение магнитных полей будут использованы при расчете и моделировании дополнительной внешней магнитной системы, изменяющей форму пучка ионов.

Альтернативным вариантом изменения направления потока ионов является способ, позволяющий вращать весь корпус источника ионов вокруг оси, лежащей в плоскости параллельной плоскости подложки.

Таким образом, вращение корпуса позволит направлять поток ионов перпендикулярно базовому срезу подложки, а действующая система позиционирования подложкодержателя перемещает подложку параллельно плоскости базового среза, что обеспечивает зону воздействия пучка диаметром до 100 мм.

Заключение

В результате работы были проведены теоретические исследования коэффициента распыления монокристаллического кремния ионами аргона, которые позволили получить систему уравнений, описывающую зависимость коэффициента распыления для значения энергий от 0,05 до 250 кэВ. Проведенные экспериментальные исследования на существующем лабораторном оборудовании показали, что для полученного экспериментально коэффициента распыления 0,319 атом/ион значение энергии получается 0,371 кэВ, что сопоставимо с результатами работ Легрейда.

Экспериментальная оценка напряженности магнитного поля источника ионов показала, что наибольшая магнитная индукция наблюдается вдоль плоскости ионного источника. На основе полученных результатов была составлена зависимость, описывающая величину магнитного поля, направленного вдоль плоскости ионного источника на расстоянии от оси, соответствующем радиусу канала выхода ионов. Данные результаты позволили спрогнозировать план модернизации ионного источника посредством введения в конструкцию дополнительного магнита для фокусировки ионного пучка и разработки, автоматизации системы движений источника.

Список использованных источников

- [1] Айнспрук Н, Браун Д *Плазменная технология в производстве СБИС* **469** (1987).
- [2] Киреев В Ю, Данилин Б С, Кузнецов В И *ПХТ и ИХТ микроструктур* **128** (1983).
- [3] Ивановский Г Ф, Петров В И *Ионно-плазменная обработка материалов* **232** (1986).
- [4] Виноградов Г, Медников К *Электроника: Наука, Технология, Бизнес* 2022 **5** 42–48.
- [5] Брыкин А *Электроника: Наука, Технология, Бизнес* 2021 **7** 82–94.
- [6] Запевалин А И *Современная техника и технологии* 2014 **6**.
- [7] Лютович А С *Ионно-активированная кристаллизация пленок* **148** (1982).

- [8] Данилин Б С *Применение низкотемпературной плазмы для нанесения ТП* **328** (1989).
- [9] Sigmund P *Journal of applied physics* 1969 **184** 383.
- [10] Zalm P C *Journal of applied physics* 1983 **54** 5 2660-2666.
- [11] Wilson W D, Haggmark L G, Biersack J P *Physical Review* 1977 **15** 5 2458.
- [12] Southern A L *Journal of Applied Physics* 1963 **34** 153.
- [13] Gschneider K A *Solid State Phys.* 1964 **16** 275.
- [14] Blank P *Journal of Applied Physics* 1979 **50** 3 1519-1528.
- [15] Wittmaack K *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* 1990 **47** 3 224-235.
- [16] Oostra D J *Applied physics letters* 1987 **50** 21 1506-1508.
- [17] Laegreid N *Journal of Applied Physics* 1961 **32** 3 365-369.
- [18] Eckstein W *Sputtering of Tungsten by Carbon* 1991 **53** 279-284.
- [19] Gerlach-Meyer *Surface Science* 1981 **103** 1 177-188.
- [20] Andersen H H *Journal of Applied Physics* 1975 **46** 5 1919-1921.
- [21] Southern A L *Journal of Applied Physics* 1963 **34** 1 153-163.
- [22] EerNisse E P *Journal of Applied Physics* 1971 **42** 480.
- [23] Weber T A *MRS Online Proceedings Library* 1985 **63** 163.
- [24] Ramstad A, Brocks G, Kelly P J *Physical Review* 1995 **51** 20 14504.

Очистка паровой фазы селена от капельной взвеси в процессе вакуум-дистилляционного рафинирования

С А Требухов¹, Б К Кенжалиев¹, В Н Володин¹, К А Линник¹, А А Требухов¹,
Е А Оспанов² и А А Шахалов²

¹ АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, 050010, Алматы, Республика Казахстан

² ТОО «Kazakhmys Progress (Казахмыс Прогресс)», 100300, Балхаш, Республика Казахстан

E-mail: s.trebukhov@satbayev.university

Аннотация. В работе приведены результаты совершенствования способа и технологического оборудования по рафинирования черного селена методом вакуумной дистилляции, применяемого в промышленном масштабе на ТОО «Казахмыс Прогресс» (Республика Казахстан). Предложен способ и конструкция оборудования, предназначенные для очистки паровой фазы селена в процессе дистилляционного рафинирования от капельной взвеси исходного селена, увлекаемых паровым потоком во время интенсивного перевода селена в паровую фазу, заключающиеся в инерционной очистке паровой фазы. Применение на практике результатов работы позволило обеспечить повышение интенсивности испарения селена в технологическом цикле и производительности вакуум-дистилляционного аппарата.

Ключевые слова: вакуум, селен, дистилляция, рафинирование, инерционная очистка, давление пара, направление парового потока

В последние годы наблюдается повышенный спрос на мировом рынке на редкие, рассеянные и редкоземельные металлы, используемые в электронной промышленности при создании современных приборов и изделий [1, 2]. Редкие, рассеянные и редкоземельные элементы не имеют собственных месторождений и как правило являются побочным продуктом основных производств [3]. Одним из примеров является селен, являющийся попутным продуктом при производстве меди [4]. В Республике Казахстан крупнейшим производителем селена является Балхашский медеплавильный завод ТОО «Корпорация Казахмыс» [5].

На протяжении двух последних десятилетий в лаборатории вакуумных процессов АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University (г. Алматы, Республика Казахстан) проводятся фундаментальные исследования в области вакуумного рафинирования редких металлов, в частности селена, разработан метод физико-химических исследований летучих расплавленных систем, в частности, определения границ фазового перехода расплав-пар, основанный на определении термодинамических констант компонентов, составляющих систему. На основании этого впервые построены полные, включающие паровую фазу, диаграммы состояния с границами фазовых переходов жидкость – пар, как при атмосферном давлении, так и в вакууме для бинарных систем селена с металлами Ib, IIb, IIIa, IVa подгрупп Периодической системы Менделеева, с халькогенами и металлами группы железа [6]. Полученные новые фундаментальные данные о формах существования соединений примесных элементов с селеном и температурные интервалы термически стабильных фаз, позволившие дополнить представление о поведении их в условиях процессов дистилляционного извлечения и рафинирования селена, а также рассчитаны термодинамические константы, пополняющие существующие базы физико-химических данных.

На основании полученных результатов фундаментальных исследований разработана безреагентная вакуум-термическая технология и экологически безопасное оборудование для дистилляции чернового селена, производимого Балхашским медеплавильным заводом ТОО «Корпорация Казахмыс» (Республика Казахстан) и реализована в промышленном масштабе на ТОО «Казахмыс Прогресс» (г. Балхаш) [7]. Производственная мощность промышленного участка составила 75 т в год по черновому селену.

Технологическая схема вакуум-дистилляционного рафинирования чернового селена предусматривает проведение нескольких операций в разных аппаратах. Поступающий на переработку черновой селен направляется на участок предварительной подготовки, где подвергается промывке технической водой до нейтральной реакции для удаления остаточного содержания кислоты. Полученный таким образом «отмытый» черновой селен направляется на сушку в вакуумный сушильный шкаф, который после сушки поступает в печь приёмной плавки, где происходит удаление остаточной влаги из материала, его плавление и фильтрация через металлическую сетку. Процесс осуществляется при атмосферном давлении. Далее переплавленный селен направляется в вакуум-дистилляционный аппарат на рафинирование.

Процесс дистилляции селена протекает при давлении в системе 0,13-0,67 кПа, при этом температура в испарителе составляет 410-440 °С, в конденсаторе – 200-220 °С. Эвакуацию газов ведут вакуумным насосом производительностью 20-25 л/с. В вакуумпровод, соединяющий испаритель с конденсатором, установлен фильтр из сетки саржевого плетения марки С100, предназначенный для фильтрации парового потока селена для исключения механического выноса нелетучих компонентов с паром селена при интенсивном переводе его в паровую фазу в процессе дистилляции.

В процессе промышленной эксплуатации вакуум-дистилляционной установки был обнаружен недостаток, который в значительной мере снижал производительность вакуумного оборудования. Процесс фильтрации паров селена через фильтр, установленный между испарителем и конденсатором, сопровождается зарастанием проходных отверстий уловленными каплями примесных элементов, что в свою очередь приводит к повышению давления в дистилляционном пространстве, снижению интенсивности процесса – скорости испарения селена и, соответственно, производительности аппарата. На рисунке 1 приведена фотография фильтрующего паровую фазу элемента с заросшими проходными отверстиями.

В основную задачу представленного исследования входило разработка способа рафинирования некондиционного селена вакуумной дистилляцией и конструкции аппарата для его осуществления, обеспечивающие повышение интенсивности испарения селена и соответственно производительности промышленного аппарата. Общий вид имеющейся промышленной вакуум-дистилляционной установки приведён на рисунке 2.

Для исключения фактора зарастания ячеек фильтра паровой фазы была разработана особая конструкция фильтрующего элемента, принцип работы которого основан на методе шлюзования. Фильтрующий элемент устанавливается в паропровод, соединяющий испаритель и конденсатор вакуум-дистилляционного аппарата. Фильтрующий элемент представляет собой полый корпус, повторяющий форму паропровода, в котором размещены вплотную и вертикально по отношению к корпусу сплошные перегородки, попеременно перекрывающие более половины сечения корпуса, образующие зигзагообразный проход, причём открытая площадь сечения между каждой перегородкой и корпусом уловителя брызг составляет не менее 8-10 % площади испарителя, а количество перегородок не менее 3.



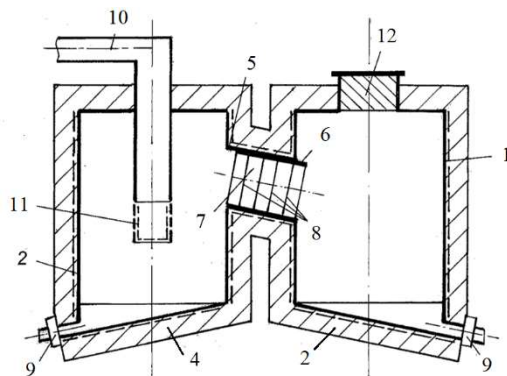
а



б

(а) – фильтр установлен в установке; (б) – фильтр демонтирован с установки

Рисунок 1. Фотографии фильтрующей паровую фазу элемента вакуум-дистилляционной установки до его замены.



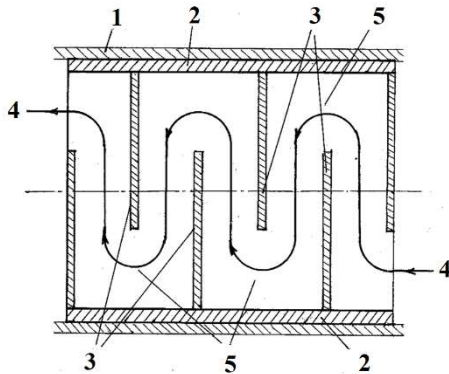
1 - испаритель; 2 - дно испарителя; 3 - конденсатор; 4 - дно конденсатора; 5 - паропровод; 6 - фильтр паровой фазы; 7 - отбойник паровой фазы; 8 - вертикальные перегородки; 9 - игольчатый клапан; 10 - вакуумпровод; 11 - фильтр; 12 - загрузочное устройство.

Рисунок 2. Схема вакуум-дистилляционной установки с инерционным уловителем брызг.

В промышленном масштабе опробован фильтрующий элемент (уловитель брызг), разделённый на 5 зон, между которыми установлены перегородки, схематично приведен на рисунке 3. Конструкция перегородок выполнена таким образом, что при попадании в шлюзовые камеры направленной струи газового потока, содержащего селеновый пар вместе с нелетучими примесями, происходит изменение направления вектора движения газа и частичное осаждение в камерах загрязненного пара. На выходе из шлюзовой камеры содержание примесных элементов в паровом потоке селена снижено на 97%.

Инерционная очистка паровой фазы позволяет отделить брызги некондиционного селена (примесные элементы), увлекаемого паровым потоком, без увеличения аэродинамического сопротивления паровому потоку в паропроводе на протяжении всего дистилляционного процесса. Смена направления движения парового потока в сочетании с увеличением интенсивности перемещения в 10-12 раз по сравнению с таковой в испарителе позволяет за счёт инерции соприкасаться увлеченным брызгам со стенками и за счёт адгезии – оставаться на них, что приводит к очистке паровой фазы. Поддержание температуры инерционной очистки, равной температуре в испарителе, способствует поддержанию уловленных брызг в жидком состоянии. При накоплении брызг на стенках происходит их слияние, стекание в нижнюю часть инерционного уловителя и самопроизвольный возврат в дистилляционное пространство испарителя. Кроме того, температура инерционного процесса очистки паровой фазы, равная

таковой в дистилляционном пространстве предотвращает процесс конденсации пара селена до достижения конденсационного пространства и уменьшение сечения инерционного уловителя, то есть снижает аэродинамическое сопротивление проходу пара.



1 – паропровод вакуум-дистилляционной установки; 2 – корпус брызгоуловителя; 3 – вертикальные перегородки; 4 – направление парового потока селена; 5 – открытая площадь сечения брызгоуловителя.

Рисунок 3. Схема вакуум-дистилляционной установки ВДУ.

Очистка парового потока селена в инерционном уловителе позволяет в течение всего процесса дистилляции поддерживать заданный уровень разрежения – вакуума в дистилляционном пространстве, так как не создает аэродинамического сопротивления проходу пара селена, что направлено на достижение технического результата. Отсутствие зазора полого корпуса со стенками паропровода предотвращает неконтролируемый проход парового потока и вынос с ним брызг некондиционного селена в конденсационное пространство. Вертикальные перегородки, установленные вплотную к корпусу и попеременно перекрывающих более половины сечения полого корпуса, образуют зигзагообразный проход паровому потоку с изменением направления на обратное и направляют брызги некондиционного селена на корпус уловителя брызг, где они из-за инерции и адгезии улавливаются.

Таким образом, все указанные признаки препятствуют образованию аэродинамического сопротивления проходу пара селена в конденсатор и способствуют достижению технического результата, что подтверждено технологическими испытаниями. Рафинирование некондиционного селена, содержащего 95,1 масс. % Se, проводили в вакуумном аппарате, дистиллятор которого имел диаметр 30 см, что соответствует площади испарения 706,5 см², диаметр паропровода 15 см, в котором установлен корпус инерционного уловителя с 5 перегородками с открытой для прохождения паров селена площадью 63,6 см², что составляет 9% от площади испарения. Длина инерционного уловителя брызг 20 см. Температуру дистилляции поддерживали равной 400 ± 10 °С давление в дистилляторе в начале процесса ~500 Па. Температуру инерционного уловителя брызг на протяжении всей его длины поддерживали равной 400 ± 10 °С. Продолжительность процесса при разовой загрузке 40 кг составила 6 часов, степень отгонки рафинированного селена из некондиционного селена составила 70%. Давление в дистилляторе в конце процесса дистилляции селена 600 Па. Средняя скорость испарения селена составила величину 2,62 × 10⁻² кг/(м² × с). Чистка инерционного уловителя брызг не требовалась, зарастание его конденсатом селена и тугоплавкой жидкой фазой не наблюдали. Для сравнения, при проведении процесса с фильтрацией паров с применением сетки саржевого плетения марки С100 в этом же аппарате при аналогичных технологических условиях давление в дистилляторе в конце процесса составляло величину 1300 Па, а температура процесса повысилась до 450 ± 10 °С. Здесь средняя скорость испарения селена найдена равной 2,19 × 10⁻² кг/(м² × с), что на 16,4 % меньше, чем в процессе рафинирования некондиционного селена с инерционной очисткой паровой фазы. То есть производительность аппарата предлагаемой конструкции увеличена на 16,4 %.

Рафинированный предлагаемым способом и в предлагаемом аппарате селен содержал примеси, масс. %: Fe – 1 × 10⁻⁴; Cu – 2 × 10⁻⁴; Pb – 1 × 10⁻⁴; Hg – 3 × 10⁻³; Te – 9 × 10⁻²; As – 3 × 10⁻³; S – 1 × 10⁻²; Al – 1 × 10⁻⁴. Состав извлеченного из некондиционного селена элемента по содержанию

примесей соответствует требованиям к химическому составу селена марки СТ 1 по ГОСТ 10298-2018 [8].

Проведенные, таким образом, испытания по рафинированию некондиционного селена вакуумной дистилляцией предлагаемым способом в аппарате для его осуществления подтвердили повышение производительности оборудования.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и образования Республики Казахстан (грант AP19676703).

Список использованных источников

- [1] Qiao J, Li L, Liu J, Wu N, Liu W, Wu F, Zeng Zh 2024 *Journal of Materials Science and Technology* 188–03 <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.09.003>
- [2] Cherepovitsyn A, Solovyova V, Dmitrieva D 2023 *Resources Policy* 103347 <https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2023.103347>
- [3] Basu B, Banerjee B 2023 *Rare Earth Elements: Processing, Catalytic Applications and Environmental Impact* 1–308 <https://doi.org/10.1515/9783110788082>
- [4] Enghag P 2004 *Selenium and Tellurium. In Encyclopedia of the Elements* (Copyright © 2004 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.) 1311. <https://doi.org/10.1002/9783527612338.ch49>
- [5] Кенжалиев Б К, Требухов С А, Володин В .Н, Требухов А А, Тулеутай Ф Х 2018 *Комплексное использование минерального сырья* **4(307)** 56-64. <https://doi.org/10.31643/2018/6445.30>
- [6] Кенжалиев Б К, Володин В Н, Требухов С А, Оспанов Е А, Шахалов А А 2024 Извлечение селена из промпродуктов и некондиционного сырья. Алматы: Polytech. <https://doi.org/10.31643/2024-ebook-01>
- [7] Требухов С А, Кенжалиев Б К, Володин В Н, Оспанов Е А, Шахалов А А, Требухов А А 2024 *Труды 31-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии – 2024»* 412–7. https://vtt.etu.ru/assets/files/2024/sbornik_vtt-2024.pdf
- [8] ГОСТ 10298-2018. *Селен технический. Технические условия*. Введён: 01.02.2019. <https://internet-law.ru/gosts/gost/69856/>

Влияние инжекции электронов на параметры сильноточного импульсного магнетронного разряда

А А Черкасов, М В Шандриков, Е М Окс, К П Савкин
Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

E-mail: cherkasov@opee.hcei.tsc.ru

Аннотация. Представлены исследования масс зарядового состава плазмы магнетронного разряда низкого давления. Снижение рабочего давления достигалось путем дополнительной инжекции электронов в катодный слой магнетронного разряда из плазмы вакуумно-дугового разряда. Инжекция дополнительных электронов приводит к увеличению ионизации как атомов рабочего газа, так и атомов материала мишени. Независимый источник дополнительных электронов с регулировкой тока позволяет управлять параметрами магнетронного разряда, обеспечивая возможность реализовать в одной разрядной системе условия для получения плазмы либо с высокой долей ионов металла (до 85%), либо ионов рабочего газа (до 100%).

Введение

Исследования сильноточной импульсной формы магнетронного разряда активно ведутся с середины 1990-х годов [1,2]. Отличительной особенностью данной формы разряда является высокая плотность и степень ионизации плазмы. Это достигается путем подведения к разрядной системе высокой мощности, пиковая плотность которой может достигать $0.5\div 10$ кВт/см²[3]. Высокая степень ионизации распыленного материала дает возможность управлять энергией ионов материала мишени за счет дополнительного смещения подложки [4,5]. Такой подход зачастую способствует увеличению качества осаждаемых покрытий **[Ошибка! Источник ссылки не найден.]**. Однако диапазон рабочих давлений данных систем составляет 2-20 мТорр. В таких условиях велика вероятность транспорта потерь распыленных атомов. По этой причине, для увеличения энергетической эффективности системы необходимо снижение минимального рабочего давления.

Ранее, нами было показано, что наиболее эффективным способом снижения рабочего давления сильноточной импульсной магнетронной распылительной системы является инжекция дополнительной порции электронов, ускоренных в прикатодном слое магнетронного разряда [7].

В данных условиях снижение рабочего давления достигается за счет дополнительной ионизации как атомов рабочего газа, так и распыленных атомов материала мишени, которые также начинают принимать участие в процессе распыления, реализуя тем самым т.н. процесс самораспыления [8]. Цель данной работы заключается в исследовании влияния дополнительной инжекции электронов на масс-зарядовый состав плазмы магнетронного разряда.

1. Методика и техника эксперимента

Схема экспериментального макета магнетрона с дополнительной инжекцией электронов представлена на рисунке 1. Диаметр катода-мишени магнетрона составлял 125 мм. Толщина мишени в зависимости от эксперимента составляла 1-5 мм. В качестве анода магнетрона использовался кольцевой электрод 2, выполненный из нержавеющей стали. Магнитное поле вблизи поверхности мишени магнетрона создавалось набором магнитов 4 и 5 размером

10×10×10 мм. Эмиттер электронов, представляющий из себя вакуумно-дуговой разряд, был расположен за плоскостью катода магнетронного разряда. Эмиссия электронов из плазмы вакуумно-дугового разряда в магнетронный разряда производилась через центральное отверстие 6, выполненное в мишени магнетрона. Диаметр апертуры составлял 1-3 мм. Иницирование вакуумно-дугового разряда осуществлялось пробоем по поверхности керамического изолятора 10 между катодом вакуумной дуги 9 и кольцевым иницирующим электродом 11. В качестве анода эмиттерного разряда использовалась мишень магнетрона. Инжектируемые таким образом электроны ускоряются в прикатодном слое магнетронного разряда приобретая дополнительную энергию, как и вторичные электроны выбитые с поверхности мишени в результате вторичной ион-электронной эмиссии.

Для более эффективного использования энергии инжектированных электронов использовался специальный конический отражательный электрод, находящийся под отрицательным потенциалом мишени. Оптимальное расстояние от мишени до отражательного электрода определяется толщиной прикатодного слоя, который в свою очередь зависит от параметров магнетронного разряда и рабочего давления системы [9].

Анализ плазмы магнетронного разряда производился с использованием время-пролетного спектрометра. Подробное описание время-пролетного спектрометра, а так же способа анализа плазмы магнетронного разряда с его помощью, представлено в работах [7,10].

Магнетрон с дополнительной инжекцией из плазмы вакуумно-дугового разряда был расположен на торце вакуумной камеры, выполненной из нержавеющей, стали. Длина вакуумной камеры составляла 60 см, диаметр 40 см. Откачка вакуумной камеры осуществлялась турбомолекулярным насосом со скоростью откачки 700 л/с до остаточного давления 0.05 мТорр. Рабочий газ напускался непосредственно в область магнетронного разряда. Рабочее давление в области магнетронного разряда изменялось в диапазоне от 4 до 0.25 мТорр.

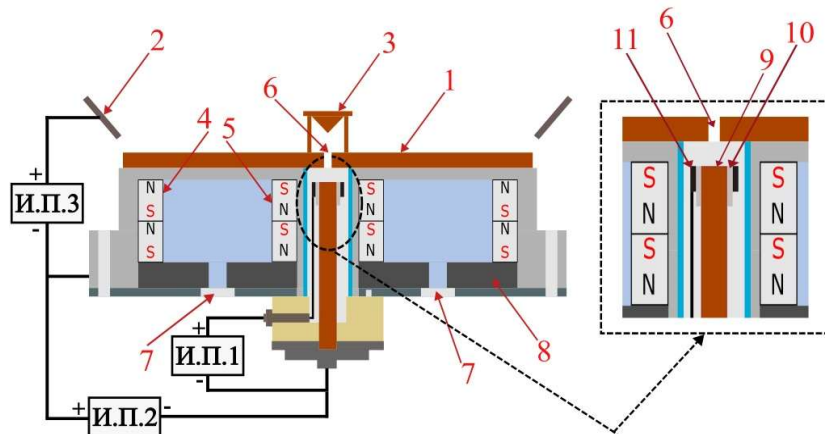


Рисунок 1. Схема разрядной системы на основе планарного магнетрона с инжекцией электронов в катодный слой из плазмы вакуумной дуги: 1 – мишень магнетрона (катод); 2 – анод магнетрона; 3 – отражательный электрод; 4 – внешняя кольцевая магнитная система; 5 – внутренняя кольцевая магнитная система; 6 – эмиссионная апертура в мишени магнетрона; 7 – вход и выход водяного охлаждения; 8 – магнитопровод; 9 – катод вакуумной дуги; 10 – керамический изолятор; 11 – кольцевой иницирующий электрод. Источники питания: ИП1 – иницирующего разряда; ИП2 – вакуумной дуги; ИП3 – магнетронного разряда.

2. Обсуждение результатов

Самораспылением в магнетронных распылительных системах называют режим, в котором доля ионов распыленного материала мишени превышает 50 %. Реализация устойчивого функционирования сильноточной импульсной магнетронной распылительной системы в режиме самораспыления в области предельно низких значений рабочего давления (менее 1 мТорр) за счет дополнительной инжекции электронов приводит не только к увеличению ионного тока за счет снижения транспортных потерь, но и к появлению многозарядных ионов в плазме магнетронного разряда (рисунок 2). При этом многозарядные ионы наблюдаются только для материалов с низким коэффициентом распыления (<1), например, Ti, Zr, Ta. Необходимо отметить, что эти материалы также отличаются меньшими значениями второго и третьего потенциала ионизации [11]. Регистрация многозарядных ионов наблюдается только при низких значениях рабочего давления, где самостоятельный разряд в сильноточной форме не реализуется. Кроме того, экспериментально было показано, что минимальное рабочее давление для материалов мишени с низким коэффициентом распыления, практически не отличается от минимального рабочего давления, полученного для мишеней с высоким коэффициентом распыления [7], из чего можно сделать вывод, что роль газовых ионов в режиме самораспыления мала.

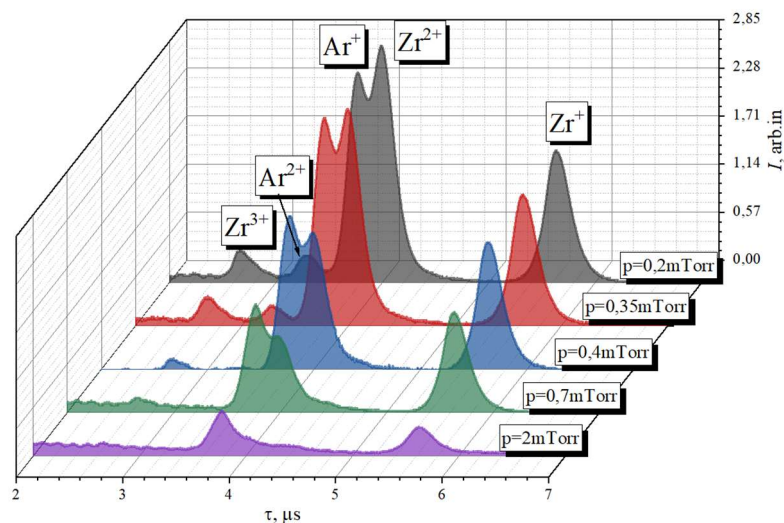


Рисунок 2. Спектры ионов плазмы магнетронного разряда для циркониевой мишени для различных значений рабочего давления в режиме стабилизации тока магнетронного разряда на уровне 70 А, ток инжектированных электронов 1.3 А.

Наличие независимого источника электронов помимо стабилизации сильноточной формы магнетронного разряда в области низких значений рабочего давления позволяет так же существенным образом менять параметры магнетронного разряда. Изменение тока инжектированных электронов в одной разрядной системе без модернизации электродной конфигурации данной системы позволяет реализовать не только режим самораспыления с преобладанием ионов металла в плазме, но и т.н. нераспыляющий режим, когда распыление мишени практически не происходит и плазма состоит преимущественно из ионов рабочего газа. На рисунке 3 в качестве примера такого перехода представлены спектры ионов плазмы магнетронного разряда в зависимости от величины тока инжекции при стабилизации амплитуды тока магнетронного разряда. Увеличение тока инжекции с 0.6 до 4 А приводит к снижению доли ионов хрома с 85% до 30 %. Изменение доли ионов металла коррелирует с изменением напряжения горения, которое при этом снижается на 200 В. Соответственно, для реализации нераспыляющего режима необходимо увеличение тока инжектированных

электронов, которое может осуществляться в данной разрядной системе как увеличением тока эмиттера, так и увеличением диаметра эмиссионной апертуры в мишени магнетрона.

На рисунке 4 представлены спектры ионов плазмы магнетронного разряда для нераспыляющего режима в зависимости от тока магнетронного разряда в режиме стабилизации тока инжекции на уровне 4 А. При увеличении тока магнетронного разряда наблюдается перераспределение молекулярного и атомарного ионного компонентов. При токе разряда до 30 А в плазме преобладают ионы молекулярного азота. Свыше 30 А в плазме растет доля атомарных ионов азота. При этом начинает регистрироваться сигнал ионов хрома на уровне 2 и 4 % для 40 и 50 А тока магнетронного разряда, соответственно. Очевидно, что появление ионов хрома обусловлено ростом напряжения магнетронного разряда и энергии ионов, связанного, в свою очередь, с растущей ВАХ магнетронного разряда. Компенсация данного эффекта решается также увеличением тока инжектированных электронов, для обеспечения условия функционирования магнетронного разряда с низким напряжением горения.

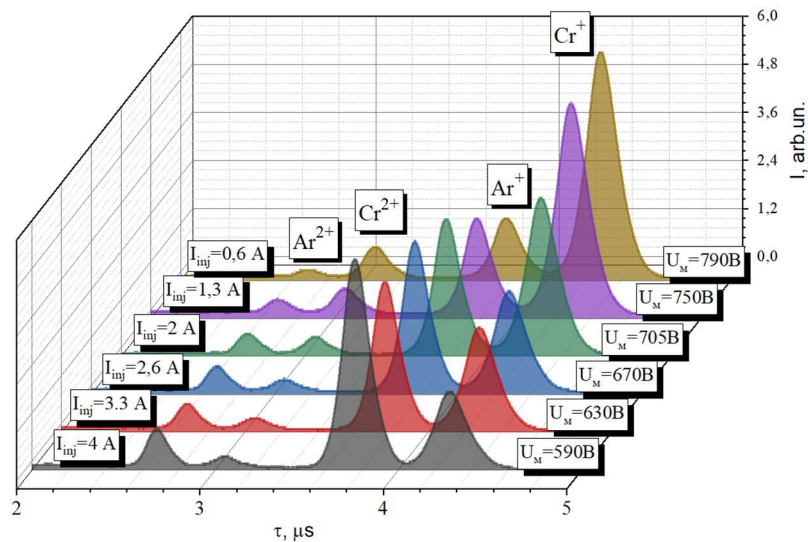


Рисунок 3. Спектры ионов плазмы магнетронного разряда для различных значений тока инжекции в режиме стабилизации тока магнетронного разряда на уровне 70 А. Рабочее давление 0,3 мТорр.

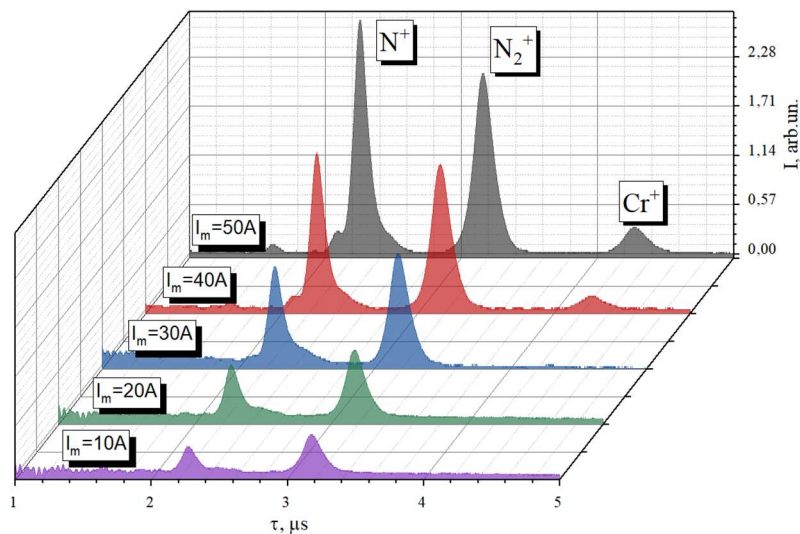


Рисунок 4. Спектры ионов плазмы магнетронного разряда в зависимости от тока магнетронного разряда. Ток инжектированных электронов 4 А, рабочее давление 0.3мТорр.

Выводы

Представлены результаты исследования сильноточного импульсного магнетронного разряда с дополнительной инжекцией электронов в катодный слой для понижения минимального рабочего давления. Дополнительная инжекция электронов позволяет в широком диапазоне изменять напряжение горения магнетронного разряда, тем самым обеспечивая условия как для реализации режима с преобладанием ионов материала мишени (режим самораспыления), так и режима с преобладанием ионов рабочего газа (нераспыляющий режим) в одной разрядной системе, без модернизации электродной конфигурации.

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № FWRM-2021-0006).

Список использованных источников

- [1] Mozgrin D V, Fetisov I K, Khodachenko G V 1995 *Plasma Physics Reports* **21(5)** 400–9.
- [2] Kouznetsov V, Macak K, Schneider J, Helmersson U, Petrov I 1999 *Surf. Coat. Technol.* **122** 290.
- [3] Gudmundsson J T, Brenning N, Lundin D, Helmersson U 2012 *Journal of vacuum science & technology* **A30(3)**.
- [4] Olbrich W, Kampschulte G 1993 *Surf. Coat Technol.* **59** 274–280.
- [5] Ma Q, Li L, Xu Y, Gu J, Wang L, Xu Y 2017 *Applied surface science* **392** 826–833.
- [6] Samuelsson M, Lundin D, Jensen J, Raadu M A, Gudmundsson J T, Helmersson U 2010 *Surf. Coat. Technol.* **205(2)**, 591–596.
- [7] Shandrikov M V, Cherkasov A A, Oks E M, Vizir A V, Zolotukhin D B 2024 *Vacuum* **219** 112721
- [8] Anders A 2011 *Surf. Coat. Technol.* **205** S1–S9.
- [9] Shandrikov M V, Artamonov I D, Bakeev I Y, Bugaev A S, Oks E M, Vizir A V, Yushkov G Y 2021 *Vacuum* **192** 110487.
- [10] Brown I G, Galvin J E 1987 *Rev. Sci. Instrum.* **58** 1589.
- [11] Anders A 1996 *Physical Review E* **55(1)**.

Моделирование откачки в технологии производства кольцевых лазеров

А В Молчанов, В Ю Мишин, И А Демин¹, М А Захаров и М В Чиркин²
ПАО «МИЭА», 125167, г. Москва, Россия

E-mail: ilad7880@gmail.com¹, chirk.mikhail@yandex.ru².

Аннотация. Выполнено моделирование высоковакуумной откачки объемов сложной геометрии внутри моноблоков из оптической стеклокерамики для типоразмерного ряда малогабаритных кольцевых гелий-неоновых лазеров с учетом разветвления газовых потоков и газовыделения. Приведены результаты оценки времени откачки в режиме молекулярного течения газа и достигаемых остаточных давлений в различных элементах откачиваемых объемов.

Введение

В современных инерциальных навигационных системах авиационного применения прецизионными датчиками угловой скорости являются гироскопы на основе кольцевых гелий-неоновых лазеров [1]. Активная среда лазера создается в узких каналах, сформированных в моноблоке (рисунок 1) из оптической стеклокерамики (ситалла или зеродура) после их заполнения смесью газов He^3 - Ne^{20} - Ne^{22} с соотношением компонентов 40:1:1 в диапазоне давлений 750 – 900 Па.

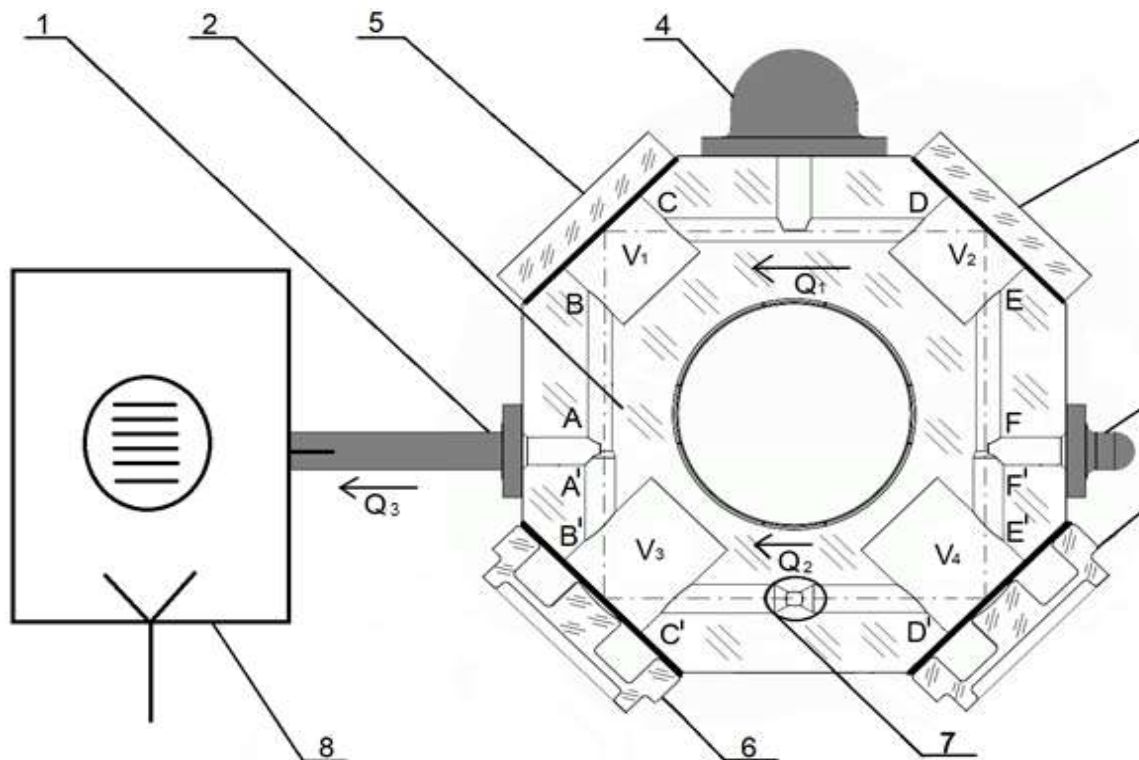


Рисунок 1. Особенности откачки при электровакуумной обработке кольцевого гелий-неонового лазера: 1 – откачной штенгель - анод; 2 – моноблок лазера; 3 – анод; 4 – холодный

катод; 5 – плоские зеркала; 6 – сферические зеркала; 7 – диафрагма; 8 – турбомолекулярный насос типа Adixen Vacuum Products MDP 5011

К моноблоку 2 вакуумно плотно присоединены аноды 1, 3 и холодный катод 4 для возбуждения в гелий-неоновой смеси симметричного двухплечевого разряда. Зеркала кольцевого резонатора 5, 6 соединены с моноблоком с помощью оптического контакта; оптическая ось резонатора выделена штрих - пунктирной линией.

Разнообразие условий применения инерциальных навигационных систем определяет комплекс требований к кольцевым лазерам, выполнение которых сделало необходимым формирование типоразмерного ряда изделий, различающихся габаритами и массой моноблоков, периметрами кольцевых резонаторов (15 – 35 см), длинами и диаметрами каналов, высверленных в стеклокерамике, объемами полостей около зеркал (пазух) $V_1 \div V_4$. Последовательность электровакуумной обработки моноблока после его сборки и герметизации, направленная на достижение ресурса кольцевого лазера более 40 000 часов непрерывной работы, определена в [2]. Однако, продолжительность высоковакуумной откачки, включающей термическую обработку изделия, а также минимизация остаточных давлений газа с учетом газовыделения из стеклокерамики для кольцевых лазеров с разными откачиваемыми объемами и площадями внутренней поверхности в условиях разветвления газовых потоков должны быть конкретизированы для каждой модификации. Цель исследования заключается в разработке виртуальной модели высоковакуумной откачки моноблока кольцевого лазера, позволяющей оценить времена откачки и достигаемые остаточные давления в элементах вакуумной системы на стадии проектирования каждой модификации, включенной в типоразмерный ряд.

1. Аналитический подход

Общая особенность рассматриваемых кольцевых лазеров с плоским четырехзеркальным резонатором заключается в наличии внутри моноблока полых пазух около зеркал резонатора с различающимися объемами V_1, V_2, V_3, V_4 и двух траекторий в каналах моноблока A-B-C-D-E-F и A'-B'-C'-D'-E'-F', через которые осуществляется откачка. Первой траектории соответствуют каналы диаметром около 3 мм, внутри которых в лазере поддерживается газовый разряд, создающий активную среду. Вторая траектория соответствует пассивным каналам переменного диаметра, изменяющегося от 1,5 до 4,0 мм. Для селекции поперечных мод кольцевого резонатора между сферическими зеркалами 6 сформирована диафрагма 7, уменьшающая проводимость для газового потока участка канала C'-D'. Давление p в элементе вакуумной системы объемом V описывается дифференциальным уравнением вида [3]:

$$V \frac{dp}{dt} = Q_e - \sum_n Q_n, \quad (1)$$

в котором Q_e – газовыделение из стенок в рассматриваемый элемент, т.е. поток газа, поступающий в данный элемент в единицу времени с поверхности стеклокерамики, прямо пропорциональный площади стенок, ограничивающих данный элемент, Q_n – поток газа, поступающий в n -й трубопровод из рассматриваемого элемента:

$$Q_n = F_n \Delta p_n, \quad (2)$$

где F_n – проводимость трубопровода, Δp_n – разность давлений газа на входе и выходе трубопровода.

Для конструкций кольцевых лазеров из анализируемого типоразмерного ряда диаметры D каналов внутри моноблока, через которые осуществляется откачка, составляют 4 мм и менее. Если давление газа менее 10^{-1} Па, оценка числа Кнудсена Kn приводит к результату:

$$Kn = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 p D} > 10, \quad (3)$$

где d – эффективный диаметр молекул, k – постоянная Больцмана, T – температура, что соответствует молекулярному режиму течения газа [4]. В условиях молекулярного течения газа расчет проводимостей трубопроводов F на участках A-B-C-D-E-F и A'-B'-C'-D'-E'-F', включающих диафрагму и цилиндрические каналы с длинами l_n и диаметрами D_n , выполнен с помощью соотношений [5]:

$$F_n = \frac{\pi D_n^2}{3} \langle v \rangle K \left(\frac{l_n}{D_n} \right), \quad F^{-1} = \sum_n F_n^{-1}, \quad (4)$$

в котором $\langle v \rangle$ – средняя величина модуля скорости хаотического движения молекул газа, K – коэффициент Клаузинга, монотонно убывающий при росте отношения l_n/D_n .

В рассматриваемом случае уравнения, описывающие изменения давления в элементах вакуумной системы и потоки газа через каналы, аналогичны уравнениям для токов и напряжений в разветвленной электрической цепи, содержащей лишь линейные элементы: резисторы, конденсаторы и источники тока. Аналогия с электрической цепью позволяет использовать при расчетах широко распространенное и наглядное программное обеспечение, например Electronic Workbench (EWB) 5.12.

2. Результаты моделирования

Моделирование откачки выполнено для двух моделей кольцевых лазеров – МКЛ и КЛ, геометрические параметры которых сведены в таблицу 1. При анализе результатов следует учитывать, что у части параметров – длины и диаметр каналов в части моноблока, предназначенных для формирования активной среды лазера, и поперечные размеры диафрагмы с эллиптическим сечением – определяются заданием периметра кольцевого резонатора (т.е. длиной его оптической оси) и не могут быть изменены. Другая часть параметров – длины и диаметры каналов в пассивной части моноблока, объемы $V_1 \div V_4$ и площади поверхности пазух зеркал – допускают коррекцию по результатам моделирования.

Моде ль лазера	Периметр резонатора, см	Диаметр каналов в активной части моно- блока, мм	Диаметр каналов в пассивной части моно- блока, мм	Попереч -ные размеры диаф- рагмы, мм	Объем полостей около зеркал, см ³	Поверх- ность полостей около зеркал, см ²
МКЛ	16	2,7	3,0	1,68 x 1,42	4,2	22
КЛ	28	3,0	4,0	1,92 x 1,62	11,2	40

Потоки газовой выделения оценивались как произведение плотности потока $1,2 \cdot 10^{-6}$ Па·м/с на площадь поверхности стеклокерамики, ограничивающей элемент моноблока. В электрической схеме замещения данный процесс имитировался соответствующим источником тока. Плотность потока была выбрана по кривым газоотделения стекла Ст-702-Р [5]. Участкам каналов, диафрагме 7 и откачному штенгелю 1, проводимости которых рассчитаны в соответствии с (4), соответствуют в схеме замещения резисторы; объемам полостей $V_1 \div V_4$ – конденсаторы. В начальный момент времени давление в откачиваемых объемах принято равным 0,1 Па.

На рисунке 2 представлены рассчитанные зависимости от времени откачки давлений в пазах, одна из которых расположена вблизи от штенгеля 1 (V_2), а другая удалена от него (V_3). Зависимости от времени давлений в откачиваемых элементах КЛ (сплошные линии) и МКЛ (штриховые линии) качественно совпадают. В обеих ситуациях через несколько секунд откачки давления стабилизируются, что соответствует выравниванию потока газа, удаляемого через штенгель 1, и суммарного газовой выделения из стеклокерамики внутри моноблока. Геометрические параметры элементов моноблоков при заданных поперечных размерах

диафрагм в обеих ситуациях подобраны так, чтобы минимизировать перепад давлений в пазухах V_2 и V_3 . Время откачки, необходимое для перехода в стационарный режим, в случае КЛ ожидаемо в три раза больше, чем в случае МКЛ вследствие различия объемов полостей в откачиваемых моноблоках. На рисунке 3 приведены рассчитанные для МКЛ зависимости от времени откачки потоков через откачной штенгель 1 (Q_3), диафрагму 7 (Q_2), расположенную в «пассивной» части моноблока, и канал CD в «активной» части моноблока (Q_1). Значительные различия потоков через каналы в «активной» и «пассивной» частях моноблока обусловлены неизбежной асимметрией его конструкции и сопровождаются перетоком газа чрез канал EE'. В рассматриваемых условиях стремление выровнять потоки через параллельные каналы приводит лишь к росту перепада остаточных давлений внутри моноблока.

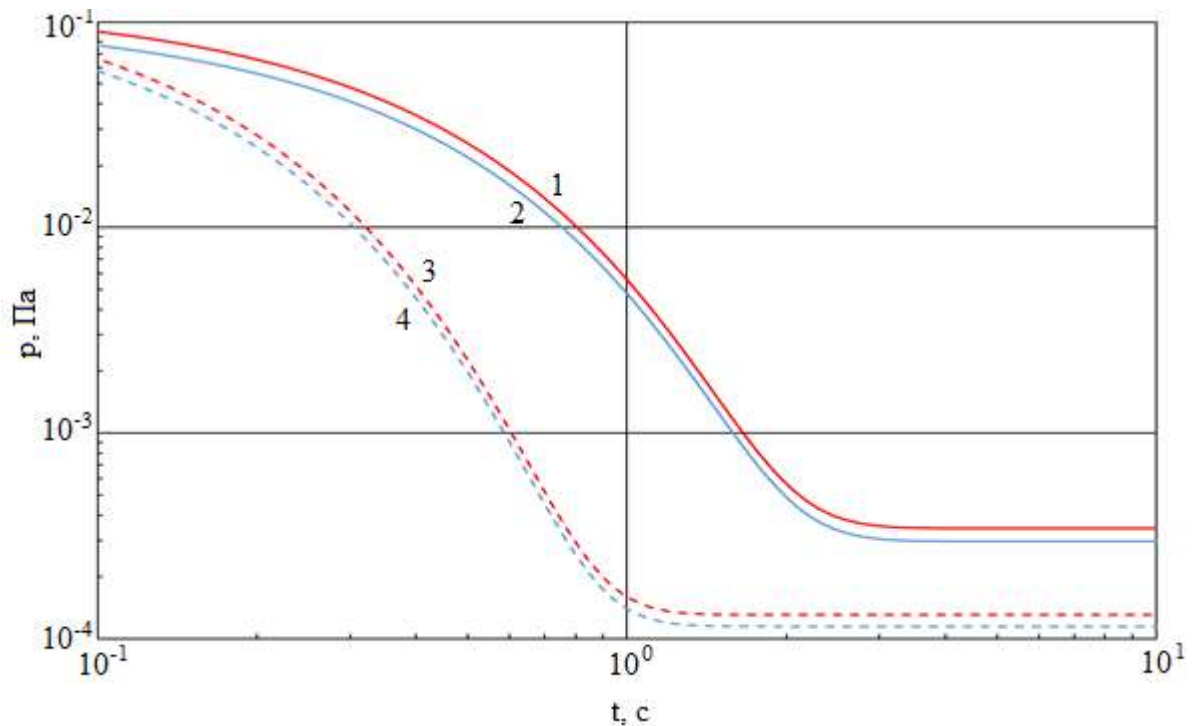


Рисунок 2. Зависимости от времени давлений в полостях около зеркал: 1 – V_2 КЛ, 2 – V_3 КЛ, 3 – V_2 МКЛ, 4 – V_3 МКЛ.

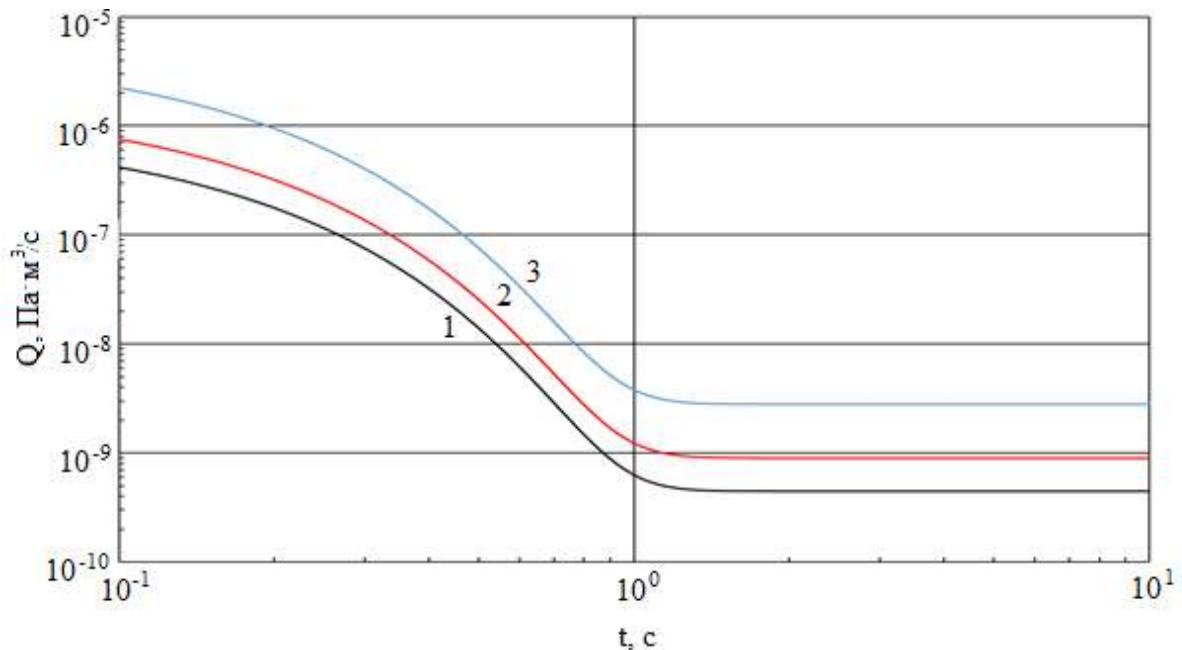


Рисунок 3. Зависимости от времени потоков (см. рисунок 1): 1 - через канал CD в «активной» части кольцевого лазера, 2 - через диафрагму 7, 3 - через штенгель 1.

Заключение

Выполнено моделирование процессов при высоковакуумной откачке моноблоков кольцевых гелий-неоновых лазеров, применяемых в инерциальных навигационных системах. Реализованный подход позволяет учесть конструкционные особенности различных модификаций лазеров при проектировании их типоразмерного ряда, включая геометрию каналов, размеры полостей у зеркал и газовыделение из стеклокерамики в откачиваемый объем с учетом разветвлений потоков газа внутри конструкции. Сравнительный анализ результатов для двух модификаций кольцевых лазеров (МКЛ и КЛ) продемонстрировал необходимость индивидуального расчёта параметров откачки для каждой разрабатываемой модели.

Созданная модель позволяет на этапе проектирования оценивать эффективность откачки и достигнутые остаточные давления, позволяет уменьшить перепады остаточных давлений внутри моноблока без необходимости проведения длительных и дорогостоящих экспериментов, что создает предпосылку для увеличения технологического выхода при серийном производстве кольцевых лазеров. Полученные результаты могут быть использованы для формирования рекомендаций по проектированию и стандартизации электровакуумных технологий при проектировании новых моделей из типоразмерного ряда кольцевых лазеров.

Литература

- [1] Кузнецов А Г, Молчанов А В, Чиркин М В, Измайлов Е А 2015 Квантовая электроника **45** 1 78-88.
- [2] M R Horton and R S Kutay, US Patent No. 3,740,110 (19 June 1973).
- [3] Моисеев А А, Филатов А А, Кишалов А А, Смирнов П.Г. 2023 Сб. материалов 30 . Всероссийской конф. Вакуумная техника и технологии СПб 51-54.
- [4] Анциферова А С, Бобырь П П 2024 Сб. материалов 31 Всероссийской конф. Вакуумная техника и технологии СПб 65-70.

- [5] Дэшман С. Научные основы вакуумной техники. /пер. с англ. под редакцией Меньшикова М И Москва: Мир, 1964. -715 с.

Инвертированный магнетрон для получения коррозионностойких Ni покрытий на проволочных изделиях

К А Зиньковский¹, Э Ф Вознесенский¹, К С Александров¹, Н З Кашапов¹, А Е Карноухов², Я О Желонкин²

¹ Казанский национальный исследовательский технологический университет 420015, Казань, Россия

² ООО «Ферри Ватт», 420089, Казань, Россия

E-mail: zinkovskiika@gmail.com

Аннотация. В работе представлены результаты по исследованию толщины Ni покрытия, полученного на проволоке из медь-ниобиевого сплава при помощи инвертированного магнетрона, по диаметру проволоки и длине магнетрона. Показано, что толщина Ni покрытий неравномерна по длине магнетрона ввиду особенностей расположения магнитной системы. Разнотолщинность покрытия по диаметру проволоки составляет ~16%.

Введение

С развитием технологий повышаются требования, предъявляемые к эксплуатационным свойствам материалов. Проводниковая продукция в этом отношении не стала исключением. Традиционно, в качестве материала для изготовления проводников используется медь, поскольку обладает хорошей электропроводимостью при относительно невысокой стоимости. Развитие проводниковой продукции привело к созданию медь-ниобиевого сплава (Cu-Nb), обладающего повышенной прочностью при сохранении высокой проводимости [1]. Поверхность Cu-Nb проводов состоит из высокочистой меди, которая не отличается повышенной коррозионной стойкостью. В качестве коррозионной защиты поверхность проводов покрывают защитными пленками олова, никеля или серебра.

В качестве замены электрохимического осаждения, которое традиционно используется для получения данного типа покрытий на проволочных изделиях, рассматриваются вакуумные методы, в частности, магнетронное распыление. По сравнению с электрохимией вакуумные методы позволяют получать покрытия с повышенными адгезионной прочностью и плотностью.

Напыление покрытий на протяжённые изделия малого диаметра с использованием планарной магнетронной распылительной системы не эффективно с точки зрения рационального использования материала распыляемой мишени. Решением данной проблемы является использование инвертированной конструкции магнетронной распылительной системы (МРС) [2-4]. Под инвертированным магнетроном понимается магнетрон цилиндрической или многоугольной формы, материал мишени которого распыляется внутри замкнутого объема. Подобное устройство может быть использовано для напыления покрытий на проволочные изделия малого диаметра, поскольку имеет больший коэффициент использования материала мишени (отношение количества осажённых атомов к количеству распылённых) по сравнению с планарной конструкцией магнетрона. Это связано с тем, что атомы материала мишени, не

сформировавшие покрытие на подложке, будут возвращаться на мишень, а затем перераспыляться.

Для обеспечения требуемых антикоррозионных свойств проволоки необходимо обеспечить равномерность толщины покрытия по ее диаметру. Представленная работа посвящена исследованию распределения толщины Ni покрытий, полученных с помощью инвертированного магнетрона, по диаметру медь-ниобиевой проволоки.

2. Материалы и оборудование

Формирование Ni покрытий осуществлялось с использованием вакуумной установки УВН-15. Внутри установки располагался инвертированный магнетрон, внутри которого проходила медь-ниобиевая проволока диаметром 0,5 мм. Диаметр магнетрона составляет 280 мм, длина магнетрона – 260 мм. Схема эксперимента представлена на рисунке 1. Первоначально, установка вакууммировалась до давления 1 Па при помощи агрегата вакуумного золотникового типа АВЗ. Получение высокого вакуума ($P=1 \cdot 10^{-3}$ Па) осуществлялось при помощи двух диффузионных насосов НДВН-400. После откачки, осуществлялся напуск рабочего газа аргона до давления $7 \cdot 10^{-2}$ Па непосредственно в зону разряда (рисунок 1, А). Низкие рабочие значения давления обусловлены высокими значениями индукции магнитного поля на поверхности Ni мишени (~125-150 мТл), что позволяет поддерживать магнетронный разряд при более низких давлениях. К тому же, конструкция магнетрона является инвертированной, в результате чего внутри магнетрона возникает облако из распыленных атомов Ni, которые также ионизируются и выступают в качестве распыляющих ионов, поддерживающих разряд.

В качестве материала подложки использовалась проволока из медь-ниобиевого сплава диаметром 0,5 мм. Перед напылением проволока очищалась ацетоном и этиловым спиртом. Толщина и состав покрытий определялись при помощи оптической микроскопии (Olympus LEXT OLS-4000) и сканирующей электронной микроскопии (Zeiss EVO 50 XVP).

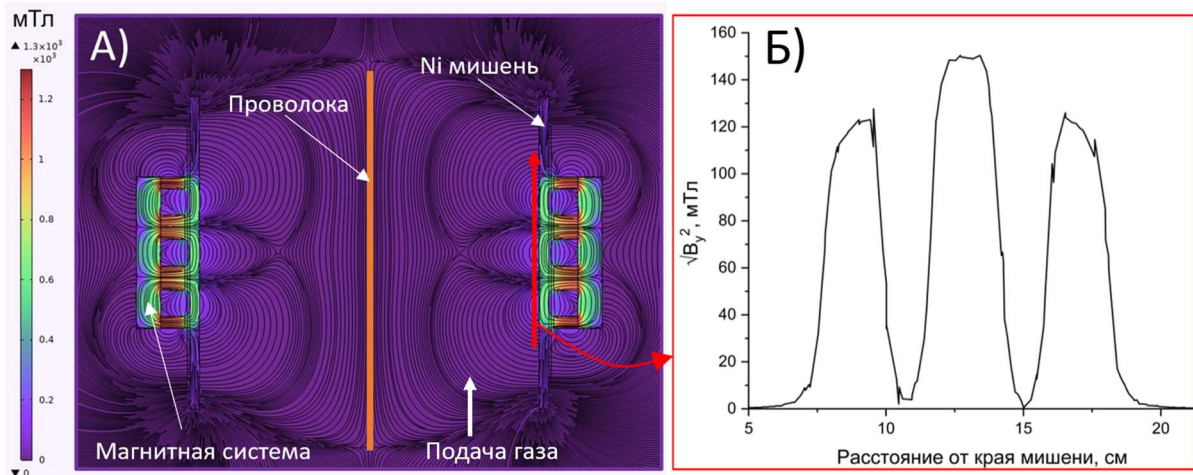


Рисунок 1. Схема эксперимента с распределением плотности магнитного потока на сечении инвертированного магнетрона (А); Распределение B_y компоненты индукции магнитного поля в зоне эрозии на расстоянии 1 мм от Ni мишени (Б).

Моделирование процесса распыления осуществлялось при помощи программ TRIM и SIMTRA. С помощью программы TRIM были получены угловое и энергетическое распределение распыленных атомов Ni. Полученные расчеты импортировались в SIMTRA и выполнялся расчет распределения осажденных атомов на поверхности заданной подложки.

3. Экспериментальная часть

В рамках представленной работы исследовались Ni покрытия, осажденные при мощности магнетрона 4,3 кВт (плотность мощности составляла 3,5 Вт/см²), что соответствует скорости напыления 0,25 мкм/мин. Столь низкие значения плотности мощности были выбраны для предотвращения перегрева проволоки, поскольку напыление проводилось в стационарном режиме (без перемещения проволоки).

Для определения толщины Ni покрытий методами микроскопии полученные образцы разрезались и заливались в шлифы при помощи эпоксидной смолы. Полировка шлифов осуществлялась с применением шлифовально-полировочной машины с применением алмазных суспензий 3 и 1 мкм. СЭМ-изображения поперечного сечения медь-ниобиевой проволоки с Ni покрытием и результаты энергодисперсионного анализа представлены на рисунке 2.

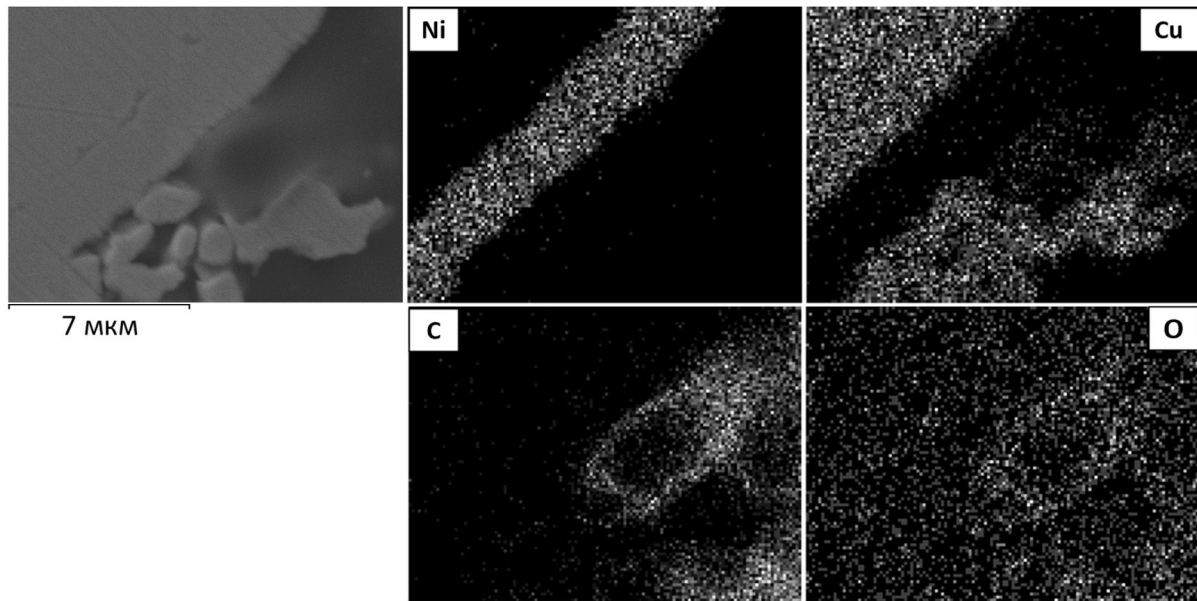


Рисунок 2. СЭМ изображение поперечного сечения медь-ниобиевой проволоки с Ni покрытием и результаты энергодисперсионного анализа.

Оценку распределения толщины Ni покрытия по диаметру проволоки проводили в двух характерных точках проволоки, отличающихся своим положением относительно магнитной системы МРС:

- 1) напротив центра магнитной системы (рисунок 3);
- 2) на расстоянии 70 мм от центра магнитной системы (рисунок 4).

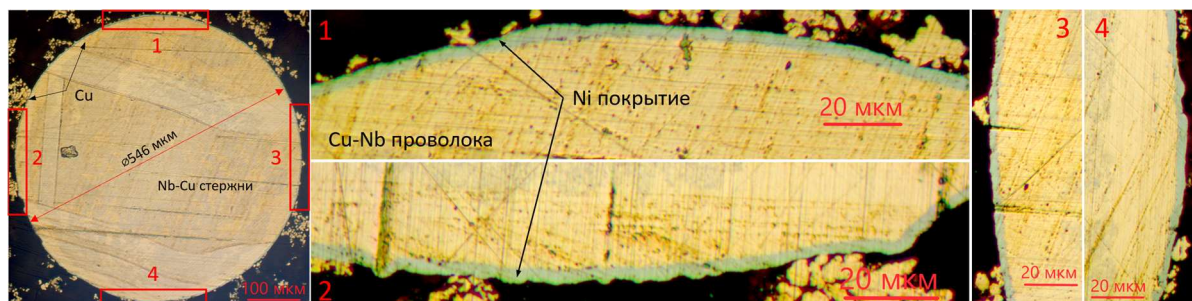


Рисунок 3. Оптические изображения поперечного сечения медь-ниобиевой проволоки с Ni покрытием напротив центра магнитной системы.

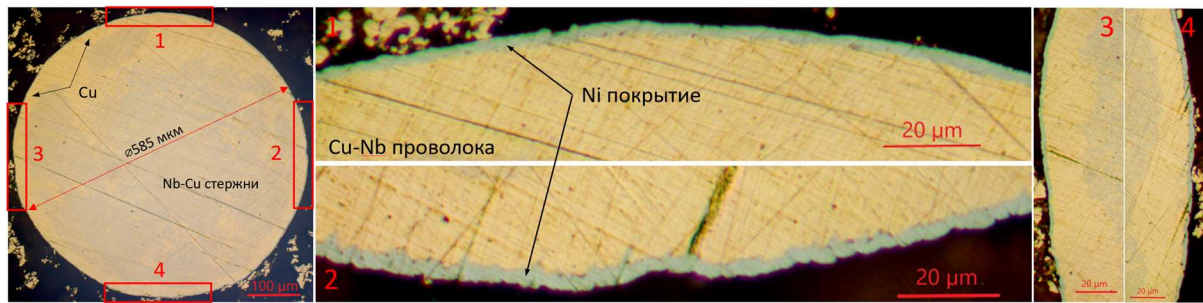


Рисунок 4. Оптические изображения поперечного сечения медь-ниобиевой проволоки с Ni покрытием на расстоянии 70 мм от центра магнитной системы.

Среднее значение толщины Ni покрытий в области напротив центра магнитной системы составило 3,2 мкм. По мере удаления от центра магнитной системы на 70 мм толщина покрытия убывает до 2,7 мкм, что обусловлено самой конфигурацией магнитной системы магнетрона (рис. 1, Б).

В таблице 1 представлены результаты распределения толщины Ni покрытий по диаметру проволоки. Разнотолщинность покрытия по диаметру проволоки определялась по следующей формуле:

$$\frac{d_{\text{макс}} - d_{\text{мин}}}{d_{\text{ср}}} \times 100\%, \quad (1)$$

где $d_{\text{макс}}$ – максимальная толщина покрытия, $d_{\text{мин}}$ – минимальная толщина покрытия, $d_{\text{ср}}$ – средняя толщина покрытия.

Показано, что разнотолщинность покрытия по диаметру проволоки составляет: 16% – напротив центра магнитной системы, 49% – на расстоянии 70 мм от центра магнитной системы.

Таблица 1. Распределение толщины Ni покрытия по диаметру проволоки.

Область измерения (рис. 3 и 4)	1	2	3	4	Среднее значение толщины по диаметру проволоки, мкм	Разнотолщинность покрытий по диаметру магнетрона, %
Напротив центра магнитной системы						
Среднее значение толщины, мкм	3,48	2,98	2,96	3,36	3,2	16
На расстоянии 70 мм от центра магнитной системы						
Среднее значение толщины, мкм	2,6	3,36	2,05	2,72	2,7	49

Причиной полученной разнотолщинности могут служить несколько факторов. Во-первых, подача рабочего газа в магнетрон неравномерна по диаметру, в результате чего в зоне подачи газа разряд будет гореть интенсивнее, что будет приводить к большей толщине покрытия на данном участке. Этим же объясняется усиление разнотолщинности по мере удаления от центральной области магнитной системы. Во-вторых, возможны отклонения в распределении индукции магнитного поля на поверхности мишени по диаметру магнетрона. Причиной этому может служить отклонение оси магнитной системы относительно центральной оси магнетрона, в результате чего в областях, в которых магнитная система оказывается ближе к мишени происходит более интенсивное распыление, и наоборот.

На рисунке 5 представлено сравнение экспериментальных результатов по распределению толщины покрытия по длине магнетрона с результатами моделирования. Согласно результатам

эксперимента, уменьшение средней толщины покрытий по мере удаления от центра магнитной системы имеет менее резкий характер по сравнению с результатами моделирования. По всей видимости это связано с особенностями подачи рабочего газа. Еще одной причиной этому может служить особенность инвертированной магнетронной системы, в которой распыленные атомы претерпевают столкновения с другими распыленными атомами мишени. Данные столкновения влияют на начальное распределение потока распыленных частиц, что не учитывалось в рамках моделирования.

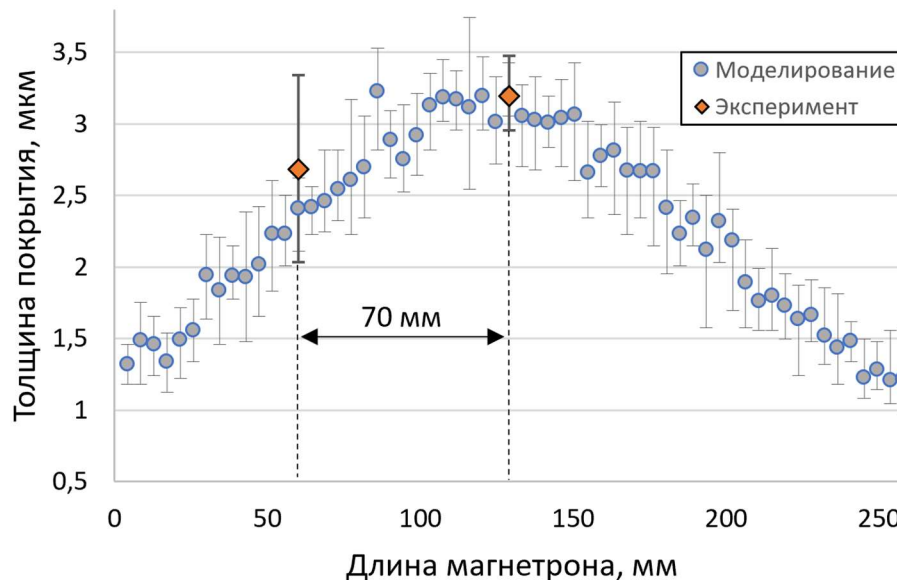


Рисунок 5. Распределение средней толщины Ni покрытия (пределами показана разнотолщинность по диаметру проволоки), полученного на медь-ниобиевой проволоке, по длине магнетрона.

5. Заключение

Экспериментально и при помощи моделирования получены данные о равномерности толщины Ni покрытия на медь-ниобиевой проволоке диаметром 0,5 мм, нанесенной при помощи инвертированной MPC. Распределение толщины Ni покрытия по диаметру проволоки неравномерно: в области напротив центра магнитной системы разнотолщинность по диаметру проволоки составляет 16%, в то время как на расстоянии 70 мм от центра – 49%. Данный эффект связан с неравномерной подачей рабочего газа в магнетрон, в результате чего разряд горит с разной интенсивностью как по диаметру, так и по длине магнетрона. Помимо этого, возможно отклонения оси магнитной системы от оси магнетрона, что приводит к различным показателям индукции магнитного поля на поверхности мишени по диаметру и длине магнетрона.

Таким образом, для обеспечения равномерности толщины покрытия по диаметру изделия требуется обеспечить равномерное давление внутри магнетрона и более прецизионную юстировку магнитной системы.

Список использованных источников

- [1] Botcharova E, Freudenberger J, Gaganov A 2006 *Materials Science and Engineering* **41** 261-268
- [2] Glocker D A, Romach M M, Lindberg V W 2001 *Surface and Coatings Technology* **146** 457-462
- [3] Kaneko T, Nittono O 1997 *Surface and Coatings Technology* **90** 268-274
- [4] Lozovan A A, Betsofen S Y, Lenkovets A S 2018 *Journal of Physics: Conference Series* **1121** 012019

Изготовление гибкого нагревательного элемента на полимерной основе с применением PVD технологий

Н З Кашапов^{1,2}, К А Зиньковский^{1,2}, Э Ф Вознесенский¹, Я О Желонкин²,
К С Александров^{1,2}, А Е Карноухов²

¹ Казанский национальный исследовательский технологический университет, г. Казань.

² ООО «ФЕРРИ ВАТТ», г. Казань.

E-mail: kashapov.nukaca@yandex.ru

Аннотация. Изготовлен гибкий резистивный нагревательный элемент с применением PVD технологии. Проверена работоспособность опытного образца, проведены исследования равномерности нагрева, проведена оценка адгезии электропроводящего покрытия, сделан сравнительный анализ реальной и расчетной термограмм.

1. Теоретическая часть

Гибкие резистивные нагреватели на полимерной основе, изготовленные с помощью PVD процессов являются перспективной технологией будущего, с возможностью использования их в разных отраслях промышленности. Эти устройства способны передавать тепло на любую поверхность, вне зависимости от её формы и изгибов. Гибкие нагревательные элементы применяются в аэрокосмической, автомобильной промышленности в электрических узлах, для поддержания рабочих температур электроники и предотвращения в них конденсации [1].

Нагреватели на полимерной основе относятся к области электротермии, в частности к технологии изготовления гибких пленочных электронагревателей излучающего типа, принцип работы которых основан на Закон Джоуля – Ленца [2].

В качестве подложек в подобных нагревателях используют диоксид кремния (SiO_2), нитрид кремния (Si_3N_4) или полимерные пленки [3]. Поскольку керамические подложки требуют длительной подготовки поверхности, изготовление гибких нагревателей на их основе является время- и ресурсозатратным. К тому же, керамические материалы имеют низкую механическую прочность и не обладают гибкостью. При сравнении материалов, используемых в качестве основы электронных компонентов, можно выделить как преимущества, так и недостатки [4].

В настоящее время особое внимание приковано к термостойким диэлектрическим полимерным пленкам, особенно к полиимиду (ПИ). Основными критериями при выборе материалов для производства гибких нагревателей является высокая механическая прочность, гибкость, хемостойкость, стойкость к воздействию УФ, низкая теплопроводность, а также способность сохранять физико-механические и диэлектрические свойства в широком диапазоне температур [5].

2. Экспериментальная часть

Расчет параметров гибкого нагревательного элемента производился в программном пакете COMSOL Multiphysics. Разработана 3D модель нагревателя, которая экспортирована в формате STEP в расчетную модель. Расчет учитывал следующие компоненты: теплопроводность образца; определение токов и распределения

потенциала в тонких проводящих многослойных оболочках. Исходя из площади токопроводящих дорожек и удельного сопротивления меди произведен расчёт сопротивления резистивного слоя, по формуле:

$$R = \frac{\rho \cdot l}{S}, \quad (1)$$

где l – длина проводника; ρ – удельное сопротивление проводника; S – площадь проводника.

Для расчета тока гибкого нагревательного элемента был применен закон Ома по формуле:

$$I = \frac{U}{R}, \quad (2)$$

где I – сила тока; R – сопротивление токопроводящих дорожек; U – напряжение.

При расчете, для получения необходимой температуры при заданном напряжении гибкого нагревателя, учитывалось толщина токопроводящих дорожек, толщина полимерной основы, теплопроводность воздуха и полимерной основы, напряжение на контактной части составляло 9 В.

Изготовление опытного гибкого резистивного нагревателя на полимерной основе осуществлялось в вакуумной установке Plasma Modular PVS [6] путем осаждения токопроводящего слоя на поверхность полиимидной пленки методом PVD (магнетронное распыление металлической мишени).

В качестве материала подложки использовалась полиимидная пленка (ПИ) марки ПМ (ПМ-БУ) ТУ 6-19-102-78 толщиной 50 мкм, для формирования структуры и топологии на обрабатываемом материале в процессе фотолитографии применялся сухой пленочный фоторезист марки ME720, для нанесения магнетронным методом в вакуумной камере использовалась мишень из материала медь бескислородная марки М0б.

Процесс подготовки поверхности ПИ перед напылением был разделен на два этапа: первый – удаление всех органических и не органических загрязнений химическими средствами; второй этап – активация поверхности пленки коронным разрядом, с помощью коронатора HW2002G-TF600.

Для дегазации поверхности ПИ подготовленная полимерная основа была помещена в вакуумную камеру и откачена до высокого вакуума. В среде аргона был нанесен слой меди толщиной 1 мкм.

Проверку адгезии напыленного слоя меди к полимерной подложке был проведен методом «Скотч-тест», скотчем марки 3M Scotch Transparent Film Tape 681. Оценку адгезии резистивного слоя к полимерной подложке проводили по ASTM D3359-02. Метод испытаний В – измерение прочности адгезии на сетчатых надрезах методом клейкой ленты.

С помощью ламинатора был за ламинирован сухой пленочный фоторезист на поверхность осажденного слоя ПИ. Методом фотолитографии и химического масочного травления на поверхности пленки ПИ формировался заданный рисунок токопроводящих дорожек.

Для проявления рисунка на поверхности сухого пленочного фоторезиста, заранее изготовлен сухой пленочный негативный фотошаблон с необходимыми геометрическими параметрами (рисунок 1).



Рисунок 1. Негативный сухой пленочный фотошаблон.

Эксплуатационные характеристики экспериментального образца гибкого нагревателя оценивали с помощью тепловизора Testo 868 (Италия) и специального программного обеспечения Testo Isoft.

3 Результаты и обсуждение

Расчетная термограмма гибкого нагревателя, представленная на рисунке 2, отвечает требованиям к экспериментальному образцу по характеристикам и равномерности нагрева.

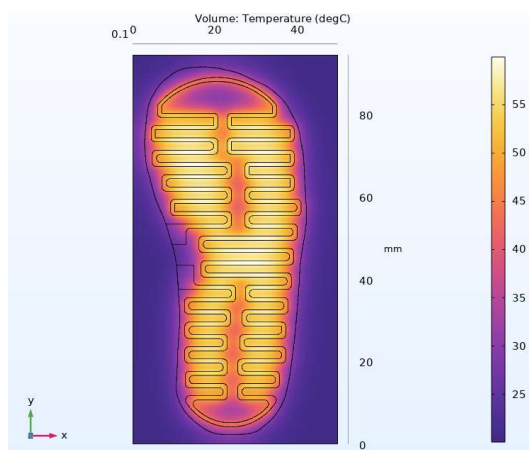


Рисунок 2. Расчетная термограмма гибкого нагревательного элемента.

Опытный образец гибкого нагревателя представлен на рисунке 3. Сопротивление токоведущих частей нагревателя составило 20 Ом.



Рисунок 3. Внешний вид экспериментального образца электронагревателя для обуви.

Исследования адгезии покрытия показали, что края надрезов абсолютно ровные, покрытие на всех квадратах испытательной «сетки» не повреждены, из чего следует что опытный образец имеет хорошую адгезию покрытия.

Для проверки работоспособности к токоведущим частям нагревателя припаяны провода и подано напряжением 9 В. Экспериментальная термограмма представлена на рисунке 4. Наглядно видно нагрев опытного образца до 55 °С и равномерность нагрева по всей площади полимерной основы.

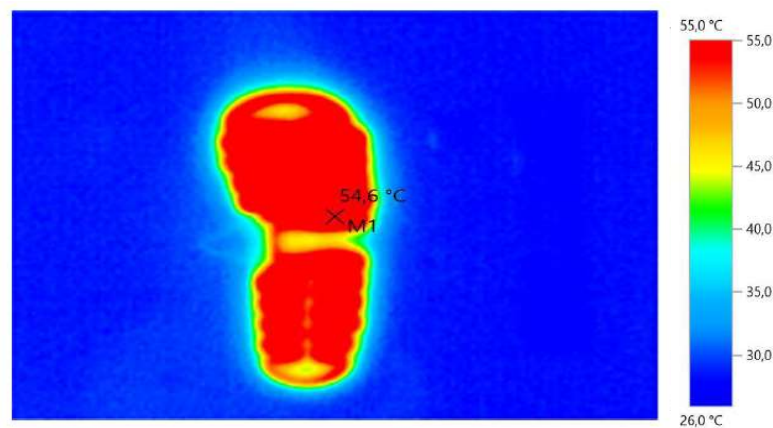


Рисунок 4. Термограмма опытного образца полученным с помощью тепловизора.

Заключение

Таким образом, получен опытный образец гибкого нагревательного элемента с равномерно осажденным слоем меди. Отслаиванием резистивного слоя от полимерной подложки по стандарту ASTM_D3359-02 составило 0%, что соответствует 0 баллов. Так же исследования показали, что математическая модель и опытный образ имеют равномерный нагрев по всей площади полимерной подложки, доказывая, что расчеты сделаны правильно и корректно.

Список использованных источников

- [1] Иванова К. И., Янушкевич В. Ф. Системы промышленной электроники: электронный учебно-методический комплекс. – 2021.
- [2] Балашова Т. П. Исследовательский проект «Закон Джоуля-Ленца и тепловое действие электрического тока». – 2022.
- [3] Брусницына Л. А., Степановских Е. И. Технология изготовления печатных плат: учебное пособие. – 2015.
- [4] Sökmen Ü. et al. Capabilities of ICP-RIE cryogenic dry etching of silicon: review of exemplary microstructures //Journal of Micromechanics and Microengineering. – 2009. – Т. 19. – №. 10. – С. 105005.
- [5] Медведев А. и др. Конструирование гибких и гибко-жестких печатных плат //Компоненты и технологии. – 2008. – №. 83. – С. 147-160.
- [6] Настольные ВЧ плазменные системы // ООО «Ферри Ватт» [Электронный ресурс] – Режим доступа: <https://www.ferryvatt.ru/products/plazmennaya-obrabotka/ionno-plazmennoe-travlenie/plasmamodular/>

Метод численных итераций потоков (NuFI): новый подход к фундаментальному моделированию динамики плазмы в вакуумной и плазменной электронике

В Ю Кожевников¹, А В Козырев¹, А О Коковин¹, Н С Семенюк¹

¹ Институт сильноточной электроники СО РАН, 634055, Томск, Россия

E-mail: Vasily.Y.Kozhevnikov@ieee.org

Аннотация. Представлен новый численный метод решения системы уравнений Власова–Пуассона и Больцмана–Максвелла, основанный на итеративной реконструкции потока. Предлагаемый подход использует вычисление электрического потенциала низкого пространственного разрешения, которое сохраняется на каждом шаге и применяется для восстановления решения уравнения Власова в виде характеристик итерационным способом. Такой подход существенно снижает требования к объему оперативной памяти — на несколько порядков — за счёт переноса вычислительной нагрузки традиционных методов с хранением и обработкой массивов функций распределения на итеративное вычисление характеристик уравнения Власова. Метод обеспечивает точное соответствие решения всем необходимым законам сохранения, поэтому может найти широкое применение в многомерных научных и прикладных задачах физики плазмы, вакуумной и плазменной электроники, а также задачах моделирования термоядерных установок и процессов неустойчивости высокотемпературной плазмы.

Введение

В современной физике плазмы для точного моделирования большинства сложных явлений зачастую приходится отказываться от упрощённых аналитических и численных моделей в пользу более сложных теорий, основанных на фундаментальных принципах физической кинетики [1]. Моделирование в терминах физической кинетики, базируется на численном решении уравнений Власова или Больцмана [2]. Для согласованного учёта изменений электрического и магнитного полей в таких задачах система кинетических уравнений дополняется уравнением Пуассона (квазистатистический случай), либо системой уравнений Максвелла для полноценного электродинамического описания. Реализация данного вычислительного подхода сопряжено с рядом существенных трудностей, включая турбулентность и филаментацию решений, обусловленных как высокой нелинейностью решаемых задач, так и общей проблемой высокой размерности системы частиц в многомерном фазовом пространстве. Первая из этих проблем для получения достоверных результатов требует использования сеточных методов с высоким пространственно-временным разрешением, в то время как проблема размерности делает такие методы крайне ресурсоёмкими и вычислительно затратными. Принципиальная трудность, возникающая при работе четырёхмерном и полном шестимерном фазовом пространстве, получила название "проклятия размерности".

Именно из-за "проклятия размерности", сеточные методы решения уравнений Власова и Больцмана, сталкиваются с предельными даже для современных высокопроизводительных вычислительных систем требованиями к объёму оперативной памяти и вычислительной мощности. Кроме того, существуют факторы, дополнительно осложняющие кинетическое моделирование, такие как необходимость рассматривать несколько сортов частиц различной

массы, например, электронов и ионов (в том числе ионов разных масс и зарядностей), поскольку из-за различия масс вычисления требуют учета широкого диапазона масштабов энергий частиц. В качестве альтернативы сеточным методам решения уравнений Власова и Больцмана до настоящего времени широко применялись методы имитационного моделирования, т.н. методы макрочастиц или «частиц-в-ячейке» (Particle-In-Cell, PIC). Кроме подверженности проблеме размерности счётного пространства для данных подходов характерно возникновение различного рода численных шумов и снижение сходимости, что особенно характерно при больших временах моделирования плазмы [3]. Важное ограничение метода PIC проявляется при необходимости учёта ионизационных столкновений. Ионизация приводит к взрывообразному (экспоненциальному) росту числа частиц, в результате чего количество макрочастиц также увеличивается неконтролируемо. Это приводит к переполнению оперативной памяти и невозможности вычислений в плотной плазме [1].

В данной работе рассматривается метод, позволяющий нивелировать проблему "проклятия размерности" и одновременно избежать характерных недостатков метода PIC. Данный метод получил название NuFI (numerical flows iterations) [4]. В определённом смысле он является родственником PIC так как также опирается на лагранжевую формулировку для вычисления функций распределения частиц f . Метод NuFI предполагает, что начальное распределение f_0 известно, и, вместо хранения f дискретизованной на многомерной сетке фазового пространства, он сохраняет только распределение электрического потенциала ϕ или электрического поля E на всех временных шагах. Это становится возможным благодаря тому, что вычисление фазового потока в уравнении Власова (для наглядности приводится одномерное уравнение для электронов)

$$\frac{\partial f}{\partial t} + v \frac{\partial f}{\partial x} - \frac{eE}{m_e} \frac{\partial f}{\partial v} = 0 \quad (1)$$

требует лишь знания электрического поля E (e – заряд и m_e – масса покоя электрона). Таким образом, вычислительная сложность переносится с множественных операций доступа к памяти на выполнение вычислений плотности объёмного заряда "на лету". Более того, применение симплектических интеграторов даёт строгое выполнение законов сохранения, присущих аналитическому решению, что особенно важно для бесстолкновительной плазмы.

1. Описание численной схемы NuFI

Для заданного электрического поля E уравнение (1) является линейным уравнением переноса, решение которого может быть записано как

$$f(x, v, t) = f_0(\Phi_t^s(x, v)), \quad s \rightarrow \Phi_t^s(x, v) = (\hat{x}(s), \hat{v}(s)), \quad (2)$$

где s – это решение системы уравнений характеристик

$$\frac{d\hat{x}(s)}{ds} = \hat{v}(s), \quad \frac{d\hat{v}(s)}{ds} = -\frac{e}{m_e} E(s, \hat{x}(s)), \quad (3)$$

$$\hat{x}(t) = x, \quad \hat{v}(t) = v,$$

а функция Φ_t^s называется обратным потоком (backward flow), численная аппроксимация которого называется численным обратным потоком. Обратное преобразование называется прямым потоком (forward flow) Φ_t^f . Система уравнений характеристик может быть решена численно с использованием симплектических методов. Выбирается временной шаг Δt , тогда для момента времени $t = n\Delta t$ и значений электрического поля E в моменты времени $t_i = i\Delta t$, $i = 0, \dots, n$ стартуя из точек фазового пространства $\hat{x}_n^h = x$, $\hat{v}_n^h = v$ можно построить решение следующей численной схемой

$$\hat{v}_{i-\frac{1}{2}}^h = \hat{v}_i^h + \frac{\Delta t}{2} \frac{e}{m_e} E(t_i, \hat{x}_i^h), \quad \hat{x}_{i-1}^h = \hat{x}_i^h - \Delta t \hat{v}_{i-\frac{1}{2}}^h, \quad \hat{v}_{i-1}^h = \hat{v}_{i-\frac{1}{2}}^h + \frac{\Delta t}{2} \frac{e}{m_e} E(t_{i-1}, \hat{x}_{i-1}^h), \quad (4)$$

для $i = 0, \dots, n$, при этом получаемое решение будет иметь второй порядок точности по временному шагу.

Поскольку электрическое поле заранее неизвестно, то для перехода от момента времени t_{n-1} к t_n необходимо определить электрическое поле $E(t_n)$, опираясь на информацию о предыдущих значениях поля $E(t_i)$ при $i \leq n-1$. Для этого сначала необходимо вычислить объёмную плотность заряда $\rho(t_n)$

$$\rho(t_n) = e \int_{\mathbb{R}} f(x, v, t_n) dv = e \int_{\mathbb{R}} f_0(\Phi_0^{t_n}(x, v)) dv. \quad (5)$$

То есть в (4) используется ещё не известное значение поля $E(t_n)$, однако это видимое затруднение можно устранить путём следующего преобразования

$$\begin{aligned} \int_{\mathbb{R}} f_0(\Phi_0^{t_n}(x, v)) dv &= \int_{\mathbb{R}} f_0\left(\Phi_0^{t_{n-1}} \circ \Phi^1 \circ \Phi^2\left(x, v + \frac{\Delta t}{2} \frac{e}{m_e} E(t_n, x)\right)\right) dv = \\ &= \int_{\mathbb{R}} f_0(\Phi_0^{t_{n-1}} \circ \Phi^1 \circ \Phi^2(x, v)) dv, \end{aligned} \quad (6)$$

где Φ^1, Φ^2 обозначают первые два полушага из (4), а на последнем шаге используется тот факт, что слагаемое $\frac{\Delta t}{2} \frac{e}{m_e} E(t_n, x)$ не зависит от v ; следовательно, отображение $v \rightarrow v + \frac{\Delta t}{2} \frac{e}{m_e} E(t_n, x)$ имеет единичный якобиан, и интегрирование по всему пространству остаётся корректным.

В зависимости от моделируемой геометрии для решения уравнения Пуассона можно использовать традиционные методы конечных разностей и конечных элементов. В простейшем одномерном случае зачастую можно получить точное решение уравнения Пуассона в квадратурах.

С математической и вычислительной точек зрения метод NuFI обладает рядом преимуществ по сравнению с традиционными сеточными методами. Благодаря использованию симплектического интегратора в процедуре обратного во времени интегрирования (4), метод NuFI точно сохраняет несжимаемость системы Власова–Пуассона, что означает отсутствие численной диффузии. Это обеспечивает точное сохранение L^p –нормы, энтропии, импульса, а полная энергия системы сохраняется с точностью до погрешности интегрирования системы (3) по времени, порядок которого можно повысить применением схем 4, 6 и более высоких порядков. Метод не ограничен заранее заданным разрешением функции распределения как в сеточных вычислениях, поскольку f вычисляется «на лету» по формуле (2) с бесконечным пространственным разрешением. Метод NuFI требует сохранения на каждом временном шаге только распределения электрического поля (или компонент тензора электромагнитного поля). Вычисление E (а перед этим расчёт ρ) сопряжены с процедурами численного интегрирования, обладающим сглаживающим действием. Отсюда основной цикл численных итераций потока не требует большого количества опорных точек в фазовом пространстве. Для вычисления объёмной плотности заряда ρ (6) можно использовать адаптивные схемы интегрирования. Кроме того, метод NuFI обладает широкими возможностями распараллеливания и переноса вычислений на высокопроизводительные системы, такие как NVIDIA GPU и AMD Instinct [5].

2. Практические примеры использование метода NuFI в задачах физики плазмы и вакуумного разряда

Приведём примеры решения двух нетривиальных задач физики плазмы и вакуумной электроники методом NuFI. Первая задача – это проблема развития KEEN-волн в плазме [6].

KEEN-волны (Kinetic Electrostatic Electron Nonlinear waves) — это устойчивые, нелинейные, негармонические структуры в плазме, возникающие в результате взаимного влияния кинетических эффектов, не описываемых стандартной линейной теорией волн в плазме Ленгмюра. Такие волны представляют собой долгоживущие осцилляции электронной плотности, поддерживаемые за счёт эволюции тонкой структуры в фазовом пространстве — неустранимой резонансной популяции электронов. Недостаточное пространственное разрешение тонких структур существующих сеточных методов и влияние совокупной численной диффузии объясняют сложность традиционного численного моделирования данного процесса [7].

Рассмотрим одномерную постановку задачи о возникновении KEEN-волн в плазме. В рамках физической кинетики математическая модель KEEN-волн представляет собой систему безразмерных уравнений Власова-Пуассона в фазовом пространстве (x, v) для электронов в неограниченной области с периодическими граничными условиями по x

$$\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial t} + v \frac{\partial f}{\partial x} + (E(x, t) - E_{ext}) \frac{\partial f}{\partial v} &= 0, \\ E(x, t) &= -\frac{\partial \varphi}{\partial x}, \quad \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} = 1 - \int f dv \end{aligned} \quad (7)$$

где φ - электростатический потенциал, а внешнее электрическое поле E_{ext} в виде одиночного импульса определяется следующей формулой

$$E_{ext} = A_d(t) \sin(kx - \omega t), \quad A_d(t) = 0.4 \cdot \begin{cases} \frac{1}{1 + e^{-40(t-10)}}, & 0 < t < 60 \\ 1 - \frac{1}{1 + e^{-40(t-110)}}, & 60 \leq t < T \end{cases}, \quad k = 0.26$$

Начальное состояние электронов представляет собой однородное максвелловское распределение $f_0(x, v) = 1/\sqrt{2\pi} e^{-v^2/2}$. Уравнение Пуассона в (7) может быть решено в квадратурах или с использованием фурье-преобразований.

На рисунке 1 показаны графики плотности функции распределения в моменты времени $t = 30, 60, 90$ и 120 . Представленные изображения функции распределения отражают высокий уровень детализации основного процесса установления нелинейных волновых процессов в форме нелинейных возмущений над начальным распределением f_0 . Это наглядно показывает достоинство вычислительного метода NuFI, заключающееся в том, что метод фактически обеспечивает бесконечное пространственное разрешение, т.е. вычисление значения f в произвольной точке фазового пространства осуществляется точно по формуле (2) для распределения на кривых характеристик решения, а не интерполируется как в сеточных методах, например, Cheng-Knorr или SL-WENO-5, что приводит к возникновению артефактов в виде численной диффузии, локального нарушения законов сохранения и отрицательных выбросов f [8].

Вторым примером применения метода NuFI является задача о моделировании переходной области токопереноса в планарном вакуумном диоде

$$\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial t} + v \frac{\partial f}{\partial x} - \frac{eE_x(x, t)}{m_e} \frac{\partial f}{\partial v_x} &= 0, \\ E_x(x, t) &= -\frac{\partial \varphi(x, t)}{\partial x}, \quad \frac{\partial^2 \varphi(x, t)}{\partial x^2} = -\frac{1}{e} \int_0^D f dv_x, \quad \varphi(0, t) = 0, \quad \varphi(D, t) = U(t) \end{aligned} \quad (8)$$

где $U(t)$ – импульс анодного напряжения, D – межэлектродный зазор вакуумного промежутка.

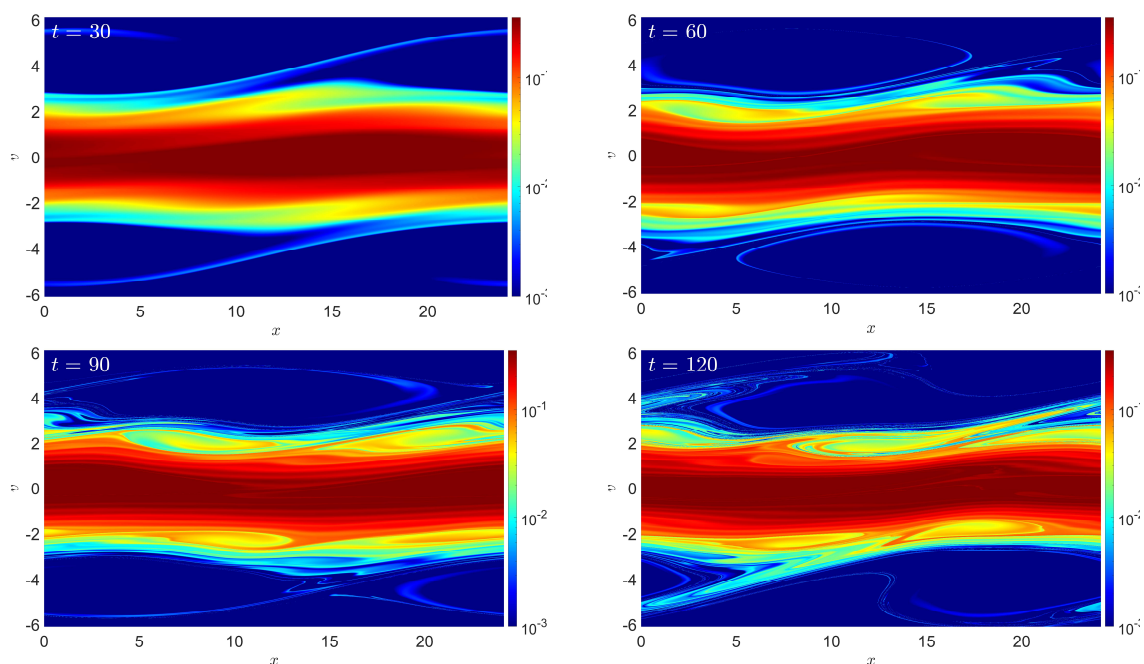


Рисунок 1. Динамика функции распределения электронов при формировании KEEN-волн в плазме. Цветовая гамма отображается в логарифмическом масштабе.

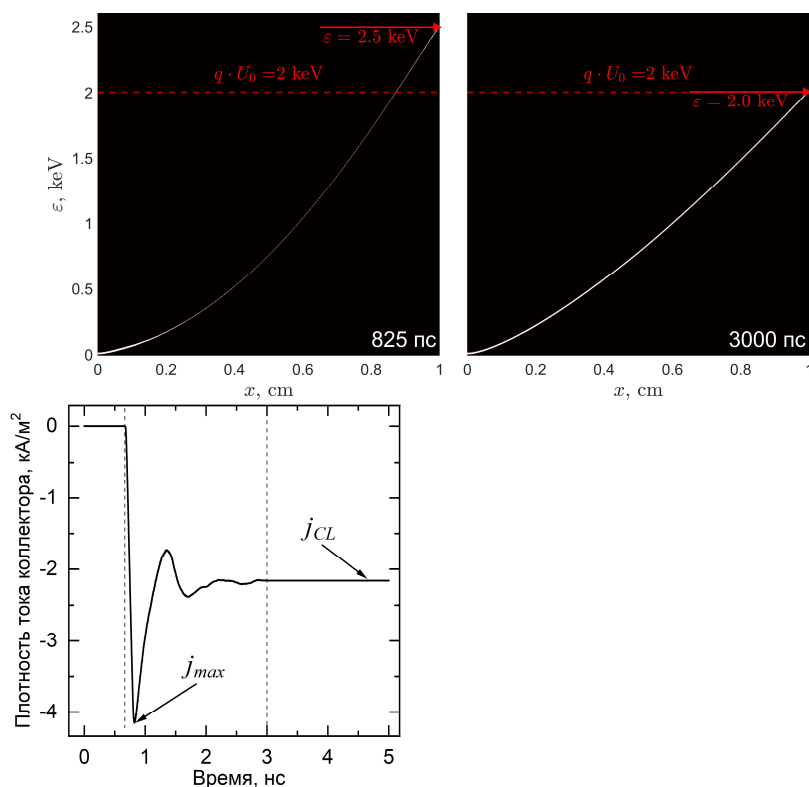


Рисунок 2. Фазовые портреты функции распределения электронов в вакуумном диоде, соответствующие предельному току (j_{max}) и стационарному состоянию токоперевода (j_{CL}). Точки j_{max} и j_{CL} отмечены на осциллограмме плотности тока коллектора.

Известно, что в стационарном режиме токопротекания установившаяся плотность тока диода равна Ленгмюровскому значению $j_{CL} = \frac{4\epsilon_0}{9} \sqrt{\frac{2q}{m_e}} \frac{U_0^{3/2}}{D^2}$, однако в общем случае, стационарный ток устанавливается путём возбуждения в диоде релаксационных колебаний. Особенно отчётливо это проявляется, если передний фронт анодного напряжения t_{rise} близок к пролётному времени электронов $t_f \sim \sqrt{2m_e D^2 / (qU_0)}$, т.е. интервалу времени, за который первые электроны с катода достигают анода. Интерес к этой задаче вызван тем, что максимальная амплитуда релаксационных колебаний тока в два и более раз превышает j_{CL} , и процесс достижения предельного тока сопровождается появлением на коллекторе (аноде) электронов с аномально высокими кинетическими энергиями $\epsilon > eU_0$, где U_0 – максимальная амплитуда напряжения на диоде.

Именно использование кинетической теории впервые позволило объяснить происхождение таких электронов, наличие которых неоднократно обнаруживали экспериментально [9]. Они получили название «аномальных электронов». Основная теоретическая трудность с которой сталкиваются сеточные методы решения системы Власова-Пуассона в данном случае заключается в необходимости описания широкого диапазона энергий электронов, которые вычислительной сетки требуется воспроизвести с достаточной точностью. Например, типичные температуры эмиссионных электронов у катода составляют 1-2 эВ, в то время как анодное напряжение составляет от единиц кВ до сотен кВ в сильноточных диодах. При недостаточном разрешении сетки наблюдается значительная численная диффузия f , приводящая к искажению нестационарной картины функции распределения, и, соответственно, к неточностям вычисления энергетических спектров электронов за коллектором и наблюдаемых величин процесса. Метод NuFI лишён этого недостатка. На рисунке 2 показано мгновенное распределение электронной f в двух наиболее важных моментах времени (825 пс и 3 нс). Первое распределение соответствует максимальной амплитуде релаксационных колебаний, второе представляет собой функцию распределения электронов при стационарном токопротекании. Дополнительно положения этих точек указаны на вычисленном графике плотности тока в диоде. Метод точно описывает узкое фазовое распределение электронной плотности в диоде и положение функции распределения на аноде, такое разрешение не воспроизводится сеточными методами.

Выводы

В данной работе основной фокус был сделан на возможностях использования нового вычислительного подхода NuFI для решения актуальных задач физики плазмы, вакуумной и плазменной электроники. В заключении перечислим основные преимущества данного метода, которые наиболее востребованы в научных и промышленных приложениях:

- Метод точно сохраняет положительность функции распределения, заряд, все L^p - нормы и энтропию, что критически важно для физически корректного моделирования плазмы и электронных потоков в задачах вакуумной электроники и термоядерного синтеза.
- Метод не требует пространственной дискретизации функции распределения f в фазовом пространстве и не использует каких-либо приёмов интерполяции данных, благодаря чему достигается практически бесконечная разрешающая способность.
- Нивелируется проблема “проклятия размерности” за счёт того, что вместо хранения в оперативной памяти многомерного массива значений функций распределения дискретизованного на сетке метод требует сохранения только пространственного распределения электрического поля в каждый счётный момент времени. Это сокращает объём используемой памяти на несколько порядков.

- Математическая структура вычислительного алгоритма легко параллелизуется за счёт чего имеет высокий потенциал для масштабирования вычислений на GPU и гибридных CPU/GPU вычислительных кластерах

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по темам № FWRM-2021-0007, FWRM-2021-0014.

Список использованных источников

- [1] Kawata S 2023 *Computational Plasma Science* Springer 299 pp.
- [2] Narayan A, Klockner A 2009 arXiv:0911.3589.
- [3] Okuda H 1974 *Journal of Computational Physics* **10** 475–486.
- [4] Wilhelm R, Kirchhart M, Torrilhon M 2023 *PAMM* **23** 1–8.
- [5] Wilhelm RP, Eifert J, Torrilhon M, Orland F 2025 *Plasma Physics and Controlled Fusion* **67** 025011.
- [6] Afeyan B, Casas F, Crouseilles N, et al. 2014 *The European Physical Journal D* **68** (10).
- [7] Xiong T, Qiu JM, Xu Z, Christlieb A 2014 *Journal of Computational Physics* **273** 618–639.
- [8] Kozhevnikov VYu, Kozyrev AV, Semeniuk NS 2017 *IEEE Transactions on Plasma Science* **45** 2762–2766.
- [9] Kozhevnikov VYu, Kozyrev AV 2022 *Russian Physics Journal* **64** 2341–2349.

Исследование влияния параметров процесса дугового напыления из многокомпонентной мишени на свойства покрытий на основе CrAlSiN

В Е Мисников¹, О Л Шутьев¹, М А Мелкомуков¹, Е П Хренова^{1,2}, Д С Половинко^{1,3} и А Д Шумков^{1,3}

¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

²НИЯУ МИФИ, Москва, Россия

³МЭИ, Москва, Россия

E-mail: melkomukov1@mail.ru

Аннотация. Проведено исследование процесса напыления износостойких покрытий на основе CrAlSiN. Исследована поверхность с помощью оптического микроскопа на наличие различных дефектов покрытия: сколов, трещин, крупных капель. Проведен скретч-тест для определения адгезионной стойкости покрытия к подложке. Измерена нанотвердость покрытий на основе CrAlSiN. Изучено количество и размер макрочастиц на поверхности образцов. Представлены зависимости характеристик покрытий от параметров напыления.

Введение

В современном машиностроении, особенно в области штамповки и формовки металлов, долговечность и надежность инструмента играют ключевую роль в повышении производительности и снижении себестоимости продукции. Штампы, подвергающиеся экстремальным условиям эксплуатации, таким как высокие контактные давления, трение, и абразивный износ, требуют применения эффективных методов защиты поверхности. Одним из наиболее перспективных направлений является нанесение тонкопленочных упрочняющих покрытий, способных значительно улучшить трибологические характеристики инструмента и продлить срок его службы.

Среди широкого спектра предлагаемых покрытий, особое внимание привлекают многокомпонентные нитриды на основе хрома, алюминия и кремния (CrAlSiN). Эти покрытия, обладая высокой твердостью, термостойкостью и коррозионной стойкостью, демонстрируют отличные результаты при эксплуатации в условиях интенсивного износа. Добавление алюминия и кремния в матрицу нитрида хрома способствует формированию плотной, термически стабильной структуры, препятствующей росту зерна при высоких температурах и обеспечивающей повышенную устойчивость к окислению [1].

В настоящей работе представлено исследование процесса нанесения CrAlSiN покрытия методом вакуумно-дугового испарения с управляемым движением катодного пятна. Целью работы является исследование влияния параметров процесса напыления, таких как давление рабочего газа и температура подложки, на показатели твердости, адгезии покрытия и количество и размер капель на поверхности. Полученные результаты будут использованы для разработки эффективной технологии нанесения CrAlSiN покрытий, адаптированной к условиям эксплуатации штампов и способствующей повышению их долговечности и производительности.

1. Способ нанесения покрытий на основе CrAlSiN

В настоящей работе, нанесение CrAlSiN покрытий осуществлялось методом вакуумно-дугового испарения с управляемым катодным пятном, схема установки представлена на рисунке 1.

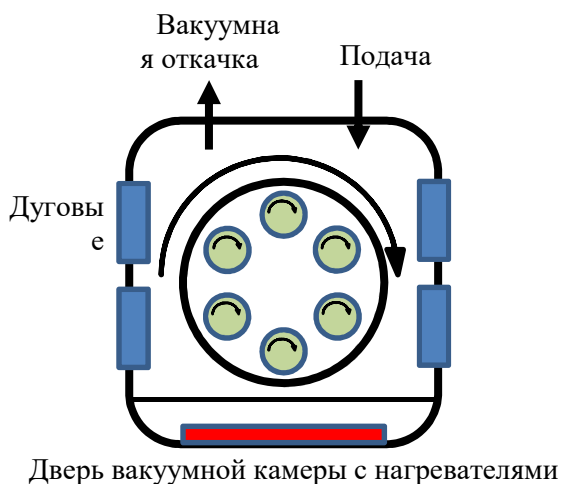


Рисунок 1.Схема вакуумной установки.

В настоящей работе, нанесение CrAlSiN покрытий осуществлялось методом вакуумно-дугового испарения с управляемым катодным. В качестве катода использовалась мишень $\text{Cr}_{30}\text{Al}_{60}\text{Si}_{10}$.

Процесс напыления проводился в атмосфере азота (N_2) для формирования нитридной фазы. Ключевыми параметрами процесса, оказывающими влияние на структуру и свойства покрытия, являются:

Температура подложки: Температура подложки играет важную роль в формировании кристаллической структуры покрытия и его адгезии к подложке [2, 3]. В ходе экспериментов варьировалась температура подложки в диапазоне 250–450 °С.

Давление рабочего газа: Давление азота в камере оказывает влияние на энергию ионов, достигающих поверхности подложки, а также на состав и плотность покрытия [4]. Исследования проводились при давлении азота в диапазоне 0,5–5,5 Па.

Ток дуги: Ток дуги определяет скорость испарения материала катода и, следовательно, скорость осаждения покрытия [5]. В данном исследовании ток дуги составлял 60–140 А.

Смещение на подложке: Отрицательное смещение на подложке способствует увеличению энергии ионов, бомбардирующих поверхность покрытия, что приводит к увеличению его плотности и адгезии [6]. Величина смещения на подложке составляла 80–120 В.

Представленные параметры были выбраны на основе предварительных исследований и литературных данных и оптимизировались в ходе экспериментов для достижения наилучших свойств CrAlSiN покрытий.

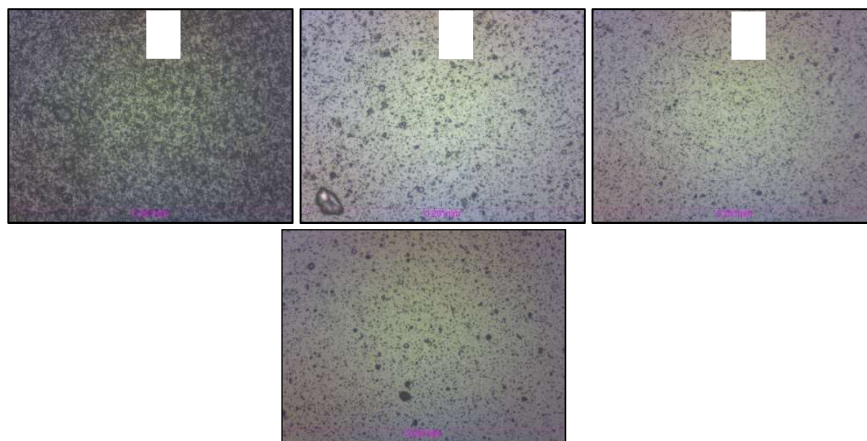
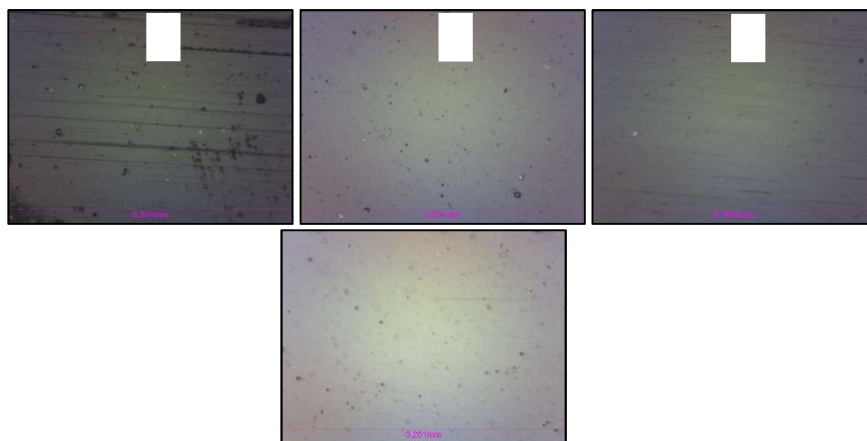
2. Оптическое исследование покрытий

В ходе исследования были получены изображения поверхности четырех образцов CrAlSiN покрытия, полученных при различных параметрах процесса напыления (таблица 1).

Таблица 1.Параметры нанесения покрытий.

Образец	T, °C	P, Па	U, В	I, А
1	450	0.5	120	140
2	350	4.8	120	100
3	250	5	80	100
4	250	5.4	120	100

На рисунках 2, 3 представлены изображения поверхности этих образцов до и после полировки.

**Рисунок 2.**Поверхность образцов 1, 2, 3, 4 до полировки.**Рисунок 3.** Поверхность образцов 1, 2, 3, 4 после полировки.

Анализ изображений показал, что на поверхности образцов отсутствуют следы трещин и сколов. При этом на всех образцах можно наблюдать капли различных размеров. После полировки количество капель значительно снижалось. На образце 1 наблюдаются дефекты полировки.

Определено что образец 1 напыленный при большей температуре и меньшем давлении обладает большим количеством капель, по сравнению с другими образцами.

Повышение давления для 2, 3 и 4 образцов позволило значительно снизить количество капель на поверхности образцов.

3. Исследование адгезионной стойкости покрытий

Для четырех образцов были проведены скретч-тесты. На рисунке 4 представлены результаты испытания.

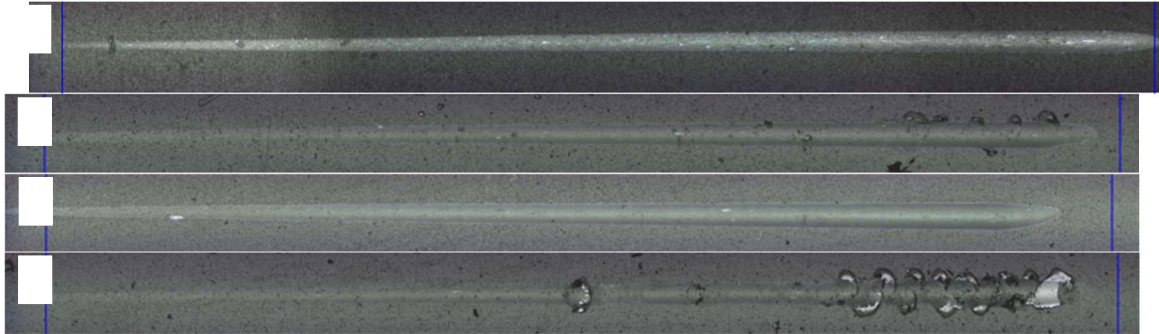


Рисунок 4. Результаты испытания скретч-тестом образцов 1-4.

В результате исследования было выявлено:

- Образец 1: Наблюдается множество капель по всей длине линии испытания. Несмотря на наличие капель, сколы, трещины и отслоения покрытия отсутствуют на всем протяжении царапины при максимальной нагрузке 100 Н. Это может говорить о достаточно хорошей адгезии покрытия, несмотря на наличие дефектов, связанных с образованием капель. Отсутствие разрушения может быть связано с высокой пластичностью покрытия или с хорошей адгезией даже при наличии макрочастиц.
- Образец 2: При достижении нагрузки 82 Н появились первые сколы и трещины вдоль краев царапины (критическая нагрузка $Lc1$). Это свидетельствует о начале разрушения адгезионной связи между покрытием и подложкой.
- Образец 3: В ходе испытания не было выявлено появления сколов, трещин и отслоения покрытия даже при максимальной нагрузке 100 Н. Это указывает на высокую адгезионную стойкость данного образца и хорошее качество покрытия. Отсутствие разрушений свидетельствует о том, что параметры напыления были оптимально подобраны для достижения высокой адгезии.
- Образец 4: При достижении нагрузки 74 Н появились первые сколы покрытия (критическая нагрузка $Lc1$), что указывает на начало разрушения адгезионной связи. При достижении 95 Н произошло отслоение покрытия (критическая нагрузка $Lc3$), что свидетельствует о полной потере адгезии и разрушении покрытия.

4. Исследование нанотвердости покрытий

Было проведено измерение нанотвердости для четырех образцов CrAlSiN покрытий. Результаты измерений твердости (H) и модуля упругости (E) для каждого образца представлены на рисунке 5.

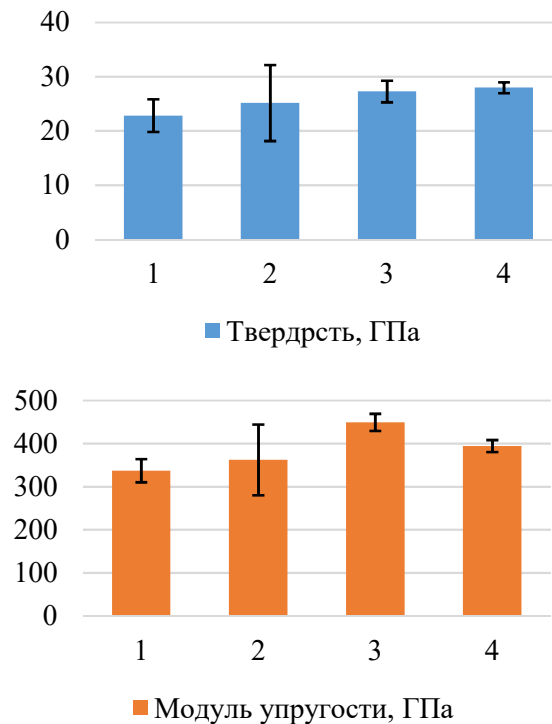


Рисунок 5. Результаты испытания скретч-тестом образцов 1-4.

По данным графика видно следующее влияние параметров процесса напыления на твердость и модуль упругости CrAlSiN покрытий:

Твердость: Образцы 3 и 4 демонстрируют значительно более высокую твердость (около 27 ГПа) по сравнению с образцами 1 и 2 (около 23 и 25 ГПа соответственно). Это говорит о том, что снижение температуры подложки ($T=250^{\circ}\text{C}$ для образцов 3 и 4) в сочетании с высоким давлением рабочего газа ($P>5\text{Па}$) приводит к повышению твердости покрытия. Высокая твердость образцов 3 и 4 может быть связана с формированием нанокompозитной структуры, когда нитриды хрома, алюминия и кремния образуют мелкодисперсные включения в аморфной матрице.

Модуль упругости: Образец 3 имеет значительно более высокий модуль упругости (около 450 ГПа) по сравнению с остальными образцами. Образцы 1, 2 и 4 имеют значения модуля упругости в диапазоне 330-400 ГПа. Это подтверждает, что снижение температуры подложки ($T=250^{\circ}\text{C}$ для образца 3) и высокое давление рабочего газа ($P=5\text{Па}$) приводят к формированию покрытия с повышенным модулем упругости.

5. Исследование каплевой фазы

Для изучения каплевой фазы на поверхности образцы изучались с помощью СЭМ. По результатам данного исследования были получены изображения в режиме Z-контраста (рисунок 6).

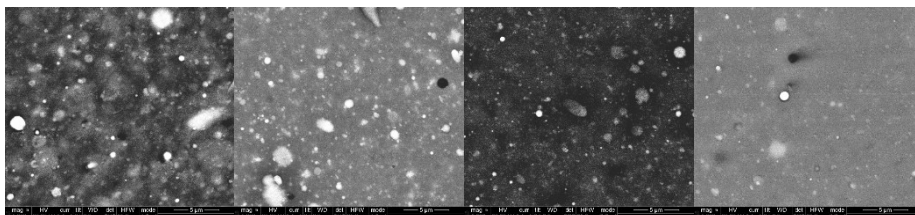


Рисунок 6. Изображение поверхности образцов 1-4 в Z-контрасте.

Образец 1: Дефекты (в основном капли 0.1-0.2 мкм²) занимают ~21% площади. Характерно наличие крупных капель (>1 мкм²).

Образец 2: Высокая плотность капель, многие крупные. Рекордно большое количество крупных капель (>1 мкм²). Общая площадь, занятая дефектами, ~20%.

Образец 3: Большинство дефектов 0.1-0.3 мкм². Меньшая концентрация тяжелых элементов в каплях (светлее на Z-контрасте). Дефекты занимают ~8% площади.

Образец 4: Наименьшая дефектность. Большинство капель мелкие (0.05-0.1 мкм²), крупных капель мало. Занятая дефектами площадь ~5%.

Покрyтия, нанесенные при меньшей температуре (250 С) показали лучшее качество поверхности (имели меньше дефектов).

Заключение

Результаты исследования выявили влияние параметров вакуумно-дугового напыления на свойства CrAlSiN покрытий.

Оптимизация параметров необходима для достижения высокой твердости и адгезионной стойкости. В частности, режим напыления образца 3 (низкая температура подложки, высокое давление) показал наилучшее сочетание свойств. Это делает его перспективным для защиты штампового инструмента.

Покрyтия, нанесенные при меньшей температуре (250 С) показали лучшее качество поверхности (имели меньше дефектов).

Полученные результаты важны для понимания механизмов формирования свойств покрытий и разработки технологий нанесения CrAlSiN для промышленных применений.

Список использованных источников

- [1] Schiopetto M F 2020 Micro-mechanical evaluation of hard coatings Master in materials science (Barcelona: Universitat Politècnica de Catalunya) 1–101.
- [2] Luo Q, Veprek S 2011 *Surface and Coatings Technology* **206** 943–52.
- [3] Zhang S, Wang Y 2010 *Journal of Alloys and Compounds* **489** 184–90.
- [4] Musil J 2000 *Surface and Coatings Technology* **125** 322–30.
- [5] Pawlak W 2013 *Surface and Coatings Technology* **228** 77–85.
- [6] Lin J, Moore J J, Mishra B, Pinkas M, Sproul W D 2006 *Surface and Coatings Technology* **201** 4329–34.

Исследование ресурсных характеристик фрез с многослойными покрытиями, осажденными при помощи вакуумного дугового разряда

В Е Мисников¹, М А Мелкомуков¹, О Л Шутьев¹, Е П Хренова², Д И Волков³, Р А Фоменко³

¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва, РФ

²НИЯУ «МИФИ», Москва, РФ

³РГАТУ имени П.А. Соловьева, Рыбинск, РФ

E-mail: Misnikov_VE@nrcki.ru

Аннотация. В данной работе приведены результаты испытаний твердосплавных фрез с покрытиями, полученными на установке «Кремень-2» при помощи вакуумного дугового разряда с управляемым движением катодного пятна. Многослойные и многослойные наноламинированные покрытия на основе алюмонитрида титана испытывались при фрезеровании жаропрочных сталей 13X11H2B2MФ-Ш и ЭП 33-ВД.

Ключевые слова: вакуумное дуговое напыление; износостойкие покрытия, фрезерование

Введение

Развитие машиностроительной отрасли: увеличение производительности за счет увеличения скоростей обработки материалов, использование более прочных и твердых современных металлов и композитов требует разработки инструмента, имеющего большую износостойкость. Сегодня на производстве широко применяется режущий инструмент с износостойкими покрытиями, которые значительно повышают его эффективность благодаря низкому коэффициенту трения, обусловленному более слабыми силами адгезионного схватывания материала покрытия с обрабатываемым, существенно изменяют параметры процесса резания, снижают силу резания и температуру, что позволяет значительно увеличить режимы обработки без потери стойкости режущего инструмента [1,2].

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» в рамках Федерального проекта «Разработка технологий управляемого термоядерного синтеза и инновационных плазменных технологий» создается современная установка вакуумного дугового осаждения покрытий на режущий инструмент и штамповую оснастку «Кремень-2». Целью этих работ является создание современной отечественной установки по осаждению износостойких покрытий и разработка покрытий и технологии их осаждения на инструмент.

В настоящей работе производились испытания пилотных покрытий на основе TiAlN при обработке сталей ЭИ961-Ш на фрезерном станке с ЧПУ.

1. Осаждение покрытий на установке «Кремень-2»

Осаждение покрытий производилось на установке вакуумного дугового напыления «Кремень-2». Установка и процесс осаждения покрытия на инструмент представлены на рисунке 1. Покрытия осаждались на концевые фрезы из твердого сплава ВК10-ХОМ диаметром 12 т образцы-свидетели размером 22х22 мм из того же материала. Предварительно образцы-свидетели и фрезы отмывались в ультразвуковой ванне в две ступени: при помощи моющего раствора и дистиллированной воды в течении 15 минут на каждом этапе.

Осаждение производилось с базового давления 1×10^{-3} Па, далее производился нагрев при помощи ТЭНов, расположенных на передней двери вакуумной камеры до температуры 350 ± 25 °С. После нагрева и дегазации камеры до уровня 1×10^{-3} Па проводилась очистка образцов пучком аргона из ленточного ионного источника с током разряда 250 мА в течении 10 мин.



Рисунок 1. Установка «Кремень-2».

В ходе работ было осаждено 3 покрытия: монослойное TiAlSiN на подложке TiN, многослойное покрытие TiAlN/TiN и многослойное наноламинированное покрытие TiAlN/TiN.

Для осаждения использовались пары мишеней: одна мишень устанавливалась на левую дверь, а другая на правую. Покрытие TiAlSiN осаждалось из мишеней 60Al30Ti10Si и Ti. Многослойное покрытие TiAlN/TiN-nc и наноламинированное покрытие TiAlN/TiN осаждалось из мишеней 60Al40Ti и Ti. Вырабатываемая плоскость мишени совпадает с плоскостью двери вакуумной камеры, что позволяет увеличить поток вещества на подложки.

Осаждение проводилось в потоке реактивного газа N_2 с давлением в вакуумной камере 1-3 Па. Для этого реактивный газ с потоком 600 sccm подавался в вакуумную камеру. Особенностью процесса являлось то, что для поддержания такого давления трехпозиционный затвор находился в среднем положении.

Осаждение покрытий TiAlSiN и TiAlN/TiN проводилось в стационарном положении, напротив испарителя, со скоростью вращения сателлитов 40 об/мин. Покрытие TiAlN/TiN-nc осаждалось при вращении карусели со скоростью 1 об/мин и вращении сателлитов со скоростью 40 об/мин. Ток дуговых испарителей имел значение 100 А.

2. Характеристики полученных покрытий

После осаждения покрытия, на образцах-свидетелях исследовались физико-механические свойства при помощи нанотвердомера Nanoscan 4d и скретч-тестера Nanovea CB500. Толщина определялась методом сферического шлифа. Результаты приведены в таблице 1. Испытания по наноиндентированию проводились согласно правилу Оливера-Фарра, нагрузка составляла 20 мН, испытания по определению адгезии с линейно возрастающей нагрузкой 1-120Н.

Таблица 1. Характеристики покрытий

Характеристика	TiAlSiN	TiAlN/TiN	TiAlN/TiN-nc
Толщина, мкм			
Твердость Н, ГПа	25±1	33±3	38±3
Модуль упругости Е, ГПа	305	476	570
Критическая нагрузка разрушения, Lc3	90±2	100±2	100±2
Сопротивление упругой деформации Н/Е	0,082	0,069	0,067
Трещиностойкость Н ³ /Е ²	0,168	0,158	0,169

Из таблицы 1 видно, что все покрытия обладают высокой твердостью, превышающей 25 ГПа. Покрытие TiAlSiN имеет несколько более низкую твердость относительно остальных. Данное покрытие имеет структуру 3d нанокompозита, в котором твердые частицы TiAlN расположены в аморфной матрице Si_xN_y, тогда происходит измельчение зерна твердой фазы внутри покрытия за счет роста аморфной матрицы и согласно закону Холла-Петча увеличивается твердость покрытия. Однако, сильного увеличения твердости у покрытия TiAlSiN выявлено не было, что может говорить о слишком большой объемной доле аморфной матрицы.

Покрытие TiAlN/TiN имеет классическую для износостойких покрытий многослойную структуру, с толщиной слоев 300нм. В этом покрытии происходит чередование твердого слоя TiAlN, обеспечивающего высокую износостойкость и более пластичного слоя монокристалла титана, имеющего меньшую адгезию к обрабатываемому материалу, частично демпфирующему ударные нагрузки, возникающие при обработке твердых материалов и подавляющий рост столбчатых кристаллитов алюминитрида.

Покрытие TiAlN/TiN-nc отличается от предыдущего толщиной слоев. В данном покрытии толщина слоев составляет 25нм. Структура такого покрытия- 2d нанокompозит, в котором за счет чередования тонких слоев подавляется рост столбчатых кристаллов и происходит рост твердости, что можно видеть при сравнении покрытий TiAlN/TiN и TiAlN/TiN-nc из характеристик, представленных в таблице 1. При этом стоит отметить, что с увеличением твердости покрытий происходит рост модуля упругости, который исходя из данных [3] приводит уменьшению соотношения Н³/Е² и росту способности трещинообразования. При этом, с другой стороны, наноламинированная структура, за счет создания множества межфазных границ должна сдерживать развитие трещин вглубь покрытия.

3. Испытания фрез с покрытиями

Испытания проводились при фрезеровании на фрезерном станке с ЧПУ 400V/4. Параметры испытания: скорость подачи 26 м/мин, подача попутная, скорость вращения шпинделя 600 об/мин, подача на зуб Sz 0.027 мм/зуб. Стойкость фрез определялась по измерению износа по задней поверхности. Результаты испытаний приведены на рисунке 2.

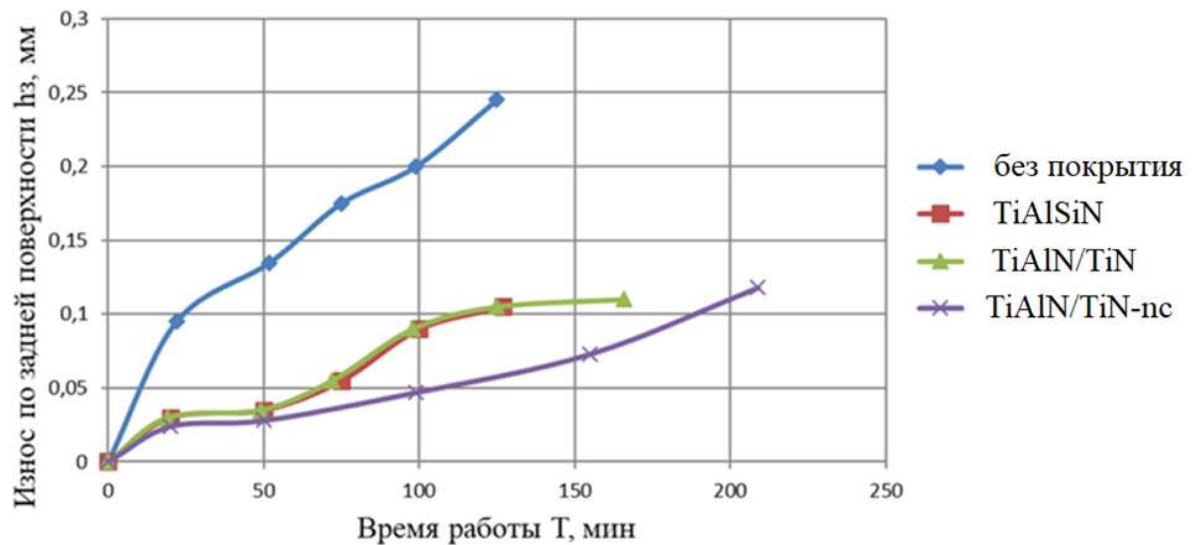


Рисунок 2. Результаты стойкостных испытаний фрез по стали ЭИ961-Ш.

В результате испытаний были получены классические кривые износа. Из данных на рисунке 2 видно, что все покрытия показали значительный прирост в износостойкости относительно непокрытых фрез. Наилучший результат показало покрытие TiAlN/TiN-nc. На фрезе без покрытия наблюдалось сильное выкрашивание режущей кромки при обработке. Покрытие TiAlSiN характеризуется абразивным износом с выкрашиванием режущей кромки фрезы после изнашивания покрытия. Фрезы с твердыми покрытиями (TiAlN/TiN и TiAlN/TiN-nc) тоже характеризуются выкрашиванием режущих кромок.

Выводы

На установке «Кремень-2» проведено осаждение трех типов покрытий на металлообрабатывающий инструмент вакуумно-дуговым методом из многокомпонентных мишеней: 3d нанокompозита TiAlSiN, многослойного TiAlN/TiN и наноламинированного TiAlN/TiN-nc. Твердость покрытий превышает 25 ГПа. Для многослойных покрытий наблюдается эффект упрочнения за счет образования нанослоев. Разрушающая нагрузка Lc3 для всех покрытий превышает 90Н.

Проведены стойкостные испытания на инструменте при фрезеровании стали ЭИ961-Ш, по полученным данным построены кривые износа. В ходе испытаний было показано, что нанесение покрытий на фрезу увеличивает ее срок службы. Путем линейной аппроксимации можно предположить, что для полученных покрытий увеличение износостойкости может достигать 100%.

Список использованных источников

- [1] Верещака, А. С. Режущие инструменты с износостойкими покрытиями [Текст] / А.С. Верещака, В.П. Табаков. – М.: Машиностроение. – 1986. – 190 с.
- [2] Григорьев, С. Н. Наноструктурные износостойкие покрытия, получаемые методами физического осаждения вещества в вакууме [Текст] / А.А. Андреев, С.Н. Григорьев, В.М. Шулаев // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2005. – № 9. – С. 4–8.
- [3] Schiopetto M F 2020 Micro-mechanical evaluation of hard coatings Master in materials science (Barcelona: Universitat Politècnica de Catalunya) 1–101.

Влияние методов и режимов формирования покрытия AlN на коэффициент отражения экрана электронно-оптического преобразователя

Р А Каракулов, А А Акопян, Р И Нуртдинов, А Ю Соколов, П И Коновалов
ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», 127030, Москва, Россия

E-mail: ruslankarakulov@yandex.ru

Аннотация. В работе рассмотрены способы формирования поглощающего покрытия AlN на экране электронно-оптического преобразователя (ЭОП). Описаны эксперименты по определению режимов нанесения на установке «A700Q» для получения покрытия с коэффициентом отражения не более 0,10 %. Представлены результаты испытаний опытных образцов на термическую стабильность и электрическую прочность. Анализ результатов измерений на лазерном сканирующем микроскопе подтвердил теоретическое обоснование физического принципа действия тонкоплёночной структуры AlN. Даны рекомендации по способу и режимам формирования поглощающего слоя на экранном узле ЭОП для эксплуатации в приборах с рабочей напряжённостью поля до 7,5 кВ/мм.

Введение

Активное развитие области техники, связанной с разработкой стабильного источника энергии – реакции термоядерного синтеза, влечёт за собой совершенствование соответствующих аналитических систем. В состав новейших средств измерения, нацеленных на регистрацию быстропротекающих процессов, входят электронно-оптические преобразователи (ЭОП), которые обеспечивают синхронную многокадровую съёмку с периодом между кадрами от 10 нс до 1 мс [1].

Широкое распространение получили плоские ЭОП. Такие устройства обладают малыми габаритами, не имеют геометрических искажений, устойчивы к внешним электромагнитным воздействиям. Основными компонентами такого прибора являются фотокатодный узел (ФКУ), корпус, экранный узел (ЭУ) и микроканальная пластина (МКП), расположенная между ФКУ и ЭУ для многократного усиления сигнала. Если к системе регистрации предъявляются повышенные требования по разрешению, отношению сигнал/шум при усилении яркости не более 20 отн. ед., то предпочтение отдаётся ЭОП без МКП. Однако отсутствие МКП усиливает влияние паразитной фотоэлектронной эмиссии из-за отражённого от ЭУ света, что приводит к ухудшению пространственного разрешения и частотно-контрастной характеристики.

Для устранения данного негативного эффекта наносят поглощающее свет покрытие. Известна серия работ по формированию тонкоплёночной структуры на основе нитрида алюминия (AlN) с повышенной поглощающей способностью за счёт характерного рельефа [2]. Однако до сих пор нет однозначного мнения относительно наиболее подходящего метода нанесения такого покрытия на ЭУ, а также не исследован вопрос применимости плёнки AlN в составе прибора после длительного обезгаживания в вакууме (380 °С, 8 ч) при рабочей напряжённости электрического поля до 7,5 кВ/мм. Поэтому цель данной работы – получение на ЭУ ЭОП покрытия AlN с коэффициентом отражения не более 0,10 % при длине волны 550 нм, устойчивого к термическим и электрическим нагрузкам согласно заявленным требованиям.

Для достижения поставленной цели потребовалось решить ряд задач: выбрать наиболее подходящий метод нанесения; исследовать влияние параметров осаждения на коэффициент

отражения покрытия; проверить устойчивость образцов к высокотемпературным и электрическим нагрузкам.

1. Выбор метода нанесения AlN

Поверхность тонкой плёнки AlN должна быть развитой, чтобы обеспечить эффективное поглощение падающего излучения. Наиболее распространёнными вакуумными способами получения подобных покрытий являются электронно-лучевое испарение [3], магнетронное распыление [4] и резистивное испарение [5].

Метод магнетронного распыления применяется для формирования плёнок AlN с использованием мишени из алюминия или нитрида алюминия. В первом случае нанесение покрытия протекает в режиме постоянного тока с дополнительной подачей к инертному газу (Ar) реактивного (N_2), во втором – при подаче высокочастотного напряжения на катод в среде аргона. Оба способа позволяют формировать плёнки с развитой поверхностью, что объясняется их столбчатой структурой. Однако после отжига в вакууме при 380 °C в течение 8 ч такие покрытия начинают деградировать ввиду появления «вискерсов» (рис. 1). Подобные новообразования под действием электрического поля приводят к пробоям в ЭОП и выходу его из строя.

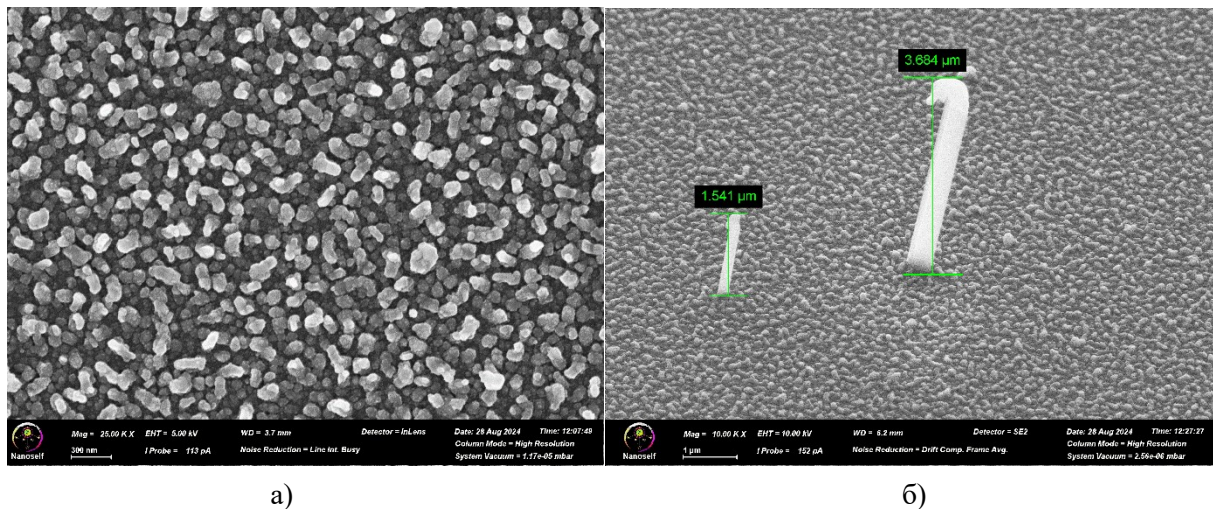


Рисунок 1. Покрытие AlN, полученное магнетронным распылением: а) структура; б) «вискеры».

Ряд технологических решений, направленных на снижение внутренних напряжений в плёнке, позволяет уменьшить количество и размеры «вискерсов» (рис. 2). Проверка на электрическую прочность образцов доказала возможность использования в приборах ЭУ с данным покрытием. Однако заключением работы [6] по исследованию возможности применения антиотражающего покрытия AlN, наносимого магнетронным распылением, стало утверждение о необходимости увеличения толщины плёнки для получения наименьшего коэффициента отражения поверхности ЭУ ЭОП. В результате проведения дополнительной серии наблюдений на установке магнетронного распыления «VSE-PVD-DESK-PRO» с увеличенным временем нанесения сделан вывод о том, что при толщине поглощающего слоя 132 нм коэффициент отражения равен 0,11 %. Но в то же время внутренние напряжения плёнки AlN привели к частичному её отслоению от поверхности экрана, что не допустимо в условиях эксплуатации прибора. Таким образом, дальнейшее стремление увеличить толщину покрытия для снижения коэффициента отражения до требуемого значения оказалось не целесообразно.

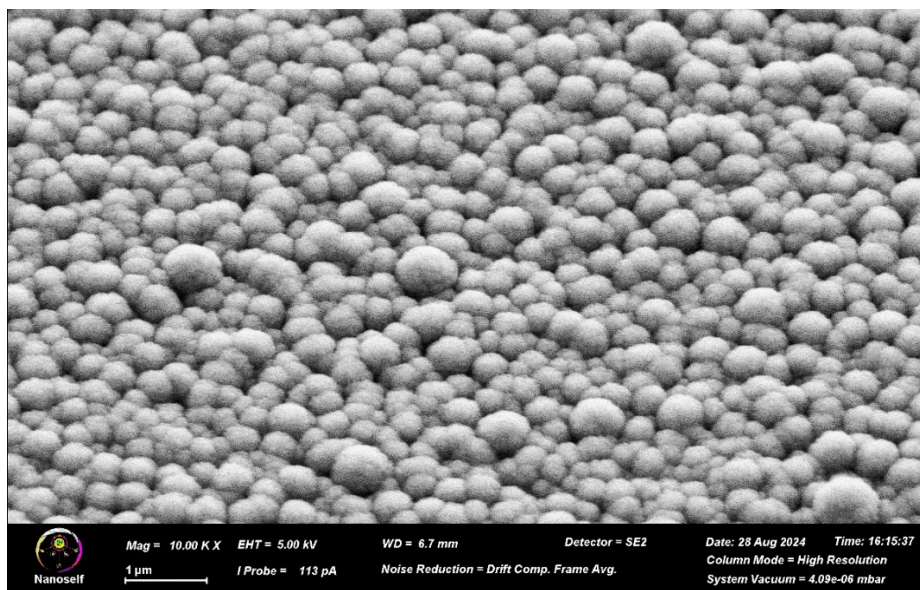


Рисунок 2. Покрытие AlN после изменения параметров магнетронного распыления.

Электронно-лучевой метод нагрева материала позволяет испарять алюминий в условиях сверхвысокого вакуума. Для получения AlN на подложке в рабочую камеру напускают азот или аммиак, которые реагируют с парами алюминия [7]. Если же в качестве мишени для электронного пучка применяется нитрид алюминия, то процесс осаждения протекает при давлении 1-100 Па [2] для нейтрализации накапливающегося заряда на поверхности диэлектрика. В обоих случаях нивелируется главное преимущество электронно-лучевого метода – получение покрытия высокой чистоты – ввиду применения реактивного газа или работы при повышенном давлении. В то же время КПД электронно-лучевого испарения уступает другим способам перевода вещества в газообразное состояние.

Поэтому экономически целесообразно использовать метод резистивного испарения алюминия в среде реактивного газа (N_2). Таким образом можно получить покрытие AlN с развитой поверхностью, минимальными внутренними напряжениями и широким диапазоном толщин.

2. Эксперименты

Формирование поглощающего покрытия на ЭУ ЭОП проводилось на установке резистивного испарения «A700Q» (рис. 3). Система откачки (турбомолекулярный и механические насосы) применяется для достижения остаточного давления в рабочей камере $\geq 1,5 \cdot 10^{-6}$ мБар (контроль давления по вакуумметру Р). Высоковакуумный затвор при необходимости перекрывает откачку камеры. На нижнем фланце расположены два испарителя косвенного резистивного нагрева алюминиевых навесок (Al). Заслонка применяется для последовательного обезгаживания гранул испаряемого материала без вреда для изделий, закреплённых в подложкодержателе. Игольчатые натекатели (VF1, VF2) позволяют напускать азот для разгерметизации, а также дозировать его подачу при проведении реактивного процесса напыления. Контроль скорости осаждения покрытия и толщины плёнки в режиме реального времени (in-situ) обеспечивается датчиком толщины с кварцевым резонатором, расположенным в верхней части рабочей камеры. Карусель перемещает ЭУ относительно как общей оси, так и своей, т.е. в установке реализована планетарная система вращения изделий.

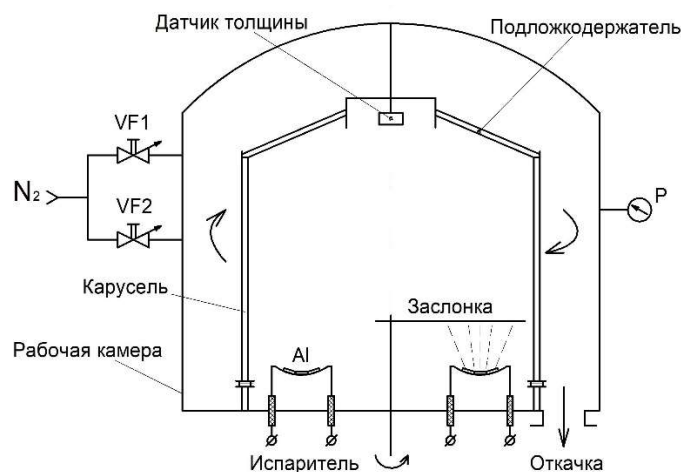


Рисунок 3. Схема установки «А700Q».

Эксперименты по нанесению AlN на ЭУ ЭОП проводились с целью определения влияния рабочего давления и толщины покрытия на коэффициент отражения поверхности. После загрузки изделий рабочая камера откачивалась до $6,0 \cdot 10^{-6}$ мБар. Впоследствии закрывался затвор и проводился напуск азота до рабочего давления. Далее навески алюминия обезгаживались и оплавлялись при закрытой заслонке. После этого запускалась система вращения изделий, включался датчик контроля толщины и открывалась заслонка. По достижении требуемой толщины заслонка закрывалась и процесс напыления останавливался. Для нанесения плёнок с повышенной толщиной применялся второй испаритель.

В процессе формирования AlN на поверхности изделия важно, чтобы количество реактивного газа было достаточным для получения покрытия с требуемой стехиометрией. Однако существенное увеличение давления азота приводит к рассеянию испарённых атомов алюминия и снижению скорости осаждения. Поэтому на первом этапе исследований проведена серия наблюдений для определения подходящего рабочего давления. Диапазон варьируемых значений изучаемого параметра выбран исходя из литературных данных и составил $1,0 \cdot 10^{-2} \dots 1,0 \cdot 10^0$ мБар. При давлении 1,0 мБар осаждение покрытия на изделие не зафиксировано. Качественная оценка степени черноты получаемых плёнок при других объёмах азота в камере и скорости осаждения не менее 1 Å/с показала целесообразность проведения дальнейших экспериментов при рабочем давлении $2,0 \cdot 10^{-1}$ мБар.

С целью получения зависимости коэффициента отражения поверхности ЭУ от толщины поглощающего покрытия подготовлены 4 опытных образца. На каждом из них сформирован слой AlN (таблица 1).

Таблица 1. Параметры нанесения AlN

№ ЭУ	Остаточное давление, мБар	Рабочее давление, мБар	Ток испарителя, А	Толщина (h), нм
1			398	10
2	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-1}$	370...384	50
3			370...411	102
4			370...398	150

Коэффициент отражения (R) покрытия измерялся на спектрофотометре «Izovac Epsilon Vis-NIR» в пяти различных точках рабочей поверхности экрана при длине волны 550 нм. В результате ЭУ с толщиной AlN 50 нм и более имели значение R менее 0,10 % (рисунок 4).

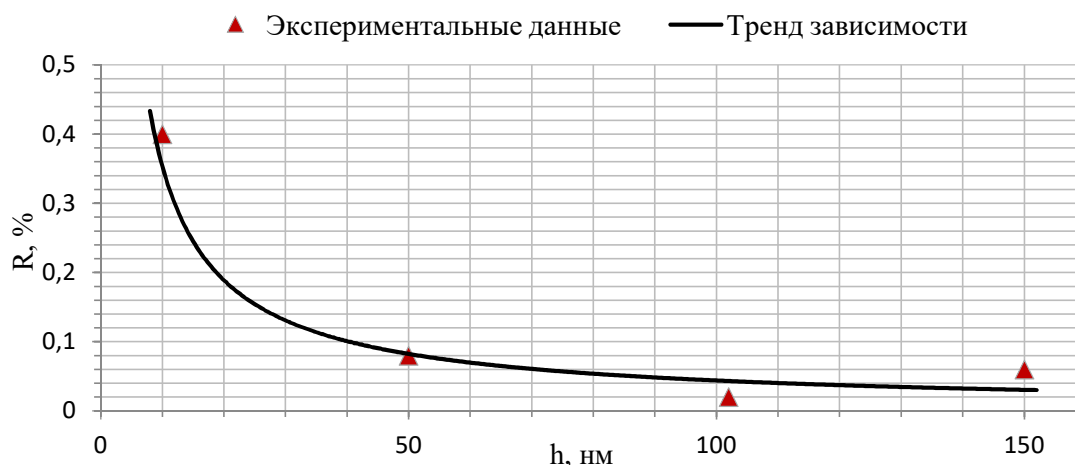


Рисунок 4. Зависимость коэффициента отражения покрытия ЭУ ЭОП от толщины покрытия AlN.

Проверке на термостойкость подвергались ЭУ №2 - №4 в режиме 20 – 380 – 20 °С с выдержкой в течение 8 ч при давлении $\leq 5,0 \cdot 10^{-7}$ мБар. На лазерном сканирующем микроскопе оценивался рельеф поверхности до и после термического воздействия. Существенных изменений не обнаружено. Оценка устойчивости ЭУ к электрическим нагрузкам проведена на стенде контроля электропрочности и энергетической эффективности ЭУ при давлении $\leq 2,0 \cdot 10^{-6}$ мБар. Напряжённость поля плавно увеличивалась до 7,5 кВ/мм при контроле отсутствия пробоев по току. ЭУ №2 - №4 выдержали приложенную нагрузку.

4. Анализ полученных результатов

Сравнение среднеквадратической шероховатости (S_q) опытных ЭУ до нанесения AlN и после косвенно подтверждает физический принцип действия поглощающего покрытия. Измерения, проведённые на лазерном сканирующем микроскопе, показали, что рабочая поверхность изделий становится более развитой после формирования слоя AlN. Если исходные изделия имеют значение $S_q = 0,1 \dots 0,3$ мкм, то для ЭУ с покрытием $S_q = 1,2 \dots 1,5$ мкм. Это способствует многократному отражению/поглощению света столбчатыми элементами тонкоплёночной структуры и, как следствие, снижению общего уровня интенсивности паразитного излучения, направленного в сторону фотокатода прибора.

Таким образом, в рамках данной работы установлено, что для формирования поглощающего покрытия наиболее рациональным является метод резистивного испарения алюминия в среде азота. Чтобы получить слой с коэффициентом отражения не более 0,10 % (длина волны 550 нм), процесс напыления следует проводить при рабочем давлении $2,0 \cdot 10^{-1}$ мБар до формирования тонкоплёночной структуры толщиной не менее 50 нм. Проведённые испытания на термическую стабильность и электропрочность доказали применимость ЭУ с покрытием AlN в составе реального ЭОП с рабочей напряжённостью электрического поля до 7,5 кВ/мм.

Список использованных источников

- [1] Крутик М И 2002 *Специальная техника* **1** 36-41.
- [2] More-Chevalier J, Novotny M et al. 2020 *The Royal Society of Chemistry* **10** 20765.
- [3] Yushkov Y G, Oks E M et al. 2021 *Coatings* **11** 645.
- [4] Correa C A, Hruska P et al. 2024 *The Royal Society of Chemistry* **14** 15220.

- [5] Тарасов А М, Новиков Д В и др. 2023 *Фотоника* **17** 488-496.
- [6] Каракулов Р А, Акопян А А и др. 2024 *Труды 31-й Всероссийской научно-технической конф. с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2024»* (СПб: СПбГЭТУ «ЛЭТИ») с 278-282.
- [7] Zhu M, Chen P et al. 2005 *Applied Surface Science* 239 327-334.

Численное моделирование процесса термодесорбции в ЭВП СВЧ методом Монте-Карло

Д К Черченко¹, Д А Комаров², Д А Калашников¹

¹ АО «НПП «Торий», г. Москва

² АО «НПП «Исток им. Шокина», г. Фрязино

E-mail: cherchenko.dk@toriy.ru

Аннотация. В работе дана методика численного моделирования процесса термостимулированного газовыделения методом Монте-Карло, основанная на представлении данного процесса в качестве результирующей совокупности элементарных процессов случайного блуждания пробных частиц в потенциальной яме. Выполнено численное моделирование прибора КИУ-116А и проведена апробация полученных результатов путём сравнения с экспериментальными данными.

Введение

Одним из факторов, ограничивающих стабильную и надёжную эксплуатацию ЭВП СВЧ в течение заданного срока, является всегда сопровождающий работу изделия процесс термостимулированного газовыделения [1, 2]. Допустимая интенсивность данного процесса достигается во время технологической операции термовакуумной обработки [3]. Однако, режимы обработки в основном определяются производственным опытом, поскольку практически применимые методы расчета, которые могли бы дать достоверный результат удовлетворимой для инженерных расчетов точности для таких сложных устройств, как, например, клистроны, на сегодняшний день развиты слабо. Таким образом, существуют сомнения в оптимальности данных режимов и, как следствие, потребность в теоретическом обосновании.

Распространенные на сегодняшний день в вакуумной технике модели сорбционных явлений построены с точки зрения их макроскопического описания [4, 5]. Однако, поскольку сорбционные явления имеют статистическую природу, возможно их рассмотрение и с точки зрения элементарных процессов [2, 6]. Таким образом, целью работы является численное моделирование процесса термодесорбции для реального прибора, основанное на его представлении в виде результирующей совокупности случайных блужданий ансамбля пробных частиц в потенциальном поле твёрдого тела. Полученные результаты необходимо апробировать, используя экспериментальные данные.

1. Постановка задачи и метод решения

Пусть нейтральная частица находится в потенциальном поле внешней силы. При этом частица испытывает случайные флуктуации значений тепловой энергии [7]. Примем, что форма потенциала соответствует уравнению Леннард-Джонса [8]. Расчетная схема представлена на рисунке 1.

Необходимо определить вероятность преодоления частицей данного потенциального барьера или, другими словами, вероятность достижения поглощающей границы.

Для решения поставленной задачи осуществим дискретизацию пространственных и временных координат:

$$x_i = x_0 + i \cdot \Delta x$$

$$t_j = j \cdot \Delta t,$$

где $x_0 = \sigma$, σ – расстояние на котором энергия взаимодействия равна нулю, $i = 0, 1 \dots N_x$, N_x – количество дискретных элементов, Δx – шаг дискретизации по оси координат, $j = 0, 1 \dots N_t$, N_t – количество дискретных элементов по времени, Δt – шаг дискретизации по времени.

Тогда вероятность обнаружения частицы определяется выражением:

$$p_i^j = p(x_i, t_j)$$

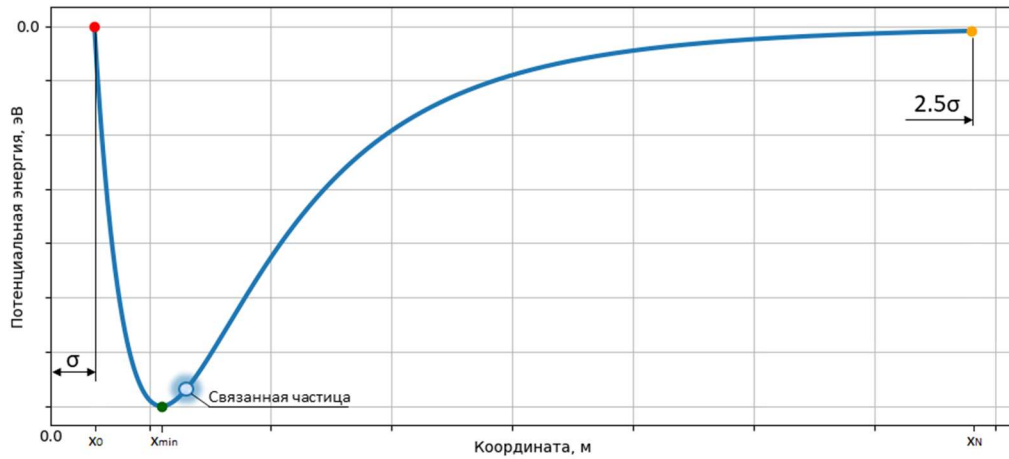


Рисунок 1. Принципиальная схема расчета. x_0 – отражающая граница; x_N – поглощающая граница.

Граничные условия имеют вид:

$$p_0^j = 0$$

$$p_{N_x}^j = 0$$

Существует множество возможных путей решения задачи, однако, наиболее перспективным является стохастический подход, позволяющий с большой точностью описывать процессы, связанные со случайными флуктуациями. Например, решение можно получить с помощью уравнения Фоккера-Планка или стохастического дифференциального уравнения Ито (уравнение Ланжевена). Однако, в рамках работы выбран метод Монте-Карло. Апробацию результатов осуществим, используя аналитическую теорию Крамерса [9].

Алгоритм решения методом статистических испытаний состоит в следующем:

1. Каждой дискретной координате ставится в соответствие энергия, необходимая для преодоления потенциального барьера. Причем для точек $x_i < x_{\min}$:

$$U_{\text{активации}_i} = U_i + U_{\min}$$

2. Для каждой координаты для большого числа пробных частиц, при допущении о квазистационарности процесса (т.е. справедливо распределение Максвелла-Больцмана), из нормального распределения с нулевым средним и дисперсией, определяемой выражением (1), разыгрывается случайное значение скорости и, согласно (2), рассчитывается кинетическая энергия [10].

$$D = \frac{k \cdot T}{m}, \quad (1)$$

где k – постоянная Больцмана, T – текущая температура, m – масса блуждающей частицы.

$$E_k = \frac{m \cdot g^2}{2} \quad (2)$$

3. Если полученное значение энергии больше энергии активации, счетчик десорбированных частиц увеличивается на единицу.
4. Вероятность десорбции для i координаты за единицу времени равна:

$$p_i = \frac{N_{dec}}{N},$$

где N_{dec} – число десорбированных частиц, N – общее число пробных частиц.

На рисунке 2 представлен результат численного моделирования для различных температур.

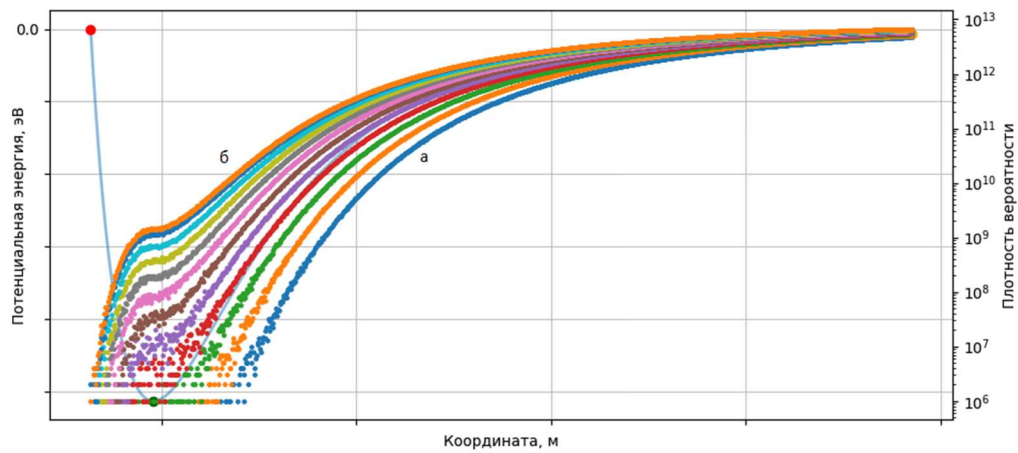


Рисунок 2. Зависимость плотности вероятности десорбции частицы от координаты для различных температур (с шагом в 50К): а – 300К; б – 850К.

На рисунке 3 представлены решения, полученные методом Монте-Карло и аналитической приближенной теорией Крамерса. Результаты являются достаточно близкими, поэтому делаем вывод о том, что полученное методом Монте-Карло решение адекватно.

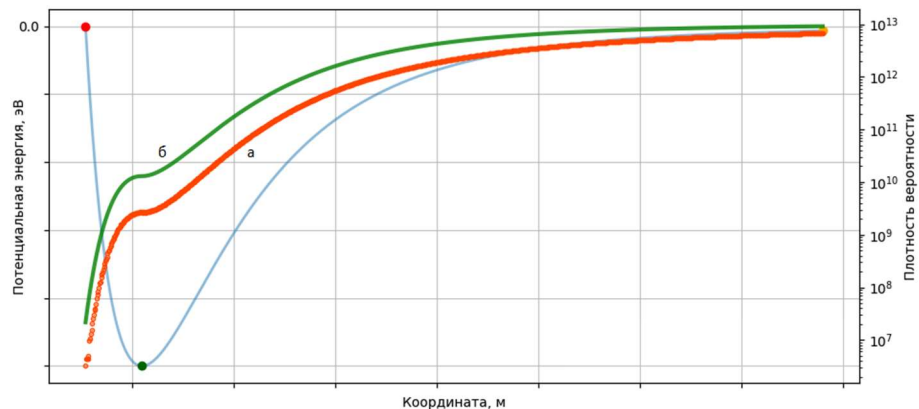


Рисунок 3. Зависимость плотности вероятности десорбции частицы от координаты, полученная: а – методом статистических испытаний (10^8 частиц); б – методом Крамерса.

Следующим шагом необходимо преобразовать плотность вероятности в поток газовой выделения, следуя алгоритму:

1. Методом выборки с отклонением [11] определим начальное положение заданного количества пробных частиц в потенциале (примем, что частицы не оказывают влияния друг на друга). В рамках допущения о квазистационарности оно соответствует распределению

Больцмана по энергиям. Получим зависимость количества частиц от координаты (рисунок 4).

- Методом статистических испытаний рассчитаем вероятность десорбции для данной температуры: для каждой из k_i частиц, находящихся в x_i , из равномерного распределения разыгрывается случайная величина g_i . Если $g_i < p_i$, увеличиваем количество десорбированных частиц на единицу. Тогда вероятность десорбции для данной температуры равна:

$$p^j = \frac{N_{dec}}{N}$$

Таким образом, определим зависимость вероятности десорбции за единицу времени для различных температур.

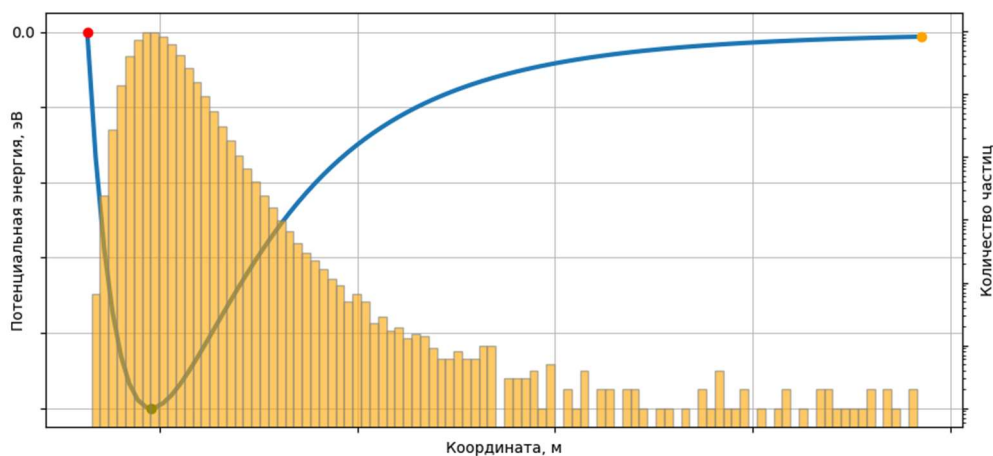


Рисунок 4. Распределение частиц в потенциальном барьере.

- Для определения потока газовой десорбции рассмотрим течение процесса во времени. Каждый интервал Δt количество десорбированных частиц в среднем равно:

$$N_{dec} = N_{corb} \cdot p_{dec_j} \cdot \Delta t,$$

$$N_{corb_new} = N_{corb_old} - N_{dec}$$

- Тогда поток газовой десорбции:

$$Q_{GB_j} = N_{dec_j} \cdot k \cdot T_j$$

2. Результаты численного моделирования

В качестве примера рассмотрим численное моделирование процесса термодесорбции для мощного многолучевого клистрона КИУ-116А, изготавливаемого на АО «НПП «Торий».

Технология термовакуумной обработки данного прибора определяет его нагрев до 600°C со скоростью не более 150 градусов в час. Количество пробных частиц примем равным 10^7 .

Оптимальная глубина потенциальной ямы ε и оптимальный коэффициент масштаба численного решения для рассматриваемой физической системы, согласно [6], равны:

$$\varepsilon = 0.5792 \text{ эВ}$$

$$scale_coeff = 1.2 \cdot 10^{10}$$

Сравнительные результаты численного моделирования прибора КИУ-116А и экспериментальных данных представлены на рисунке 5.

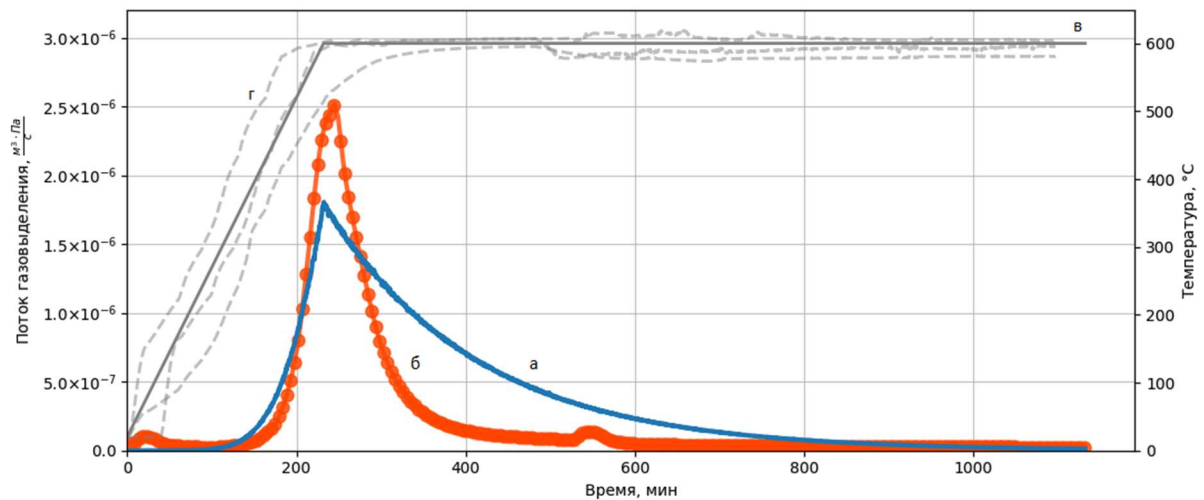


Рисунок 5. Зависимость потока газовыделения и температуры от времени: а, в – результаты численного моделирования; б, г – экспериментальные данные.

Результаты численного моделирования с достаточной для инженерных расчетов точностью соотносятся с экспериментальными данными. Таким образом, представленный метод может быть использован в процессе разработки.

Заключение

В работе представлена методика численного моделирования процесса термодесорбции методом Монте-Карло, основанная на рассмотрении элементарного процесса случайных блужданий частицы в потенциальной яме. Выполнено численное моделирование прибора КИУ-116А и осуществлено сравнение с экспериментальными данными. Подтверждена возможность применения представленной численной модели для описания процесса термодесорбции в ЭВП СВЧ.

Список использованных источников

- [1] Глазков А.А., Саксаганский Г.Л. Вакуум электрофизических установок и комплексов. М., Энергоатомиздат, 1985.
- [2] Черепнин Н.В. Сорбционные явления в вакуумной технике. М., Советское радио, 1973.
- [3] Закиров, Ф. Г. Откачник-вакуумщик / Ф. Г. Закиров, Е. А. Николаев. – М.: Высшая школа, 1973. – 248 с.
- [4] Саксаганский, Г. Л. Сверхвысокий вакуум в радиационно-физическом аппаратостроении / Г. Л. Саксаганский. – М.: Атомиздат, 1976. – 288 с.
- [5] Адамсон, А. А. Физическая химия поверхностей / А. А. Адамсон. – М.: Мир, 1979. – 568 с.
- [6] Черченко Д.К. К вопросу о численном моделировании процесса термодесорбции в ЭВП СВЧ стохастическими методами / Д.К. Черченко, Д.А. Комаров, Д.А. Калашников// В печати.
- [7] Мак-Доналд Д. Введение в физику шумов и флуктуаций. М.: Мир, 1964 г., 158 с.
- [8] Рапапорт Д.К. Искусство молекулярной динамики. М.: Ин-т компьютерных исслед., 2012 г., 630 с.
- [9] Kramers H. A. Brownian motion in a field of force and the diffusion model of chemical reactions. Physica, V.7, 1940, pp. 284 – 304. DOI: 10.1016/S0031-8914(40)90098-2
- [10] Кикоин А.К., Кикоин И.К. Молекулярная физика. М.: Наука, 1976 г., 480 с.
- [11] Robert C.P., Casella G. Monte Carlo Statistical Methods. 2nd edition. NY: Springer Science+Business Media, 2004, 645 p.

Получение тонких пленок перспективным методом PARMS – технологией будущего

Ю О Просовский¹, О Ф Просовский¹, А Н Исамов¹, В А Смольянинов¹

¹ АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. В работе приведены существующие методы нанесения тонких пленок, проанализированы их основные преимущества и недостатки. Рассмотрена перспективная технология PARMS, ее ключевые характеристики и преимущества перед основными технологиями получения тонких пленок. Получены тонкие пленки оксидов ниобия Nb_2O_5 и кремния SiO_2 , проведено сравнение оптических констант полученных пленок методом PARMS и методом электронно-лучевого испарения.

Ключевые слова: PARMS, магнетронное распыление, электронно-лучевое испарение, оптическое покрытие, тонкая пленка

Введение

В настоящее время оптические покрытия занимают особое место в современной мировой оптической промышленности. Невозможно представить какое бы то ни было оптическое изделие без тонкопленочного оптического покрытия, будь то: линзы, объективы, окуляры, светофильтры, экраны телефонов, автомобильные, авиационные и железнодорожные стекла. С уверенностью можно утверждать, что оптические покрытия, на сегодняшний день, применяются абсолютно во всех сферах нашей жизни: как в гражданских, так и в военных (рисунок 1) [1].



Рисунок 1. Области применения оптических покрытий.

Любое оптическое покрытие формируется благодаря совокупности множества факторов. Ключевыми из них являются: оптические постоянные подложки (спектральный коэффициент пропускания, отражения и поглощения) и пленкообразующих материалов, применяемые методы нанесения и контроля оптических покрытий, оптическая конструкция (число и толщина слоев) наносимого покрытия. Совокупность всех этих факторов формирует современную номенклатуру оптических покрытий.

1. Сравнительный анализ основных методов нанесения оптических покрытий

На сегодняшний день, можно выделить две основные технологии нанесения покрытий – термическая и плазменная. К термическим относятся метод термического испарения из лодочек, электронно-лучевое испарение (ЭЛИ). К плазменным – ионное распыление, магнетронное распыление. Классификация существующих методов нанесения покрытий приведена на рисунке 2. Каждый из этих методов имеет как преимущества, так и недостатки, и приспособлен для решения различного рода задач. Кроме того, в современном производстве

оптических покрытий активно применяется ионное ассистирование процесса нанесения. Сравнительный анализ методов нанесения оптических покрытий приведен в таблице 1 [2–4].

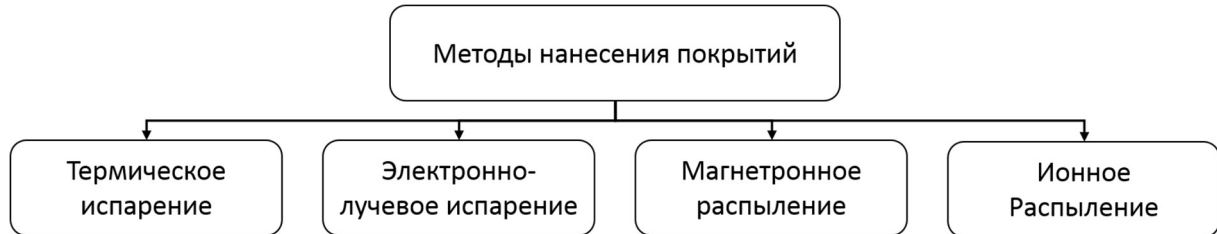


Рисунок 2. Современные методы нанесения оптических покрытий.

Таблица 1. Сравнительный анализ методов нанесения оптических покрытий

Метод	Преимущества	Недостатки
Термическое испарение	• Простота • Высокая скорость испарения • Высокий КПД	• Ограничение состава пленкообразующего материала • Ограниченный объем • Быстрое изменение формы материала
ЭЛИ	• Высокая скорость испарения • Чистота испаряемого материала	• Изменение формы материала в процессе нанесения • Ограниченный объем
Ионное распыление	• Стабильность • Точное управление толщиной • «Холодный» процесс • Высокая плотность покрытия	• Низкая скорость нанесения • Высокая стоимость изделий • Сложность оборудования
Магнетронное распыление	• Стабильность • Высокая скорость (на уровне ЭЛИ) • «Холодный» процесс • Точность	• Сложность оборудования • Ограничение материалов

2. Технология PARMS

С учетом бурного развития вакуумных технологий, и технического прогресса, в целом, появляется все больше задач, связанных с решением задач спектроскопии, лазерной и оптоволоконной техники. Существующие методы не всегда способны обеспечить качественное решение современных задач оплотехники. Необходима такая технология, которая, с одной стороны, обеспечит стабильность процесса на уровне ионного распыления, с одной стороны и скорость нанесения покрытия, соизмеримую со скоростью электронно-лучевого испарения. Таким решением является технология PARMS – Plasma-assistant reactive magnetron sputtering [5]. Структурная схема технологии приведена на рисунке 3.

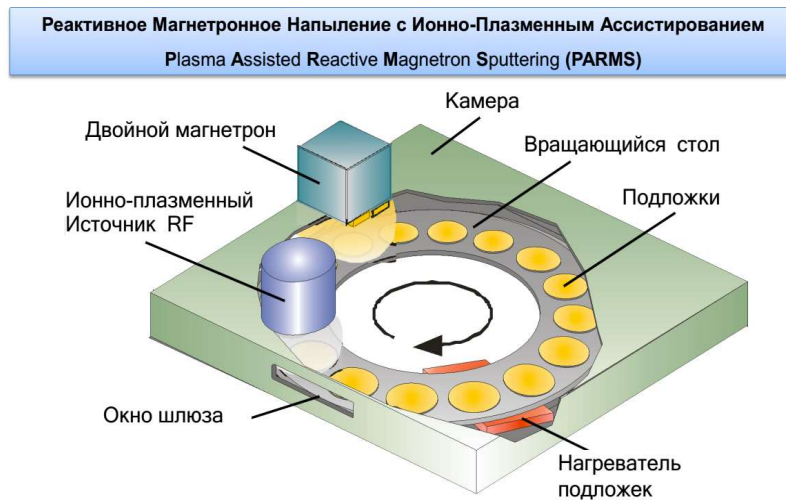


Рисунок 3. Технология PARMS.

Ключевой особенностью данной технологии, и ее основное преимущество перед «классическим» магнетронным распылением является быстрое вращение подложкодержателя (порядка 200 об/мин), позволяющее наносить крайне тонкие оптические пленки (условно 1-2 атомарных слоя). Наличие в конструкции ионно-плазменного источника позволяет не только произвести трамбовку осажденных атомов распыляемого вещества, но и их доокисление. Последний компонент позволяет получить крайне плотную, полностью диэлектрическую пленку с минимальным значением неоднородности. Схематично, процесс осаждения пленки на подложку показан на рисунке 4.

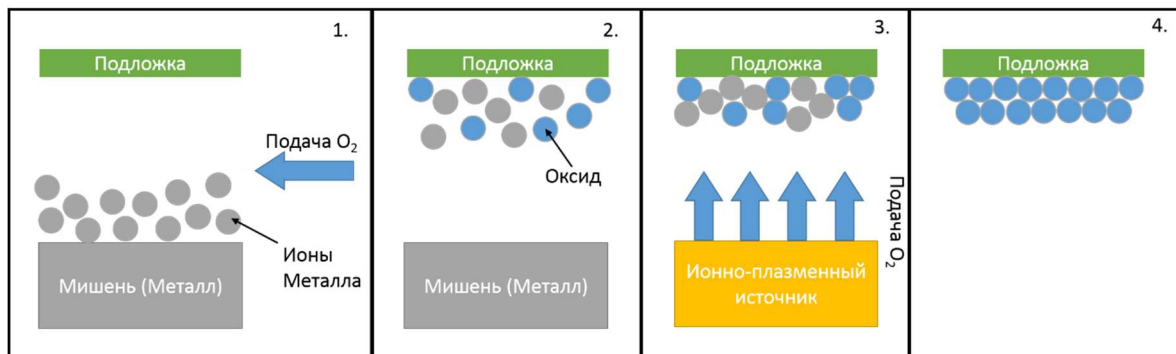


Рисунок 4. Схема формирования покрытия методом PARMS.

Скорость распыления материала с применением технологии PARMS соизмерима со скоростью электронно-лучевого испарения. При этом, сам процесс является крайне стабильным, и, подобно методу ионного распыления, также позволяет получать покрытия с градиентным показателем преломления – то есть позволяет реализовать соиспарение материалов.

При нанесении пленок при помощи технологии PARMS, крайне важно подобрать оптимальную рабочую точку магнетрона. Дело в том, что в случае слишком малой подачи газа в магнетрон – полученные пленки будут недоокисленными и иметь поглощение материала. С другой стороны, слишком высокое значение подаваемого газа – кислорода в рабочую зону магнетрона приводит к тому, что на поверхности мишени возникает оксидная пленка, которая препятствует распылению материала (т.е. снижает скорость распыления вещества) и в какой-то момент времени приводит к тому что магнетронный разряд пропадает. Диаграммы рабочей точки для магнетрона приведена на рисунке 5 [6].

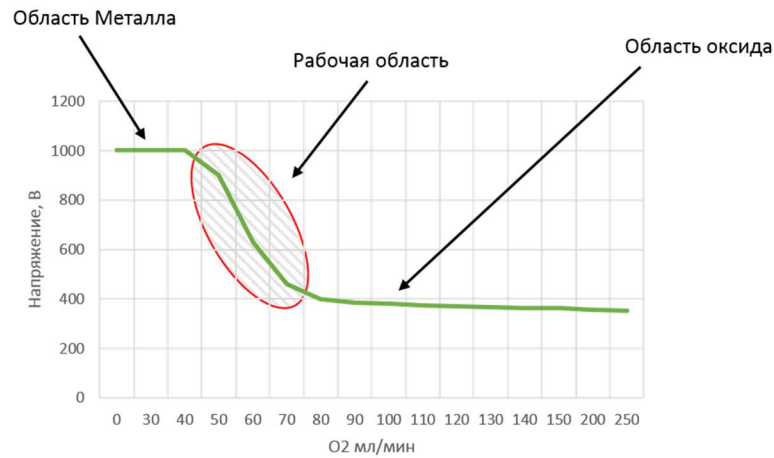
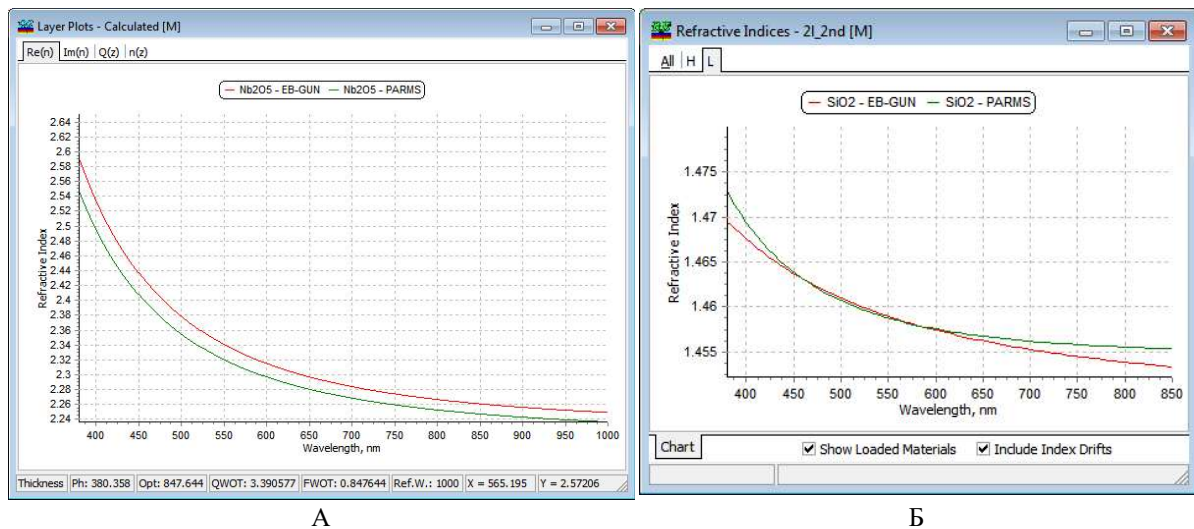


Рисунок 5. Рабочая область магнетрона.

3. Тонкие пленки, полученные методом PARMS. Сравнение с другими методами

В рамках эксперимента были получены тонкие пленки оксидов ниобия и кремния. Были рассчитаны оптические константы полученных пленок при помощи САПР OptiLayer и в дальнейшем проведено сравнение полученных констант с пленками, полученными методом электронно-лучевого испарения. На рисунке 6а показаны сравнение оптических констант для оксида ниобия и 6б для оксида кремния.



А – Оптические константы пленок Nb_2O_5 , Б – Оптические константы пленок SiO_2

Рисунок 6. Сравнение оптических констант полученных пленок методом ЭЛИ и PARMS.

Из рисунка 6 видно, показатель преломления пленок ниобия, полученных методом PARMS практически идентичен показателю преломления пленок, полученных методом ЭЛИ. Различие показателей преломления составляет примерно 0,02. Показатель преломления пленок оксида кремния, полученные методом PARMS, также не сильно отличаются от пленок, полученных методом ЭЛИ. В промежутке от 420 до 620 нм показатели идентичные, а на границах используемого диапазона (380 нм и 800 нм) разница не превышает 0,02.

Тем не менее, наибольший интерес для анализа представляет неоднородность пленок вблизи поверхности раздела сред. Эксперимент показал – в случае нанесения покрытия при помощи

метода ЭЛИ, неоднородность составляет порядка 1,6 %. В случае метода PARMS – 0,4%. На рисунке 7 показана неоднородность для пленок ниобия, с учетом объемной неоднородности вблизи подложки.

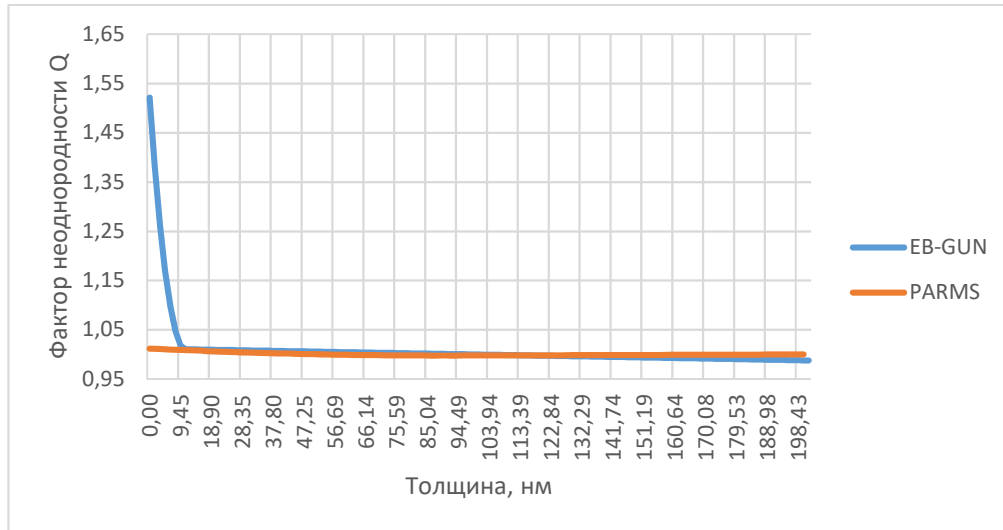


Рисунок 7. Сравнение неоднородности полученных пленок методом ЭЛИ и PARMS.

Как можно видеть из рисунка 7 – как и было показано ранее, пленки в технологии PARMS получаются более однородными, в первую очередь, благодаря трамбовке и тонкому слою, который наносится на подложку за один оборот подложкодержателя. Более того, пленки являются однородными и вблизи поверхности раздела сред. В случае же использования метода ЭЛИ, из рисунка 7 видно, что пленка в первые 10 нм является сильно неоднородной. Данный фактор негативно влияет на оптическую конструкцию в случае нанесения тонких (до 10 нм) слоев, и по-сути ограничивает минимальную толщину слоя оптической конструкции.

Выводы

Таким образом, в рамках данной работы была рассмотрена перспективная технология нанесения тонких пленок – технология PARMS. Полученные покрытия показали, что при сохранении скоростей нанесения покрытия на уровне методов термического испарения (в частности метода ЭЛИ), удалось достичь крайне высокой однородности и плотности пленки (что подтверждается проведенными расчетами оптических констант) даже вблизи поверхности подложки. Это позволяет обеспечить стабильное получение оптических конструкций с тонкими слоями, чего не всегда удастся достичь методом ЭЛИ. Полученные значения коэффициентов поглощения и преломления также оказались практически идентичны показателям преломления, полученных «классическими» методами. Совокупность свойств полученных пленок позволяет утверждать, что именно за данной технологией нанесения оптических покрытий будущее в области нанесения тонкопленочных покрытий.

Список использованных источников

- [1] Просовский Ю.О., Просовский О.Ф., Буднев А.Ю., Денисов Д.Г., Барышников Н.В., *Современная система прямого оптического широкополосного контроля толщины напыляемых оптических покрытий* // Светотехника №4, - с. 51-54, 2020.

- [2] Иванов А., Смирнов Б. *Электронно-лучевое напыление: технология и оборудование* // Наноиндустрия. 2012. №6 (36) с. 28-34.
- [2] Jinlin Bai et al. *Ultra-low stress high reflective film by dual-ion-beam sputtering deposition* // Opt. Eng. 2021. Vol. 61(3). P. 031203. DOI: 10.1117/1.OE.61.3.031203.
- [3] Pervak V. et al. *Comparison of magnetron sputtering and ion beam sputtering on dispersive mirrors* // Appl. Phys. 2020. B. 126, 82. DOI: 10.1007/s00340-020-07431-6
- [4] Scherer M., Pistner J., Lenhert W. *UV- and VIS Filter Coatings by Plasma Assisted Reactive Magnetron Sputtering (PARMS)* // Optical Interference Coatings, OSA Technical Digest. 2010. P. MA7. DOI: 10.1364/OIC.2010.MA7.
- [5] Pervak V., Krausz F., Apolonski A. *Hafnium oxide thin films deposited by reactive middle-frequency dual-magnetron sputtering* // Thin Solid Films. Vol. 515. pp. 7984-7989. DOI: 10.1016/j.tsf.2007.03.180.

Оптимизация алгоритма для получения градиента толщины токопроводящих оптических покрытий при их нанесении на изделия авиационного остекления

В А Смольянинов¹, О Ф Просовский¹, А Н Исамов¹, Ю О
Просовский¹, Д Н Петрачков¹

¹ АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

E-mail: lab37@technologiya.ru

Аннотация. В работе представлен оптимизированный алгоритм управления шаговым двигателем, позволяющий достичь плавной регулировки скорости вращения подложкодержателя, что, в свою очередь, снижает нагрузку на механические части системы вращения, а также позволяет улучшить необходимые оптические и резистивные показатели изделий.

Ключевые слова: шаговый двигатель, линейная смена скорости, тонкая плёнка ИТО, управление градиентом

Введение

С развитием технологий в авиационной промышленности возникает необходимость в более точных и эффективных методах обработки стеклянных изделий. Одной из основных задач является обеспечение однородного градиента толщины на изделиях авиационного остекления (рис. 1). Для достижения этой цели важную роль играет применение шагового двигателя. Оптимизация его работы через внедрение алгоритма управления, включающего плавную регулировку скорости вращения, позволило значительно улучшить качество производимых изделий, а также позволило достичь необходимых резистивных и оптических параметров при нанесении (методом магнетронного распыления мишени) функциональных плёнок оксида сплава индия-олова (ИТО) [1] на подложку из силикатного стекла сложной формы, применяемого в производстве электрообогревного лобового остекления авиации гражданского назначения.

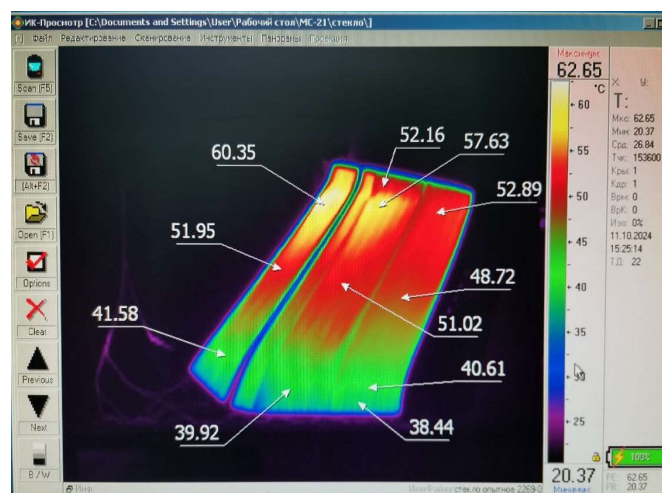


Рисунок 1. Термограмма электрообогревного изделия, демонстрирующая неоднородность градиента толщины функционального слоя.

1. Актуальность плавного разгона и торможения

На сегодняшний день управление шаговым двигателем реализуется посредством алгоритма с дискретным изменением скорости вращения подложкодержателя с изделием. В процессе эксплуатации данный метод повлечёт за собой ряд недостатков:

- резкое изменение состояния двигателя при выполнении команды смены скорости, что влечёт за собой резкие толчки и вибрации;
- такой подход создаёт большие нагрузки на механические компоненты, существенно увеличивая их износ.

Ввиду этого становится целесообразным вопрос о применении алгоритма с реализацией плавного разгона и торможения в работе шагового двигателя, что позволит решить ряд ключевых проблем:

- *Снижение механических нагрузок.* Резкие изменения скорости вызывают вибрации и механические повреждения двигателя. Плавная регулировка скорости вращения позволит избежать этой проблемы и повысить качество покрытия на изделии.
- *Повышение точности позиционирования.* Плавный разгон и торможение позволяют достичь более плавного и точного позиционирования подложкодержателя, путём контроля степени изменения скорости с учётом заданного времени разгона (торможения), что критически важно для получения желаемого градиента на изделии.
- *Улучшение энергоэффективности.* Оптимизация алгоритма управления шаговым двигателем сведёт к минимуму энергозатраты на разгон и торможение, что в долгосрочной перспективе позволит снизить эксплуатационные расходы.

2. Оптимизированный алгоритм

Оптимизированный алгоритм управления шаговым двигателем состоит из нескольких этапов.

Инициализация параметров. Условия работы шагового двигателя задаются в зависимости от его технических характеристик, а также от требований к получаемому градиенту. Определяются величины максимальной скорости, количество шагов до смены скорости, условия торможения.

Реализация фаз разгона (торможения). Целевое значение полупериода управляющего сигнала (*targetHalfPeriod*), которое соответствует желаемой скорости вращения вала шагового двигателя. Чем меньше это значение, тем быстрее вращается вал. Через цикл *for* реализована серия шагов для разгона (торможения). Длина цикла обозначена переменной *AccSteps*, что указывает на количество шагов, отведённое для разгона (торможения). Функция *map* [2] линейно преобразует значение *i* (текущий шаг разгона) в новый полупериод. Она берёт начало с текущего полупериода и, по мере увеличения числа шагов, плавно переходит к значению целевого полупериода управляющего сигнала. Таким образом, по мере увеличения числа шагов, полупериод сигнала уменьшается до целевого значения. Формально эту зависимость можно представить следующим образом: $newHalfPeriod = currentHalfPeriod + (targetHalfPeriod - currentHalfPeriod) * (i / AccSteps)$. Когда текущий шаг разгона равен 0, значение нового полупериода будет равняться значению текущего, а когда текущий шаг будет равен заданному числу шагов для разгона (торможения), новый полупериод будет равен целевому. Для промежуточных значений *i* полупериод сигнала будет линейно изменяться от начального значения к конечному. Это позволяет осуществлять плавное изменение значений, что идеально подходит для задач, связанных с контролем скорости и её регулировки. Затем вызывается функция вращения, работающая с обновлённым значением полупериода, рассчитанным на текущем шаге разгона.

Таким образом, функция позволяет двигателю плавно регулировать скорость вращения, что помогает избежать резких изменений в позиционировании подложкодержателя и снижает нагрузку на механические части системы (рисунок 2).

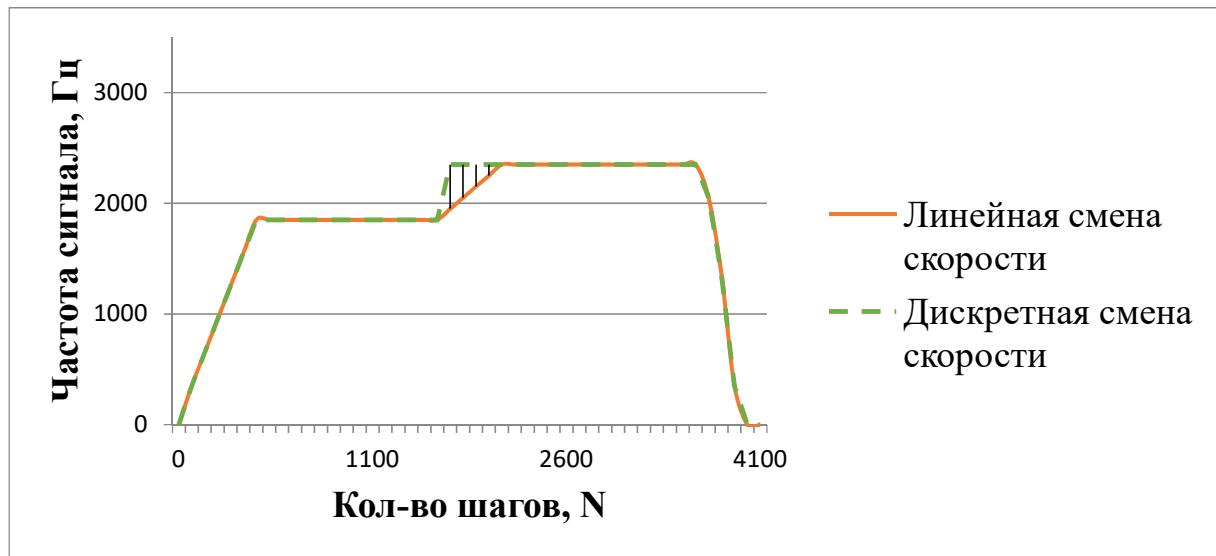


Рисунок 2. Примеры зависимостей смены скорости от количества шагов.

3. Постановка эксперимента и интерпретация результатов

Апробация оптимизированного алгоритма управления шаговым двигателем проводилась на магнетронной установке для нанесения электрообогревных покрытий на изделия авиационного остекления [3], оснащённой шаговым двигателем (ШД) и специально разработанной системой управления. ШД позволяет с высокой точностью (1.8° от 1 шага двигателя) позиционировать подложкодержатель, меняя скорость прохода подложки перед магнетроном (рис. 3). Положение подложкодержателя достигает избыточной точности (0.02°) за счёт монтажа двигателя к червячному редуктору через ременный привод [4].

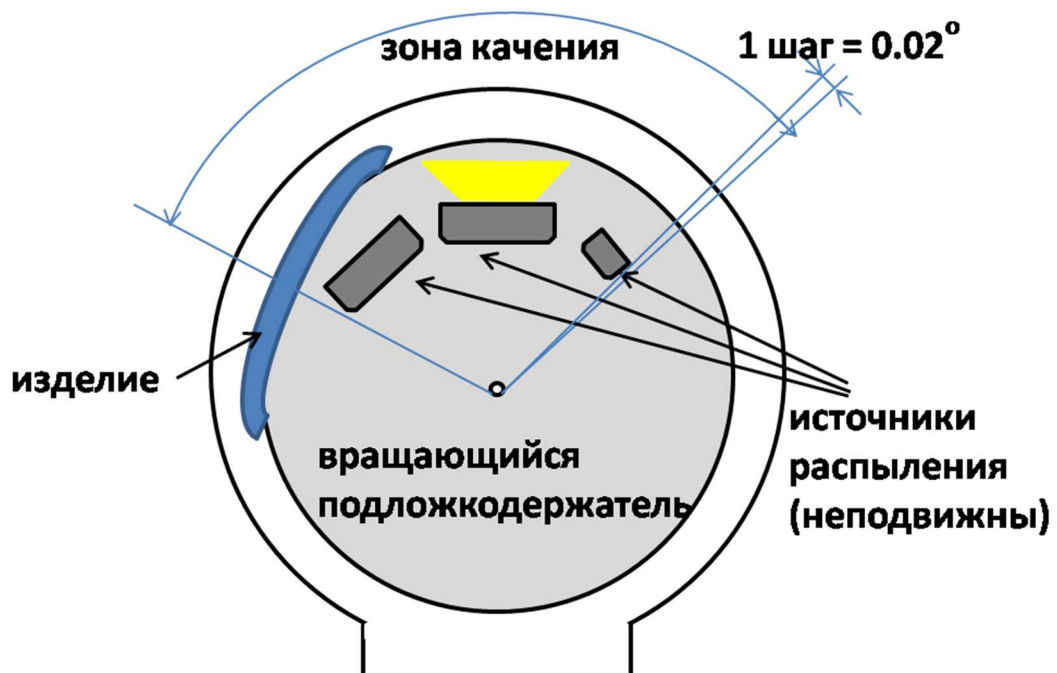


Рисунок 3. Схема перемещения подложкодержателя с изделием.

Новый алгоритм управления вращением шаговым двигателем обеспечил более плавное прохождение оснастки с изделием перед магнетроном в моменты смены скорости вращения: были устранены толчки и вибрации механических составляющих системы, что, в свою очередь, положительно отразилось на коэффициенте пропускания во всех зонах измерения, а также удалось получить более точное удельное поверхностное сопротивление (таблица 1).

Таблица 1. Сравнение удельного сопротивления покрытия на изделии, полученном с дискретной и линейной регулировкой скорости.

	ρ, Ом/□				
Точка измерения, №	1	2	3	4	5
Требования	7,5	6,5	6	6 - 6,5	6,5
Дискретная регулировка скорости	7,42	6,25	6,1	6,22	6,55
Линейная регулировка скорости	7,48	6,4	6	6,2	6,5

Список использованных источников

- [1] Смольянинов В.А., Просовский Ю.О., Просовский О.Ф. и др. *Исследование адгезии лакового покрытия к тонким плёнкам оксидов металлов* // Вакуумная техника и технологии: Труды XXXI всероссийской научно-технической конференции с международным участием, СПб.: Изд-во СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2024. - С.346-348.
- [2] С. Монк *Программируем Arduino. Профессиональная работа со скетчами* // СПб.: Питер, 2017, ISBN 978-5-496-02385-6.
- [3] Буднев А.Ю., Просовский О.Ф., Исамов А.Н. и др. *Особенности методов корректирования сопротивления токопроводящих оптических покрытий на основе ИТО при помощи источника ионов с замкнутым дрейфом электронов* // Вакуумная техника и технологии: Труды XXXI всероссийской научно-технической конференции с международным участием, СПб.: Изд-во СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2024. - С.226-230.
- [4] Буднев А.Ю., Просовский О.Ф., Исамов А.Н. и др. *Метод получения градиента на изделиях авиационного остекления при нанесении токопроводящих оптических покрытий* // Вакуумная наука и техника: Тезисы XXXI международной научно-технической конференции, Пятигорск, Москва: ООО "Электровакuumные технологии", С. 69-71, 2024.

Особенности соединения, полученного электронно-лучевой сваркой пары материалов ВТ1-0 и ЦМ-2А

A E Zimakov¹ and M S Klokova¹

¹The Federal State Unitary Enterprise Dukhov Automatics Research Institute (VNIIA), 127055, Russia, Moscow, st. Sushchevskaya, 22.

E-mail: vniia4@vniia.ru

Аннотация. При разработке электровакуумных приборов на новых технологических принципах предложено изготавливать некоторые сборочные узлы с применением деталей из титана и соединить их с деталями из молибденового сплава с помощью электронно-лучевой сварки. Технология электронно-лучевой сварки вакуумно-плотных микросоединений пары титан-молибден не была обнаружена при литературном анализе. Для проведения работ были изготовлены детали из прутка ВТ1-0 и из сплава ЦМ-2А. Осуществлен разрушающий контроль полученного сварного соединения для определения прочности. Оценена вакуумная плотность сварного шва. Проанализирована микроструктура расплава с помощью металлографического и химического анализов.

До настоящего времени в конструкции электровакуумных приборов не применялись соединения титана с молибденом, выполняемые электронно-лучевой сваркой. Получение таких соединений расширяет возможности конструирования новых узлов электровакуумных приборов.

Целью работы является получение соединения деталей, выполненных из сплава ВТ1-0 с деталями из сплава ЦМ-2А методом электронно-лучевой сварки.

Для этого необходимо решить следующие задачи:

1. Определить теоретическую возможность получения такого соединения;
2. Разработать технологию электронно-лучевой сварки деталей из сплава ВТ1-0 с деталями из сплава ЦМ-2А;
3. Провести исследования вакуумной плотности и механической прочности полученных сварных соединений.

Согласно литературным данным в системе молибден-титан образуется непрерывный ряд твердых растворов между Мо и β Ti, температура плавления монотонно возрастает от 1670 °C для Ti до 2623 °C для Мо [1].

Молибденовый сплав ЦМ-2А обладает плохой свариваемостью и склонностью к охрупчиванию. В малом количестве (0,01%) титан является модификатором структуры молибдена, однако значительное процентное содержание титана (более 10%) образует твердый раствор с неизвестными свойствами [2].

В связи с вышеизложенными теоретическими данными предполагается, что получение сварного соединения принципиально возможно.

Основными трудностями, возникающими при сварке разнородных материалов являются различие в структуре, а также различия в коэффициентах линейного расширения, тепло- и электропроводности, в окислении наплавленного металла [3].

В таблице 1 представлены некоторые физические свойства сплавов ВТ1-0 и ЦМ-2А.

Таблица 1.

Физические свойства	BT1-0	ЦМ-2А
КЛТР, $10^{-6} \cdot K^{-1}$ (при 100 °С)	8,2	5,2
λ , Вт/(м·К) (при 400 К)	20	55,4
C , Дж/(кг·К) (при 100 °С)	540	456

КЛТР - коэффициент линейного термического расширения, λ - коэффициент теплопроводности, C - удельная теплоемкость

Различие теплопроводности в 1,5 раза приводит к высокому тепловому градиенту в зоне термического влияния. Увеличенный КЛТР при наличии повышенного температурного градиента приводит к накоплению деформаций при остывании, вследствие чего в сварном шве могут возникать механические напряжения. Это может приводить к зарождению микротрещин и нарушению вакуумной плотности сварного соединения.

Данные особенности учитывались при разработке технологии электронно-лучевой сварки деталей из сплавов BT1-0 и ЦМ-2А.

Был подобран режим для сварки двух деталей (Таблица 2). Одна деталь изготовлена из прутка BT1-0, другая – из ЦМ-2А (Рисунок 1).

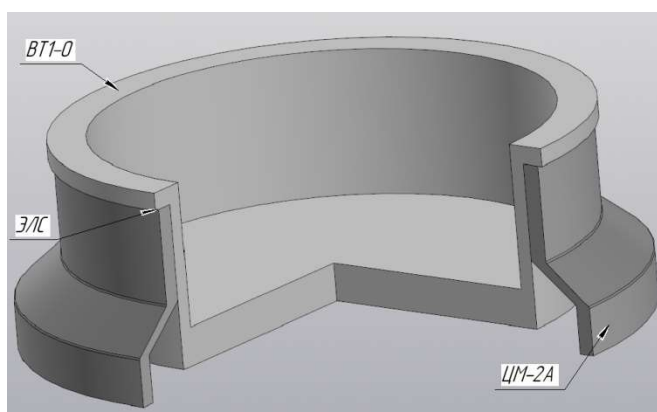


Рисунок 1. Объемная модель соединения BT1-0 и ЦМ-2А.

Таблица 2. Режим автоматической сварки на установке электронно-лучевой сварки

Уиск. kV	Исв. mA	Ифок. mA	Ввр. обор/мин	Внар. mA/сек	Всп. mA/сек
25	11	445	6	13	6

По режиму таблицы 2 было сварено пять образцов. Исследования вакуумной плотности сваренных узлов осуществлялись методом обдува на течеискателе с чувствительностью $5 \cdot 10^{-13}$ м³·Па/с. Соединение герметично на уровне $3 \cdot 10^{-11}$ м³·Па/с.

Наблюдаемая на рисунке 2 четкая граница между ЦМ-2А и сварным швом указывает на растворение твердого металла ЦМ-2А в расплаве BT1-0 в процессе сварки. Данные сплавы имеют неограниченную взаимную растворимость с образованием ряда твердых растворов. Жидкий титан контактирует с твердой поверхностью молибдена. Твердый молибден растворяется в жидком титане, образуя ряд растворов с различным процентным содержанием веществ в выделенном объеме.

Проведен элементный анализ сварного соединения по зонам с помощью сканирующего электронного микроскопа (Рисунок 2 - Рисунок).

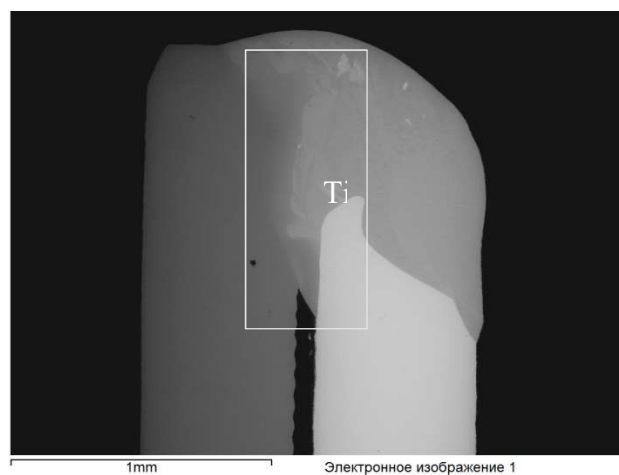


Рисунок 2. Общий вид сварного соединения.

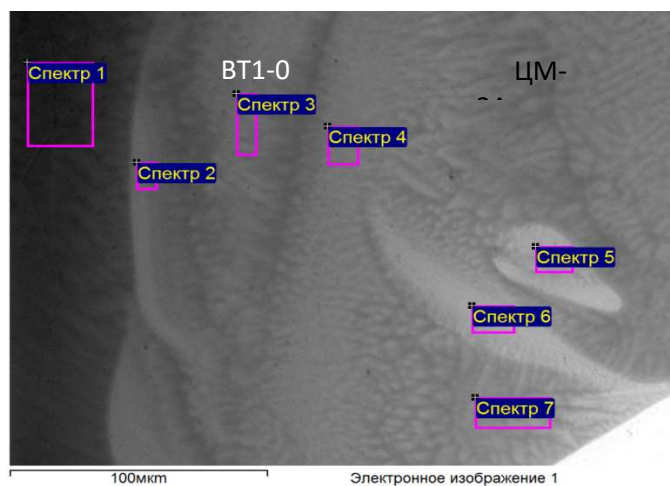


Рисунок 3. Изображение микроструктуры характерной зоны сварного шва.

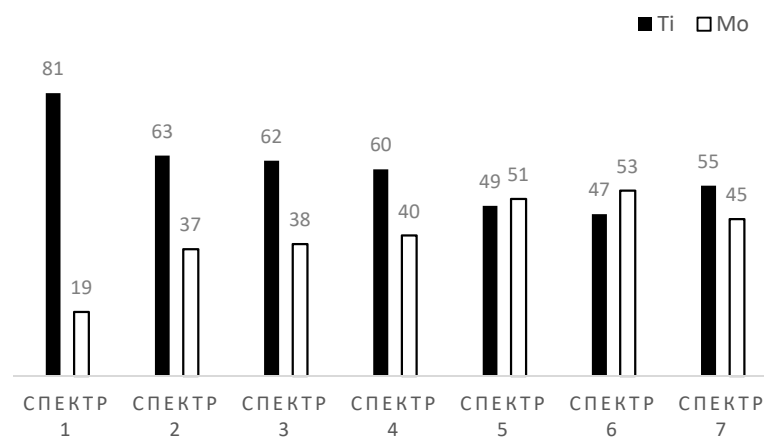


Рисунок 4. Распределение элементов в анализируемой зоне.

В результате проведенного элементного анализа преимущественно наблюдается равновесная структура раствора, состоящая из 50% титана и 50% молибдена. Предположительно, при растворении твердого молибдена в расплавленном титане происходит ликвационное перемешивание раствора с градиентом ликвации, направленным перпендикулярно от поверхности растворенного молибдена. Время существования жидкой фазы титана было ограничено, что привело к неравномерному распределению расплава вблизи нерасплавленного титана - ликвация не завершилась до полной кристаллизации. Из-за этого наблюдается неравномерное распределение титана и молибдена в данной области (от 80% титана до равновесных 50%).

Исследование механических характеристик полученного сварного соединения проводилось методом разрушающего контроля на 5-ти образцах. (Таблица 3).

Испытания проводились на универсальной разрывной машине с максимальным усилием 5кН.

Таблица 3. Результаты механических испытаний

№	Усилие разрыва, кгс	Место разрушения*
1	685	Отрыв шва от ЦМ-2А
2	815	В ОШЗ по ЦМ-2А
3	470	Отрыв шва от ЦМ-2А
4	532	Отрыв шва от ЦМ-2А
5	514	В ОШЗ и ОМ по ЦМ-2А

* - ОМ - основной металл соединения, ОШЗ - околошовная зона.

Графики усилия показывают, что разрушение сварного шва пары материалов ВТ1-0+ЦМ2А происходит по механизму хрупкого разрушения (График 1).

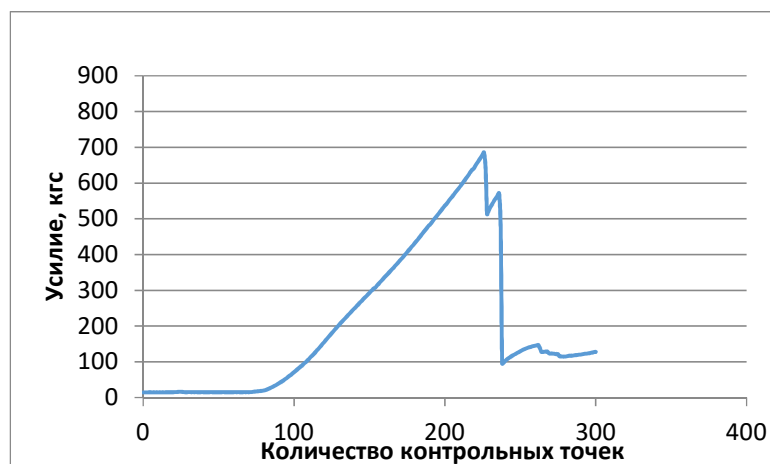


График 1. Усилие разрыва сварного соединения ВТ1-0 + ЦМ2А для 1-го образца.

Выводы

1. Разработана технология электронно-лучевой сварки деталей из сплава ВТ1-0 и ЦМ-2А.
2. Сварной шов ВТ1-0 и ЦМ-2А не содержит внутренних дефектов: несплавлений, пор, прожогов и трещин, что обеспечивает герметичность соединения не хуже $3 \cdot 10^{-11} \text{ м}^3 \cdot \text{Па/с}$.

3. Наблюдается растворение твердого ЦМ-2А в расплаве ВТ1-0 с образованием 50% раствора в примобибденовой зоне с увеличением процентного содержания титана по мере удаления от ЦМ-2А.

4. Механическая прочность сварного соединения ВТ1-0 и ЦМ-2А на разрыв составляет не менее 470 кгс. Разрушение сварного шва ВТ1-0 и ЦМ-2А происходит по механизму хрупкого разрушения.

Список использованных источников

- [1] Диаграммы состояния двойных металлических систем том 3, книга 1, Н.П. Лякишев, Москва, Машиностроение, 2001 г.
- [2] Формообразование, сварка и пайка тугоплавких материалов. - Мальцев М.В., Саксельцев В.Г., и др.; "Металлургия", 1976 г.
- [3] Сварка разнородных металлов, Д.М. Рабкин, В.Р.Рябов, С.М. Гуревич, «Техника», Киев, 1975 г.

Изучение влияния мощности разряда на характеристики покрытий оксида циркония, стабилизированного иттрием, полученных методом реактивного магнетронного распыления неохлаждаемой мишени

Г В Качалин, О С Зилова, К С Медведев, В А Касьяненко
ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», 111250, Москва, РФ

E-mail: kachalingv@mpei.ru

Аннотация. Изучено влияние мощности магнетронного разряда в диапазоне от 3 до 9 кВт на скорость осаждения, структуру и состав оксидных покрытий на основе циркония и иттрия. Показано, что с увеличением мощности наблюдается уплотнение структуры покрытий и снижение содержания кислорода. Оптимальная структура и состав покрытий получены при мощности 5 кВт. Скорость осаждения такого покрытия составила 6 мкм/час, что может быть приемлемо для практических приложений.

Ключевые слова: магнетронное распыление, неохлаждаемая мишень, скорость осаждения, структура, состав

Введение

Элементы горячего тракта газотурбинных установок и двигателей эксплуатируются в условиях воздействия высоких механических напряжений, температур до 1400 °С и агрессивных сред, что требует применения специальных покрытий, которые должны выполнять одновременно две основные функции: защищать изделия от высокотемпературного окисления и снижать температуру поверхности [1]. Такие защитные покрытия включают в себя слои жаростойких материалов, как правило, на никелевой основе, и термобарьерные керамические слои с низким коэффициентом теплопроводности. Сегодня, для промышленного применения, керамические слои покрытий наносятся методами атмосферного плазменного напыления (APS) и электронно-лучевого испарения (EB-PVD), однако существует альтернативный способ, обеспечивающий получение на подложке покрытий со столбчатой структурой – магнетронное распыление [2].

Результаты работ последних лет и развитие техники магнетронного распыления, в частности, реализация способа распыления неохлаждаемых мишеней, позволяют утверждать, что этот способ может дополнить, а возможно, и заменить для некоторых практических приложений способы упомянутые выше.

Настоящая работа является продолжением работ коллектива авторов по разработке технологических основ формирования покрытий методом магнетронного распыления неохлаждаемых мишеней [3,4] и посвящена изучению влияния мощности магнетронного разряда на характеристики оксидных покрытий на основе циркония и иттрия (YSZ).

Оборудование и методика проведения исследований

Нанесение покрытий в настоящей работе осуществлялось в вакуумной установке «Гефест-HIPIMS» [5], которая оснащена четырьмя планарными магнетронами, штатно расположенными по парам по системе «face-to-face». При этом возможности планетарного механизма установки позволяют провести ионную очистку образца одной парой магнетронов, а затем нанести покрытие другой парой. Нами была проведена модернизация узлов штатных магнетронов установки, за счет которой появилась возможность работать с неохлаждаемыми мишенями.

В рамках проведенных исследований формирование покрытий YSZ производилось распылением неохлаждаемой протяженной мишени. Габаритные размеры мишени – 710×65×6 мм, материал – Zr-90% Y-10% (ZrY). Покрытия наносились на образцы из нержавеющей стали. Во время проведения технологического процесса образцы закреплялись на специальной оснастке, которая вращалась непосредственно перед магнетроном. Расстояние мишень – ось вращения оснастки составляло 150 мм. Эксперименты проводились в среде аргона и кислорода особой чистоты. Подача аргона в вакуумную камеру производилась регулятором расхода газа РРГ-10. Управление подачей кислорода производилось по изменению оптического сигнала магнетронного разряда. Для этого использовался узкополосный оптический фильтр, пропускающий только излучение атомов циркония.

Технологический процесс формирования покрытий включал в себя прогрев и высоковакуумную откачку камеры до давления 8×10^{-3} Па, подачу плазмообразующего газа аргона с расходом 9,0 нл/час (для всех экспериментов), проведение ионной очистки образцов в тлеющем разряде в течение 10 минут парой магнетронов с охлаждаемыми мишенями, формирование металлического хромового подслоя в течение 10 минут, при этом производился одновременный разогрев неохлаждаемой мишени магнетрона при заданной мощности разряда. Затем, при уже разогретой мишени в камеру подавался кислород, оптический сигнал излучения циркония при этом начинал снижаться. При достижении падения оптического сигнала на 25 %, оснастка с образцами перемещалась к магнетрону с неохлаждаемой мишенью и формировалось оксидное покрытие. Затем, оснастка с образцами перемещалась в область магнетронов с охлаждаемыми мишенями, выключалась подача кислорода и некоторое время производилась очистка неохлаждаемой мишени. После этого процесс останавливался. Время формирования оксидного слоя для всех экспериментов было 30 минут. Мощность магнетронного разряда варьировалась в диапазоне от 3-х до 9-ти кВт.

В процессе проведения исследований производилось измерение температуры мишени с помощью хромель-алюмелевой термопары, королек которой размещался с торца мишени в отверстии диаметром 4 мм и глубиной 12 мм, так что он находился в непосредственной близости с областью горения магнетронного разряда.

Характеристики полученных покрытий: толщину, микроструктуру и состав исследовали на металлографических шлифах на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения TESCAN MIRA 3 LMU с EDS-спектрометром Oxford X-Max 50.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлены фотографии магнетронного разряда на неохлаждаемой мишени ZrY в среде аргона и кислорода при мощностях 3 кВт и 9 кВт. Также на рисунке 1 видно оснастку с образцами, расположенную непосредственно перед мишенью магнетрона.

На рисунке 2 приведена зависимость температуры ZrY мишени от мощности магнетронного разряда. Из рассмотрения представленной зависимости следует, что в условиях наших экспериментов температура мишени меняется от ~800 °С при мощности 3 кВт до ~1250 °С при – 9 кВт.

Результаты определения толщины, скорости осаждения и состава полученных покрытий представлены в таблице 1. На рисунке 3 приведены микроструктура и морфология поверхности покрытий YSZ.

Все покрытия имеют столбчатую структуру. При этом столбцы покрытия, сформированного при мощности 3 кВт, имеют хорошо выраженную перистую структуру. При увеличении мощности разряда наблюдается упорядочивание структурных элементов и уплотнение структуры, отмечается постепенный рост ширины волокон, составляющих столбцы, от 15÷30 нм при мощности 3 кВт до 60÷110 нм, при – 9 кВт. Ширина самих столбцов меняется в меньшей степени, она составляет 0.1÷0.3 мкм при мощности 3 кВт, 0.2÷0.4 мкм при - 5–7 кВт и 0.15÷0.35 мкм при – 9 кВт. Отметим, что при мощности 9 кВт сформированное покрытие имеет столбчатую структуру, сочетающуюся со слоистостью.

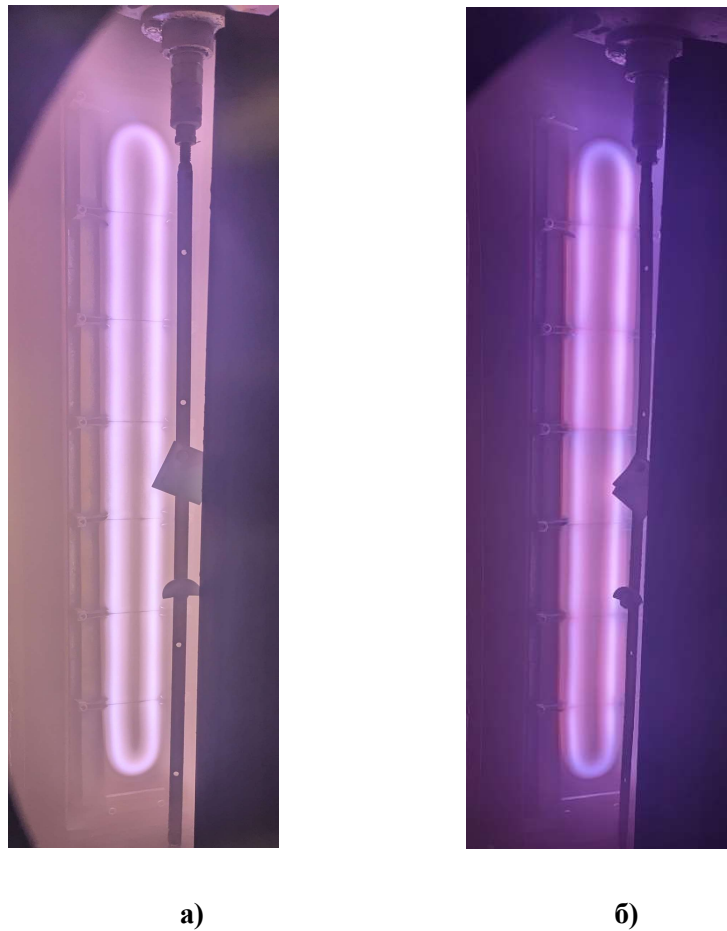


Рисунок 1. Фотографии горения магнетронного разряда с мишенью ZrY в среде аргона и кислорода при мощности разряда 3 кВт (а) и 9 кВт (б).

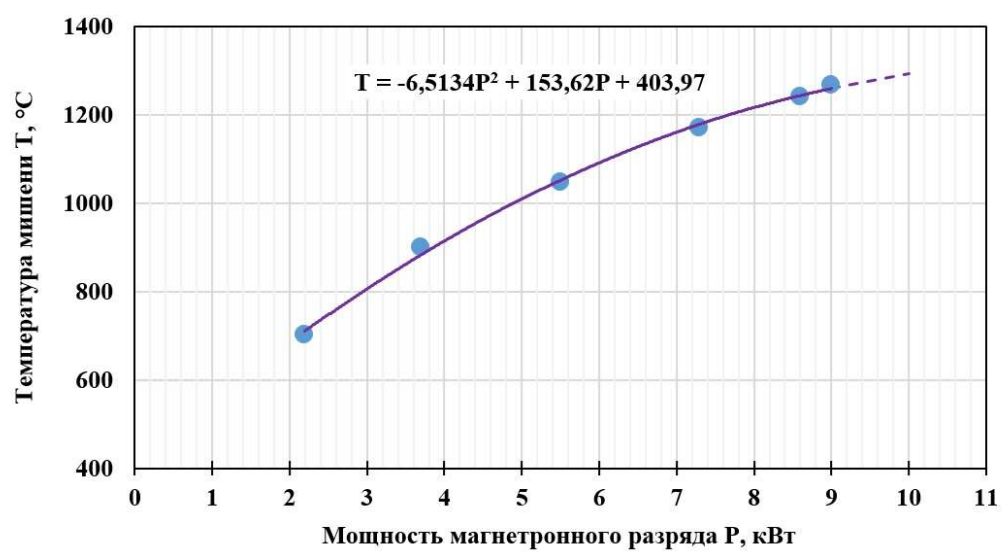


Рисунок 2. Зависимость температуры мишени от мощности магнетронного разряда.

Анализ морфологии покрытий показывает, что все покрытия имеют поверхность с иерархической структурой, в которой зерна состоят из более мелких субзерен, между зернами наблюдаются промежутки. При этом наиболее широкие - до $0.1 \div 0.15$ мкм, отмечаются у покрытия, сформированного при мощности 5 кВт. При увеличении мощности с 5 до 7 кВт покрытие становится более плотным, меняется форма субзерен на поверхности – с пирамидальной на округлую.

При увеличении мощности наблюдается снижение содержания кислорода в покрытии, что должно отрицательно сказываться на теплозащитных свойствах. По нашему мнению, это связано с высокими скоростями диффузии кислорода в цирконий при температурах более 1000 °С. Действительно, при мощности 9 кВт мишень разогревается, примерно, до температуры 1250 °С, при которой испарение мишени не происходит (давление паров циркония при температуре 1250 °С $\sim 10^{-9}$ Па, [6]). Вместе с тем, при таких температурах цирконий очень хорошо поглощает кислород, который диффундирует в него с очень большими скоростями. Например, в [7] сообщается, что при температуре 1100 °С кислород за 40 минут диффундирует на глубину до 200 мкм. При этом, механизм распыления горячей мишени ZrY нужно рассматривать как распыление мишени легированной кислородом, степень легирования зависит от температуры мишени.

Таблица 1. Результаты определения толщины, скорости осаждения и состава покрытий YSZ

Мощность, кВт	Толщина покрытия, мкм	Скорость осаждения мкм/час	Массовая доля элементов, %		
			Zr	Y	O
3	1.81±0.11	3.62±0.22	60.6±2.1	9.2±0.6	27.8±1.8
5	3.06±0.17	6.1±0.3	60.6±2.1	9.3±0.7	28.3±1.9
7	3.83±0.22	7.7±0.4	65.8±2.3	10.0±0.7	20.6±1.2
9	4.67±0.27	9.3±0.5	71.3±2.4	11.1±0.7	13.7±0.9

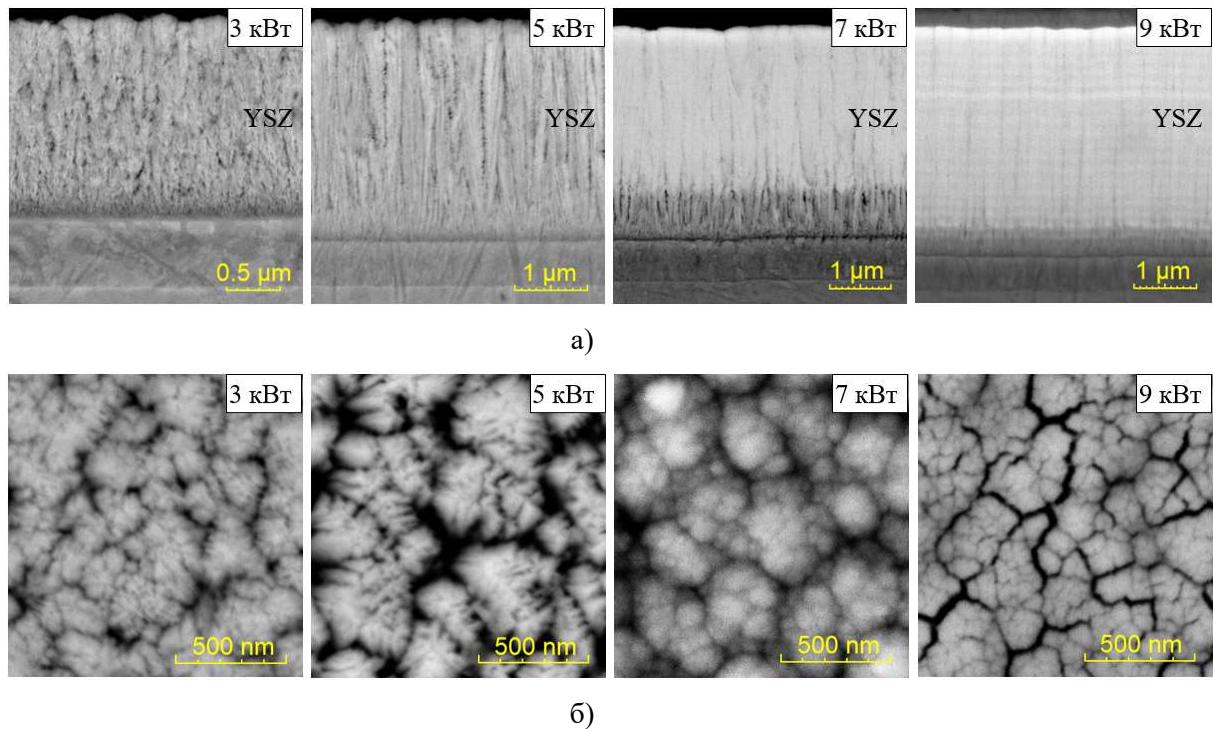


Рисунок 3. Микроструктура (а) и морфология поверхности (б) покрытий YSZ, сформированных при различной от мощности разряда.

Заключение

В результате серии выполненных экспериментов наблюдается возрастание (близкое к линейному) скорости осаждения YSZ в зависимости от мощности магнетронного разряда.

Экспериментально обнаружено, что при увеличении мощности разряда, наблюдается снижение содержания кислорода в покрытии и уплотнение структуры, что может быть связано с увеличением скорости диффузии кислорода в цирконий при увеличении температуры мишени и тем самым снижение интенсивности оптического излучения Zr, по которому нами производилось управление подачей кислорода.

Лучшим, из серии проведенных экспериментов, можно считать покрытие, сформированное при мощности 5 кВт, имеющее ярко выраженную столбчатую структуру и стехиометрический состав. Скорость осаждения такого покрытия, полученного распылением с одного магнетрона, составила около 6 мкм/час, что вполне приемлемо для практических приложений.

В дальнейшем нами планируется проведение комплекса работ по получению толстых, не менее 30 мкм, YSZ покрытий и исследование их теплопроводности.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № FSWF-2023-0016 (Соглашение № 075-03-2023-383 от 18 января 2023г.) в сфере научной деятельности на 2023-2025 гг.

Авторы отдельно выражают благодарность к.т.н. Парфененку М.А. за активное участие в подготовке и проведении исследований.

Список использованных источников

- [1] С.А. Будиновский, А.А. Смирнов, П.В. Матвеев, Д.А. Чубаров Разработка теплозащитных покрытий для рабочих и сопловых лопаток турбины из жаропрочных и

- интерметалидных сплавов // Труды ВИАМ. 2015. №4. Ст. 05 (viam-works.ru) DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-4-5-5.
- [2] С.А. Будиновский, О.Н. Доронин, А.А. Косьмин, А.С. Бенклян. Влияние состояния мишени системы Zr-Y-PЗМ на скорость ее распыления при нанесении керамического слоя ТЗП с помощью установки УОКС-3 // Авиационные материалы и технологии. 2021. №2 (63). С 85-92 DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-85-92 .
- [3] Исследование характеристик титановых покрытий, полученных методом магнетронного распыления неохлаждаемой протяженной мишени /Г.В. Качалин, К.С. Медведев, О.С. Зилова, А.Б. Тхабисимов, Д.И. Илюхин // Упрочняющие технологии и покрытия. 2024. Т. 20, №12. С. 557-560. DOI: 10.36652/1813-1336-2024-20-12-557-560.
- [4] Качалин Г.В., Медведев К.С., Медников А.Ф., Зилова О.С., Тхабисимоа А.Б., Илюхин Д.И., Касьяненко В.А. К вопросу о формировании термобарьерных покрытий методом магнетронного распыления // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 4. С. 51-61. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-4-70-5.
- [5] Качалин Г.В., Медников А.Ф., Медведев К.С., Бычков А.И. и Зилова О.С. 2023 *Вакуумная техника и технологии* 108–113.
- [6] Несмеянов А.Н. Давление пара химических элементов. Издательство Академии наук СССР, Москва, 1961, 396 стр.
- [7] Ли Э.В. Структура и сопротивление разрушению циркониевых сплавов после высокотемпературного окисления. Автореф. дисс. кан. техн. наук. – М.: 2014. – 24 с.

Технологические особенности нанесения проводящих покрытий на керамические основания методом магнетронного распыления

Н И Сушенцов, Д Е Шашин, А Д Дьячков, А Л Романов

¹ФГБОУ ВО «Поволжский государственный технологический университет»
424000, Россия, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола, пл. Ленина, д.3

E-mail: ShashinDE@volgatech.net

Аннотация. Металлизация печатных плат на керамическом основании необходима для тех применений, где важна хорошая теплопроводность и высокая стабильность электрических и механических параметров в широком диапазоне температур. Металлизация методом магнетронного распыления обеспечивает образование металлизированного покрытия с плотной структурой. Данный метод дает возможность на атомарном уровне воздействовать на процессы формирования покрытия и существенно улучшить его физико-технические параметры.

Формирование проводящих покрытий на керамические основания печатных плат производилось с помощью следующей технологии. На керамические основания марки ВК87 и ВК91 методом магнетронного распыления наносили пленку меди с подслоем хрома и без подслоя. Процесс формирования тонких пленок проводился с использованием модернизированной установки магнетронного распыления, созданной на базе установки вакуумного напыления УВН71ПЗ, которая применяется для формирования пленок на подложках из различных материалов, а также для применения в технологии изготовления гибридных интегральных схем, формирования преломляющих прозрачных слоев на оптических деталях информационно-измерительных приборов. Вакуумная схема установки изображена на рисунке 1.

Вакуумные, измерительные, пневматические, вычислительные составляющие установки магнетронного распыления объединены алгоритмом, предназначенного для управления оператором основными системами, входящими в установку магнетронного распыления. Данный алгоритм отображает данные о работе вакуумной установки и предоставляет управлять технологическим процессом.

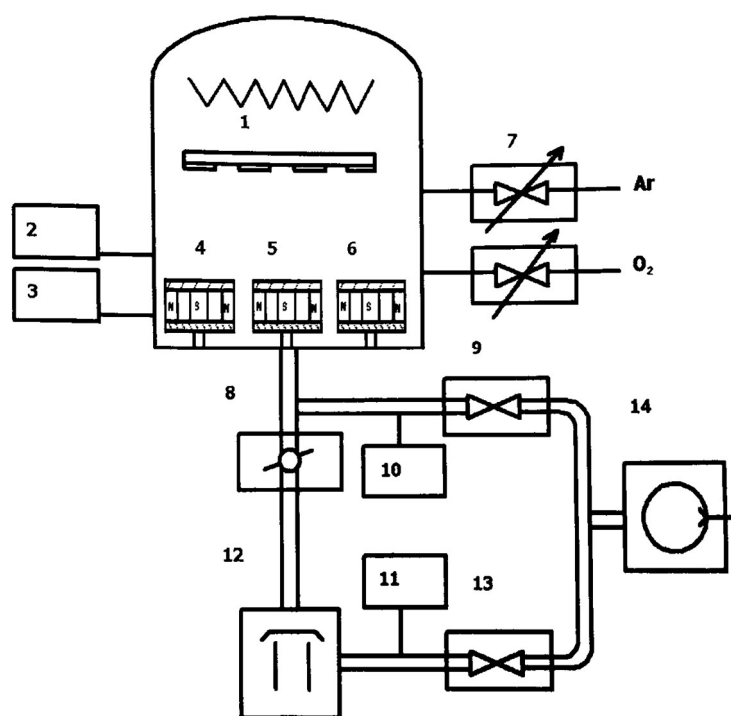


Рисунок 1. Схема вакуумной установки: 1 – подложкодержатель; 2 – ионизационный вакуумный преобразователь; 3 – термопарный вакуумный преобразователь; 4, 5, 6 – магнетронная распылительная система; 7 – натекатель газа; 8 – пневматический вакуумный затвор; 9 – обводной клапан; 10, 11 – терморезистивный вакуумный преобразователь; 12 – диффузионный насос; 13 – форвакуумный клапан; 14 – механический пластинчато-роторный насос.

Перед формированием пленок на керамические основания была выполнена предварительная очистка в ультразвуковой ванне в течение 15 минут в дистиллированной воде, а также в парах ацетона особой чистоты. После очистки керамические основания загружаются в вакуумную камеру и получается высокий порядка 2×10^{-3} Па.

При формировании проводящих покрытий использовался магнетрон с медной мишенью, а также магнетрон с хромовой мишенью для формирования адгезионного подслоя. Параметры формирования проводящих покрытий представлены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры формирования слоев

Мишень	Напряжение, В	Ток, А	Давление, Па
Cu	380	2	1
Cr	420	1	1

Мишени меди и хрома распылялись при предварительном нагреве подложки терморезистивным нагревателем до $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Формирование слоев выполнялось с использованием частотно-регулируемой системы подложкодержателя. Процесс формирования слоев с использованием аргона повышенной частоты при распылении. Распыление мишени хрома происходило в течение 5 минут. Мишень меди распыляли при указанных параметрах 40 минут с двух магнетронов. Так как проводящие покрытия должны быть нанесены с лицевой и экранной стороны керамического основания, то после нанесения на одну сторону и охлаждения оснований, в вакуумную камеру напускалась атмосфера, камера

открывалась, основания переворачивались, и процедура нанесения повторялась. Технологический процесс получения проводящих покрытий представлен на рисунке 2.

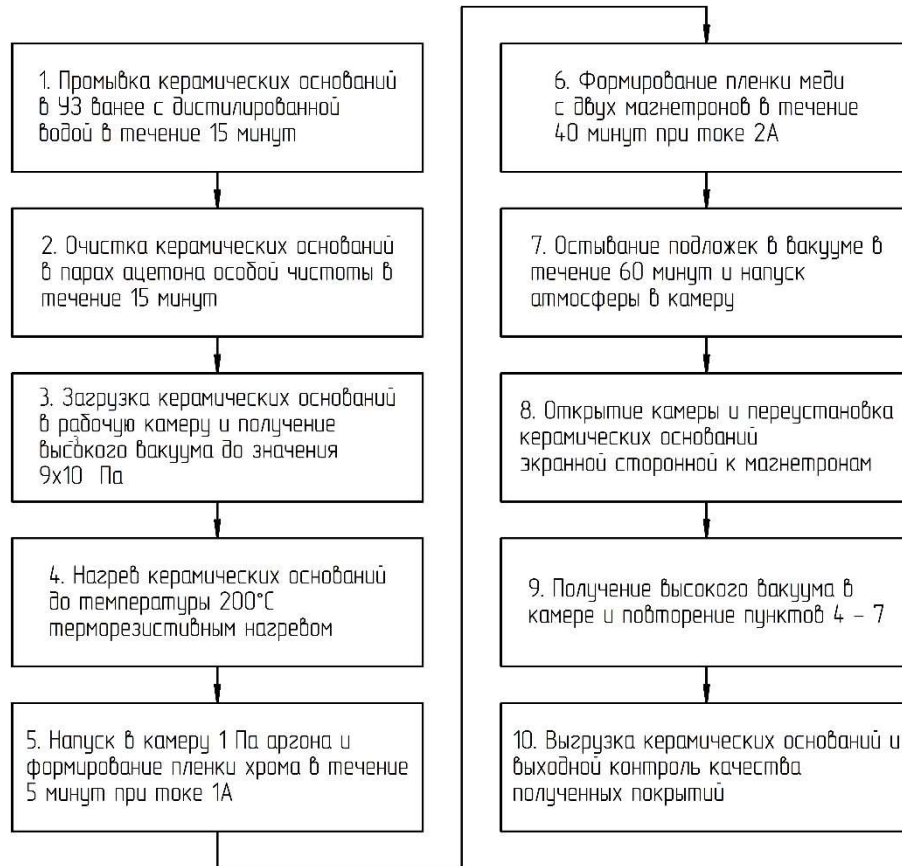


Рисунок 2. Технологический процесс получения проводящих покрытий на керамических основаниях.

Данный метод позволяет увеличить толщину покрытия проводящего слоя за счет использования в технологическом процессе двух магнетронов и повышением мощности на магнетроне.

К основным эксплуатационным характеристикам проводящих покрытий относятся: толщина, удельное поверхностное сопротивление, морфология поверхности покрытия.

Для того чтобы определить удельное поверхностное сопротивление полученных покрытий был использован четырехзондовый метод. Удельное поверхностное сопротивление полученных проводящих покрытий составило от 4 до 6 мОм/□.

Морфология полученных проводящих покрытий была исследована методом сканирующей зондовой микроскопии с использованием микроскопа NTEGRA Prima. При исследованиях учитывалось, что рельеф покрытия неоднороден, следовательно, необходимо ввести параметр X , который изменяется при сканировании. Принцип измерительной системы, при исследовании морфологии покрытия, основан на том, что параметр должен оставаться неизменной величиной. Так, система обратной связи формирует разностный сигнал, который усиливается и подается на исполнительный элемент, который изменяет положение зонда. Благодаря такому механизму можно исследовать каждый участок микрорельефа полученных проводящих покрытий, получая изображение. На рисунке 3 представлены результаты исследования.

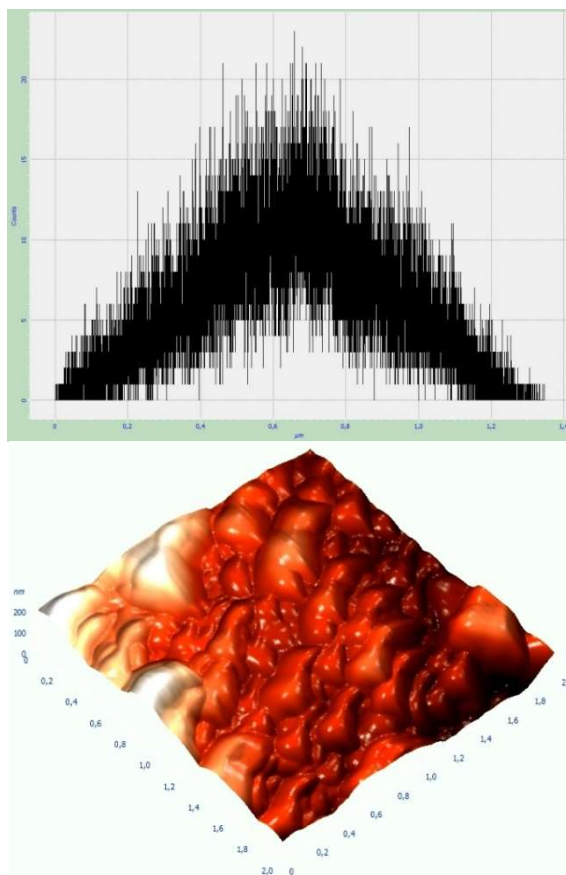


Рисунок 3. Результаты исследования проводящих покрытий методом атомно-силовой микроскопии.

В результате проведенных исследований было замечено, что образцы, сформированные по разработанному технологическому процессу, имеют наибольшее количество пиков высотой 200-300 нм, что повторяет морфологию поверхности керамического основания.

Толщина полученных покрытий была измерена с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) четвертого поколения с термоэмиссионным вольфрамовым катодом. Из анализов результатов, полученных с помощью электронного микроскопа, можно сделать вывод, что полученные покрытия имеют высокую степень равномерности при толщине слоя 8,11-8,12 мкм.

В результате работы, сформирована серия проводящих покрытий на керамических основаниях из алюмооксидной керамики марки ВК87 и ВК91 согласно разработанному технологическому процессу. Определены такие параметры полученных покрытий как толщина, морфология поверхности и поверхностное сопротивление.

Исходя из результатов проведенных исследований, можно сделать вывод, что при помощи метода магнетронного распыления возможно формирование проводящих покрытий на керамических основаниях печатных плат. Получаемые данным методом покрытия обладают высокой равномерностью по толщине, а также приемлемым значением удельного поверхностного сопротивления.

Эффективность данной методики нанесения проводящих покрытий на керамические основания методом магнетронного распыления заключается в подборе технологических параметров и гибком их варьировании в зависимости от требуемых выходных параметров формируемых проводящих покрытий.

Список использованных источников

- [1] Шмаков М., Паршин В. Школа производства ГПИС // Технологии в электронной промышленности. – 2007. – №3. – С.70-74.
- [2] ОСТ. В 11 1010-2001. Микросхемы интегральные бескорпусные. Общие технические условия.
- [3] Шашин, Д. Е. Формирование и исследование тонкоплёночных структур на основе оксида меди и оксида цинка, получаемых методом реактивного магнетронного распыления, для применения в солнечной энергетике / Д. Е. Шашин, С. А. Степанов, Н. И. Сушенцов // Вестник Поволжского государственного технологического университета. Серия: Радиотехнические и инфокоммуникационные системы. – 2017. – № 3(35). – С. 69-77. – DOI 10.15350/2306-2819.2017.3.69. – EDN ZRSXNX.
- [4] Шашин, Д. Е. Формирование фотокаталитических плёнок TiO₂ методом реактивного магнетронного распыления с применением квазизамкнутого пространства / Д. Е. Шашин, А. Д. Дьячков // Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Серия Приборостроение. – 2024. – № 3(148). – С. 75-90. – EDN LILUCB.
- [5] Шашин, Д. Е. Разработка математической модели формирования тонких плёнок оксида цинка с заданными значениями комплексной диэлектрической проницаемости / Д. Е. Шашин // Вестник Поволжского государственного технологического университета. Серия: Радиотехнические и инфокоммуникационные системы. – 2018. – № 4(40). – С. 74-81. – DOI 10.15350/2306-2819.2018.4.74. – EDN YPSPYA.

Влияние параметров магнетронного осаждения на пористость титановых покрытий

А С Пустогачев, П С Джумаев

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, Москва, Россия

E-mail: aidar20033@gmail.com

Аннотация. В ходе данной работы было исследование влияние рабочего давления, состава газовой смеси, обработки подложки на структуру титанового покрытия, получаемого магнетронным напылением. Были получены и проанализированы изображения микроструктуры поверхности геттерных покрытий, нанесенных при различных режимах напыления. На основе анализа полученных покрытий были выбраны оптимальные параметры магнетронного напыления, позволяющие получить пористое покрытия с минимальным количеством загрязнений.

Введение

Неиспаряемые геттеры в виде тонких покрытий являются одним из наиболее перспективных решений для создания и поддержания сверхвысокого вакуума благодаря сочетанию компактности, универсальности, большой скорости откачки на единицу поверхности и высокой способности к сорбции водорода, являющегося главным остаточным газом в вакуумных системах [1]. Титан обладает высокой растворимостью кислорода (больше 30%), высокой температурой плавления (1668 °С) и относительной дешевизной, что позволяет его использовать как один из основных элементов для создания геттеров.

Магнетронное напыление является перспективным методом нанесения покрытий, благодаря управляемости и воспроизводимости режимов, низкому уровню загрязнений, высокой адгезии к подложке и повышенной, в сравнении с другими методами, скорости осаждения. Помимо состава, геттерные свойства зависят от морфологии покрытия. Пористые покрытия имеют большую площадь активной поверхности по сравнению с плотными, что не изменяет температуру активации, но увеличивает емкость геттера (количество газа, которое способно поглотить покрытие до его насыщения), вероятность захвата молекул газа (за счет большего числа возможных столкновений) и скорость откачки газов [1, 2]. Целью работы являлось изучение влияния режима напыления на структуру получаемого титанового покрытия, а также выбор и отработка оптимального режима, позволяющего получить покрытие, сочетающее высокую пористость и чистоту по химическому составу.

Основными параметрами, определяющими структуру покрытия, получаемого методом магнетронного напыления, являются рабочее давление, состав газовой смеси, температура подложки и морфология поверхности подложки. Известно, что повышение температуры подложки усиливает поверхностную диффузию осаждаемых атомов, что приводит к увеличению плотности покрытия [2]. Поэтому, нагрев подложки и подача напряжения смещения в работе не проводились. Повысить шероховатость покрытия можно также за счёт изначальной шероховатости поверхности подложки. Неровность поверхности, границы зёрен, адсорбированные атомы, являются приоритетными местами осаждения атомов. Повышение рабочего давления также способствует увеличению пористости получаемого покрытия за счёт снижения энергии налетающих атомов [2]. Более того, добавление Не к традиционно

используемому при распылении Ag усиливает процесс рассеяния распыленных атомов и способствует образованию кластеров из осаждаемых частиц [3].

1. Методика исследования

На первом этапе было исследовано влияние шлифовки поверхности подложки на структуру напыляемого титанового покрытия. Поверхность образцов была предварительно выровнена шлифовальным диском зернистостью в 60 grit до визуального устранения неровностей. Затем, шлифовка проводилась дисками зернистостью в 120, 320, 600, 1200 grit. Также, один из образцов был отполирован.

Для обеспечения хорошей адгезии покрытия, подложки перед нанесением были очищены в ультразвуковой ванне. Оставшиеся после ультразвуковой очистки загрязнения: адсорбированные молекулы газов, пары воды, оксиды, органические загрязнения – очищаются ионной полировкой в камере установки КВК-10. Параметры ионной обработки приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры ионной полировки.

Давление, Па	Ускоряющее напряжение, кВ	Ток пучка, мА	Длительность, мин
0,08	2,5	90	30

Перед нанесением и ионной обработкой, установка КВК-10 откачивается в два этапа: форвакуумным спиральным насосом до $\sim 10^0$ Па и высоковакуумным турбомолекулярным насосом до $\sim 10^{-3}$ Па. Напыление проводилось в режиме DC при мощности 5 кВт и 4 кВт, без подачи напряжения смещения на подложку. Варьируемыми параметрами, определяющими режим напыления, являлись: рабочее давление, парциальные давления компонент газовой смеси, предварительная шлифовка поверхности подложки.

После нанесения покрытия, микроструктура и элементный состав покрытия были исследованы в растровом электронном микроскопе EVO 50 XVP.

Измерение водородной емкости проводилось экспресс-методом, применяемым в серийном производстве газопоглотителей.

Образец помещается в замкнутый вакууммируемый объём, равный 3 л. Данный объём откачивается до давления не более $6,5 \cdot 10^{-3}$ Па, после чего проводится вакуумно-термическая обработка образца с целью его обезгаживания и активирования. Режим вакуумно-термической обработки: нагрев под откачкой до температуры 400–600 °С, затем нагрев до температуры 800 °С и выдержка при ней в течение 30 минут (активирование). После остывания в течение 30–35 минут в объём подается заданная порция водорода, равная величине порядка 50 л·Па. Сорбционные параметры газопоглотителя оцениваются по скорости и количеству поглощённого водорода.

2. Экспериментальная часть

На первом этапе было исследовано влияние шлифовки поверхности подложки на структуру напыляемого титанового покрытия.

На рисунке 1 представлены электронно-микроскопические изображения покрытия, нанесенные на отполированный и обработанный диском в 60 grit образцы.

Обнаружено, что царапины, появившиеся в результате шлифовки, остаются и после нанесения покрытия, создавая «долины» за счет эффекта атомного затенения, при котором приоритетными точками осаждения напыляемых атомов являются выступы на поверхности. Также, было установлено, что покрытия на поверхности имеют пористую мелкозернистую структуру с размером зерна порядка 100 нм.

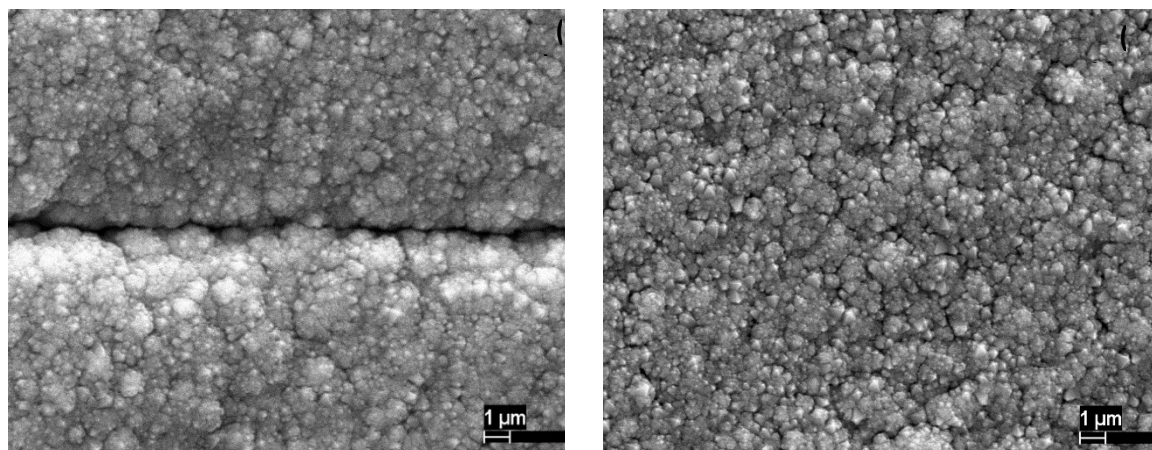


Рисунок 1. РЭМ-изображения микроструктуры поверхности покрытий. Атмосфера Ar, рабочее давление 0,5 Па. Подложка обработана диском 60 grit (a) и отполирована (b).

На рисунке 2 изображено поперечное сечение покрытия, нанесённого на отполированный образец. В поперечном сечении видно, что покрытие имеет пористую столбчатую структуру. Толщина покрытия составила примерно 14 мкм, скорость напыления, в свою очередь, составила примерно 7 мкм/ч. На границе покрытие-подложка не обнаружено нарушения адгезии. Концентрация кислорода при этом составила 10 % ат.

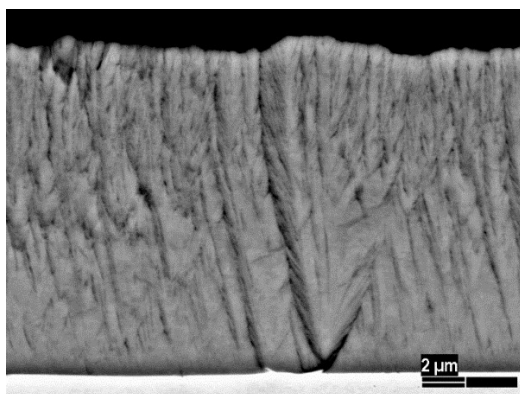


Рисунок 2. РЭМ изображение поперечного сечения покрытия, нанесённого на отполированный образец. Атмосфера Ar, рабочее давление 0,5 Па.

На рисунке 3 изображен излом покрытия, нанесенного на образец, обработанный диском в 320 grit. Подтверждено, что поры присутствуют во всей толщине покрытия.

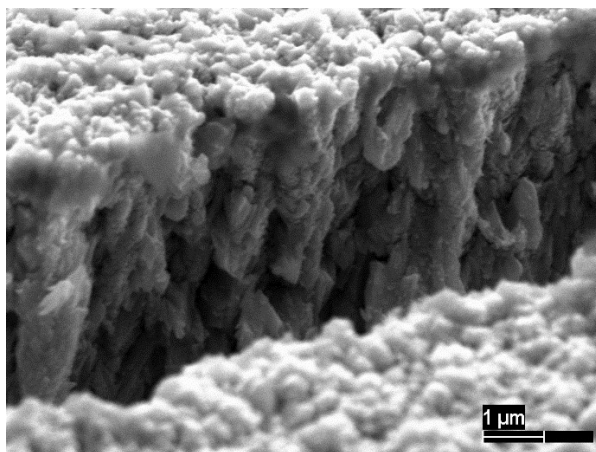


Рисунок 3. РЭМ изображение излома покрытия.

Несмотря на то, что предварительно нанесенные царапины влияют на структуру получаемого покрытия, число царапин недостаточно, чтобы оказать заметное влияние на пористость покрытия, даже при шлифовке дисками с большей зернистостью, что видно на рисунке 4.

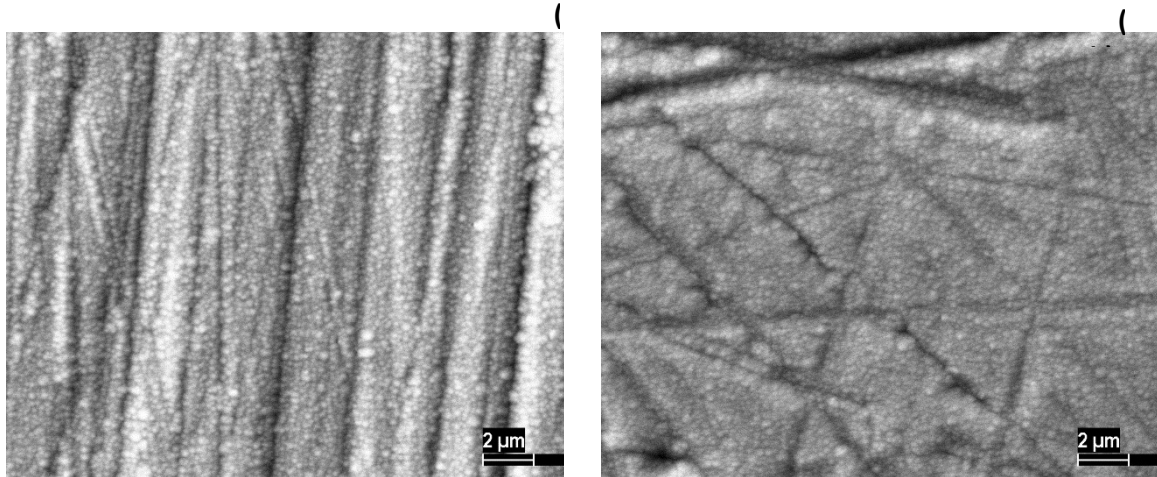


Рисунок 4. РЭМ-изображения микроструктуры поверхности покрытий. Атмосфера Ar 0,1 Па + He 0,2 Па. Подложки обработны диском в 1200 (a) и 600 (b) grit.

Как было упомянуто, использование He в сочетании с Ar способно усилить процесс рассеяния осаждаемых атомов Ti за счёт меньшей массы и большей средней скорости ионов He, что в итоге приводит к увеличению пористости получаемого покрытия.

На рисунке 5 изображены покрытия, полученные при рабочих давлениях 0,5 Па и 0,6 Па в атмосфере Ar и He. Видно, что увеличение давления сделало покрытие заметно более пористым. На изображениях видны кластеры частиц Ti, образовавшихся за счёт столкновений с частицами He, как и предсказывалось теорией.

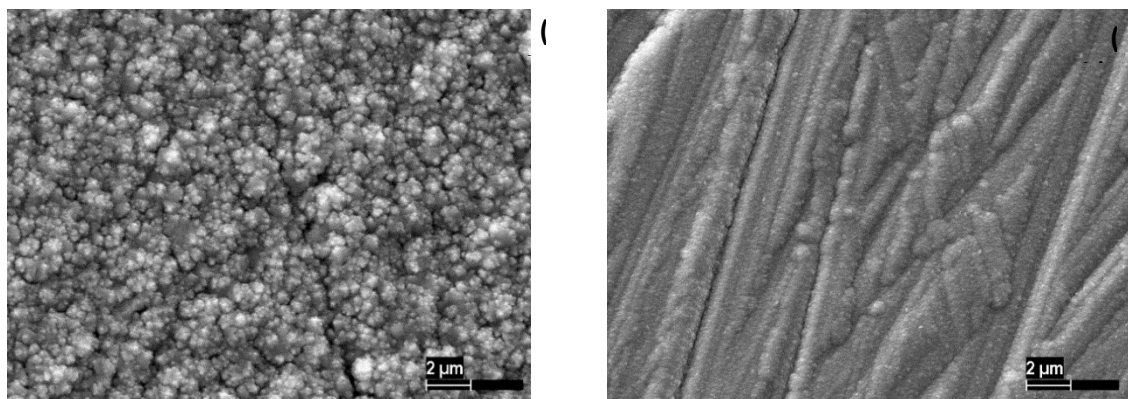


Рисунок 5. РЭМ-изображения микроструктуры поверхности покрытий. Подложки обработаны диском 600 grit. Атмосфера 0,4 Па Ar + 0,1 Па He (a) и 0,1 Па Ar + 0,5 Па He (b).

Также стоит отметить, что покрытия, полученные при более высоком давлении He, отличались большей чистотой по кислороду, максимальная измеренная концентрация кислорода составила 2 % ат.

Для определения емкости геттера были получены покрытия толщиной ≈ 100 мкм. Во время измерения сорбционной емкости, при нагреве было отмечено сильное газовыделение из образца, в результате чего давление повышалось до величины ~ 10 Па. Это может быть вызвано

десорбцией гелия из пузырьков или из гелий-вакансионных комплексов во время активации геттера [4].

Результаты измерения емкости представлены на рисунке 5. Полученные значения сопоставимы с серийно выпускаемыми геттерами.

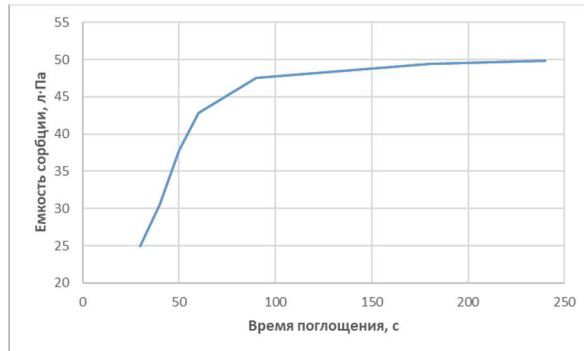


Рисунок 6. Результаты измерений сорбционной емкости. Атмосфера 0,4 Па Ar+0,1 Па He.

Выводы

Подтверждено наличие зависимости пористости получаемого покрытия от рабочего давления. Напыление при рабочем давлении аргона 0,5 Па и больше позволяет получить мелкозернистое пористое покрытие, однородное по толщине, без видимых дефектов на границе покрытие-подложка и нарушения адгезии, при этом скорость напыления составляет ≈ 7 мкм/ч.

Использование гелия совместно с аргоном в составе рабочей газовой смеси положительно влияет на пористость получаемого покрытия. Использование гелия позволяет снизить загрязнение покрытия по кислороду с 10 до 2 % ат.

Напыляемое покрытие наследует структуру подложки. Царапины, образовавшиеся в результате шлифовки подложек дисками различной зернистости, остались и после нанесения покрытия, оказав влияние на конечную морфологию поверхности. Тем не менее, число неровностей поверхности, полученных таким способом, оказалось недостаточным, чтобы оказать заметное влияние на получаемую структуру.

Список использованных источников

- [1] Giorgi T A, Ferrario B, Storey B 1985 *J. V. Sci. Technol. A* **2** 417–23.
- [2] Xu Y, Cui J, Cui H, Zhou H, Yang Z and Du J 2016 *J. Alloys Compd.* **661** 396–401.
- [3] Zhang X, Hampshire J, Cooke K, Li X, Pletcher D, Wright S and Hyde K 2015 *Int J Hydrogen Energy* **40** 2452–59.
- [4] Liu C Z, Shi L Q, Zhou Z Y, Hao X P, Wang B Y, Liu S and Wang L B 2007 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40** 2150-56.

Профиль краевой металлизации оптически прозрачных окон ИК-фотоприёмных устройств, формируемый методом вакуумного напыления

А В Трухачев¹, М В Седнев¹ и Н С Трухачева¹

¹ ГНЦ РФ АО «НПО «Орион», 111538, Москва, Россия

E-mail: orionmoscow@mail.ru

Аннотация. Исследуется процесс формирования краевой металлизации на входных окнах (германиевых, кремниевых и других дисках), используемых для ввода принимаемого светового потока фотоприемником, находящимся в защитном герметичном корпусе. В работе представлены результаты экспериментального исследования зависимости профиля краевой металлизации Ge дисков, формируемого магнетронным напылением, от конструктивных параметров загрузочного устройства. Представлены варианты конструкций загрузочных устройств. Экспериментально показано влияние толщины на профили краевой металлизации элементов конструкции загрузочного устройства, маскирующих диски при напылении.

Ключевые слова: Ge диски (входные окна) - оптически прозрачный элемент; конструкция фотоприемника; магнетронное напыление; Au; Ni; Mo; устройство для формирования краевой металлизации

Введение

В конструкции корпуса фотоприемника функционально необходимо входное окно [1÷3], которое изготавливают из оптически прозрачных [4], в том числе в ИК диапазоне, материалов: германий, кремний, сапфир и др. Для уменьшения потерь на отражение принимаемого светового потока формируют напылением антиотражающее покрытие (АОП) с двух сторон входного окна в центральной области, размер которой определен оптической схемой использования фотоприемника.

Герметичное соединение металлического корпуса и входного окна, как правило, выполняют пайкой. Для выполнения этой операции необходимо наличие краевой металлизации на поверхности входного окна (оптически прозрачного элемента), предназначенной для формирования пайкой герметичного шва между металлическим корпусом и краевой металлизацией оптически-прозрачного элемента. Краевая металлизация образует связную область по периметру входного окна и формируется на трех поверхностях оптически-прозрачного элемента: нижней, верхней и боковой.

Герметичность соединения краевой металлизации и оптически прозрачного элемента обеспечивается технологией обработки поверхности последнего и способом формирования металлических слоев на нем. Технология обработки верхней и нижней поверхностей определена требованиями к оптическим элементам конструкции фотоприемника, поэтому шероховатость этих поверхностей не превышает $R_z=0,05$ мкм, тогда как шероховатость боковой поверхности не влияет на оптические характеристики входного окна и может значительно превышать значения $R_z=1,0$ мкм, что существенно упрощает технологию обработки боковой поверхности, но накладывает требование на толщину краевой металлизации, которая должна быть больше величины шероховатости боковой поверхности.

Существуют различные способы формирования краевой металлизации [5÷7], включающие вакуумное напыление металлического покрытия, в том числе в сочетании с жидкостным

гальваническим осаждением толстого слоя пригодного для пайки металла на поверхность напыленного металлического покрытия. Метод магнетронного распыления является предпочтительным для формирования металлизации геометрически сложных поверхностей. Высокая энергия осаждаемых атомов при распылении мишени по сравнению с термическим испарением навески способствует увеличению адгезии и позволяет получить покрытие с более высокой плотностью и однородностью.

Необходимость защиты поверхности антиотражающего покрытия в процессе напыления краевой металлизации вынуждает использовать в конструкции загрузочного устройства маскирующий элемент, касающийся поверхности оптически прозрачного элемента с АОП. Высота этого элемента может существенно влиять на толщину краевой металлизации.

1. Оборудование, техника выполнения

Процесс формирования краевой металлизации осуществляли на установке магнетронного распыления, укомплектованной тремя магнетронами с распыляемыми мишенями диаметром 76 мм и станцией высокочастотного катодного распыления, предназначенной для очистки ионами аргона пластин, закрепленных в загрузочном устройстве. Последовательное напыление металлических слоев обеспечено возможностью перемещения магнетронов относительно станции очистки, но без вращения последней относительно магнетронов. В исследовании использовали один из возможных вариантов металлизации из молибдена, никеля и золота (Mo/Ni/Au). Эта комбинация материалов обеспечивает высокую адгезию с поверхностью диска, достаточную толщину и пассивацию никеля слоем золота на время межоперационного хранения перед пайкой. Распределение толщины слоя металла напыленного на пластину диаметром 76 мм имеет осевую симметрию. Толщина слоя уменьшается на 25-30 % от значения в центре.

Измерения профилей поверхности дисков до и после напыления выполняли контактным профилометром [8] с погрешностью не более 10 нм.

Для выявления зависимости профиля краевой металлизации Ge дисков от геометрии загрузочного устройства при проведении работ было использовано два вида загрузочных устройств. Конструкции устройств похожи, но имеют значительные различия: первое - загрузочное устройство с маскирующим элементом, касающимся поверхности оптически прозрачного элемента с АОП, высотой 1 мм и сплошным сепаратором, а второе – с касающимся поверхности оптически прозрачного элемента с АОП, высотой 100 мкм, и игольчатым сепаратором. Игольчатый и сплошной сепараторы обеспечивают фиксированное положение дисков в загрузочном устройстве. Игольчатый сепаратор касается вертикальных поверхностей дисков в трех точках, что позволяет исключить маскирование части боковой поверхности дисков при напылении со сплошным сепаратором. Суммарная высота маскирующих элементов, определяющая расстояние между загружаемыми Ge дисками и удерживающими нитями, обеспечивается соединением лазерной сваркой дисков с убывающим размером диаметра. Самая нижняя пластина маскирующего элемента выполняется из нержавеющей стали толщиной 0,1-0,2 мм в форме кольца, наружный диаметр которого определяет положение края металлизации, а внутренний границу касания маскирующим элементом поверхности загружаемых Ge дисков.

Для выравнивания толщины слоев на дисках процесс формирования краевой металлизации осуществлялся последовательно в два этапа: 1 этап - напыление трехслойного покрытия в исходной позиции, разгерметизация камеры, освобождение дисков удалением маскирующего элемента конструкции загрузочного устройства, поворот дисков на 180° вокруг своей оси, закрепление дисков маскирующим элементом; 2 этап - повторение процесса напыления.

2. Экспериментальные результаты и обсуждение

До формирования металлизации наблюдается две области: первая - край Ge диска с исходной поверхностью, вторая - с нанесенным антиотражающим покрытием. После формирования

краевой металлизации наблюдается три области. Первая - край Ge диска с трёхслойной металлизацией, состоящей из молибдена, никеля, золота. Вторая - с исходной поверхностью германия, третья - с нанесённым антиотражающим покрытием.

Профилограммы краевой металлизации, сформированные с использованием отличающихся конструктивными элементами загрузочных устройств, имеют определенные особенности. С одной стороны, наибольшие значения толщины металлизации до 2,5 мкм достигаются на краях дисков. Однако габаритами элементов конструкций, в том числе высотой маскирующего элемента, можно управлять распределением толщины напыляемого слоя на краю пластин. Использование загрузочного устройства с маскирующим элементом, касающимся поверхности оптически прозрачного элемента с АОП, высотой 100 мкм и игольчатым сепаратором позволяет сместить профиль краевой металлизации на 0,5 мм в направлении АОП. Такое поведение профилей металлизации можно объяснить, изучая схему процесса магнетронного распыления мишени на плоскую пластину через маски различной высоты.

При магнетронном распылении круглой мишени участвует вся поверхность, но вследствие взаимодействия скрещенных электрического и магнитного полей на мишени образуется кольцеобразная зона с максимальной скоростью распыления и толщина слоя на пластине, напыленного без маски, на краю меньше, чем в центре на 25÷30%. В то же время, распределение толщины напыленного слоя можно рассматривать как совокупность действия точечных источников разной интенсивности, распределенных по поверхности мишени. Поэтому при формировании пленочных покрытий напылением в непосредственной близости от маскирующих пластину элементов на поверхности образуется область полутени, в которой толщина слоя стремится к нулю. При этом протяженность этой зоны пропорциональна высоте маскирующего элемента. Тем не менее, изменяя геометрическую форму маскирующего элемента, можно добиться оптимального результата, сохраняя суммарную высоту маскирующего элемента, обеспечивающую необходимое расстояние между пластиной и удерживающими маскирующий элемент нитями.

Важным в процессе формирования краевой металлизации дисков является эффективность напыления покрытия на боковые вертикальные поверхности. Конечно, скорость роста металлизации на вертикальных поверхностях ниже в отсутствие возможности планетарного вращения загрузочного устройства относительно распыляемой мишени. Но даже при вращении пластины в загрузочном устройстве со сплошным сепаратором, нижняя ее часть закрыта от напыления. В устройстве с игольчатым сепаратором эта проблема решена, так как фиксирование пластин в горизонтальной плоскости осуществляется тремя точечными выступами.

Проведенные исследования использованы при разработке технологии впаивания входных окон из оптически прозрачных материалов, таких как кремний, германий, сапфир, и внедрены в производство различных фотоприемников с герметичной конструкцией [9].

Заключение

Формирование краевой металлизации на германиевых дисках (входных окнах) играет важную роль в различных областях, связанных с электроникой и фотоникой.

Результаты работы показывают возможности вакуумных методов формирования профиля краевой металлизации без применения жидкостных методов электрохимического осаждения на оптически прозрачных входных окнах, используемых в конструкциях фотоприемников. Профиль толщины металлизации зависит от выбора напыляемых металлов, метода напыления металлизации и геометрии элементов загрузочного устройства.

Применение загрузочного устройства с игольчатым сепаратором и минимальной высотой маскирующего элемента позволяет получить более однородную толщину краевой металлизации входного окна, пригодную для герметизации пайкой корпуса фотоприемника.

Список использованных источников

- [1] Diamond Materials GmbH, Freiburg, Germany www.diamond-materials.com
- [2] Damerow C and Erley W. *Journal of Vacuum Science & Technology A*. 1987. Vol. **5**. P. 2974. doi: 10.1116/1.574236.
- [3] Zilic K, Aboobaker A, Aubin F et al. *Rev. Sci.Instrum.* 2017. Vol. **88**. P. 045112. <https://doi.org/10.1063/1.4981814>.
- [4] Stenchly Vanessa, Lofink Fabian, Reinert Wolfgang. AR-concepts for hermetic wafer level packaging of uncooled FIR bolometer arrays Fraunhofer Institute for Silicon Technology Fraunhoferstr. 1, 25524 Itzehoe, Germany.
- [5] Болтарь К О, Седнев М В и Коротаев Е Д. Способ герметизации вакуумных металлических конструкций с оптически-прозрачными элементами. Патент № RU 2806855 С1. 2023.
- [6] Болтарь К О, Седнев М В и Трухачев А В, Способ формирования краевой металлизации оптически-прозрачных элементов для герметизации пайкой вакуумных металлических конструкций. Патент № RU 2806856 С1. 2023.
- [7] Седнев М В, Трухачев А В и Атрашков А С, Способ изготовления матричного фотоприемника. Патент № RU 2749957 С2. 2021.
- [8] Трухачев А В, Трухачева Н С, Седнев М В и Алиев Р М Метод контроля загрязнения поверхности полупроводниковой пластины по изменению шероховатости. 2020 *Успехи прикладной физики*. **Т.8.№5** 364-9.
- [9] Трухачев А В, Болтарь К О, Мансветов Н Г, Седнев М В и Трухачева Н С, Исследование профиля краевой металлизации оптически прозрачных окон, формируемого методом магнетронного напыления. 2023 *Успехи прикладной физики*. **Т.11.№6** 522-9.

Исследования технологических параметров при создании покрытий импульсным лазерным осаждением в вакууме

М И Васильев¹, Ю Д Дудник¹, А А Сафронов¹, В Н Ширяев¹ и О Б Васильева¹

¹ФГБУН Институт электрофизики и электроэнергетики РАН, 191181, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: milavas@mail.ru, julia_dudnik-s@mail.ru

Аннотация. В работе рассмотрено влияние технологических параметров на процесс импульсного лазерного осаждения в вакууме покрытий гидроксипатита кальция и тонких чередующихся слоев оксида алюминия и оксида циркония с помощью эксимерного лазера KrF с длиной волны излучения 248 нм. Исследовалось влияние плотности энергии импульса, давления кислорода в вакуумной камере, приложения электрического поля различной полярности между подложкой и мишенью на процесс осаждения. Проводились измерения спектров излучения плазменного облака атомов и ионизованных частиц при различных давлениях в вакуумной камере во время процесса осаждения с целью исследования состава частиц в плазме. Выполнена фиксация изображений плазменного облака фотокамерой при различном давлении кислорода в вакуумной камере и проведена их обработка.

Возможность получения тонкопленочных покрытий представляет значительный интерес в различных отраслях науки и медицины. В научной литературе описано достаточно много методов изготовления таких тонких пленок. Одним из наиболее универсальных и экономически выгодных методов выращивания тонких пленок является импульсное лазерное осаждение Pulsed Laser Deposition (далее – PLD) [1] в котором используется испарение металлической или керамической мишени высокоэнергетическим лазерным импульсом с высокой плотностью мощности. В результате воздействия импульса на мишень образуется плазменное облако, продукты которого осаждаются на поверхности подложки.

В этом исследовании использовалась вакуумная камера из нержавеющей стали, в которой давление с помощью механического и турбомолекулярного насосов могло быть откачено до давления не менее чем $8 \cdot 10^{-7}$ Торр. Перечисленное оборудование представлено на рисунке 1.

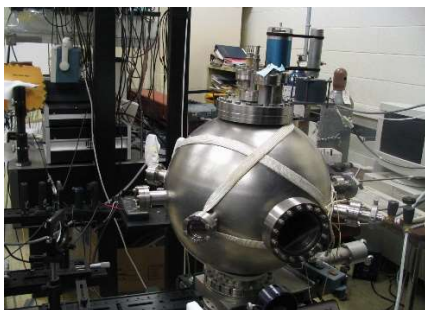


Рисунок 1. а) вакуумная камера из нержавеющей стали б) механический и турбомолекулярный насосы.

Для изучения влияния давления в камере на процесс напыления эксперименты проводились при давлениях $5 \cdot 10^{-5}$, $5 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-3}$, $5 \cdot 10^{-2}$, $5 \cdot 10^{-1}$ и 5 Торр.

Для испарения материала мишени использовался эксимерный лазер KrF с длиной волны излучения 248 нм с частотой повторения 10 Гц и длительностью импульса ~ 20 нс. Плотность энергии импульса варьировалась от $1,4 \text{ Дж/см}^2$ до $8,7 \text{ Дж/см}^2$. Луч лазера был сфокусирован на площади 3 мм^2 на мишени с углом падения $\sim 40^\circ$. Расстояние между точкой абляции и центром подложки составляло $\sim 25 \text{ мм}$.

Критически важным параметром PLD является высокий вакуум. Так, при высоком давлении или при использовании низкой плотности энергии импульса, плазма может иметь некоторые ограничения в распространении по направлению к подложке — продукты испаренной мишени могут не достигать подложки. Поэтому при высоком вакууме в камере данная технология может быть использована, в том числе, и для создания покрытий из материалов, которые невозможно легко напылить каким-либо другим способом. Отметим, что ещё одним технологическим параметром процесса является электрическое поле, которое может быть эффективно использовано для притяжения и ускорения заряженных частиц испаренного материала по направлению к подложке.

Лазерно-индуцированная плазма, движущаяся в направлении подложки, состоит из атомов, частично ионизированных атомов мишени, электронов и ионизованных газов, находящихся в вакуумной камере. Поэтому на движение заряженных частиц могут влиять внешние электрическое и магнитное поля. На рисунке 2 а) показана зависимость скорости нанесения материала от давления в камере при энергии импульса $1,4 \text{ Дж/см}^2$.

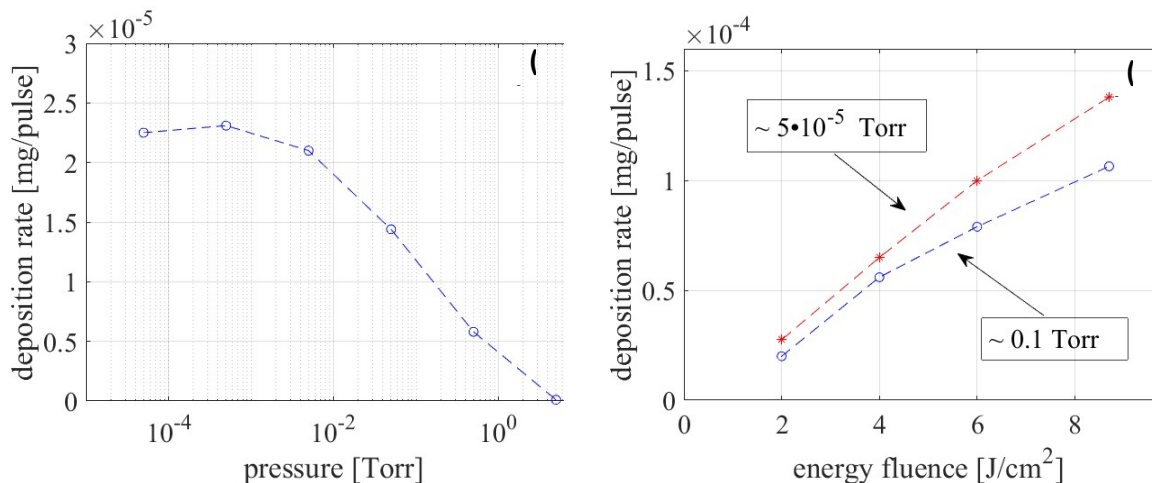


Рисунок 2. а) Скорость осаждения в зависимости от давления в вакуумной камере б) Скорость осаждения в зависимости от плотности потока энергии.

На рисунке 2 б) показана зависимость скорости нанесения материала от плотности энергии импульса при давлениях $\sim 5 \cdot 10^{-5}$ и $\sim 0,1$ Торр.

Как можно увидеть из рисунка 2, существует дополнительная возможность варьировать параметры технологического процесса такие как: плотность энергии импульса, величину и полярность приложенного электрического поля между мишенью и подложкой в диапазоне давлений от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ Торр.

Очевидно, что скорость нанесения пропорциональна потоку энергии лазерного луча как при высоком, так и при низком вакууме. Однако, в области относительно высокого вакуума приложение электрического поля от -1 кВ до -4 кВ не оказывает сильного влияния на скорость нанесения, как это дополнительно видно из рисунка 3.

С целью анализа состава испарённого плазменного облака проводилось измерение спектральной интенсивности излучения с помощью быстрого спектрометра высокого разрешения (HR 2000+, Ocean Optics Inc.) в диапазоне от 268 до 486 нм со спектральным разрешением $0,08 \text{ нм}$. В качестве коллиматора использовался LC-22 от Multimode Fiber Optics,

Inc., который не имел определенного фокусного расстояния (фокусное расстояние равно бесконечности). Он позволял легко собирать свет от плазменного облака и напрямую подключался к оптоволоконному кабелю по стандарту SMA для ввода в спектрофотометр.

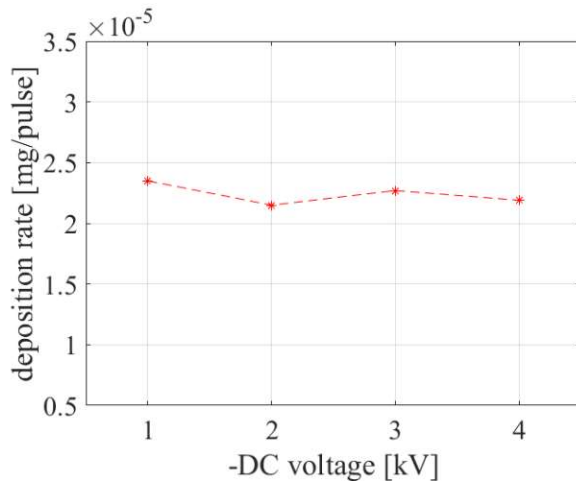


Рисунок 3. Влияние внешнего отрицательного электрического поля постоянного тока на скорость осаждения.

Изображения струи плазмы при различном давлении газообразного кислорода в вакуумной камере во время процесса абляции были получены при помощи цифровой камеры Nikon D80, у которой количество эффективных пикселей равнялось 10 мегапикселей, а максимальная скорость затвора составляла 1/4000 с.

Были проведены эксперименты по испарению трех различных мишеней. Изображения струи плазмы были получены при давлениях $5 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-3}$; $5 \cdot 10^{-2}$; $5 \cdot 10^{-1}$ и 5 Торр. В качестве первой мишени служил оксид алюминия Al_2O_3 . Второй мишенью был горячепрессованный диоксид циркония ZrO_2 , стабилизированный 5% масс. оксида иттрия Y_2O_3 . Третья мишень представляла собой спеченные диски гидроксиапатита кальция. На рисунке 4. показаны изображения облака плазмы в процессе лазерного испарения мишеней, полученные при низком давлении газообразного кислорода $5 \cdot 10^{-5}$ Торр в вакуумной камере. Представлены результаты испарения указанных мишеней, для которых энергия импульса была одинаковой и составляла $\sim 1.4 \text{ Дж/см}^2$.

В использованной цифровой камере Nikon D80 световой поток проходит через фильтр Байера - двумерный массив трех пространственно-разнесенных цветных фильтров, накрывающих фотодиоды фотоматрицы. Цветное изображение формируется как результат применения фильтра Байера, состоящего из 25 % красных, 25 % синих и 50 % зелёных светофильтров с соответствующими спектральными полосами пропускания. Нами была проведена обработка изображений облака плазмы, когда отдельно рассматривались двумерные матрицы изображения синего В, зеленого G и красного R цветов. При этом для каждого отдельного изображения R, G и В проводилось построение контурных графиков. Контуром является путь (линия) в изображении, вдоль которого значения интенсивности изображения равны константе. Эти контуры отображаются в градациях искусственной палитры.

Как видно из рисунка 4. для мишени из Al интенсивность облака плазмы наиболее сильна на изображении В голубого фильтра. На изображении зеленого G фильтра плазменное облако едва достигает подложки. Обратная картина наблюдается для гидроксиапатита кальция: более мощное плазменное облако со структурой «гриба» присутствует на R изображении. Менее развито облако на G изображении. Облако практически не достигает подложки на В изображении. Аналогичная картина разных интенсивностей R, G, В изображений присутствует и для мишени ZrO_2 (средний столбец рисунка 4). Для объяснения указанных различий необходимо анализировать спектры излучения плазменного облака каждой из мишеней. Так, для гидроксиапатита кальция характерно мощное излучение Ca I в красной области спектра. В

синей области спектра у кальция присутствуют достаточно сильные линии Ca II на 393.3663 нм и 396.8469 нм $3p^4s \rightarrow 3p^4p$. Видимо поэтому наличие в R изображении «гриба» может быть объяснено переизлучением в плазме.

Следует отметить важность измерения спектров излучения и фиксации изображений плазменного облака атомов и ионизованных частиц при различных давлениях в вакуумной камере во время процесса осаждения с целью исследования состава частиц в плазме и получения наилучших свойств покрытий.

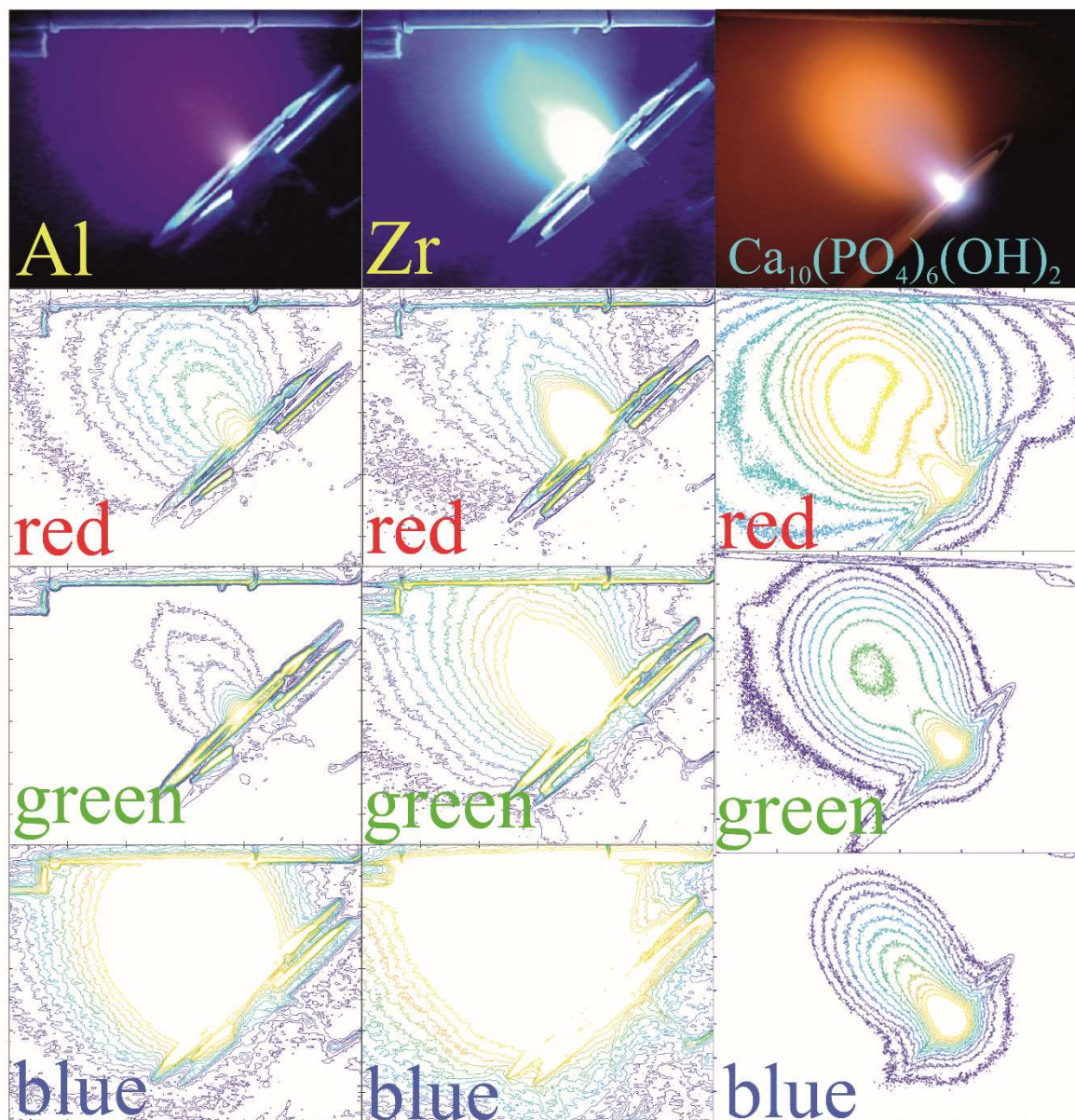


Рисунок 4. Изображения плазменного факела, обработанные красным, зеленым и синим фильтрами.

Список использованных источников

- [1] Dinda G, Shin J and Mazumder J 2009 Acta Biomaterialia vol 5 pp 1821–1830.

Изучение газовой фазы в процессе синтеза гибридных структур SiC/Si методом согласованного замещения атомов

М Г Воробьев¹, А Г Кузьмин², Ю А Титов², О И Коньков^{1,3}, С В Разумов¹ и С А Кукушкин¹

¹ Институт проблем машиноведения РАН (ИПМаш РАН), Санкт-Петербург, Россия

² Институт аналитического приборостроения РАН (ИАП РАН), Санкт-Петербург, Россия

³ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН (ФТИ РАН), Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vmaximg@bk.ru

Аннотация. В работе представлены результаты масс-спектрометрических исследований газовой фазы в процессе синтеза карбида кремния на кремниевых подложках методом согласованного замещения атомов. Проведено изучение состава газообразных продуктов реакции с использованием квадрупольного масс-спектрометра с прямым вводом пробы при температурах от комнатной до 1350°C. Экспериментально обнаружены и идентифицированы ключевые соединения, участвующие в процессе роста SiC. Определен температурный диапазон десорбции водорода с пассивированной поверхности кремния с максимумом при 520°C, что имеет важное значение для оптимизации процесса подачи силана. Зафиксировано образование монооксида кремния при температурах выше 900°C, подтверждающее протекание основной реакции формирования карбида кремния.

Ключевые слова: масс-спектрометрия, карбид кремния на кремнии, метод замещения атомов, десорбция водорода, монооксид кремния, газофазные реакции, эпитаксиальные пленки, полупроводниковые наноструктуры

Карбид кремния (SiC) – перспективный полупроводник, уникальное сочетание свойств которого позволяет использовать его в многих отраслях современной электроники. Так, например, приборы на основе SiC широко используются на возобновляемой энергетике, умных домах и силовой электронике [1]. Одним из ограничивающих факторов широкого пользования этого материала является дороговизна подложек. Альтернативой стандартных методов производств кристаллических подложек SiC является метод согласованного замещения атомов (MCSA method) [2,3], позволяющий получать подложки карбида дешевле и проще аналогов.

Метод согласованного замещения атомов – гетерофазная эпитаксия плёнки карбида кремния на кремниевой подложке, протекающая по реакции:



Согласно теоретическим расчётам, представленным в обзорах [2,3], данная реакция протекает в две стадии. Первый этап заключается в реакции взаимодействия молекулы CO с кремниевой подложкой, в результате чего образуются энергетически активные атомы углерода и кислорода. Последний, связываясь с атомами кремния, образует молекулу SiO и удаляется из зоны реакции вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ кристалла Si, вдоль которых находятся самые большие по размерам каналы (междоузлья) Si. При этом в кристаллической решётке кремния образуется кремниевая вакансия (V_{Si}). Согласно квантово-химическим расчётам V_{Si} образует с атомом

углерода упругую связь, образуя промежуточное состояние «кремниевая вакансия – атом углерода – матрица кремния» ($C-V_{Si}$). Атомы углерода находятся в межузельных позициях относительно кремниевой матрицы. На втором этапе атомы углерода сдвигаются в сторону атомов кремния, формируя карбид кремния. Появление решётки карбида кремния сопровождается формированием пустот под плёнкой, поскольку наблюдается разрыв связей кремния. Можно заметить, что размер пяти постоянных решёток SiC до 5 знака после запятой совпадает с 4 постоянными решётками Si. Данные пустоты мы называем усадочными порами. В процессе усадки формируются дополнительные кремниевые вакансии в плёнке SiC. Для их «залечивания» в качестве дополнительного источника кремниевых атомов используется моносилан (SiH_4). Помимо этого обнаружено, что добавление моносилана в объём реактора уменьшает испарение атомов Si, что уменьшает шероховатость получившейся плёнки.

Для определения газообразных веществ в реакторе был проведён эксперимент в камере из кварцевого стекла объемом 10 л., в которой была установлена графитовая реакционная ячейка объемом 10 мл. Исследовались три типа газообразных веществ, участвующих или образующихся: оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO_2), смесь 5% силана (SiH_4) в CO . Напуск образцов в камеру реактора производился через специальный натекаль, который поддерживал постоянный поток. Давление в камере реактора поддерживалось на уровне 2 мбар. С помощью индукционного нагревателя спирального типа мощностью 3 кВт осуществлялся постепенный нагрев газа в реакторе от комнатной температуры до $1350\text{ }^{\circ}C$. Прямой отбор продуктов разложения производился непосредственно из графитовой реакционной ячейки через керамическую трубку длиной 100 мм с диаметром внутреннего канала 1 мм. Перед помещением в реактор поверхность кремниевых пластин была предварительно обработана от естественного оксида и металлических загрязнений по методике [4]. В ходе двухступенчатой обработки поверхность пассивируется гидридными группами. Затем продукты поступали через специальную систему ввода непосредственно в квадрупольный масс-спектрометр MS7-200 с ионизацией электронным ударом и прямым вводом пробы, разработанный в ИАП РАН [5,6]. Масс-спектрометр имел диапазон масс $2\div 200$ Да и разрешающую способность 0.5 Да.

Масс-спектрометрическим методом подтверждено наличие десорбции водорода с кремниевой пластины. Для анализа важно понимать, что молекулярный ион водорода H_2^+ ($m/z=2$) присутствует в масс-спектрометре как фрагмент ионизации остаточных паров воды, что осложняет интерпретацию результатов. Однако, проведение экспериментов по контролируемому нагреву пластин с пассивированной поверхностью и без покрытия водорода однозначно показывает наличие пика десорбции с центром $520\text{ }^{\circ}C$, в то время как кривая выхода водорода в эксперименте с чистым кремнием имеет пологий характер.

Результаты нашего эксперимента согласуются с экспериментами, представленными в литературе. Согласно [4], поверхность Si покрыта водородными связями, моногидридной группы Si-H, дигидратов ($Si-H_2$) или тригидритов ($Si-H_3$), образуя качающиеся связи с кремнием (silicon dangling bonds). Исследования, проводимые методами электронным парамагнитным резонансом [7] и инфракрасной спектроскопии поглощения [8] на аморфном кремнии и Si ориентаций 111 и 100 соответственно подтверждают данный факт. Важно отметить, что нагрев был равномерный, без изменения мощности реактора. Данный результат играет важнейшую роль, поскольку определён точный диапазон температур, при которых возможна подача моносилана.

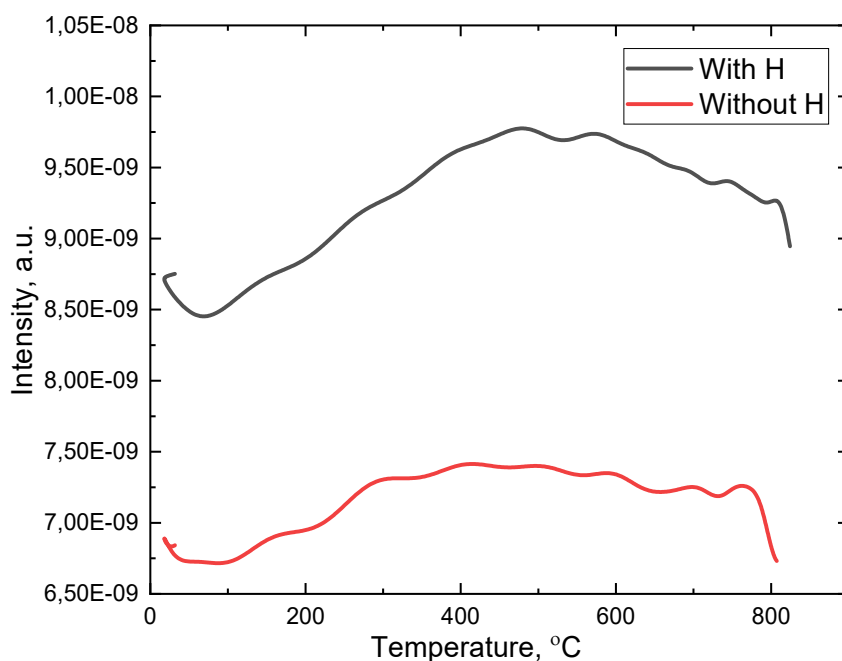


Рисунок 1. Сигнал водорода H_2 в эксперименте с пассивированной и необработанной пластиной.

Также была найдена газообразная молекула SiO , являющаяся важной составляющей реакции (1).

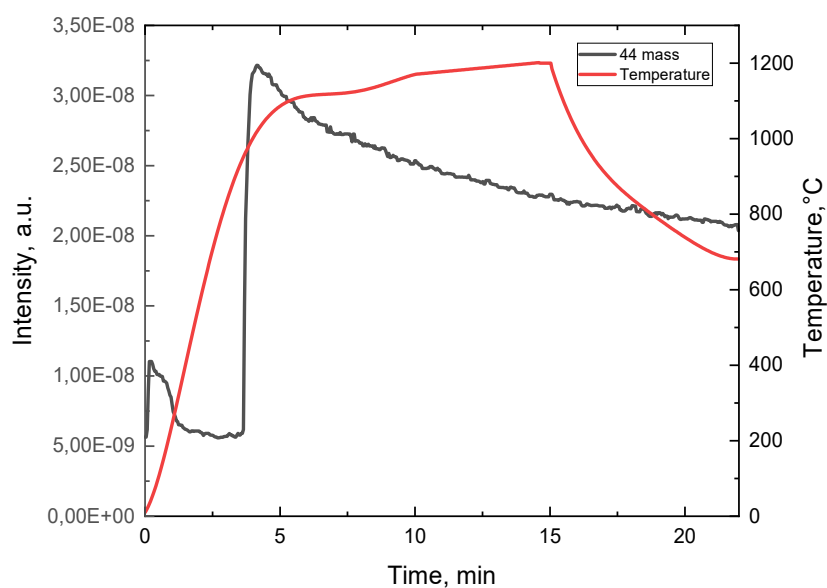


Рисунок 2. Сигнал $m/z=44$, отвечающий за молекулу SiO .

Начальный высокий уровень сигнала при низких температурах на графике сигнала $m/z=44$ соответствует газу CO_2 , неизменно присутствующему в атмосфере. Спад сигнала происходит, во-первых, из-за продолжения откачки, во-вторых, из-за повышения вероятности диссоциации этого газа на фрагментирующие ионы CO^+ ($m/z = 28$) и O^+ ($m/z = 16$), что подтверждается детальным анализом соответствующих графиков. Однако, при достижении температуры в 900°C и подаче газа CO , происходит резкий скачок, сигнализирующий о начале реакции (1) и резкому выделению SiO .

В результате проведенных исследований методом масс-спектрометрии был изучен состав газовой фазы в процессе роста карбида кремния на кремнии методом согласованного замещения атомов. Был определен температурный диапазон десорбции водорода с пассивированной поверхности. Обнаружено образование газообразного SiO при температурах выше 900°C при подаче CO , что является прямым экспериментальным доказательством протекания основной реакции (1) формирования карбида кремния методом согласованного замещения атомов. Полученные результаты имеют важное значение для понимания механизма роста пленок карбида кремния на кремнии и могут быть использованы для оптимизации технологических параметров процесса. Установление точных температурных диапазонов десорбции водорода и образования SiO позволяет более точно контролировать условия синтеза.

Благодарности

Воробьев М.Г., Кукушкин С.А. Разумов С.В, выполняли свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ИПМаш РАН. Номер учредителя № FFNF-2021-0001. Регистрационный номер темы: 121112500383-9. А.Г. Кузьмин и Ю.А. Титов выполняли свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ИАП РАН. В рамках темы FFZM-2022-0009 (номер гос. регистрации 122040600002-3) государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ № 075-01157-23-00. О.И. Коньков выполнял свою часть этой работы в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Регистрационный номер темы: FFUG-2024-0027».

Список использованных источников

- [1] Kaminski M , Król K , Kwietniewski N , Mysliwiec M и др. 2024 *Materials* **18** . 12
- [2] Kukushkin S A. and Osipov AV. 2014 *J. of Phys. D: Appl. Phys* **47** 313001-41.
- [3] Кукушкин С А., Осипов А В. 2022 *Конденсированные среды и межфазные границы* **24** 407–58.
- [4] Калинин И П., Кукушкин С А., Осипов А В. 2018 *Физика и техника полупроводников* **52** 656-63.
- [5] Кузьмин А.Г. Квадрупольный масс-спектрометр.: пат. № 94763. РФ.
- [6] Квадрупольный масс-спектрометр для анализа состава газовых смесей http://iairas.ru/mc7_aroma.php.
- [7] Lim P K , Tam W K , Yeung L F , Lam F M 2007 *J. Phys. Conf. Ser.* **61** 708–12.
- [8] Niwano M , Terashi M , Kuge J. 1999 *Surf. Sci.* **420** 1. 6–16.

Зондовая диагностика плазмы магнетронного разряда при ассистировании двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом

А Д Федоров, С В Федоров, М А Волосова

Московский государственный технологический университет «СТАНКИН»,
127055, Москва, Россия

E-mail: ad_fedorov@mail.ru, sv.fedorov@icloud.com

Аннотация. В работе приведены результаты зондовой диагностики параметров плазмы ассистирующего двухступенчатого вакуумно-дугового и магнетронного разрядов. Получены зависимости концентраций электронов в камере от мощности ассистирующего разряда и давления рабочего газа. В рассмотренном диапазоне мощности разряда и давления аргона концентрация электронов линейно зависела от мощности ДВДР, равномерно распределена в исследуемой области и не зависела от давления рабочего газа. Ассистирование двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом позволяет повысить ионизацию плазмы относительно стандартного магнетронного распыления.

Ключевые слова: двухступенчатый вакуумно-дуговой разряд; магнетронное распыление; ионное ассистирование; зондовая диагностика

Введение

Бомбардировка растущей поверхности конденсата энергетическими ионами является одним из путей изменения микроструктуры и физико-механических свойств покрытий. Известен ряд исследований [1-3], в которых сообщается об улучшении твердости, адгезии, износостойкости, коррозионной стойкости и иных характеристик покрытий, полученных методом магнетронного распыления при ассистировании источниками индуктивно-связанной плазмы.

Альтернативой использованию генераторов индуктивно-связанной плазмы для ионного ассистирования может являться двухступенчатый вакуумно-дуговой разряд (ДВДР). Двухступенчатый вакуумно-дуговой разряд представляет собой разряд, в котором положительный столб дуги разделен на две области, первая из которых представляет собой вакуумно-дуговой разряд с холодным катодом, а вторая – положительный столб дугового разряда. Таким образом, первая ступень ДВДР является плазменным катодом (эмиттером электронов) для газового разряда низкого давления. Разделение двух областей разряда может быть осуществлено при помощи заслонки, служащей преградой для потока металлических частиц, пропуская при этом электроны. На анод второй ступени подается положительный потенциал относительно анода первой ступени. Повышение мощности разряда увеличивает электронный ток между электродами, повышая степень ионизации плазмы. Газовая плазма ДВДР применяется для ряда вакуумно-плазменных процессов: вакуумный прогрев изделий электронами, азотирование и ионная очистка поверхностей [4-6].

Целью настоящей работы было определение параметров плазмы ассистирующего двухступенчатого вакуумно-дугового и магнетронного разрядов в зоне размещения обрабатываемых изделий методом зондовой диагностики.

1. Экспериментальная часть

Зондовая диагностика плазмы была проведена на установке СТАНКИН-АПП (МГТУ «СТАНКИН», Москва, Россия). Данная установка позволяет производить нанесение покрытий методом вакуумно-дугового испарения и методом магнетронного распыления как одним, так и в нескольких технологических циклах [7].

Схема экспериментального стенда представлена на рисунке 1. Вакуумно-дуговой испаритель (аналог ДИ-80) с катодом из титана марки ВТ1-0 был закрыт изолированной заслонкой, предотвращающей попадание испаренных частиц металла в рабочий объем камеры. Второй дуговой испаритель был задействован как анод. Зонд Ленгмюра с линейным приводом был установлен напротив магнетронной распылительной системы (МРС) с ZrB_2 мишенью диаметром 80 мм.

Источником питания двухступенчатого вакуумно-дугового разряда являлись два блока питания вакуумно-дугового разряда ARM-25/6 (TRUMPF Hüttinger GmbH + Co. KG, Фрайбург-им-Брайсгау, ФРГ). Источником питания МРС служил блок питания APEL-M-5PDC-650-2 (ООО «Прикладная Электроника», Томск, Россия). Напряжение смещения на карусель подавалось при помощи блока питания PBP-26 (TRUMPF Hüttinger GmbH + Co. KG). Контроль давления в вакуумной камере во время процесса осуществлялся вакуумметром MKS Baratron® Type 626B (MKS Instruments Inc, Андовер, США), рабочий газ аргон подавался с обратной связью через контроллер MKS 600 Series с регулировкой давления в рабочей камере за счет изменения проводимости магистрали.

Зонд Ленгмюра Impedans Langmuir Probe System (Impedans Ltd., Дублин, Ирландия) был использован для измерения параметров плазмы в зоне размещения обрабатываемых изделий. Тип зонда – цилиндрический, материал зонда – вольфрам, диаметр зонда – 0,4 мм, длина зонда – 8 мм. Положение зонда $x = 0$ мм соответствовало центру карусели, измерения проводились в диапазоне $x = -75...75$ мм. В ходе каждого измерения были получены 25 вольт-амперных характеристик, после усреднения которых строилась итоговая ВАХ. Параметры плазмы рассчитывались программным обеспечением Langmuir Application Version 2.7.0, поставляемым производителем зонда.

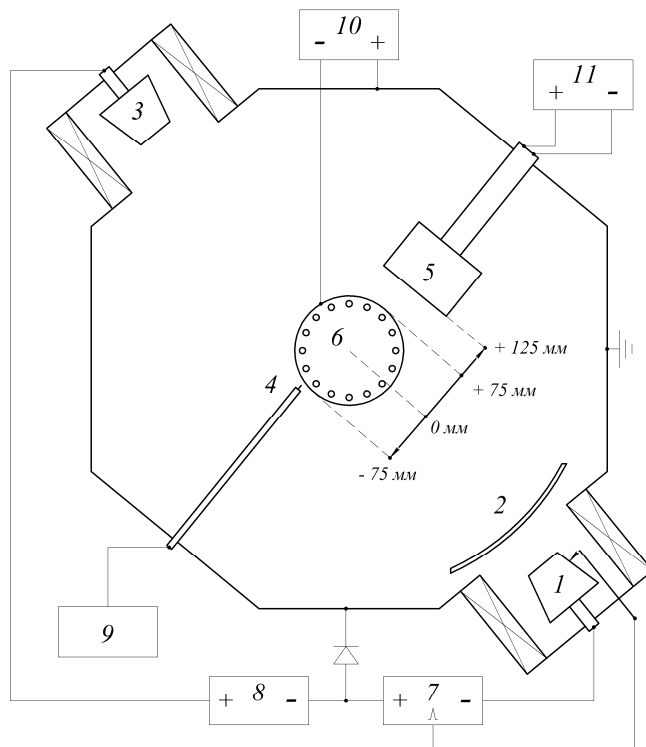


Рисунок 1. Схема экспериментального стенда: 1 – катод, 2 – изолированная заслонка, 3 – анод, 4 – зонд Ленгмюра, 5 – магнетрон, 6 – карусель, 7 – блок питания первой ступени ДВДР, 8 – блок питания второй ступени ДВДР, 9 – измерительный блок зонда, 10 – блок питания смещения, 11 – блок питания магнетрона.

Во время измерения зависимостей параметров плазмы ДВДР от мощности разряда и давления в камере на карусель подавалось напряжение смещения -500 В, что соответствовало процессу ионной очистки. Исследование параметров плазмы МРС с ассистированием ДВДР проводилось при подаче на карусель напряжения смещения -200 В, что соответствовало процессу нанесения покрытия. Фотография процесса зондовой диагностики плазмы представлена на рисунке 2.

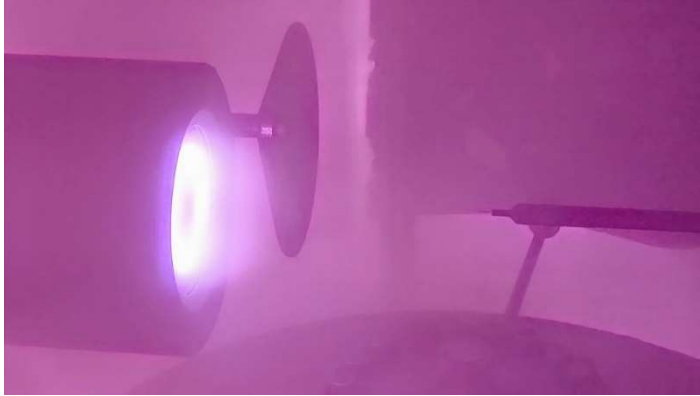


Рисунок 2. Фотография процесса зондовой диагностики плазмы.

2. Результаты и обсуждение

Распределение концентраций электронов n_e в вакуумной камере в зависимости от мощности ДВДР представлено на рисунке 3. Мощность разряда определялась как сумма мощностей первой и второй ступени. Давление аргона в камере во время измерений составляло 4,5 мТорр.

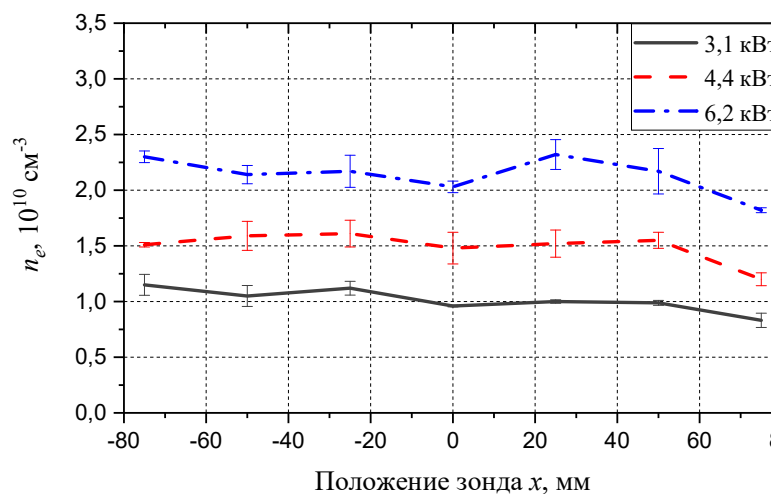


Рисунок 3. Распределение концентраций электронов в зависимости от положения зонда при разных мощностях ДВДР.

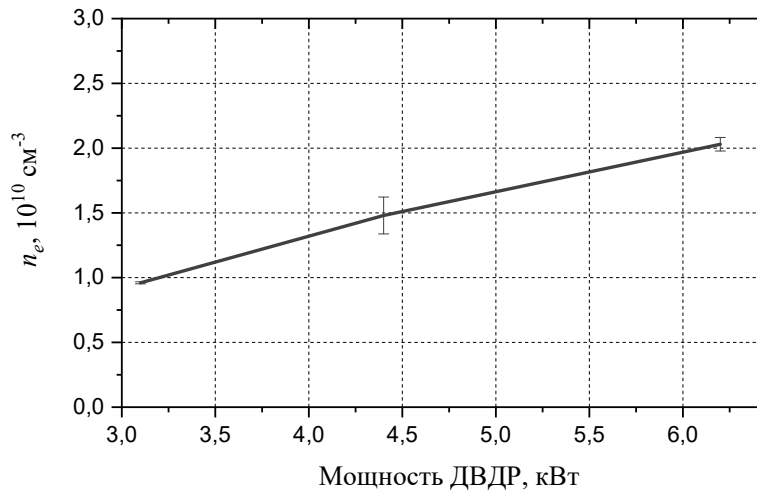


Рисунок 4. Зависимость концентрации электронов от мощности разряда.

Концентрация электронов в исследуемой области равномерна и начинала снижаться на расстоянии 75 мм от мишени магнетрона, что также наблюдалось в работе [8] при зондовой диагностике магнетронного разряда с ассистированием источником индуктивно-связанной плазмы. В рассмотренном диапазоне мощностей ДВДР концентрация электронов линейно зависит от мощности разряда (рис. 4). Температура электронов не зависела от положения зонда и мощности разряда и составляла 6,3–7,2 эВ, что соответствует данным, приведенным в исследовании [9], также посвященном диагностике плазмы двухступенчатого вакуумно-дугового разряда.

Зависимость концентрации электронов от давления рабочего газа представлена на рисунке 5. Измерения проводились в положении зонда $x = -75$ мм.

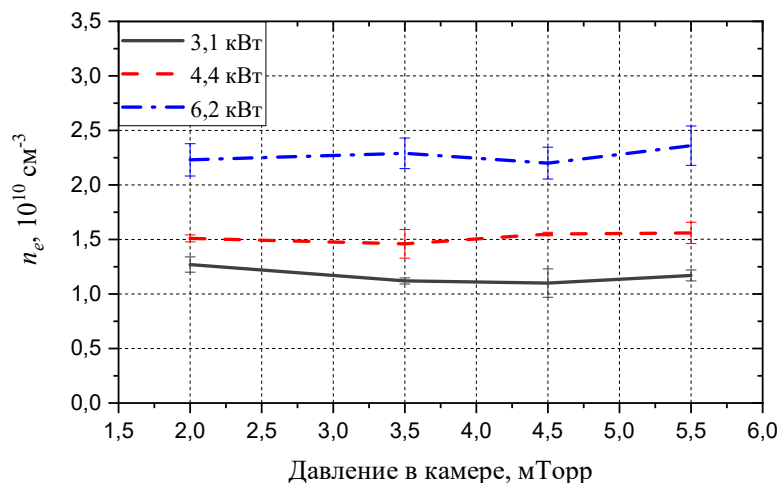


Рисунок 5. Зависимость концентраций электронов от давления аргона в камере.

При заданных мощностях ДВДР концентрации электронов колебались в пределах погрешности измерений ($\leq 7,6\%$) в рассмотренном диапазоне давлений. Нижний предел давления 2 мТорр обусловлен нестабильностью работы разряда при меньших давлениях. Температура электронов также не зависела от давления аргона и мощности разряда и составляла 5,9–7,5 эВ.

Распределение концентраций электронов при работе магнетрона отдельно и при ассистировании двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом представлено на рисунке 6. Блок питания МРС работал в импульсном режиме с частотой 50 кГц и заполнением 70%. Мощность магнетронного разряда составляла 700 Вт. Измерения проводились при давлении аргона в камере 4,5 мТорр.

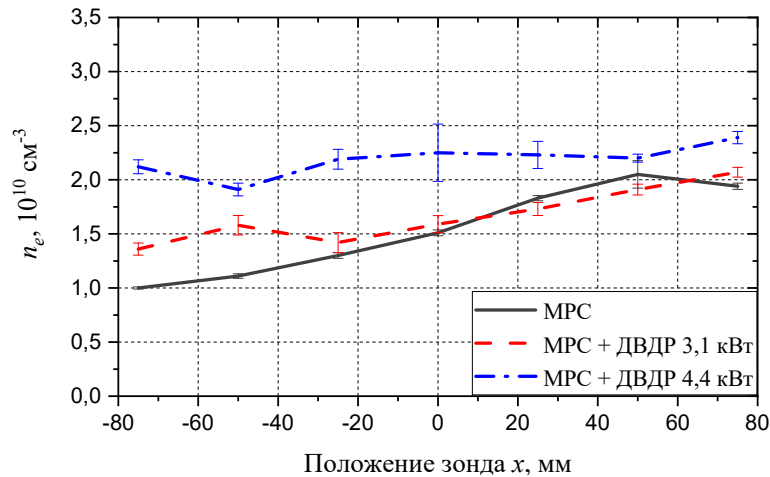


Рисунок 6.
Распределение концентраций электронов в камере при работе MPC и ассистировании ДВДР.

Ассистирование двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом заметно повышает концентрацию электронов на расстоянии более 125 мм от мишени. В отсутствие ДВДР температура электронов магнетронного разряда составляла 3,5–3,9 эВ. При ассистировании двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом температура электронов возрастала до 6,5–7,5 эВ.

Выводы

В ходе выполнения работы были получены зависимости концентраций электронов ассистирующего двухступенчатого вакуумно-дугового и магнетронного разрядов в зоне размещения обрабатываемых изделий. В рассмотренном диапазоне мощности разряда и давления аргона концентрация электронов линейно зависит от мощности ДВДР, равномерно распределена в исследуемой области и не зависит от давления рабочего газа. Ассистирование двухступенчатым вакуумно-дуговым разрядом позволяет повысить ионизацию плазмы относительно стандартного магнетронного распыления, что приводит к увеличению потока ионов на поверхность растущей пленки и изменению ее физико-механических свойств.

Благодарности

Исследование выполнено за счет средств государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № FSFS-2023-0003).

Список использованных источников

- [1] Kim T H, Yeom G Y 2019 *Appl. Sci. Conver. Technol.* **28** 131-8.
- [2] Chun S Y 2021 *J. Korean Ceram. Soc.* **58** 178-83.
- [3] Sidelev D V, Grudin V A, Zinkovskii K A, Alkenova K, Bleykher G A 2022 *Coatings* **12** 1587.
- [4] Žemlička R, Alishahi M, Jílek M, Souček P, Daniel J, Kluson J, Bolvardi H, Lümekemann A, Vašina P 2021 *Surf. Coat. Technol.* **422** 127563.
- [5] Vetter J, Burgmer W, Perry A 1993 *Surf. Coat. Technol.* **59** 152-5.
- [6] Андреев А А, Саблев Л П, Григорьев С Н 2010 *Вакуумно-дуговые покрытия* (Харьков: ННЦ ХФТИ) 133-40.
- [7] Grigoriev S N, Volosova M A, Fedorov S V, Mitrofanov A P, Gurin V D, Okunkova A A 2024 *J. Manuf. Mater. Process.* **8** 210.
- [8] Setsuhara Y, Kamai M, Miyake S, Musil J 1997 *Jpn. J. Appl. Phys.* **36** 4568-71.
- [9] Vetter J, Wallendorf T 1995 *Surf. Coat. Technol.* **76–77** 322-7.

Конструктивные особенности и ключевые этапы сооружения стенда перст

А А Чикин¹, Н П Бобырь¹, А С Анциферова^{1,2}, Е Н Егорова^{1,2}

¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва, РФ

²МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, РФ

E-mail: Chikin_AA@nrcki.ru

Аннотация. В работе представлены актуальные сведения о создаваемом в НИЦ «Курчатовский институт» экспериментальном вакуумном стенде – имитаторе космического пространства ПЕРСТ для испытаний разрабатываемых прототипов безэлектродных плазменных ракетных двигателей.

Введение

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» в рамках федерального проекта «Разработка технологий управляемого термоядерного синтеза и инновационных плазменных технологий» комплексной программы «Развитие техники, технологий и научных исследований в области использования атомной энергии в Российской Федерации на период до 2030 года» проводятся работы по теме «Выполнение НИОКР в целях обеспечения создания прототипов плазменных ракетных двигателей (далее – БПРД)». В ходе проведения НИОКР планируются испытания макетов БПРД, а также сопутствующие исследования в области физики плазменных процессов для оптимизации ключевых параметров плазменных двигателей – тяги, удельного импульса и эффективности использования рабочего вещества. Работы обладают высокой степенью актуальности, поскольку достижение целевых показателей НИОКР способствует значительному повышению потенциала РФ в экономическом использовании ресурсов космоса, а также обеспечению суверенитета нашей страны в космическом пространстве.

БПРД представляет собой силовой двигатель, работа которого основана на принципе ионизации газовой среды рабочего вещества и нагрева сгенерированной плазмы путем создания в разрядной камере двигателя высокочастотных электромагнитных колебаний, с последующим выбросом плазмы из магнитного сопла двигателя в космическое пространство.

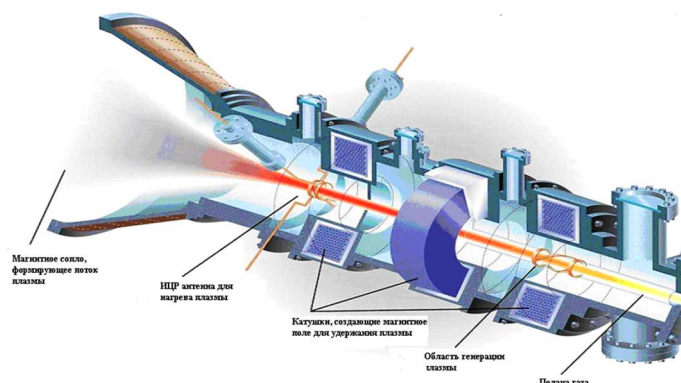


Рисунок 1. Принципиальная модель БПРД.

Наиболее значимые преимущества такого двигателя – низкая масса сжигаемого топлива по сравнению с массой летательного аппарата, практически неисчерпаемый ресурс двигателя в

связи с отсутствием в конструкции изнашивающихся элементов, широкий диапазон регулирования соотношения тяги и удельного импульса, универсальность по отношению к рабочему веществу, возможность создания двигателей мощностью до 10 МВт без изменения физической схемы.

Для испытаний макетов и прототипов БПРД большой мощности требуется специальная экспериментально-стендовая база, для чего в 2021-2022 годах были проведены проектные работы по техническому перевооружению одного из зданий на территории НИЦ «Курчатовский институт» и его частичной реконструкции, в рамках которых была разработана эскизная документация на экспериментальный вакуумный стенд – имитатор космического пространства ПЕРСТ для проведения таких испытаний.

Стенд ПЕРСТ является высокотехнологичным инструментом, который позволит проводить испытания прототипов БПРД мощностью до 300кВт, а также исследования сопутствующих плазменных потоков благодаря предусмотренному в комплектации полноценному диагностическому комплексу.

1. Основные параметры стенда ПЕРСТ

В общем виде стенд ПЕРСТ представляет собой большую цилиндрическую вакуумную камеру общей длиной 20 метров и внутренним диаметром 5м, состоящую из двух независимых отсеков объемом 95 м³ и 300 м³, разделенных диафрагмой. В меньшем объеме – двигательном отсеке – размещается испытуемое изделие и присоединяется соплом к диафрагме, БОльший объем – испытательный отсек – принимает на себя потоки плазмы, являющиеся предметом исследования вышеуказанных НИОКР.

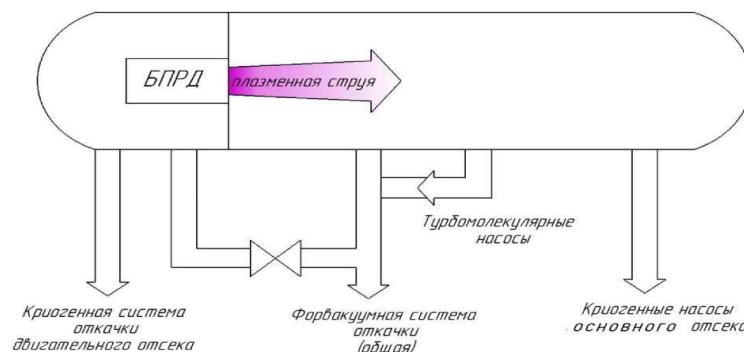


Рисунок 2. Принципиальная схема испытательного стенда ПЕРСТ.

Вакуумная камера стенда ПЕРСТ полностью изготавливается из немагнитной нержавеющей стали типа AISI 321, что обеспечивает отсутствие искажений конфигурации магнитного поля, создаваемого БПРД.

Общая масса конструктивных элементов вакуумной камеры составляет 106 тонн. Камера выполняется сборной конструкцией, состоящей из 9-ти отдельных цилиндрических секций шириной 2 м, 2-х торосферических крышек и разделительной диафрагмы. На двигательный отсек приходится 2 секции, на испытательный – 7 секций.

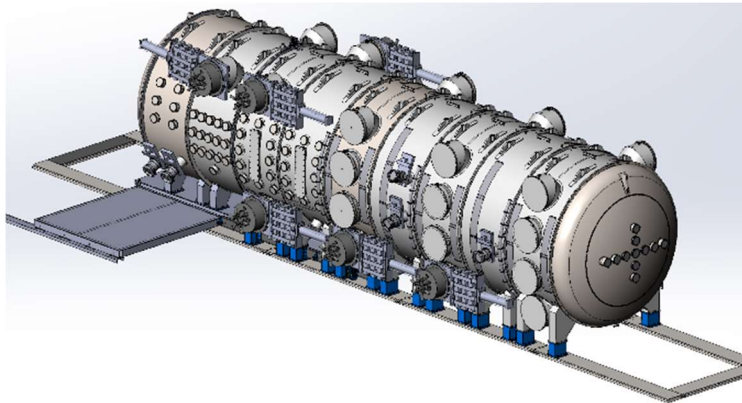


Рисунок 3. Общий вид стенда ПЕРСТ.

2. Конструктивные особенности стенда ПЕРСТ

В мировой практике уже существует опыт создания крупногабаритных стендов для испытания плазменных ракетных двигателей. Наиболее известным из существующих аналогов на сегодняшний день является стенд «El Monstruo» в США, основным назначением которого является отработка параметров БПРД в рамках проекта VASIMR. Однако в ходе проведения экспериментальной работы выявились качественные недостатки стенда «El Monstruo», устранение которых было одной из задач при проектировании стенда ПЕРСТ (подробная информация об этом представлена в [1]).

В связи с этим было принято и проработано несколько конструктивных решений, выделяющих стенд ПЕРСТ на фоне существующих аналогов.

Наиболее значимые из них:

- 1) размещение двигательного отсека на выкатной платформе с вылетом до 4 метров от испытательного отсека, что позволит проводить работы по перемещению и замене крупногабаритных и тяжелых испытуемых изделий с помощью электрических грузоподъемных механизмов, размещенных на постоянной основе в экспериментальном зале, а также осуществлять экспериментальные пуски макетов и прототипов БПРД как в условиях атмосферного давления, так и в вакууме

Установка в раскрытом виде

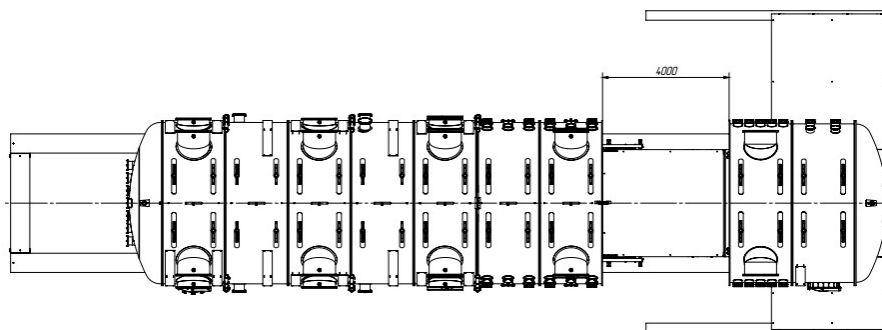


Рисунок 4. Двигательный отсек стенда ПЕРСТ на выкатной платформе.

- 2) в конструкции стенда предусмотрена разделительная диафрагма, способная выдерживать перепад давления в 1 атм, конфигурация которой в зависимости от характера проводимых работ позволяет крепить ее как к двигательному, так и к испытательному отсеку, а также ориентировать выпуклую часть в нужную сторону

- 3) для водяного охлаждения испытательного отсека вакуумной камеры используются двойные стенки на соответствующих секциях, образующие водяную рубашку. В пространстве между стенками крепятся элементы, обеспечивающие как жесткость конструкции, так и равномерную циркуляцию охлаждающей жидкости. Такой способ охлаждения позволит гарантированно снимать 300 кВт тепла в случае проведения экспериментов с максимальной нагрузкой.



Рисунок 5. Водяная рубашка испытательного отсека стенда ПЕРСТ.

- 4) для проведения мелкого ремонта, пуско-наладочных работ, а также текущих работ по обслуживанию внутрикамерных механизмов (в том числе испытуемого изделия и диагностического комплекса), для которых нет необходимости перемещать весь двигательный отсек, в обоих отсеках предусмотрены полноразмерные технические двери высотой 1,8 м и шириной 0,7 м, удобные для доступа персонала в камеру. Двери располагаются на секциях, наиболее удаленных от разделительной диафрагмы. Техническая дверь и транзитный коридор, ведущий от нее в испытательный отсек, выполнены с водяной рубашкой

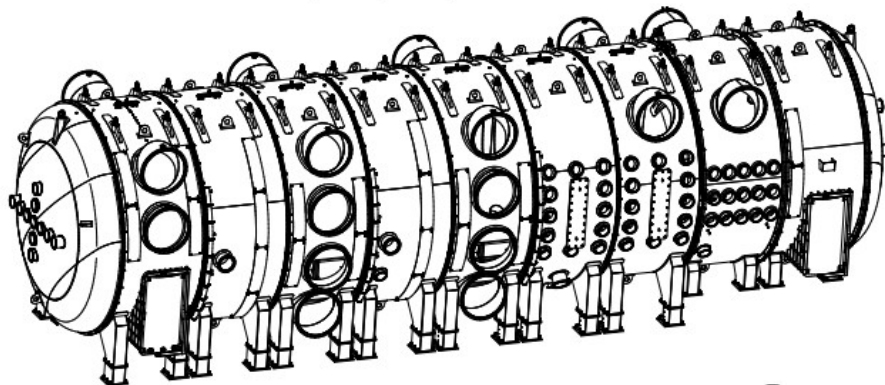


Рис. 6. Размещение технических дверей на вакуумной камере стенда ПЕРСТ

Помимо перечисленных особенностей конструкции, стенд ПЕРСТ комплектуется ВЧ-системами генерации и нагрева плазмы и ее диагностики, а также объединяющей системой автоматизации технологических процессов.

3. Вакуумные параметры стенда ПЕРСТ

Для подключения системы вакуумной откачки на стенде размещено 8 патрубков (2 – на двигательном отсеке, 6 – на испытательном) для подсоединения турбомолекулярных насосов, 27 патрубков Ду1000 (2 – на двигательном отсеке, 25 – на испытательном) для подсоединения криогенных насосов и 2 патрубка (по одному на каждый отсек) для подсоединения блока форвакуумных насосов. Откачка отсеков возможна как независимо друг от друга, так и единым объемом в случае соединения отсеков посредством открытия перепускного клапана на разделительной диафрагме. На патрубки Ду1000 испытательного отсека устанавливаются тепловые ловушки для ограничения тепловых потоков на криопанели насосов.

На стенде планируется достижение следующих вакуумных параметров:

- суммарная скорость откачки испытательного отсека составляет 600 м³/с;
- натекание в камеру не более 3×10^{-4} Па·м³/с;
- предельный вакуум в испытательном отсеке 1×10^{-4} Па;

- время откачки испытательного отсека до 0,01 Па – не более 100 минут;
 - предельный вакуум в двигательном отсеке 5×10^{-4} Па;
 - время откачки двигательного отсека до 5×10^{-4} Па при использовании перепускного клапана – не более 100 минут;
 - время откачки двигательного отсека до 5×10^{-4} Па без использования перепускного клапана – не более 300 минут;
 - расход рабочего вещества прототипа БПРД – газа Ar до 0,1 г/с;
 - динамическое давление испытательного отсека при постоянном расходе – $1 \cdot 10^{-2}$ Па.
- Подробнее в [2], [3], [4].

4. Сооружение стенда ПЕРСТ

Сооружение стенда начато в июне 2023 года. В работах принимают участие большое количество организаций, в том числе:

	НИИЦ «Курчатовский институт»	Заказчик работ и конечный пользователь стенда
	ООО «ЭРСТВАК»	Разработчик стенда и поставщик основного технологического оборудования
	Завод «КОМСОМОЛЕЦ» г.Тамбов	Изготовитель вакуумной камеры
	АО «Криогенмонтаж»	Подрядчик по сборке стенда на объекте его размещения
	АО «ГИПРОНИИАВИАПРОМ»	Генеральная проектная организация, обеспечивает технические решения по подключению стенда к внешним коммуникациям и его размещению в архитектурном пространстве
	АО «МСУ-1»	Генеральный подрядчик, выполняет строительные работы по реконструкции здания и обеспечивает координацию всех работ

Реализованы следующие ключевые этапы строительства: демонтированы существующее устаревшее исследовательское оборудование и строительные конструкции, заменена опорная плита для установки стенда, организована новая конфигурация помещений экспериментального зала, установлен мостовой электрический кран грузоподъемностью 10т для перемещения оборудования стенда в объеме экспериментального зала.

Осуществлена разработка РКД на стенд ПЕРСТ, секции вакуумной камеры поставлены непосредственно на объект. Проводятся работы по сборке вакуумной камеры и промежуточные испытания на герметичность больших межсекционных швов методом вакуумной рамки.

Ориентировочный срок ввода стенда ПЕРСТ в эксплуатацию – II кв. 2026 года.

Заключение

Спроектирован, изготовлен и поставлен в НИИЦ «Курчатовский институт» новый высоковакуумный стенд ПЕРСТ. Ведутся работы по монтажу оборудования.

Прорабатываются возможные варианты модернизации стенда ПЕРСТ, в том числе:

- увеличение объема испытательного отсека вакуумной камеры до 400м³ путем присоединения двух дополнительных секций, что позволит проводить испытания более мощных двигателей;
- доработка элементов двигательного отсека и диагностического комплекса.

Список использованных источников

- [1] Н В Павлушин и др. 2024 *Вестник РВО – 2024*.
- [2] Н П Бобырь и др. 2024 *Вакуумная техника и технологии – 2024* – С. 71-74.
- [3] А С Анциферова и др. 2024 *Вакуумная техника и технологии – 2024* – С. 65-70.
- [4] Н П Бобырь и др. 2023 *Вакуумная техника и технологии – 2023* – С. 421-425.

Применение дифференциальной модели для изучения магнетронного распыления горячей мишени

Д И Беленко, Д С Шарковский, В И Шаповалов

факультет электроники, С.-Пб. электротехнический университет «ЛЭТИ»
197376, 5 Проф. Попова 5, С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Цель работы состояла в детальном экспериментально-теоретическом исследовании теплового процесса при магнетронном распылении горячей мишени в аргоне. Экспериментально с помощью термопарного датчика была изучена кинетика нагревания подложки при работе магнетрона. Установлено, что поток тепла на подложке от горячей мишени пропорционален мощности разряда магнетрона. Распределение температуры поверхности внешней пластины мишени определено путем численного решения стационарного однородного уравнения Фурье помощью модуля Heat Transfer пакета COMSOL Multiphysics. Для исследования тепловых потоков использована дифференциальная модель поверхности внешней пластины мишени. Тепловой поток, который генерирует мишень так же, как и поток, нагревающий подложку, нелинейно зависят от радиуса области пластины, выбранной в качестве источника тепла. Показано, что моделирование приводит к результатам, которые адекватны экспериментальным данным. Установлено, что связь размера области, создающей тепловой поток на ЧЭ, с мощностью разряда близка к полиному первого порядка что радиус этого источника и его эффективная температура пропорциональны мощности разряда.

Ключевые слова: магнетронное распыление, горячая мишень, титан, тепловой поток, термопарный датчик, нагревание подложки, COMSOL Multiphysics, уравнение Фурье

Пленки переходных металлов, их сплавов и соединений различного уровня сложности многие годы находятся в центре внимания исследователей [1]–[3]. Многие ведущие мировые исследовательские центры изучают методы синтеза и свойства этих пленок. Границы их применения систематически расширяются. Много внимания уделяют титаносодержащим пленкам. Развитие интереса к нему прошло через пленки простых соединений (типа оксидов, нитридов и др.) [4]–[6] и твердых растворов [7], [8]

Для синтеза пленок эффективны методы магнетронного распыления. Исследуют особенности синтеза пленок с помощью магнетронов, оснащенных мишенями, которые могут быть нагреты вплоть до температуры плавления и выше [9]–[11].

При синтезе пленок с помощью любого метода магнетронного распыления с эффективно охлаждаемой мишенью температура подложки неминуемо увеличивается [12]–[19]. В одной из первых работ [12] автор выяснил, что нагревание подложки вызывают кинетическая энергия распыленных атомов; энергия, выделяемая при фазовых переходах (конденсация и кристаллизация осаждаемого материала); излучение разряда и кинетическая энергия электронов из разряда.

Исследованию тепловых процессов при магнетронном распылении мишеней, работающих в горячем режиме, посвящены наши публикации [20], [21]. Экспериментально и с помощью моделирования было установлено, что энергетический поток, который генерирует горячая мишень, содержит значительную тепловую составляющую., которая повышает температуру подложки в два и более раза. Сложность моделирования теплового процесса заключается в

существенно неравномерном нагревании мишени.

Цель работы состоит в детальном экспериментально-теоретическом исследовании теплового процесса при магнетронном распылении горячей мишени в аргоне. При теоретическом исследовании использована дифференциальная модель поверхности внешней пластины мишени, предложенная в [21]. Расчеты выполнены с помощью пакета COMSOL Multiphysics.

В отличие от [21], где дано подробное описание экспериментальных условий и методики измерения температуры подложки с помощью термопарного датчика, в данной работе магнетрон постоянного тока оснащенным двухслойным распыляемым узлом, названным горячей мишенью. Мишень состояла из внутренней медной пластины толщиной 4 мм, охлаждаемой водой. На ней с зазором 1 мм была закреплена внешняя пластина из титана толщиной 1 мм, работающая в горячем режиме. Тепловые измерения выполнены при мощности разряда 420, 820, 1220 Вт и давлении аргона 4 мТорр с относительной погрешностью $\pm 10\%$. Дополнительно выполнены аналогичные эксперименты на этом же магнетроне, оснащенном одиночной титановой мишенью толщиной 6 мм, работающей в холодном режиме (холодная мишень).

Кинетические зависимости нагревания чувствительного элемента (ЧЭ) термопарного датчика с достоверностью 0.999 описывает экспонента:

$$T_{\text{ЧЭ}}(P, t) = T_{\text{ЧЭ}\infty}(P) \left[1 - \exp \left[-\alpha_{\text{ЧЭ}}^+(P) t \right] \right], \quad (1)$$

где $T_{\text{ЧЭ}\infty}(P)$ – температура ЧЭ в стационарном состоянии; $\alpha_{\text{ЧЭ}}^+(P)$ – размерная величина, определяющая скорость нагревания. Выражение (1) справедливо как для холодной, так и для горячей мишени. Вычисленные по экспериментальным данным зависимости параметра $T_{\text{ЧЭ}\infty}$ от мощности разряда для мишеней обоих типов даны на рис. 1, а. Из него следует, что влияние мощности разряда на стационарную температуру ЧЭ не отклоняется от полинома первого порядка.

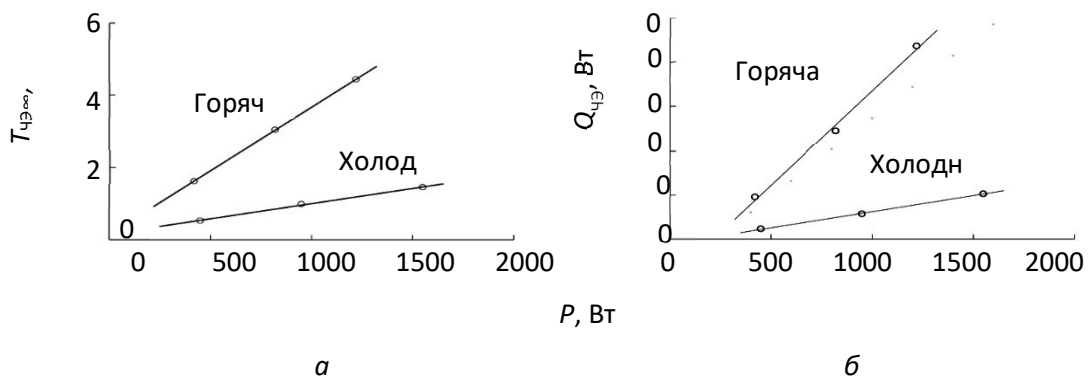


Рисунок 1. Зависимости стационарной температуры (а) ЧЭ и энергетических потоков, выделяемых на нем (б) от мощности разряда для разных мишеней.

Перейдем к определению энергетических потоков, под воздействием которых произошло нагревание элемента в обоих случаях. Кинетическое уравнение нагревания ЧЭ имеет вид [22 44]

$$\frac{dT_{\text{ЧЭ}}}{dt} = \left(\frac{dT_{\text{ЧЭ}}}{dt} \right)^+ + \left(\frac{dT_{\text{ЧЭ}}}{dt} \right)^-. \quad (2)$$

Правая часть уравнения (2) отражает конкуренцию подвода $(dT_{\text{чэ}}/dt)^+$ и отвода $(dT_{\text{чэ}}/dt)^-$ тепла при работающем магнетроне. Выразим уравнение (2) в форме температурной зависимости:

$$\frac{dT_{\text{чэ}}}{dt} = a - bT_{\text{чэ}}^4 - cT_{\text{чэ}}, \quad (3)$$

где a , b и c – величины, пропорциональные мощности, выделяемой на ЧЭ, его излучательной способности, теплопроводности газа и элементов конструкции держателя ЧЭ, соответственно.

Ранее нами было показано [22 44], что отвод тепла от ЧЭ за счет излучения незначим (в (3) $b = 0$), поэтому зависимости (3), полученные численным дифференцированием каждой экспериментальной кинетической кривой, с высокой достоверностью аппроксимируют полиномами первого порядка:

$$\frac{dT_{\text{чэ}}}{dt} \approx a - cT_{\text{чэ}}. \quad (4)$$

Исходя из (4) кинетику подвода тепла после включения магнетрона в можно представить в виде

$$\left(\frac{dT_{\text{чэ}}}{dt} \right)^+ = a. \quad (5)$$

Вычисление параметра a из (5) для всех экспериментальных зависимостей, полученных в данной работе, позволяет вычислить, плотность мощности, выделенная на элементе [44]:

$$Q_{\text{чэ}} = mca, \quad (6)$$

где $m = 1.8 \cdot 10^{-3}$ кг – масса и $c = 385$ (Дж/(кг·К)) – удельная теплоемкость ЧЭ. На рис. 1, б точками изображены зависимости от мощности разряда энергетических потоков, нагревающих ЧЭ при распылении разных мишеней.

Нагревание подложки при распылении холодной мишени могут вызывать нескольких потоков энергии [44]:

$$q_{\text{СТ}} = q_{\text{kin}} + q_{\text{ph}} + q_{\text{hv}}. \quad (7)$$

В (7) потоки обусловлены: q_{kin} – кинетической энергией распыленных атомов; q_{ph} – энергией, выделяемой при фазовых переходах (конденсация и кристаллизация осаждаемого материала); q_{hv} – излучением разряда.

В магнетроне с горячей мишенью, тепловые процессы протекают иным образом, нежели в случае холодной мишени. Причиной этого является увеличение теплового потока, нагревающего подложку, за счет излучения мишени и появления потока испаренных атомов. В отличие от (7) его можно выразить следующим образом

$$q_{\text{HT}} = q_{\text{kin}} + q_{\text{ph}} + q_{\text{hv}} + q_{\text{rad}} + q_{\text{ev}} \quad (8)$$

где q_{rad} и q_{ev} тепловые потоки, обусловленные тепловым излучением мишени и испаренными атомами, соответственно.

Основной независимой переменной при работе магнетрона в среде аргона при давлении менее 10 мТорр является мощность разряда P . Учитывая это, а также (7) и (8), выразим приращение энергетического потока Δq_{HT} на ЧЭ за счет разогревания мишени:

$$\Delta q_{\text{HT}}(P) = q_{\text{HT}}(P) - q_{\text{СТ}}(P) \quad (9)$$

Величина (9) является тепловым потоком, нагревающим подложку, который генерирует горячая мишень. Его зависимость от мощности разряда получена из рис. 1б в виде разности

$$\Delta q_{\text{HT}}(P) = q_{\text{HT}}^*(P) - q_{\text{СТ}}^*(P) = 6.54 \cdot 10^{-4} P - 14.1 \cdot 10^{-2}. \quad (10)$$

В (10) звездочка в надстрочных индексах энергетических потоков означает аппроксимация..

Далее перейдем к численному моделированию теплового процесса, протекающего при распылении горячей мишени. Используем для этого пакет COMSOL Multiphysics.

Остановимся на магнетроне, работающем в стационарном режиме и определим в первую очередь латеральное распределение температуры внешней пластины в стационарном случае. Для описания стационарной задачи было использовано однородное широко известное уравнение Фурье:

Для уравнение (11) упрощается:

$$\Delta T(r, \varphi) = 0, \quad (11)$$

где r – радиус-вектор, лежащий на поверхности внешней пластины; φ – полярный угол; Δ – оператор Лапласа. Граничные условия и иные подробности решения уравнения (12) можно найти в [21–43]. Численное решение уравнения (11) выполнено с помощью модуля Heat Transfer пакета COMSOL Multiphysics

Установлено, что распределение $T(r, \varphi)$ при любой мощности является криволинейной поверхностью с радиальной симметрией. Их характерной чертой являются глобальные максимумы, расположенные на окружности, расположенной ближе к центру вне распыляемой области пластины. Результат решения уравнения (11) дает возможность определить кинетику теплового потока Q_{rad} , который она генерирует. Этот поток можно связать, например, с эффективной температурой:

$$T_{\text{эфф}} = \frac{1}{F_{\text{rad}}} \iint_{F_{\text{rad}}} T(r, \varphi) dr d\varphi, \quad (12)$$

где F_{rad} – площадь излучающей области на поверхности внешней пластины. Связь между Q_{rad} и $T_{\text{эфф}}$ устанавливает широко известный закон Стефана-Больцмана:

$$Q_{\text{rad}} = \sigma(\varepsilon_t T_{\text{эфф}}^4 - \varepsilon_{\text{rec}} T_{\text{rec}}^4) F_{\text{rad}}, \quad (13)$$

где $\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$ – постоянная Стефана-Больцмана; ε_t – коэффициент излучения мишени; ε_{rec} и T_{rec} – коэффициент излучения и температура приемника излучения. В (13) величины $T_{\text{эфф}}$ и T_{rec} следует подставлять в кельвинах, в других случаях температуру будем выражать в градусах Цельсия.

Прямое применение (12) сталкивается с неоднозначностью определения излучающей области внешней пластины. Наибольшую температуру имеет ее центральная область, имеющая радиус менее 40 мм. Она и является основным источником теплового потока. Задача носит осесимметричный характер, поэтому выбор конкретной излучающей области, соответствующей экспериментальному результату, фактически сводится к выбору ее радиуса. Дальнейший анализ посвятим определению зависимости от радиуса области внешней пластины суммарного теплового потока в плоскости ЧЭ, который генерирует горячая мишень.

Для вычисления используем модель, названную в [43] дифференциальной. В ней поверхность внешней пластины представлена в виде совокупности дискретных элементов. Центральным при $r = 0$ является круг с радиусом r_1 . Все остальные имеют форму концентрических колец с внутренним и внешним радиусами r_i и r_{i+1} при $i = 1, 2, \dots, N-1$, соответственно. Каждый элемент при заданной мощности разряда P имеет постоянную температуру. Таким образом в дифференциальной модели выполняется ступенчатая аппроксимация зависимости $T(r, \varphi)$. Отправной точкой при выполнении этой процедуры является выбор числа элементов N . Аппроксимация выполнена нами с равномерным шагом 1 мм, что обеспечило относительную погрешность менее 2 %. Каждый фрагмент внешней пластины, имеющий площадь F_{radi} в соответствии с (13) при заданной мощности разряда излучает поток тепла:

$$Q_{\text{radi}} = \sigma \left[\varepsilon_t T_i^{*4}(r_i^*, \varphi) - \varepsilon_{\text{rec}} T_{\text{rec}}^4 \right] F_{\text{radi}}, i = 0, 1, 2, \dots, N-1, \quad (14)$$

Значение $i = 0$ соответствует центральному кругу. Учитывая (14), суммарный поток, который генерирует внешняя пластина, определим суммой

$$Q_{\Sigma} = \sum_{i=0}^{N-1} Q_{\text{radi}} \quad (15)$$

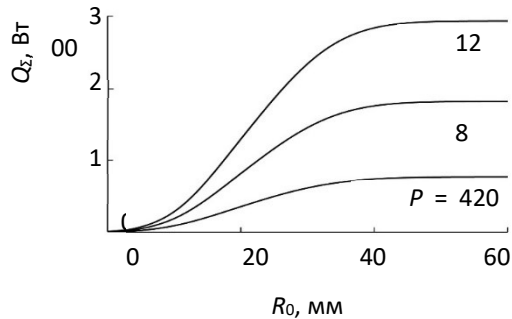


Рисунок 2. Зависимости суммарного теплового потока, который генерирует область внешней пластины с радиусом r , при мощности разряда P .

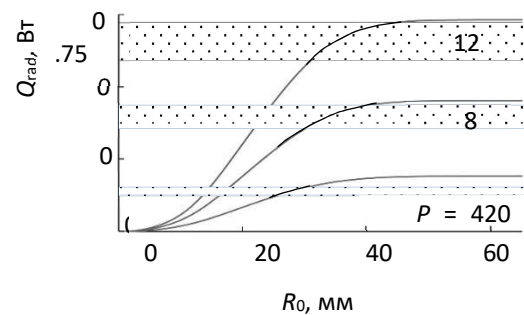


Рисунок 3. Суммарные тепловые потоки на ЧЭ в зависимости от радиуса области, генерирующей поток, и мощности разряда.

Результат применения формулы (15) с переменным верхним пределом суммирования n , который изменяется от 0 до $N-1=64$, представлен на рис. 2. На рис. 2 индекс n заменен на радиус R_0 , который имеет область, содержащая n элементов. Эта замена основана на том, что каждый элемент имеет форму кольца шириною 1 мм. Из рис. 2 видно, что основную долю теплового излучения генерирует внутренняя область пластины радиусом 40 мм.

Поток (15) имеет пространственное распределение, пропорциональное косинусу угла относительно нормали к поверхности мишени. Поэтому на ЧЭ падает лишь незначительная его часть. Для достижения цели, поставленной в данной работе необходимо определить тепловой поток от мишени на удаленной поверхности определенной геометрической формы с заданными размерами. Эту величину задает сумма:

$$Q_{\Sigma} = \sum_{i=0}^{N-1} \Phi_i Q_{\text{radi}} \quad (16)$$

где Φ_i – угол видимости или угловой коэффициент излучения, определяемый как доля теплового потока, падающего на заданную поверхность, от полного теплового потока, излучаемого источником. Напомним, что приемником излучения является медный диск площадью 100 мм², который расположен на одной оси с внешней пластиной мишени на расстоянии 110 мм. Более подробно о вычислении углов видимости можно ознакомиться в [21–43].

Изучим процесс переноса тепла более детально. Для этого с помощью формул (14) и (16) определим зависимость теплового потока на ЧЭ от радиуса R_0 области мишени принятой в качестве его источника. По аналогии с (16) запишем:

$$Q_{\Sigma n} = \sum_{i=0}^n \Phi_i Q_{\text{radi}} \quad (17)$$

Вычисления по формуле (17) были выполнены, как и ранее, для трех мощностей, при которых были проведены эксперименты с горячей мишенью. Сплошные линии на рис. 3 отражают результаты вычислений по формуле (17). Из рис. 3 видно, что так же, как и на рис. 2, внешнее кольцо шириной 20 мм практически не дает вклада в тепловой поток.

Дополнительно на оси Q_{rad} рис. 3 выделены три участка. Они отражают результаты экспериментального исследования кинетики нагрева ЧЭ. Центр каждого участка задает величина $\Delta q_{\text{нт}}(P_j)$, $j=1, 2, 3$ определенная формулой (10) для мощностей разряда $P_j = 420, 820$

и 1220 Вт. Его границы определены погрешностью тепловых измерений 10%:

$$\Delta q_{j\pm} = \Delta q_{\text{нт}}(P_j)(1 \pm 0.1), j=1, 2, 3, \quad (18)$$

Каждая пара значений $\Delta q_{j\pm}$, вычисленная с помощью формулы (18), позволила установить возможный размер области мишени, которая создает тепловой поток, установленный экспериментально. Для этого на рис. 3 построены области, выделенные точками. Пересечения границ каждой полосы с соответствующей зависимостью $Q_{\Sigma n}(P_j)$, $j=1, 2, 3$ указывает на границы искомой области. Рис. 3 позволил установить связь размера области, создающей тепловой поток на ЧЭ, с мощностью разряда. Эта связь близка к полиному первого порядка:

$$R_0(P) = 1.13 \cdot 10^{-2} P + 22.1 \text{ мм}. \quad (19)$$

В (19) мощность выражена в ваттах.

Список использованных источников

- [1] Шаповалов В И, Лапшин А Е, Комлев А А *Письма ЖТФ* 2012 **38** 8-16.
- [2] Шаповалов В И, Лапшин А Е, Арсентьев М Ю и др 2013 *ЖТФ* **83** 73-83.
- [3] Lu P, Yan T, Huang J et al *Nanomaterials* 2024 **14** 1040.
- [4] Комлев А А, Лапшин А Е, Магдысюк О В и др. 2010 *Письма в ЖТФ* **36** 29-34.
- [5] Huo D, Ma X, Su H et al *Nanomaterials* 2021 **11** 1092.
- [6] Kim M, Yoon J, Kim H et al *Nanomaterials* 2024 **14** 1121.
- [7] Niu X, Dong G, Wei S et al *Ceram. Intern.* 2023 **49** 19885-19894.
- [8] Kosari Mehr A *Ceram. Intern.* 2022 **48** 4921–4929.
- [9] Merces D, Perry F, Billard A *Surf. Coat. Technol.* 2006 **201** 2276–2281.
- [10] Tesař J, Martan J, Rezek J *Surf. Coat. Technol.* 2011 **206** 1155–1159.
- [11] Shapovalov V I *Techn. Phys.* 2019 **64** 926–932.
- [12] Thornton J A *Thin solid films* 1978 **54** 23–31.
- [13] Drüsedau T P, Bock T, John T M *J. Vac. Sci. Techn. A.* 1999 **17** 2896–2905.
- [14] Kersten H, Deutsch H, Steffen H *Vacuum* 2001 **63** 385–431.
- [15] Ekpe S D, Dew S K *J. Vac. Sci. Techn. A.* 2004 **2** 1420–1424.
- [16] Čada M, Bradley J W, Clarke G C B *J. Appl. Phys.* 2004 **102** 063301.
- [17] Lundin D, Stahl M, Kersten H *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2009 **42** 185202.
- [18] Cormier P A, Stahl M, Thomann A L *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2010 **43** 465201.
- [19] Jouhara H, Saloum S, Alsous M B et al *Vacuum* 2012 **86** 1898–1904.
- [20] Shapovalov V I, Ahmedov H, Kozin A A et al *Vacuum* 2021 **192** 110421.
- [21] Shapovalov V I, Sharkovskii D S *Materials* 2024 **17** 3599.
- [22] Shapovalov V I, Minzhulina E A *Vacuum* 2019 **161** 324-327.

Исследование и получение многослойных ТРП с линейной характеристикой сопротивления от температуры

В Д Зуев¹, А А Рыжов¹, С А Гурин¹, М Д Новичков¹, Д В Агафонов¹, А Э Шепелева², В И Грищенко¹, Е А Сударева¹

¹АО «Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов», г. Пенза, Россия

²ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», г. Пенза, Россия

E-mail: teslananoel@rambler.ru

Аннотация. Представлены ключевые конструктивные решения, а также технология получения и стабилизации многослойных тонкопленочных резистивных структур с линейной температурной зависимостью сопротивления. Предлагаемый метод позволяет достичь температурного коэффициента сопротивления (ТКС) не более $\pm 3 \cdot 10^{-6}$ и обеспечить линейную характеристику сопротивления (Δ ТКС) на уровне не хуже ± 3 ppm в широком диапазоне температур.

Введение

Стремительное развитие информационно-измерительных систем (ИИС) предъявляет постоянно возрастающие требования к компонентам микроэлектроники [1]. Современный рынок тонкопленочных резисторов (ТР) характеризуется непрерывным совершенствованием технологий, появлением новых производителей и, как следствие, усилением конкуренции [2, 3]. Наряду с внедрением перспективных конструктивных решений, наблюдается тенденция к улучшению эксплуатационных характеристик изделий. Параллельно ведутся активные исследования, направленные на оптимизацию технологий формирования резистивных структур с целью достижения минимальных значений ТКС, расширения диапазона рабочих температур, повышения долговременной стабильности, и линейной зависимости сопротивления от температуры [4].

В результате можно констатировать, что усилия ведущих специалистов в области прецизионных тонкопленочных резисторов сосредоточены на повышении стабильности сопротивления, минимизации ТКС и Δ ТКС, а также снижении допустимых отклонений. В настоящей статье рассматриваются перспективные конструктивно-технологические решения по созданию тонкопленочных резисторов, обеспечивающих нелинейность сопротивления от температуры и ТКС на уровне не более ± 3 ppm и лучше.

1. Теоретическая часть

Эффективность и надежность функционирования современных информационно-измерительных систем в значительной степени обусловлены характеристиками тонкопленочных резистивных элементов, а благодаря своим малым габаритам, они легко интегрируются в сложные микроэлектронные сборки, обеспечивая высокую плотность компоновки и функциональность устройств [5]. ТР используются для прецизионного задания токов и напряжений в электронных схемах, для формирования делителей напряжения с высокой точностью, в качестве элементов обратной связи в операционных усилителях для

обеспечения стабильных параметров усиления, а также в качестве нагрузки в высокочастотных схемах и линиях передачи для согласования импедансов и предотвращения отражений сигнала.

Для изготовления тонкопленочных резисторов на диэлектрических подложках с полированной поверхностью, предназначенных для работы в диапазоне сопротивлений от единиц Ом до единиц МОм, необходимы материалы с удельным сопротивлением, находящимся в диапазоне от 100 до 2000 мкОм·см. В то время как удельное сопротивление массивных металлов и сплавов, как правило, не превышает нижнюю границу указанного интервала, при формировании тонкопленочных структур наблюдается значительное увеличение этого параметра, существенно отличающееся от объемных свойств материала. Данный эффект в первую очередь обусловлен уменьшением подвижности электронов проводимости в тонких пленках, связанным с укорочением их средней длины свободного пробега вследствие рассеяния на границах пленки, что описывается размерным эффектом. Увеличение удельного сопротивления тонкой пленки сопровождается заметным снижением ее ТКС по сравнению с соответствующим значением для массивного проводника. Однако, при толщине пленки менее 100 нм, достижение линейной зависимости сопротивления от температуры становится затруднительным. Для решения этой проблемы, и обеспечения требуемых характеристик, целесообразно использовать именно тонкопленочную технологию, позволяющую контролировать и оптимизировать параметры пленки.

Проведенные экспериментальные исследования и анализ литературных данных выявили [6], что металлосилицидные материалы и нихромовые сплавы обеспечивают наиболее высокую временную и температурную стабильность ТР. Теоретические изыскания показывают, что электрическая проводимость металлосилицидных тонкопленочных резисторов, в частности, керметов типа К-20С и К-30С, является результатом суперпозиции двух составляющих: металлической проводимости и полупроводниковой термоактивационной проводимости.

$$\sigma(T) = \sigma_{\alpha} \exp\left(\frac{T_M}{T}\right) + \sigma_0 (1 + \alpha T)^{-1}, \quad (1)$$

где $T_M = E_m/K$ – характеристическая температура; E_m – максимальное значение энергии активации; K – постоянная Больцмана; σ_{α} – термоактивационная проводимость; σ_0 – металлическая проводимость; T – температура; α – ТКС металлической фазы.

Представленное соотношение позволяет предположить принципиальную возможность получения ТКС, стремящегося к нулю. Однако, принимая во внимание сложность управления процессом вакуумного напыления и разнообразия технологий синтеза резистивной пленки, выявление технологических критериев для контролируемого получения тонких пленок с ТКС, близким к нулю в заданном диапазоне температур, оказывается затруднительной. Это связано с проблемой точной компенсации металлической (положительной) и термоактивационной (отрицательной) составляющих проводимости.

Для обеспечения стабильного воспроизведения значений ТКС в указанном диапазоне и получения линейной зависимости сопротивления от температуры, продолжительность процесса напыления керметных пленок К-20С и К-30С не должна превышать 5 минут. При этом, поддержание вакуума в камере должно обеспечиваться на уровне не хуже $4 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

Другим материалом, демонстрирующим высокую точность для создания ТР, является сплав Х20Н80. Для формирования резистивного слоя из сплава Х20Н80 применяется метод термического вакуумного испарения при остаточном давлении в диапазоне от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. Вакуумное напыление осуществляется с использованием испарителя, на который подавался ток в пределах 300–400 А. Перед основным процессом напыления проводится предварительное распыление материала на заслонку в течение 30–90 секунд, после чего ток регулировался до значений, обеспечивающих равномерное кипение сплава. Такой режим обеспечивает формирование пленки с удельным поверхностным сопротивлением не более 330 Ом/□, что, согласно данным теоретических и экспериментальных исследований, соответствует

оптимальным электрофизическим параметрам сплавов никеля и хрома с точки зрения стабильности. Полученные экспериментальные данные показывают, что средние значения ТКС тонкопленочных структур на основе никеля и хрома в 95 % случаев находятся в диапазоне от $\pm (5...50) \cdot 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$ в зависимости от толщины пленки.

В таблице 1 представлены основные параметры напыления, подлежащие контролю в процессе осаждения, которые были оптимизированы для достижения требуемых характеристик.

Таблица 1. Отработанные режимы и контролируемые параметры напыления резистивных пленок на основе сплавов К-20С и Х20Н80.

Слой	Ток испарителя $I_{\text{испар}}, \text{А}$	Начальное остаточное давление в камере $P_{\text{ост нач}}, \text{мм рт.ст.}$	Конечное остаточное давление в камере $P_{\text{ост кон}}, \text{мм рт.ст.}$	Температура подложки, $T_{\text{подл}}, ^\circ\text{C}$	Удельное поверхностное сопротивление $\rho_{\text{нап}}, \text{Ом}/\square$	ТКС, $1 \cdot 10^{-6}, 1/^\circ\text{C}$
К-20С	480-500	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	350-450	100	-(44...97)
Х20Н80	300-400	$5 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	350-450	150-250	-(5...50)

На предприятиях микроэлектроники, в том числе на таких передовых, как Vishay, Panasonic для создания сверхпрецизионных тонкопленочных резисторов широко используются режимы напыления сплавов Х20Н80 и К-20С, которые представлены выше. Однако, несмотря на технологическое совершенство и дорогостоящее оборудование, выполнение заказов на резисторы может занимать до полугода. Причина кроется в сложности достижения требуемого ТКС и стабильности сопротивления от температуры. Производителю приходится напылять множество партий, проводя тщательную выборку по ТКС, что значительно увеличивает время производства продукции.

Для решения данной проблемы, связанной с нестабильностью получения требуемого значения ТКС, была разработана инновационная комбинация слоев. Эта технология позволяет получить линейную зависимость сопротивления от температуры, что существенно упрощает процесс производства, повышает выпуск годной продукции, и, как следствие, сокращает сроки выполнения заказов. Разработанная комбинация слоев обеспечивая повышение эффективности и стабильности характеристик.

2. Экспериментальная часть

Согласно отработанным технологиям получения пленок из нихрома NiCr и кермета К-20С, применяемым на сегодняшний день, были построены графики для 6 образцов, которые представлены на рисунках 2 и 3, соответственно.

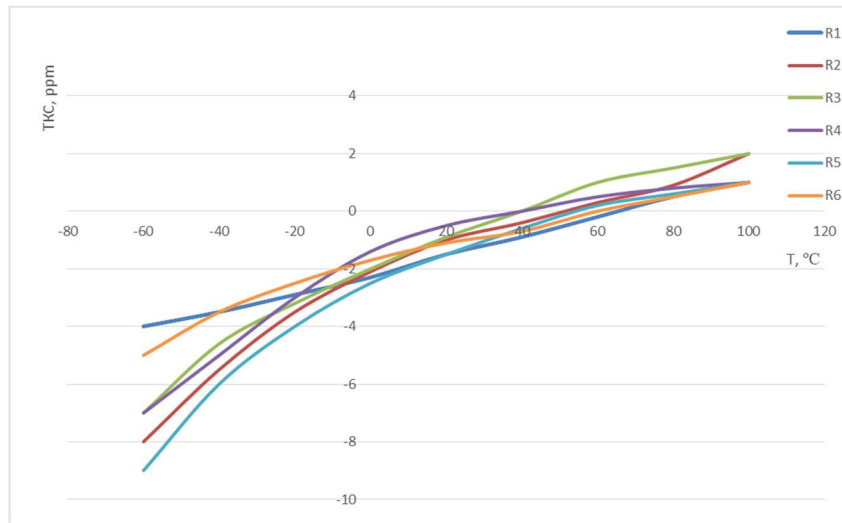


Рисунок 1. Зависимость ТКС от температуры для нихрома NiCr.

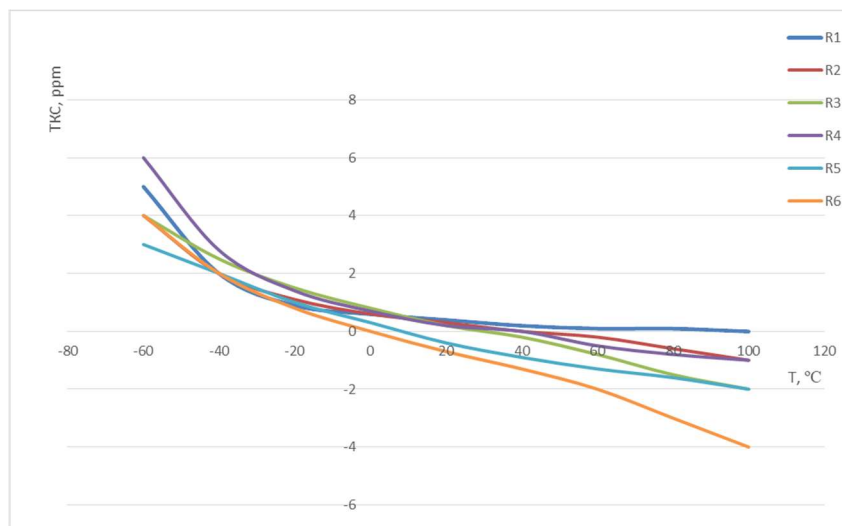


Рисунок 2. Зависимость ТКС от температуры для кермета К-20С.

Согласно полученным данным, зависимость сопротивления от температуры для нихрома NiCr представляет собой график параболического вида с ветвями, направленными вниз. При этом зависимость сопротивления от температуры для кермета К-20С представляет собой график параболического вида с ветвями, направленными вверх.

С целью получения высокостабильных тонкопленочных резисторов, демонстрирующих линейную зависимость сопротивления от температуры и низкое значение ТКС, было предложено использовать двухслойную структура из нихрома NiCr и кермета К-20С, напыляемых последовательно и обеспечивающих компенсацию изменения сопротивления от температуры отдельных слоев. Для этого была разработана технология синтеза предложенной комбинации слоев последовательно по выше рассмотренным режимам.

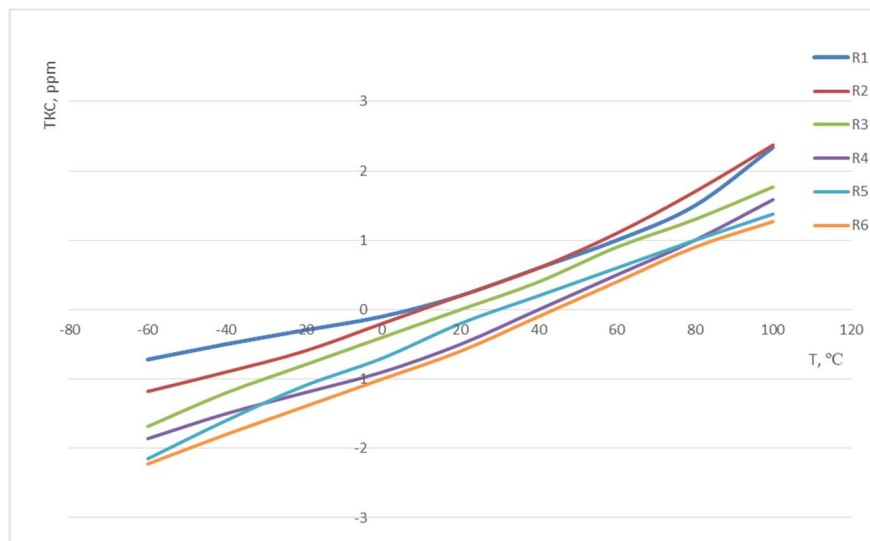
Для опробирования технологии были сформированы 2 партии тонкопленочных резисторов по 6 образцов в каждой. Термообработка осуществлялась при 350°C, 400°C, 415°C, 423°C.

В таблице 2 представлены подобранные и оптимизированные режимы напыления для многослойной тонкопленочной структуры на основе кермета К-20С и нихрома NiCr.

Таблица 2. Отработанные режимы напыления резистивных металлосилицидных пленок на основе кермета К-20С и нихрома NiCr.

Слой	Начальное остаточное давление в камере $P_{\text{ост нач}}$, мм рт.ст.	Конечное остаточное давление в камере $P_{\text{ост кон}}$, мм рт.ст.	Температура подложки, $T_{\text{подл}}$, °C	Время напыления, с	Удельное поверхностное сопротивление $\rho_{\text{нап}}$, Ом/□
NiCr	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-5}$	350	18	1460
К-20С	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-5}$	350	90	1090
Al	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-5}$	350	28	2,47

Согласно указанным режимам были получены многослойные резистивные структуры в тонкопленочном исполнении. Для шести образцов было рассчитано значение ТКС в диапазоне температур от -60 до 100 °C. График, отражающий зависимость сопротивления от температуры для полученной многослойной структуры, представлен на рисунке 3.

**Рисунок 3.** Зависимость ТКС от температуры для многослойной структуры.

Полученные данные, отраженные на графике, демонстрируют линейную характеристику сопротивления ($\Delta\text{ТКС}$) на уровне не хуже ± 3 ppm.

Заключение

Разработанная технология получения многослойных высокостабильных тонкопленочных резисторов на основе металлосилицидных и нихромовых сплавов позволила добиться линейной температурной зависимостью сопротивления. Технологический процесс с отработанными оптимальными режимами напыления и стабилизации позволяет за счёт компенсации по ТКС добиться его значения, не превышающего $\pm 3 \cdot 10^{-6}$.

Список использованных источников

- [1] Лугин А.Н. Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов // Монография. – 2009. – 287 С.
- [2] А.В. Афанасьев, В.А. Ильин, А.В. Корляков, А.О. Лебедев, В.В. Лучинин, Ю.М. Таиров. В сб.: Физика и Технология микро- и наносистем / Под ред. В.В. Лучинина и В.В. Малиновского. Русская коллекция, СПб. (2011). С. 50.
- [3] Корж, И. А. Тонкопленочные резисторы с повышенной рассеиваемой мощностью / И. А. Корж, К. В. Николаенко, А. Н. Кузнецов // Техника радиосвязи. – 2018. – № 2(37). – С. 55-63.
- [4] Лугин, А. Н. О нормировании температурного коэффициента сопротивления тонкопленочных резисторов высокой точности / А. Н. Лугин // Труды международного симпозиума "Надежность и качество". – 2007. – Т. 2. – С. 75-76.
- [5] Комбинированные низкоразмерные сверхпрецизионные тонкопленочные резисторы с температурной самокомпенсацией / Гурин С. А., Новичков М.Д., Печерская Е.А., Пижонков Я.А. // Актуальные проблемы и перспективы развития радиотехнических и инфокоммуникационных систем" "РАДИОИНФОКОМ-2021": Сборник научных статей V Международной научно-практической конференции, Москва, 15–19 ноября 2021 года. – Москва: МИРЭА - Российский технологический университет, 2021. – С. 448-454.
- [6] Гурин С.А. Исследование и разработка тонкопленочных гетерогенных структур чувствительных элементов датчиков давлений с экстремальными условиями эксплуатации.: дисс. на соиск. уч. степ. канд. техн. наук: 05.27.01 / Гурин Сергей Александрович. – П., 2016.

Импульсное лазерное осаждение тонких пленок Ga_2O_3 для высокотемпературных датчиков водорода

А В Литвинов, М О Этрекова, Н Н Самотаев, К Ю Облов

Национальный Исследовательский Ядерный Университет МИФИ

Россия, 115409, г. Москва, Каширское шоссе, д. 31

E-mail: avlitvinov@mephi.ru, nnsamotaev@mephi.ru

Аннотация. Исследованы образцы водородных датчиков емкостного типа на основе МДП структур $\text{Pd-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ и $\text{Pt-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$, изготовленных с применением метода импульсного лазерного осаждения (ИЛО) тонких пленок в вакууме. Показано, что полученные пленки представляют собой $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ с низкой степенью кристалличности. Изучены параметры чувствительности датчиков к водороду при рабочей температуре 170 °С. Исследования проведены в атмосфере воздуха и аргона с концентрацией H_2 100 ± 10 ppm. Показано, что образцы с Pd -электродом проявляют большую чувствительность к водороду по сравнению с Pt и при смене газа-носителя с воздуха на инертный газ прослеживается рост чувствительности в ≈ 2 раза.

Введение

Инертные газы широко используются в промышленности и для решения научно-исследовательских задач. Например, в [1] изучалась стойкость гидридов металлов при их длительной выдержке под действием высоких температур для имитации реальных условий в реакторах на быстрых нейтронах. Для корректной оценки концентрации водорода, выделившейся в процессе термического разложения гидридов, исследования проводились в инертной среде аргона.

Для решения этой и подобных задач требуются надежные и быстродействующие газовые датчики, способные работать в бескислородной среде. Датчики, изготовленные в микрометровом масштабе, дают преимущества не только с точки зрения снижения производственных затрат и стоимости, но и достижения лучших параметров воспроизводимости и стабильности характеристик, а также потенциала миниатюризации и успешной интеграции в состав комплексных газоаналитических систем [2, 3].

Многие технологические процессы в нефтехимической, пищевой, аэрокосмической промышленности; энергетике и металлургии протекают при высоких температурах. Поэтому для in-situ анализа состава отходящих газов требуются датчики с рабочими температурами 200 °С и выше. Для микроэлектронной реализации таких датчиков требуются материалы, способные работать при высоких температурах, в т.ч., полупроводники с широкой запрещенной зоной (например, карбид кремния SiC) и оксид галлия Ga_2O_3 – один из перспективных материалов, долговременно стабильный в экстремальных условиях [4].

В настоящей работе исследованы образцы датчиков водорода емкостного типа на основе МДП структур $\text{Pd-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ и $\text{Pt-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ с рабочей температурой 170 °С, а также контрольные образцы $\text{Pd-Ta}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-Si}$ при температуре 120 °С [5].

1. Лазерное осаждение тонких пленок в вакууме

Используемая в работе установка для напыления тонких пленок МДП структур состоит из двух частей: твердотельного лазера ЛТИ-205 с длиной волны $\lambda = 1,064$ мкм на алюмо-иттриевом гранате и вакуумной установки ВУП-5. Напыление производилось при контролируемом

давлении 10^{-7} - 10^{-6} мм. рт. ст., создаваемом с помощью механического форвакуумного и паромасляного высоковакуумного насосов. Лазер работал в режиме модулированной добротности с длительностью импульса 10 нс, энергией импульса 0,1 Дж и частотой следования импульсов 50 Гц. Плотность мощности лазерного излучения на поверхности мишени составляла 10^9 Вт/см². Лазерное излучение вводилось в камеру через окно ввода и фокусировалось линзой на вращающейся мишени под углом 45°. Испаряемое вещество мишени осаждалось на поверхность подложки, подогреваемой до 300 °С. Мишень Ga₂O₃ для напыления была изготовлена из особо чистого порошка 99,999 % методом искрового плазменного спекания на установке Spark Plasma Sintering System, Labox-625. Режим спекания: 1) нагрев 20 мин со скоростью 50 °С/мин); 2) выдержка 10 мин при 1100 °С и 3) остывание 20 мин. Готовая мишень имела параметры: диаметр 20 мм, высота 2 мм, масса 2,8 г.

Основой структуры для образцов являлась пластина *n*-type SiC (политип 4Н) толщиной 350 мкм с эпитаксиальным слоем толщиной 21 мкм ($N_0 = 10^{15} \dots 10^{18}$ см⁻³). Напыление Ga₂O₃ производилось на эпитаксиальный слой. Расстояние от мишени до подложки составляло 6,5 см. Длительность напыления – 20 минут. После изъятия пластины из вакуумной камеры был произведен отжиг в печи на воздухе 1 час при $T = 800$ °С с постановкой образца в уже разогретую печь. Результаты микроскопического исследования полученных пленок Ga₂O₃ представлены SEM и AFM-фотографиями поверхности и скола на рисунке 1.

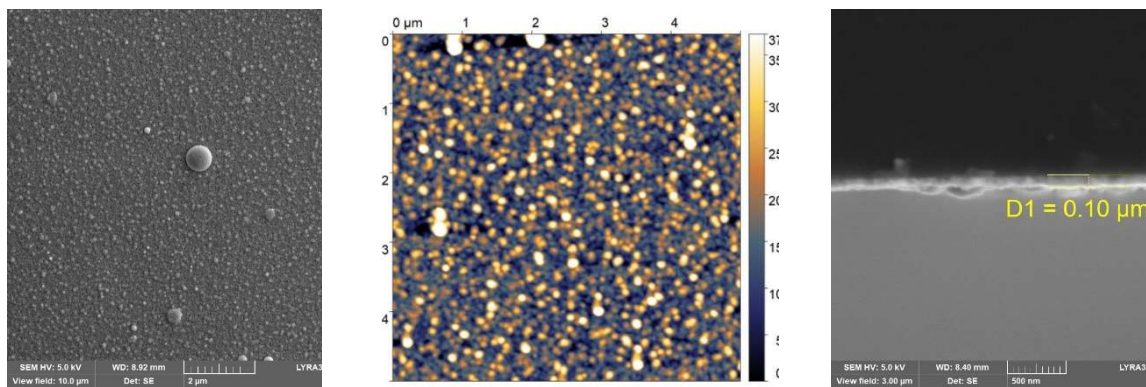


Рисунок 1. Поверхность и скол пленки Ga₂O₃, полученной методом ИЛО на SiC.

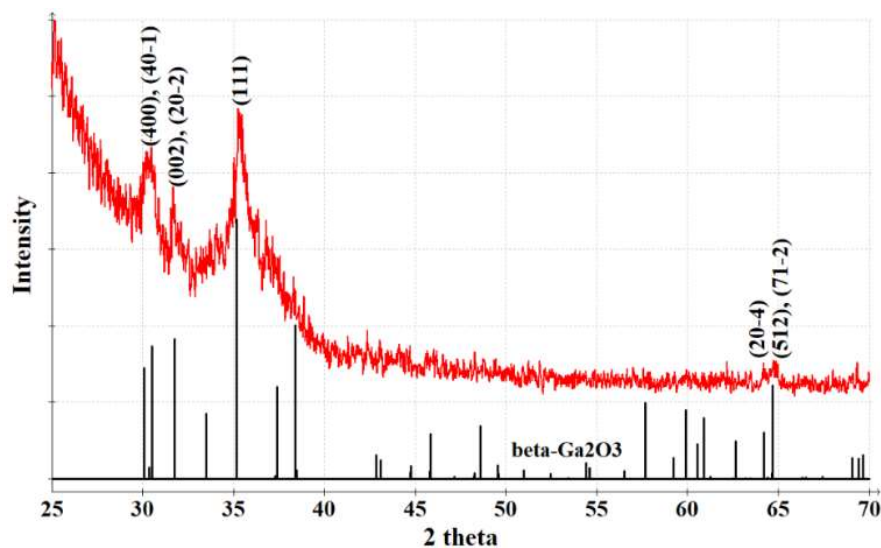


Рисунок 2. Дифрактограмма поверхности пленки Ga₂O₃, полученной методом ИЛО на SiC.

На поверхности образца видны отдельные зерна и капли, состоящие из галлия или его оксида. Размеры зерен можно оценить как ~50-80 нм при высоте ~5 нм и средней шероховатости пленки 5,7 нм. Рентгеноструктурные исследования проводились с помощью дифрактометра Bruker AXS D8 DISCOVER с медной трубкой ($\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 0,15418$ нм). На дифрактограмме (рис. 2) образца в стандартной геометрии Брэгга-Брентано присутствует лишь несколько слабых пиков, которые могут быть приписаны к фазе $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (теоретическая рентгенограмма для порошкового образца этой фазы приведена на рис. 2 чёрной линией). В геометрии GIXRD интенсивность получается чуть выше, и можно наблюдать несколько дополнительных пиков, характерных для β -фазы. Таким образом, полученная нами пленка – это $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ с низкой степенью кристалличности, что неожиданно с учетом высокотемпературного отжига, но встречается в литературе [6].

Напыление Pd и Pt на Ga_2O_3 производилось через маску с диаметром отверстий под управляющие электроды 2,5 мм. Время напыления для Pd составляло 10 мин, для Pt – 5 мин. После напыления был произведен отжиг в печи на воздухе 1 час при $T = 400$ °C для термической стабилизации пленок после напыления.

2. Результаты исследования чувствительности датчиков к водороду

Для исследования чувствительности датчиков к водороду использовалась динамическая установка «Микрогаз» [inte.ru], баллоны с воздухом и аргоном ОСЧ, а также поверочные газовые смеси (ПГС): воздух + H_2 (0,102 об.%) и $\text{Ar} + \text{H}_2$ (0,0094 и 0,157 об.%). После смешивания анализируемая газовая смесь подавалась в камеру МДП датчиков объемом не более 0,1 л. Величина реакции датчиков на концентрацию водорода регистрировалась по сдвигу вольт-фарадной характеристики (ВФХ) ΔU при фиксированном значении емкости. Величина сдвига ΔU является первичным сигналом, обусловленным физико-химической природой взаимодействия твердого тела с различными газами и независимым от схемотехнической реализации. Это позволило корректно сравнить результаты с контрольными образцами, а также полученными нами ранее данными для других типов МДП структур на SiC подложках [7]. Исследование ВФХ датчиков производилось на прецизионном цифровом измерителе RLC Актаком АММ-3068 с тестовой частотой 20 кГц и амплитудой сигнала 50 мВ.

Экспериментальные данные по сдвигу ВФХ под действием 100 ppm водорода в среде воздуха и аргона представлены в таблице 1 и на рисунке 3.

Таблица 1. Величина сдвига ВФХ ΔU датчиков с разными типами структур под действием 100 ppm H_2 в среде воздуха и аргона

№ образца	ΔU , мВ		Тип МДП структуры	$T_{\text{дат.}}$, °C
	воздух	аргон		
1	-345 ± 30	-780 ± 30	Pd-Ta ₂ O ₅ -SiO ₂ -Si	120
2	-360 ± 20	-800 ± 30		
3	-345 ± 10	-800 ± 10		
4	-350 ± 30	-800 ± 20		
5	-50 ± 10	-430 ± 40	Pt-Ga ₂ O ₃ -SiC	170
6	→ 0	-130 ± 20		
7	-420 ± 40	-570 ± 40	Pd-Ga ₂ O ₃ -SiC	
8	-500 ± 40	-600 ± 40		
9 [7]	-250 ± 40	н/д	Pd-Ta ₂ O ₅ -SiC	200
10 [7]	-130 ± 30	н/д	Pt/Pd-Ta ₂ O ₅ -SiC	

Как видно, образцы датчиков с палладиевым электродом закономерно демонстрируют большую чувствительность к водороду в сравнении с датчиками, имеющими платиновый электрод,

независимо от газовой среды и материала диэлектрика и полупроводниковой подложки. При смене газа-носителя с воздуха на аргон для контрольных образцов № 1-4 прослеживается рост чувствительности в ≈ 2 раза. Мы предполагаем, что причина этого заключается в отсутствии конкуренции водорода с кислородом на поверхности палладия и, как следствие, в более эффективной диффузии атомов H вглубь катализатора с образованием PdH_x . Причем данный рост чувствительности может оказаться нелинейным, т.к. образование различных фаз гидрида палладия зависит от концентраций водорода: α -фаза преобладает, если H_2 меньше 1 об. %; β -фаз – соответственно, больше [3].

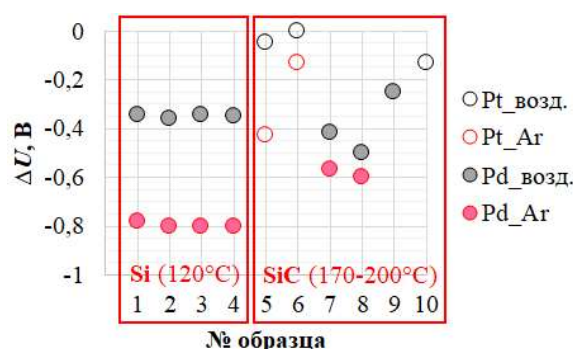


Рисунок 3. Величина сдвига ВФХ ΔU под действием 100 ppm H_2 для разных образцов МДП датчиков, согласно данным таблицы 1.

Подобный эффект повышения чувствительности в инертном газе также прослеживается и для высокотемпературных образцов на подложках SiC, однако в меньшей степени. Это может быть связано с тем, что при повышении температуры растворимость атомов водорода в палладии снижается [8].

Заключение

Экспериментально показано, что газовая среда влияет на чувствительность МДП датчиков водорода, в большей степени, с палладиевым электродом, чем с платиновым. Данное влияние оказывается за счет изменения характера сорбции молекул водорода и эффективности диффузии атомов H вглубь палладия с образованием PdH_x . Для высокотемпературных применений показана возможность использования структур $\text{Pd-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ или $\text{Pt-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ с меньшей чувствительностью по величине сдвига ВФХ в сравнении с классическими $\text{Pd-Ta}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-Si}$.

Благодарности

Исследование выполнено при помощи гранта РФФИ № 24-79-10278 от 31.07.2024 г.

Список использованных источников

- [1] Shornikov D P, Mikhalechik V V, Ivanov G A et al. 2024 *Phys. Atom. Nuclei* **87** 1573–1578.
- [2] Matbouly H E, Domingue F, Palmisano V et al. 2014 *Int. J. of Hydrogen Energy* **39** 4664–4673.
- [3] Darmadi I, Nugroho F A, Langhammer C 2020 *ACS Sensors* **5** 3306–3327.
- [4] Manandhar S, Battu A K, Devaraj A et al. 2020 *Sci. Rep.* **10** 178.
- [5] Bolodurin B A, Mikhailov A A, Filipchuk D V et al. 2018 *Russ. J. Gen. Chem.* **88** 2732–2739.
- [6] Zhang R, Shen L, Kuang Y et al. 2023 *Vacuum* **210** 111818.
- [7] Litvinov A, Etrekova M, Podlepetsky B et al. 2023 *Sensors* **23** 3760.
- [8] Liu Y, Koo K, Mao Z et al. 2024 *PNAS* **121** 2408277121.

Распыляемый узел магнетрона для осаждения пленок металлических стекол

Д К Зефания, В И Шаповалов, Д С Шарковский, А В Николаев
СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Цель работы состояла в изучении возможности осаждения пленок металлических стекол с помощью сбалансированного магнетрона, оснащенного многослойной мишенью. Кольцевая зона распыления мишени магнетрона ограничена внутренним и внешним радиусами R_{01} R_{02} , соответственно. Мишень состоит из четырех распыляемых металлических пластин. Пластины установлены на одной оси с магнетроном и жестко прикреплены к нему. Внутренняя сплошная распыляемая металлическая пластина, служит холодильником. Две средние и внешняя выполнены из других металлов и представляют собой кольца с внутренними радиусами R_2 , R_3 и R_4 , соответственно. Из условия эквимольности сплава получена система уравнений для вычисления этих радиусов. Изложение иллюстрируется примером с мишенью, предназначенной для осаждения пленки сплава медь–титан–тантал–молибден.

Ключевые слова: металлическое стекло, пленка, магнетронное распыление, многослойная мишень, титан, медь, тантал, молибден

За последние десятилетия было приложено много усилий, направленных на создание новых металлических материалов в объемном и пленочном исполнении. Были предложены и исследованы многокомпонентные материалы, содержащие металлы в эквимольных или близких к ним соотношениях. К ним относятся интерметаллиды [1], металлические стекла [2] и высокоэнтропийные сплавы [3]–[5].

Аморфные тонкопленочные металлические стекла вызвали широкий исследовательский интерес из-за их технологических перспектив для практического применения и научной важности в области биомедицины. Такие материалы на основе Ti привлекли внимание из-за высокой коррозионной стойкости и замечательных механических свойств, таких как высокая прочность и низкий модуль Юнга [6].

Следует обратить внимание на то, что титаносодержащие пленки многие десятилетия удерживают лидирующие позиции по числу публикаций о методах их синтеза, свойствах и всевозможных приложениях. Начиная от пленок чистого металла [7], развитие интереса к ним прошло через пленки простых соединений (типа оксидов, нитридов и др.) [8]–[12] и твердых растворов, например, двойных TiAlN [13], TiCrN [14], или тройных [15].

Среди разнообразия методов синтеза многокомпонентных пленок лидирующие позиции занимают разновидности магнетронного распыления. Главным элементом любого магнетрона является мишень, служащая источником материала пленки. Пленки металлических стекол могут содержать два и более компонентов. В сторону увеличения этого количества никаких ограничений нет. Это влечет за собой проблему создания мишени. При использовании одиночного магнетрона одним из путей ее преодоления является изготовление мишени из сплава заданного для пленки состава [16]. В другом случае создают секционированную мишень [17]. Более сложной является система со-распыления, содержащая как минимум два магнетрона с мишенями разного состава [18].

Рассмотрим возможность применения для синтеза пленок металлических стекол одиночного сбалансированного магнетрона с многослойной мишенью. Особенности работы магнетронов с

такими мишенями и их разновидности описаны нами в работах [19]–[22]. В данной работе предлагается новый вариант многослойной мишени. Для примера на рисунке 1 схематически изображена четырехслойная мишень, предназначенная для синтеза четырехкомпонентной пленки.

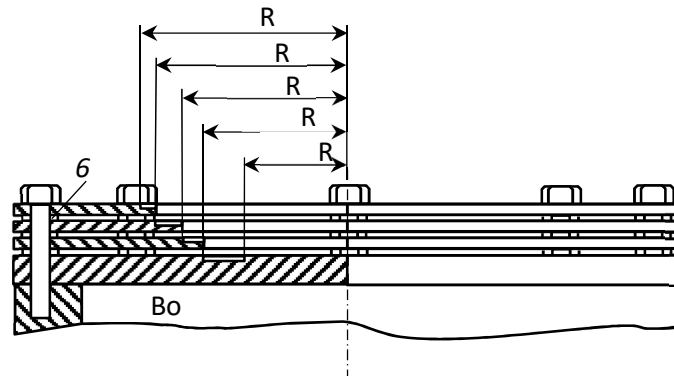


Рисунок 1. Схематическое изображение четырехслойного распыляемого узла магнетрона: пластины: 1 – внутренняя; 2 – первая средняя, 3 – вторая средняя; 4 – внешняя, 5 – корпус; 6 – крепежные болты; 7 – шайбы.

Мишень на рисунке 1 состоит из четырех распыляемых металлических пластин 1–4. Кольцевая зона распыления мишени магнетрона ограничена внутренним и внешним радиусами R_{01} R_{02} , соответственно. Пластины установлены на одной оси с магнетроном 5 и жестко прикреплены к нему болтами 6 с зазорами, которые обеспечивают шайбы 7. Внутренняя сплошная пластина 1 охлаждается проточной водой. Средние 2, 3 и внешняя 4 пластины выполнены из других металлов и представляют собой кольца с внутренними радиусами R_2 , R_3 и R_4 , соответственно.

Внутренняя пластина 1 выполняет функцию холодильника, отводящего избыточное тепло от распыляемого узла. Пластины 2–4 работают в свободном тепловом режиме, т.е. охлаждаются за счет излучения и теплопроводности элементов крепления.

Зоны эрозии пластин 1–4 имеют форму колец площадью:

$$s_1 = \pi(R_2^2 - R_{01}^2); s_2 = \pi(R_3^2 - R_2^2); s_3 = \pi(R_4^2 - R_3^2); s_4 = \pi(R_{02}^2 - R_4^2). \quad (1)$$

Устройство работает следующим образом. Процесс проводят в среде аргона. При давлении аргона 4–8 мТорр в вакуумной камере с помощью магнетрона инициируют газовый разряд постоянного тока, поддерживая его в диапазоне от 1.0 до 5.0 А. Далее будем считать, что плотность тока распределена в этой области равномерно. Наряду с током разряда и давлением аргона независимыми переменными устройства являются внутренние радиусы кольцеобразных пластин. Каждая пластина за счет воздействия потока ионов аргона становится генератором потока соответствующего металла: Q_1 , Q_2 , Q_3 и Q_4 , плотности которых равны

$$J_i = \frac{S_i j}{e(1 + \gamma_i)} = a_i \frac{j}{e}, i = 1, 2, 3, 4. \quad (2)$$

где S_i и γ_i – коэффициенты распыления и ионно-электронной эмиссии i -го металла, соответственно; j – плотность тока разряда; $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона. В выражениях (2) учтены только потоки, возникшие вследствие распыления ионами аргона. Потоками, возможными за счет испарения пластин, пренебрегаем. В (2) обозначения a_i , $i = 1, 2, 3, 4$ введены для сокращения записи. Формулы для этих величин можно представить в общем виде:

$$a_i = \frac{S_i}{(1 + \gamma_i)}, i = 1, 2, 3, 4. \quad (3)$$

Для решения поставленной задачи осаждения пленки четырехкомпонентного сплава необходимо определить внутренние радиусы кольцеобразных пластин мишени. Если учесть,

что каждая из пластин генерирует поток металла $Q_i = s_i J_i, i = 1, 2, 3, 4$, то условием формирования эквимолярной пленки является равенство потоков:

$$Q_1 = Q_2 = Q_3 = Q_4. \quad (4)$$

Систему уравнений (4) удобнее выразить в относительной форме:

$$\frac{Q_1}{\sum Q_i} = \frac{Q_2}{\sum Q_i} = \frac{Q_3}{\sum Q_i} = \frac{Q_4}{\sum Q_i} = 0.25. \quad (5)$$

В развернутом виде система уравнений (5) принимает вид:

$$\begin{aligned} 3(R_{02}^2 - R_4^2)a_4 - (R_4^2 - R_3^2)a_3 - (R_3^2 - R_2^2)a_2 - (R_2^2 - R_{01}^2)a_1 &= 0, \\ -(R_{02}^2 - R_4^2)a_4 + 3(R_4^2 - R_3^2)a_3 - (R_3^2 - R_2^2)a_2 - (R_2^2 - R_{01}^2)a_1 &= 0, \\ -(R_{02}^2 - R_4^2)a_4 - (R_4^2 - R_3^2)a_3 + 3(R_3^2 - R_2^2)a_2 - (R_2^2 - R_{01}^2)a_1 &= 0. \end{aligned} \quad (6)$$

Решением системы (6) являются значения радиусов кольцеобразных пластин R_2, R_3 и R_4 , которые обеспечивают решение поставленной задачи.

Для примера рассмотрим мишень, предназначенную для осаждения пленки CuTiTaMo. В этой мишени пластин разместим следующим образом внутренняя – Cu, первая средняя – Ti, вторая средняя – Ta, внешняя – Mo. Расположение пластин не играет заметной роли. Однако в качестве внутренней желательно использовать пластину из металла, имеющего наименьшую температуру плавления, поскольку во всех остальных положениях пластины будут работать в горячем режиме и при токе разряда в несколько ампер могут быть локально доведены до температуры плавления. Используем для удобства в качестве подстрочных индексов радиусов пластин символы металлов: $R_2 \equiv R_{Ti}$, $R_3 \equiv R_{Ta}$, $R_4 \equiv R_{Mo}$. Значения физических параметров материалов пластин, приведены в таблице 1.

Таблица 1. Физические параметры материалов пластин

Параметр	Металл			
	Cu	Ti	Ta	Mo
S	2.6	0.7	0.4	0.4
γ	0.079	0.110	0.057	0.022
a	2.41	0.63	0.38	0.39
R , см		2.06	2.61	3.33
s , см ²	2.0	8.1	13.4	12.9

В общем виде решение системы (6) запишем в виде, удобном для интерпретации:

$$R_{Ti}^2 = (0.887R_{01})^2 + (0.003R_{02})^2, \quad (7)$$

$$R_{Ta}^2 = (0.521R_{01})^2 + (0.077R_{02})^2, \quad (8)$$

$$R_{Mo}^2 = (0.106R_{01})^2 + (0.416R_{02})^2.$$

Из (7) и (8) видно, что радиусы кольцеобразных пластин мишени однозначно связаны с параметрами кольцеобразной области распыления. Они представляют собой гипотенузы прямоугольных треугольников, катеты которых пропорциональны внутреннему и внешнему радиусам этой области.

Используем решение (7) и (8) для анализа частного случая магнетрона, который использован в наших экспериментах. Конструкция магнитной системы этого устройства обеспечивает кольцеобразную область распыления, имеющей внутренний и внешний радиусы 1.9 и 3.9 см,

соответственно. Площадь этой области равна $\pi(R_{02}^2 - R_{01}^2) \approx 36.4 \text{ см}^2$, Тогда плотность тока разряда в принятом диапазоне токов 1.0–5.0 А изменяется от 0.03 до 0.13 А/см².

Значения радиусов пластин мишени, вычисленные по формулам (7) и (8), и соответствующие им площади распыляемых областей (1) показаны в двух нижних строках табл. 2. На рис. 2 приведены зависимости от тока разряда плотности потоков металлов, вычисленные по формулам (2) и (3). Различие величин, наблюдаемое на рисунке 2, связано с очевидным отличием физических параметров материалов, указанных в таблице 1.

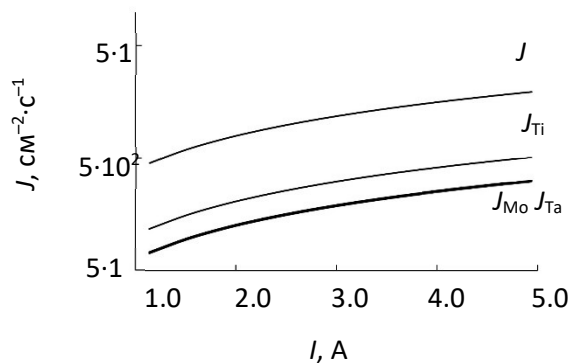


Рисунок 2. Зависимости от тока разряда плотности потоков металлов J_i , $i = \text{Cu, Ti, Ta, Mo}$.

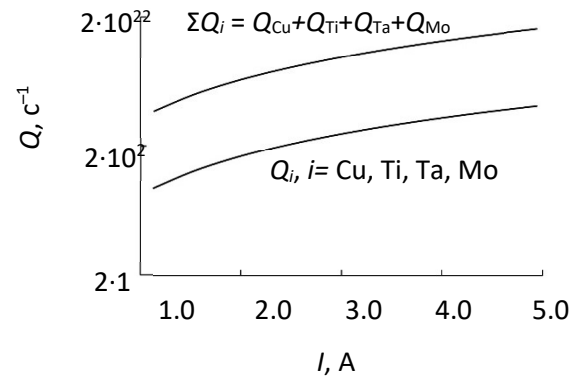


Рисунок 3. Зависимости от тока разряда потоков металлов Q_i , $i = \text{Cu, Ti, Ta, Mo}$ и суммарного потока ΣQ_i .

На рисунке 3 даны зависимости от тока разряда потоков металлов, которые генерируют разные пластины, вычисленные по кривым на рисунке 2 ($Q_i = s_i J_i$, $i = \text{Cu, Ti, Ta, Mo}$), и зависимость суммарного потока, который формирует пленку сплава.

Принципиально предложенная конструкция мишени не имеет ограничений на количество распыляемых пластин. Ее можно изготовить из меньшего или большего числа элементов. Очевидно, что применение двухслойной или пятислойной мишени даст возможность осаждать пленки двух- или пятикомпонентных сплавов, соответственно. В каждом случае для вычисления внутренних радиусов кольцеобразных пластин нужно будет составить систему уравнений типа (5) и в развернутом виде – (6). Например, для двухслойной мишени правая часть (5) будет равна 0.5 и задача будет состоять в вычислении радиуса только внешней пластины. Система (6) в этом случае будет свернута до одного уравнения:

$$(R_{02}^2 - R_2^2)a_2 - (R_2^2 - R_{01}^2)a_1 = 0. \quad (9)$$

В случае пяти слоев правая часть станет равной 0.2, что приведет к появлению четырех неизвестных. Система (9) расширится до четырех уравнений.

Предложенную мишень можно использовать и для осаждения твердых растворов простых соединений типа оксидов, нитридов и др. Для этого нужно добавить в газовую среду необходимый реактивный газ. Однако, выбор тока разряда и расходов газов для осаждения пленки нужного химического состав может оказаться в этом случае не очень простым.

Список использованных источников

- [1] Yartys V A, Lototsky M V *J. Alloys Comp.* 2022 **916** 165219.
- [2] Xu Y, Hong Y, Shi H et al. *J. Non-Crystall. Solids.* 2024 **632** 122937.
- [3] Yeh J W, Chen Y L, Lin S J et al. *Mater. Sci. Forum.* 2007 **560** 1–9.
- [4] Шаповалов В И *Изв. СПбГЭТУ «ЛЭТИ»* 2024 **17** 13-30.
- [5] Wu X, Xu X, Jiang Y et al. *Surf. Coat. Technol.* 2024 **476** 130157.
- [6] Thanka Rajan S, Arockiarajan A *J. Alloys Comp.* 2021 **876** 159939.

- [7] Belser R B, Hicklin W H *J. Appl. Phys.* 1959 **30** 313–322.
- [8] Шаповалов В И, Лапшин А Е, Арсентьев М Ю и др. *ЖТФ* 2013 **83** 73-83.
- [9] Шаповалов В И, Лапшин А Е, Комлев А А *Письма ЖТФ* 2012 **38** 8-16.
- [10] Lu P, Yan T, Huang J et al. *Nanomaterials* 2024 **14** 1040.
- [11] Zhou C, Ye Z, Tan Y et al. *Nanomaterials* 2025 **15** 124.
- [12] Komlev A A, Lapshin A E, Magdysyuk O V *Techn. Phys. Lett.* 2010 **36** 942–944.
- [13] Niu, X.; Dong, G.; Wei, S.; Wang, Y.; Wang, B.; Tian, H. *Ceramics Int.* 2023, 49, 19885-19894.
- [14] Kosari Mehr A *Ceram. Intern.* 2022 **48** 4921–4929.
- [15] Chernogor A V, Klimashin F F, Volkhonskii A O et al. *Surf. Coat. Technol.* 2019 **377** 124917.
- [16] Gruber G C, Zak A L S, Gammer C et al. *Surf. Coat. Technol.* 2022 **439** 128446.
- [17] Liu W, Wang C T, Zhao S C. et al. *Surf. Coat. Technol.* 2024. **478** 130466.
- [18] Peng H-W, Hsueh C-H *Surf. Coat. Technol.* 2024 **476** 130206.
- [19] Komlev A A, Minzhulina E A, Smirnov V V et al. *Appl. Phys. A* 2018 **124** 48.
- [20] Kozin, A A, Shapovalov V I *Surf. Coat. Technol.* 2019 **359** 451–458.
- [21] Shapovalov, V I *Techn. Phys.* 2019 **64** 926–932.
- [22] Shapovalov V I, Ivantsov M O, Krainov N S *J. Surf. Invest. X-ray* 2023 **17** S220–S225.

Исследование влияния материала адгезионного подслоя контактных площадок на стабильность тонкопленочных тензорезисторов

В Д Зуев¹, А А Рыжов¹, М Д Новичков¹, Д В Агафонов¹, А Э Шепелева¹, А М Киреев¹, А А Горбунцов², А А Хижняк²

¹ АО «Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов», г. Пенза, Россия

² ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», г. Пенза, Россия

E-mail: dmitryagafonov@list.ru

Аннотация. Результаты экспериментальных исследований демонстрируют, что использование ванадия в качестве адгезионного подслоя для тонкопленочных контактов из никеля и золота характеризуется наименьшей нестабильностью переходных сопротивлений по сравнению с хромом, при контакте с резистивным слоем из сплава X20H75Ю. Следовательно, введение ванадия в структуру "резистивный слой - контактная площадка" является эффективным способом расширения температурного диапазона тензорезистивного датчика давления.

Введение

В области разработки микроэлектромеханических систем (МЭМС) и, в частности, датчиков давления, ключевое значение имеет формирование тонкопленочных тензорезисторов (ТР) с высокой термостабильностью [1]. Проведенный анализ материалов, традиционно используемых для создания контактных площадок и внутрисхемных соединений в интегральных схемах, указывает на нерешенную проблему. Оптимизация структуры "резистивный слой-адгезионный подслоя-контактная площадка", представляет собой актуальную научную задачу. Решение этой задачи позволит создавать ТР с улучшенными характеристиками термостабильности, что, в свою очередь, обеспечит повышенную точность и надежность датчиков давления в различных приложениях.

Обеспечение долговременной стабильности характеристик тонкопленочных ТР является определяющим фактором для их применения в высокоточных датчиках давления. Выбор материалов и их пространственное расположение в пределах тонкопленочной структуры оказывают непосредственное влияние на эксплуатационные параметры ТР [2]. Критически важным представляется учет совместимости материалов, их восприимчивости к взаимной диффузии при повышенных температурах, а также их механических свойств и температурных коэффициентов расширения. Минимизация междиффузионных процессов и исключение образования нежелательных фаз, способных приводить к деформациям и, как следствие, к деградации стабильности ТР, особенно под воздействием циклических нагрузок давления, является приоритетной задачей [3].

Достижение оптимальной конфигурации требует комплексного подхода, включающего детальное исследование физико-химических свойств потенциальных материалов, проведение обширных экспериментальных исследований для определения оптимального стехиометрического состава и толщины слоев, а также разработку специализированных технологических процессов нанесения и последующей обработки слоев. Только такой комплексный подход позволит создать термостабильные ТР с высокой точностью и надежностью, что особенно важно для датчиков давления, где точность измерений критична.

1. Теоретическая часть

Контактные площадки являются одним из ключевых элементов тонкопленочных резисторов, предназначенных для подачи напряжения питания на измерительную цепь и съема выходного сигнала. Следовательно, материал для создания контактных площадок должен отвечать ряду строгих требований, включая хорошую адгезию с материалом тензорезистора и низкий омический контакт, низкое удельное сопротивление, высокую коррозионную стойкость в условиях эксплуатации, хорошую свариваемость с токовыводами при минимальной толщине, широкий диапазон рабочих температур [4].

В контексте разработки ТР, материалы, широко применяемые для формирования омических контактов и межсоединений в стандартных интегральных схемах, демонстрируют недостаточную совместимость с тензорезистивными сплавами. Для таких материалов, как золото, медь и никель, характеризующихся высоким уровнем проводимости, требуется введение дополнительного подслоя, обеспечивающего эффективную адгезию к резистивному материалу. Как следствие, в практических реализациях широко используются многослойные системы контактных площадок, каждый из которых оптимизирован для выполнения определенной функции, например, обеспечения прочной адгезии и снижения переходного сопротивления.

Основные свойства металлов, которые активно используют в качестве тонкопленочных контактов, представлены в таблице 1.

Таблица 1. Материалы тонкопленочных контактов

Наименование металла	Температура плавления, К	ТКЛР·10 ⁶ , 1/°С	ТКЛР·10 ³ , 1/°С	Объемное Электрическое Сопротивление $R_v \cdot 10^{-6}$, Ом·см
Золото (Au)	1336	14,0 - 14,2	3,0	2,4 - 2,5
Медь (Cu)	1356	16,6 - 16,8	4,3	1,78
Никель (Ni)	1726	13,0 - 13,2	2,0 - 3,0	6,8 - 8,2
Хром (Cr)	2183	6,0 - 7,0	0,1 - 1,5	21,0
Ванадий (V)	2223	8,3 - 10,9	3,3	18,2 - 19,9

Первый слой в многослойной контактной структуре выполняет критически важные функции: обеспечение прочной адгезии к материалу тензорезистора, минимизацию контактного сопротивления и поддержание его временной стабильности, а также создание диффузионного барьера, препятствующего миграции атомов последующих слоев в тензорезистивный материал [5]. Традиционным материалом для адгезионного подслоя в интегральных схемах является хром. Однако, при использовании контактной пары хром-золото, хром, в силу своей диффузионной активности при повышенных температурах (свыше 800 °С), подвергается диффузии в слой золота, что влечет за собой деградацию контактной пары. Таким образом, применение контактной пары хром-золото в интегральных схемах, функционирующих при температурах, не превышающих +60 °С, является приемлемым, поскольку при таких температурах процессы деградации протекают пренебрежимо медленно.

Второй слой многослойной контактной структуры должен отвечать ряду критически важных требований: обеспечение широкого диапазона рабочих температур, минимизация удельного сопротивления контактной группы и обеспечение высокой свариваемости при минимальной толщине пленки. Наилучшим образом этим критериям удовлетворяет золото

(Au), отличающееся также высокой устойчивостью к воздействию агрессивных сред, особенно когда рабочий диапазон температур лежит в интервале от 150 до 300°C.

В качестве адгезионного подслоя перспективным является ванадий, характеризующийся низкой растворимостью в золоте и никеле. Более того, использование ванадия позволяет селективно удалять подслои с помощью травителей, не затрагивающих материал тензорезистивного слоя. Исходя из вышеизложенного, для создания надежных тонкопленочных контактов в интегральных тензосхемах, предназначенных для работы в широком температурном диапазоне, включая повышенные температуры, необходимо проведение тщательных исследований влияния материала подслоя на стабильность тонкопленочных ТР. Результаты этих исследований позволят определить оптимальную структуру тонкопленочного контакта в сочетании с материалом резистивного слоя ТР.

2. Экспериментальная часть

При конструировании многослойных тонкопленочных структур для тензорезисторов (ТР), определяющим фактором при выборе материалов является их металлургическая совместимость, в частности, совместимость материалов контактной группы и резистивного слоя ТР. В данном контексте, ключевыми параметрами являются минимизация термоэлектродвижущей силы, возникающей на границе раздела, и подавление взаимной диффузии элементов структуры при воздействии повышенных температур. Следовательно, первоочередной задачей является выбор материала для адгезионного подслоя контактной группы, способного эффективно снижать интенсивность диффузионных процессов. В рамках экспериментального исследования были отобраны следующие комбинации металлов для формирования контактной группы с целью последующего анализа: хром-никель (Cr-Ni), ванадий-никель (V-Ni), хром-золото (Cr-Au) и ванадий-золото (V-Au).

Для исследования изменений переходных сопротивлений r_k между слоями выбранных контактных групп и резистивным слоем из сплава Х20Н75Ю была разработана специальная топология, которая имитирует, в том числе, микросварные соединения навесных перемычек при сборке ЧЭ. Топология представлена на рисунке 1.

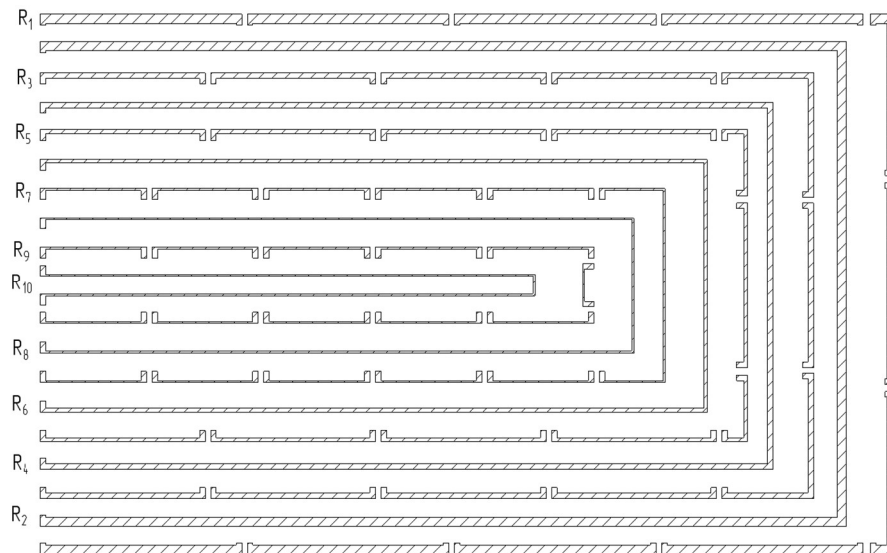


Рисунок 1. Топология контактных групп.

Топология содержит коммутационные дорожки попарно одинаковой ширины и разной длины. Ширина каждой пары дорожек была оптимизирована и выбрана индивидуально: для дорожек 1-2, для дорожек 3-4, для дорожек 5-6, для дорожек 7-8 и для дорожек 9-10.

Программа исследования временной стабильности переходных сопротивлений тонкопленочных контактов с резистивным слоем из сплава Х20Н75Ю, реализованных на тестовых образцах с представленной топологией коммутационных дорожек, включала следующую последовательность этапов: первоначальный замер сопротивления коммутационных дорожек в нормальных условиях; последующее воздействие повышенных температур в течение 150 часов с промежуточными измерениями сопротивления; заключительное измерение сопротивления коммутационных дорожек в нормальных условиях.

Оценка результатов исследования проводилась по относительному изменению величины сопротивления коммутационных дорожек после температурного воздействия для каждой дорожки по формуле 1:

$$\frac{\Delta R_k}{R_k} = \frac{R'_k - R_k}{R_k} \cdot 100\% \quad (1)$$

где R'_k – величина сопротивления коммутационных дорожек после воздействия температуры; R_k – величина сопротивления коммутационных дорожек до воздействия температуры.

Результаты испытаний выбранных сочетаний пар контактной группы при воздействии температуры 250°C и 300°C представлены на 2 и 3 рисунке.

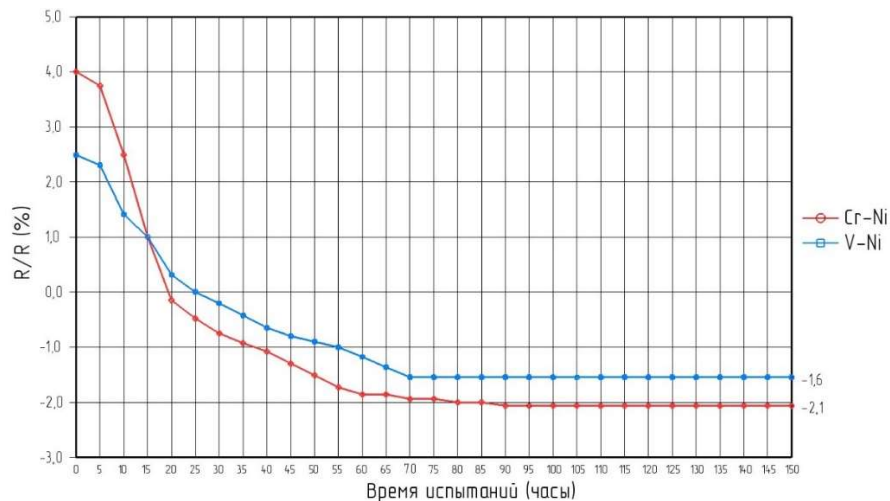


Рисунок 2. Относительные изменения переходного сопротивления контактов Cr-Ni и V-Ni за 150 часов температурных испытаний, при $t = 250^\circ\text{C}$.

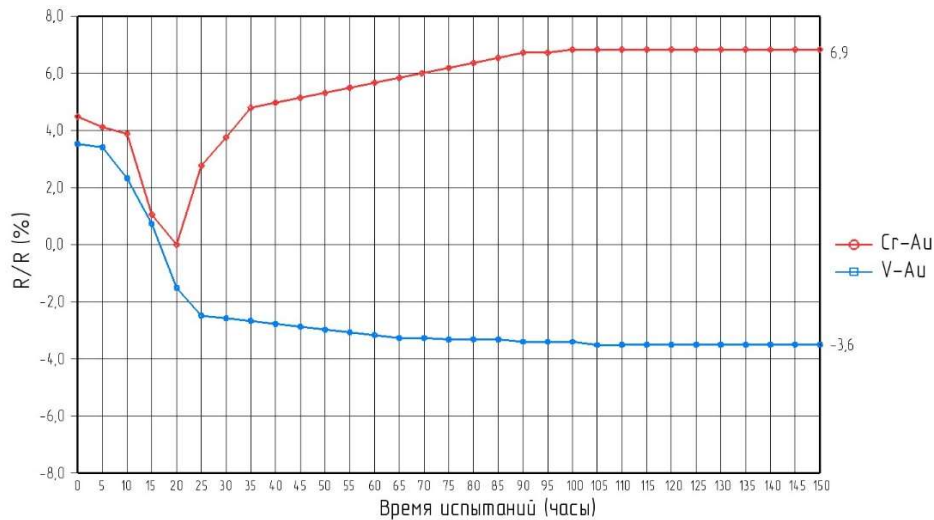


Рисунок 3. Относительные изменения переходного сопротивления контактов Cr-Au и V-Au за 150 часов температурных испытаний, при $t = 300^{\circ}\text{C}$.

Анализ полученных экспериментальных данных свидетельствует о том, что в исследованном диапазоне рабочих температур только структуры контактной группы, включающие адгезионный подслоу из ванадия, демонстрируют минимальное изменение переходного сопротивления контакта с резистивным слоем, выполненным из сплава X20H75Ю. В частности, при температурах 250°C и 300°C наблюдается стабилизация переходного сопротивления контакта с ванадиевым подслоем приблизительно через 70 часов термовыдержки. Данный эффект обусловлен достижением термодинамического равновесия в зоне перехода, что приводит к прекращению интенсивных диффузионных процессов. Контактная пара с подслоем хрома (структура Cr-Ni) стабилизируется при температуре 250°C приблизительно через 90 часов, однако характеризуется существенно большим изменением переходного сопротивления. В свою очередь, контактная пара хром-золото при температуре 300°C демонстрирует стабилизацию примерно через 90 часов, но при этом наблюдаются признаки деградации, проявляющиеся в виде локальных зон отслоения пленки золота.

Обобщая результаты проведенных исследований, можно заключить, что для тензорезистивных слоев, изготовленных из сплава X20H75Ю, наиболее перспективными являются контактные структуры, использующие ванадий в качестве адгезионного подслоя. При этом, для рабочих температур, не превышающих 250°C , рекомендуется применять структуру ванадий-никель, в то время как для температур, находящихся в диапазоне от 250°C до 350°C , целесообразно использование структуры ванадий-золото.

Следует отметить, что для структур с адгезионными подслоями из ванадия и хрома интенсивность изменения переходного сопротивления коррелирует с толщиной слоев. В частности, для контактной структуры ванадий-золото минимальные изменения переходного сопротивления достигаются при удельном поверхностном сопротивлении ванадиевого подслоя, составляющем $\rho_s = 250 \text{ Ом}/\square$, и толщине золотого слоя в диапазоне от 0,7 до 1,0 мкм. Данный эффект может быть объяснен тем, что увеличение толщины пленок приводит к интенсификации и увеличению продолжительности объемных диффузионных процессов между подслоем и слоем золота.

Заключение

Установлено, что интенсивность изменения сопротивлений переходных контактов зависит от толщины адгезионного подслоя и материала контакта. Минимальные изменения сопротивлений переходных контактов со структурой ванадий – золото обеспечиваются при

поверхностном сопротивлении пленки ванадия $\rho_s=250 \text{ Ом}/\square$ и толщине пленки золота 0,7 - 1,0 мкм. При этом, разработанная тонкопленочная структура контакта на основе ванадий-золото позволяет расширить температурный диапазон работы датчика до 350°C.

Список использованных источников

- [1] Гридчин В.А., Драгунов В.П. Физика микросистем: Учебное пособие. В 2 ч. Ч. 1. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2004. – 416 с.
- [2] А.В. Афанасьев, В.А. Ильин, А.В. Корляков, А.О. Лебедев, В.В. Лучинин, Ю.М. Таиров. В сб.: Физика и Технология микро- и наносистем / Под ред. В.В. Лучинина и В.В. Малиновского. Русская коллекция, СПб. (2011). С. 50.
- [3] Макаrchук М.В., Королев А.П. Физика тонких пленок: Конспект лекций. — Тамбов: Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2013. — 44 с.
- [4] Лугин, А. Н. О нормировании температурного коэффициента сопротивления тонкопленочных резисторов высокой точности / А. Н. Лугин // Труды международного симпозиума "Надежность и качество". – 2007. – Т. 2. – С. 75-76.
- [5] Лугин, А. Н. Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов: монография / А. Н. Лугин; А. Н. Лугин. – Пенза: ИИЦ ПГУ, 2008. – 287 с.

Влияние термоэлектронной эмиссии горячей мишени на ВАХ магнетрона

В И Шаповалов, Д С Шарковский

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. Целью данной работы является изучение влияния термоэлектронной эмиссии горячей мишени сбалансированного магнетрона на его вольтамперную характеристику (ВАХ). При исследовании использованы результаты измерения ВАХ сбалансированного магнетрона диаметром 130 мм с горячей титановой мишенью, распыляемой в инертной среде. Установлено, что независимо от давления рабочего газа ВАХ содержит максимум, обусловленный переходом разряда в дуговую стадию. Для моделирования эмиссионного процесса использована дифференциальная методика. Численные оценки температуры мишени выполнены с помощью пакета COMSOL Multiphysics. Показана высокая эффективность дифференциальной методики.

Ключевые слова: магнетрон, горячая мишень, титан, вольтамперная характеристика, термоэлектронная эмиссия, тлеющий разряд, дуговой разряд

Введение

Магнетронное распыление многие десятилетия эффективно используют для осаждения пленок [1]–[5]. Его исследования начались в 1960-х годах прошлого века [6]–[9]. Развитие этого метода породило несколько разновидностей, отличающихся конструкцией и питающим напряжением [4], [5], [10]–[13]. Одним из направлений развития являются магнетроны с горячей мишенью [14]–[17]. Температура поверхности мишени магнетрона, охлаждаемой проточной водой не превышает 500–600 °С [18]. Магнетрон с горячей мишенью содержит распыляемый узел (рис. 1), в котором температура мишени 2 толщиной 1–3 мм может быть доведена вплоть до точки плавления [19]–[26].

Вольтамперная характеристика (ВАХ) магнетрона с холодной металлической мишенью, работающем в среде инертного газа на постоянном токе, незначительно отклоняется от прямой пропорциональности [27]. ВАХ магнетрона с горячей мишенью имеет максимум [28]. Причиной его появления, является значимая термоэлектронная эмиссия мишени [28]. Изучение этого эффекта затруднено неравномерностью нагрева поверхности мишени, которое описывают латеральным (вдоль поверхности) распределением. Это распределение нужно учесть при изучении эмиссионной способности нагретой мишени.

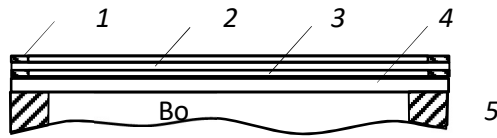


Рисунок 1. Схематическое изображение распыляемого узла магнетрона с горячей мишенью: 1 – прижимное кольцо; 2 – внешняя пластина (мишень); 3 – промежуточное кольцо; 4 – внутренняя пластина (холодильник); 5 – корпус.

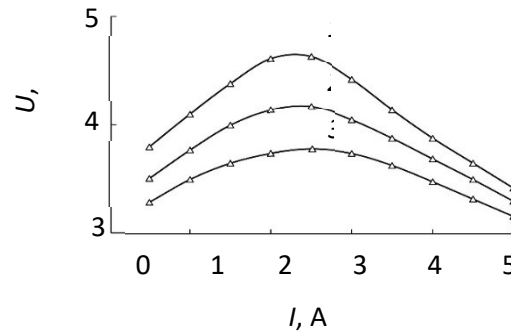


Рисунок 2. ВАХ (а) магнетрона с горячей титановой мишенью при давлении аргона (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0.

Целью данной работы является изучение влияния термоэлектронной эмиссии на ВАХ магнетрона с горячей мишенью, латеральное распределение температуры поверхности которой неравномерно. В работе использованы результаты измерений ВАХ сбалансированного магнетрона диаметром 130 мм с горячей титановой мишенью, распыляемой в инертной среде. Моделирование теплового процесса на мишени выполнено с помощью пакета COMSOL Multiphysics.

Эксперименты

Измерение ВАХ магнетрона с горячей титановой мишенью выполнены в высоковакуумной системе, имеющей камеру объемом 0.076 м³, паромасляный диффузионный и пластинчатороторный механический насосы с номинальной быстротой действия 0.3 м³/с и 0.005 м³/с, соответственно. Остаточное давление в ней не превышало $5 \cdot 10^{-2}$ мТорр. Исследования ВАХ выполнены в диапазоне токов 0.5-5.0 А при давлении аргона 2-6 мТорр. При этом на магнетрон устанавливали распыляемый узел, содержащий внешнюю титановую пластину толщиной 1 мм, охлаждаемая через зазор 1 мм от внутренней холодной медной пластины толщиной 4 мм, (рисунок 1).

На рисунке 2 показаны ВАХ магнетрона, содержащие максимумы. Как было показано ранее с помощью интегральной методики, о которой речь пойдет далее, причиной появления максимумов в ВАХ горячих мишеней при токе разряда более 2.0 А является возрастание тока термоэлектронной эмиссии до значимого уровня [28], [29]. При вычислениях нами была использована известная формула Ричардсона-Дэшмана, ток эмиссии I_3 (в А):

$$I_3(T_M) = AFT_M^2 \exp\left(-\frac{e\phi_M}{kT_M}\right), \quad (1)$$

где $A \approx 120 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{К}^{-2}$ – постоянная; F – площадь участка мишени, создающего эмиссионный ток, см²; T_M – температура мишени, К; $e = 1.6 \times 10^{-19}$ Кл – заряд электрона; ϕ_M – работа выхода электронов для материала мишени, эВ; $k = 1.38 \times 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана.

Величина (1) вносит вклад в ток разряда магнетрона I :

$$I = I_{\text{и}} + I_{\text{из}} + I_3 = (1 + \gamma)I_{\text{и}} + I_3, \quad (2)$$

где $I_{\text{и}}$ – ионный ток; $I_{\text{из}}$ – ток ионно-электронной эмиссии; γ – коэффициент ионно-электронной эмиссии. Выразим из (2) ток ионно-электронной эмиссии $I_{\text{из}}$ с учетом равенства $I_{\text{из}} = \gamma I_{\text{и}}$ можно выразить в виде:

$$I_{\text{из}} = \frac{\gamma(I - I_3)}{1 + \gamma}. \quad (3)$$

В качестве критерия значимости тока термоэлектронной эмиссии на разряд в [28] было

принято относительное изменение тока, в котором при преобразовании учтено выражение (3):

$$\alpha = \frac{I_{из} + I_э}{I_{из}} = \frac{\gamma I + I_э}{\gamma(I - I_э)}. \quad (4)$$

Модель теплового процесса в распыляемом узле

Измерение ВАХ выполняют при стационарном режиме работы магнетрона. Очевидно, что в этом случае температура поверхности мишени неизменна. Но мишень не может быть нагрета равномерно из-за особенностей формирования ионного тока в магнетроне. Для определения латерального распределения температуры поверхности горячей мишени $T_m(x, y)$ было решено нестационарное одномерное уравнение Фурье

$$a^2 \Delta T_m(x, y) = 0, \quad (5)$$

где x и y – координаты на поверхности мишени; a – коэффициент ее температуропроводности, m^2/s . Геометрическая модель узла на рис. 1, составленная в пакете, и граничные условия для уравнения (5) ничем не отличаются от приведенных в [30]. Поэтому перейдем далее к анализу результатов решения уравнения (5), выполненного при мощности разряда в диапазоне 400-1200 Вт с использованием данных из работы [30].

Установлено, что распределение $T_m(x, y)$ является криволинейной поверхностью с радиальной симметрией. Оно имеет глобальный максимум, лежащий на окружности с радиусом 14 мм, расположенной вне кольцевой распыляемой области мишени ближе к ее центру. Значения максимальной температуры изменяются примерно от 1500 до 2000 К при увеличении мощности разряда от 400 до 1200 Вт. В центре мишени температура ниже примерно на 20%.

В соответствие с формулой (1) ток термоэлектронной эмиссии нелинейно зависит от температуры. Основной сложностью его определения является нелинейность $T_m(x, y)$. Рассмотрим методику определения тока эмиссии, которая была использована нами при анализе тепловых процессов на подложке и названа дифференциальной [31]. В этой методике функция $T_m(x, y)$ была аппроксимирована с помощью ступенчатой зависимости (рис. 3). Фактически мишень была представлена в виде совокупности из N концентрических фигур. В центре при $x = 0$ и $y = 0$ расположен диск с радиусом r_1 . Все последующие $N-1$ фигур имеют форму концентрического кольца с внутренним и внешним радиусами r_i и r_{i+1} при $i = 1, 2, \dots, N-1$, соответственно. Изучение этой модели удобнее рассматривать в цилиндрической системе координат, представив распределение $T_m(x, y)$ в виде $T_m(r)$, где координаты x и y на поверхности мишени заменены радиусом вектором $r = \sqrt{x^2 + y^2}$.

Основное допущение состоит в том, что латеральное распределение температуры $T_m(r)$ каждой i -й фигуры равномерно и имеет интенсивность T_i , равную:

$$T_0 = \frac{T_m(0) + T_m(r_1)}{2} T_m(0); T_i = \frac{T_m(r_{i+1}) + T_m(r_i)}{2}, i = 1, 2, \dots, N-1, \quad (6)$$

где $T_m(0)$ – значение температуры в центре мишени; $T(r_{i+1})$ и $T(r_i)$ – значения температуры на границах фигуры.

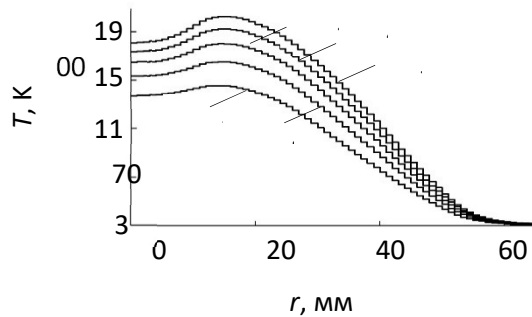


Рисунок 3. Ступенчатая аппроксимация латеральных распределений при мощности разряда (Вт) 1 – 400; 2 – 600; 3 – 800; 4 – 1000; 5 – 1200.

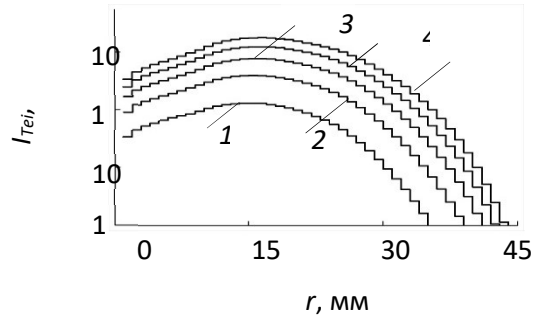


Рисунок 4. Основная часть распределения тока термоэлектронной эмиссии в плоскости мишени при мощности разряда (Вт) 1 – 400; 2 – 600; 3 – 800; 4 – 1000; 5 – 1200.

Результаты ступенчатой аппроксимации распределений $T_m(r)$ с учетом (5) приведен на рис. 3. Аппроксимация выполнена с равномерным шагом 1 мм, что обеспечило относительную погрешность менее 2 %. Каждый i -й фрагмент мишени имеет площадь F_i $i = 0, 1, 2, \dots, N-1$ ($i = 0$ соответствует центральному кругу). Эта величина по направлению от центра ($i = 0$) к краю ($i = 65$) изменяется пропорционально величине i , так, что разность площадей двух соседних колец $\Delta F = F_{i+1} - F_i$ ($i = 1, \dots, 65$) постоянна и равна $0.02\pi \text{ м}^2$.

Кривые, показанные на рис. 3, были использованы для вычисления тока термоэлектронной эмиссии для каждого i -го фрагмента модели. Вычисления были выполнены по преобразованной формуле (1):

$$I_{эi} = AF_i T_i^2 \exp\left(-\frac{e\varphi_m}{kT_i}\right). \quad (7)$$

Результаты применения выражения (7) даны на рис. 4, который отражает распределение тока только на части мишени. Периферийные области (при $r > 45 \text{ мм}$) нагреты слабо и дают мало значимый вклад в эмиссию тока. Конечным результатом предложенной методики является суммарный ток эмиссии:

$$I_э = \sum_{i=0}^{N-1} I_{эi}. \quad (8)$$

Изучение зависимости тока (8) от мощности разряда $I_э(P)$ показало, что около 99% этого тока эмиттирует центральная область пластины, имеющая диаметр 48 мм, которая занимает около 14% ее общей площади. Используем (8) для анализа влияния термоэлектронной эмиссии на ВАХ разряда магнетрона с горячей титановой мишенью в инертной среде. Напомним, что при экспериментальном изучении разряда магнетрона в качестве независимых переменных нами использованы ток разряда I и давление аргона p (см. рисунок 2). Установим связь результатов моделирования с реальным экспериментом. При моделировании независимой переменной служила мощность разряда P . Зависимость $I_э(P)$ с помощью рисунка 1 была преобразована в зависимости $I_э(I, p)$.

На рис. 6 приведены полученные зависимости. Из рис. 6 видно, что ток эмиссии внешней пластины может достигать значения около 1 А при токе разряда 5 А. Однако нас интересует область максимумов ВАХ, анализ которой выполним по относительному изменению тока (4), при значении $\gamma = 0.127$, характерном для титана [28]. Рис. 6 содержит результаты вычислений этой величины, где штриховым прямоугольником выделена область максимумов ВАХ, показанных на рисунке 1. Как видно из рисунка 6, в области токов разряда (2.0–3.0) А ток термоэлектронной эмиссии нагретой пластины достигает значений порядка 10 % тока ионно-электронной эмиссии, что можно считать значимой величиной, инициирующей переход разряда в дуговую стадию. Из рисунка 6 видно, что при увеличении давления положение

максимума смещается вправо. Этот эффект очевидно связан с уменьшением температуры пластины из-за снижения мощности разряда.

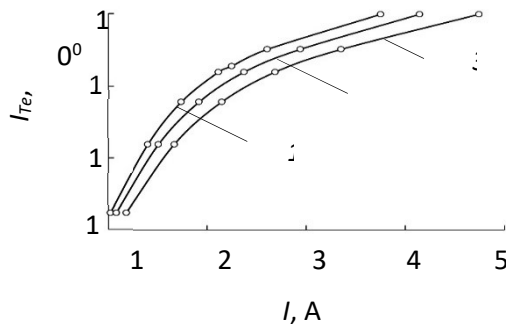


Рисунок 5 10. Зависимость от тока разряда суммарного тока эмиссии горячей мишени диаметром 130 мм при давлении аргона (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0.

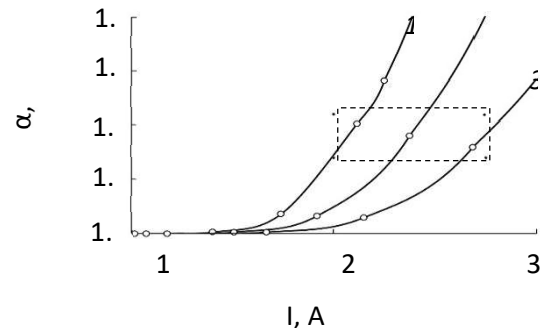


Рисунок 6 11. Влияние тока разряда на относительную долю тока термоэлектронной эмиссии горячей титановой мишени при давлении аргона (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0.

Выводы

Целью данной работы было изучение влияния термоэлектронной эмиссии горячей мишени сбалансированного магнетрона на его вольтамперную характеристику (ВАХ). Для магнетрона диаметром 130 мм с горячей титановой мишенью, распыляемой в инертной среде, экспериментально установлено, что независимо от давления рабочего газа при увеличении тока возникает переход разряда в дуговую стадию. Причиной этого эффекта является возрастание термоэлектронной эмиссии до значимого уровня. Для моделирования эмиссионного процесса использована дифференциальная методика, основанная на известном латеральном распределении температуры поверхности мишени. Вычисления в работе выполнены с помощью модуля «Теплопередача» пакета COMSOL Multiphysics. Характерно, что около 99% тока эмиссии создает центральная область пластины, имеющая диаметр 48 мм, которая занимает около 14% ее общей площади. Полученные результаты могут найти практическое применение при разработке технологии осаждения пленок металлов и их сплавов

Список использованных источников

- [1] Комлев А А, Лапшин А Е, Магдысюк О В и др. 2010 *Письма в ЖТФ* **36** 29-34.
- [2] Шаповалов В И, Лапшин А Е, Арсентьев М Ю и др. 2013 *ЖТФ* **83** 73-83.
- [3] Шаповалов В И, Лапшин А Е., Комлев А А *Письма ЖТФ* 2012 **38** 8-16.
- [4] Zhang L, Liu H, Chen H et al. 2025 *Phys. B: Condens. Matter* **697** 416726
- [5] Liu Y, Ai X, Huang J, Wang T, Chen G and He Z 2024 *Vacuum* **219** 112744
- [6] Kay E 1963 *J. Appl. Phys.* **34** 760–8
- [7] Mullaly J. R. 1969, RFP 1310, OSTI 4735036,.
- [8] Gill W D, Kay E *Rev. Sci. Instrum.* **36** 277–82
- [9] Wasa K, Hayakawa S 1969 *Rev. Sci. Instrum.* **40** 693–7
- [10] Zhang C, Guo Y, Yang Z et al. 2025 *Thin Solid Films* **809** 140595
- [11] Shayapov V R, Bogoslovitseva A L, Chepkasov et al. 2025 *Solid-State Commun* **397** 115821
- [12] Bobzin K, Kalscheuer C, Möbius M et al. 2025 *Surf. Coat. Technol.* **496** 131639
- [13] Honnali S K, Boyd R, Magnusson R et al 2025 *Surf. Coat. Technol.* **495** 131583.
- [14] Shapovalov V I, Ahmedov H, Kozin A A et al. 2021 *Vacuum* **192** 110421
- [15] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T, Cachoncinlle C A et al 2022 *Vacuum* **197** 110813

- [16] Казиев А В, Колодко Д В, Тумаркин А В и др. 2023 *Изв. вузов. Химия и хим. Технология* **66** 76-81.
- [17] Shapovalov V I 2019 *Tech. Phys.* **64** 926–32
- [18] Ramos C, Jacobo-Mora D S, Cruz J et al 2024 *J. Vac. Sci. Technol. A* **42** 033002
- [19] Billard A, Merces D, Perry F et al 1999 *Surf. Coat. Technol.* **116–119** 721–6
- [20] Musil J, Satava V, Baroch P 2010 *Thin Solid Films* **519** 775–7
- [21] Tesař J, Martan J, Rezek J 2011 *Surf. Coat. Technol.* **206** 1155–9
- [22] Lapshin A E, Levitskii V S, Shapovalov V I et al 2016 *Glass Phys Chem* **42** 359–62
- [23] Bondarenko A, Kolomiytsev A, Shapovalov V 2016 *J. Phys.: Conf. Ser.* **729** 012006
- [24] Shapovalov V I, Karzin V V, Bondarenko A S 2017 *Phys. Lett. A* **381** 472–5
- [25] Shapovalov V I, Minzhulina E A 2019 *Vacuum* **161** 324–7
- [26] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T, Cachoncinlle C I et al. 2020 *Vacuum* **181** 109734
- [27] Rossnagel S M and Kaufman H R 1988 *J. Vac. Sci. Technol. A: Vac. Surf. Films* **6** 223–9
- [28] Shapovalov V I, Zav'yalov A V and Meleshko A A 2021 *Surf. Coat. Technol* **417** 127189
- [29] Kozin A A and Shapovalov V I 2019 *Surf. Coat. Technol* **359** 451–8
- [30] Shapovalov V I, Minzhulina E A, Smirnov V V 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **387** 012069.
- [31] Shapovalov V I, Sharkovskii D S 2024 *Materials* **17** 3599.

Исследование влияния режимов синтеза на стабильность тонкопленочных тензорезисторов

В Д Зуев¹, А А Рыжов¹, М Д Новичков¹, Д В Агафонов¹, А Э Шепелева¹, В А Антонов¹, А А Горбунцов¹, А А Хижняк²

¹ АО «Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов», г. Пенза, Россия

² ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», г. Пенза, Россия

E-mail: dmitryagafonov@list.ru

Аннотация. Результаты экспериментальных исследований показали, что для формирования тензорезистивных плёнок на основе сплава Х20Н75Ю предпочтительным является метод магнетронного распыления. Данная технология обеспечивает высокую воспроизводимость состава резистивных слоёв в различных технологических циклах и позволяет достичь значений температурного коэффициента сопротивления (ТКС), приближенных к значениям ТКС массивного сплава Х20Н75Ю. Альтернативно, электронно-лучевое напыление сплава Х20Н75Ю также демонстрирует стабильность компонентного состава, однако, в отличие от магнетронного метода, характеризуется формированием резистивных слоёв с отрицательным значением ТКС.

Введение

Современные тенденции развития техники характеризуются экспоненциальным ростом числа датчиков давления, используемых в самых разнообразных областях, от автомобильной промышленности и аэрокосмической техники до медицинского оборудования и бытовой электроники [1]. Точность и надежность этих датчиков напрямую зависят от стабильности их ключевых компонентов, среди которых резистивные элементы играют критическую роль [2]. В частности, дрейф параметров резисторов, вызванный изменением температуры или другими внешними воздействиями, приводит к значительным погрешностям измерений и, как следствие, к снижению эффективности и безопасности функционирования систем, использующих датчики давления [3]. В связи с этим, разработка и производство высокостабильных резисторов, способных сохранять свои характеристики в широком диапазоне условий эксплуатации, является актуальной и важной задачей, определяющей прогресс в области сенсорных технологий [4].

Поскольку стабильность резистивного элемента напрямую зависит от технологии его изготовления, необходимо провести исследование влияния различных методов получения тонких пленок на электрофизические характеристики резистивного слоя для выбранных перспективных тензорезистивных сплавов, чтобы на их основе разработать технологический процесс формирования тонкопленочных резисторов с улучшенными параметрами [5].

1. Экспериментальная часть

В качестве методов формирования тонких плёнок тензорезистивного сплава Х20Н75Ю, подлежащих исследованию, были выбраны: термическое резистивное напыление, магнетронное напыление и электронно-лучевое напыление.

Технология термического напыления тензорезистивного сплава Х20Н75Ю в рамках данного исследования была реализована посредством метода резистивного испарения "взрывом" с вольфрамового испарителя, осуществляемого в вакуумной установке УВН 71П-3.

Экспериментальные работы были сфокусированы на оценке воспроизводимости стехиометрии формируемых тонкоплёночных структур, для чего в качестве подложек использовались монокристаллические кремниевые пластины.

Для определения профиля распределения элементов, входящих в состав сплава X20H75Ю, по толщине тонкой плёнки, использовались методы электронной спектроскопии (электронный спектрометр JAMP-10C в режиме анализатора) и растровой электронной микроскопии. Результаты проведённого анализа химического состава тонких плёнок X20H75Ю, полученных с использованием различных методов – термического "взрывного" испарения, магнетронного распыления и электронно-лучевого испарения, – сведены в таблицу 1.

Таблица 1. Распределение компонентов сплава X20H75Ю в тонкой пленке, сформированной разными технологиями

Метод напыления	Номер образца	Среднее содержание основных компонентов сплава, %			Толщина пленки, нм	ТКС, $1 \cdot 10^{-5}$, $1/^\circ\text{C}$
		Хром	Никель	Алюминий		
Термическое испарение в вакууме	1	33,4	64,8	1,8	70	+(2,0÷4,0)
	2	33,1	64,7	2,2	70	
	Среднее	33,25	64,75	2,0	-	
	3	34,1	63,9	2,0	130	
	4	33,4	64,5	2,1	130	
	Среднее	33,75	64,2	2,05	-	
Магнетронное распыление	5	21,1	72,5	3,3	130	+(15÷20)
	6	21,8	72,8	3,1	130	
	Среднее	21,45	72,65	3,2	-	
	7	20,8	73,6	3,0	70	
	8	22,2	74,0	3,2	70	
	Среднее	21,5	73,8	3,1	-	
Электронно-лучевое распыление	9	20,8	73,6	3,0	70	-(3,0÷5,0)
	10	21,1	73,4	3,2	70	
	Среднее	20,95	73,5	3,1	-	
	11	21,8	72,8	3,2	130	
	12	21,6	72,6	3,3	130	
	Среднее	21,7	72,7	3,25	-	

Анализ данных, представленных в таблице 1, выявил существенную неоднородность распределения основных элементов в объеме тонких плёнок сплава X20H75Ю, сформированных методом термического "взрывного" испарения. Данная неоднородность воспроизводится от одного технологического цикла к другому. В частности, для всех образцов, полученных этим методом, характерно наличие приповерхностных слоев толщиной 6,0 - 7,0 нм, обогащённых алюминием, при отсутствии данного элемента в объеме плёнки. Подобное распределение алюминия обусловлено особенностями последовательности испарения компонентов сплава с вольфрамового испарителя. Алюминий, обладая высокой растворимостью в приповерхностном слое расплавленного вольфрама, накапливается там и "ожидает" завершения испарения хрома и никеля, чтобы в финале процесса напыления

сформировать верхний слой плёнки. Распределение компонентов сплава X20H75Ю, полученного методом термического "взрывного" испарения, наглядно представлено на рисунке 1. Анализ профиля распределения элементов демонстрирует смещение пика концентрации хрома к подложке, а пика концентрации никеля – к поверхности плёнки, что подтверждает факт значительного фракционирования сплава X20H75Ю при использовании данной технологии напыления.

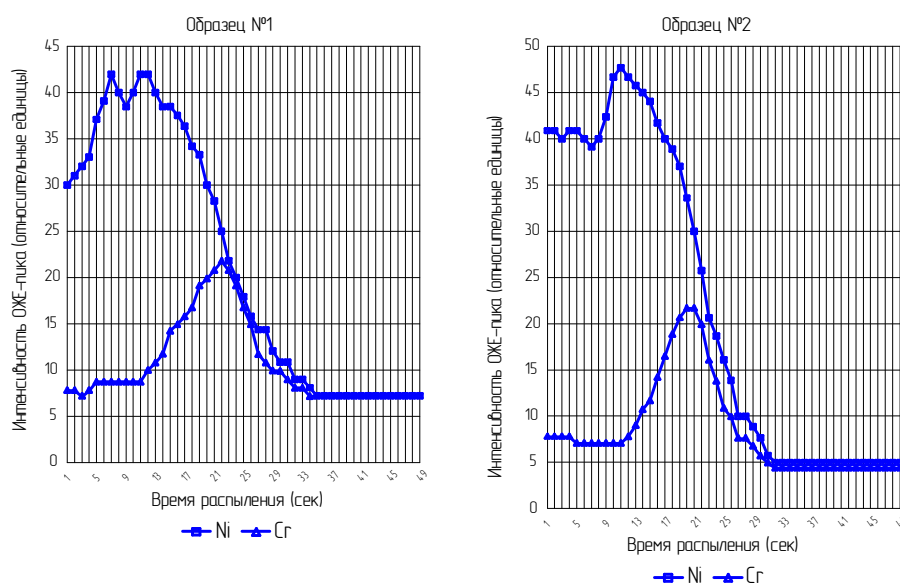


Рисунок 1. Профили распределения компонентов сплава X20H75Ю по действующей технологии.

Следует отметить, что в исследуемой технологии скорость напыления сплава X20H75Ю демонстрирует значительную вариативность от процесса к процессу, что было зафиксировано с использованием измерителя толщины тонких плёнок FTM-7. Данный эффект обусловлен влиянием субъективных факторов, в частности, зависимостью от действий оператора, осуществляющего контроль за процессом напыления.

Несмотря на указанные недостатки существующей технологии напыления тензорезистивного сплава X20H75Ю, тонкопленочные ТР характеризуются устойчивым воспроизведением величины их ТКС (αR) в диапазоне температур от -60 до $+150$ °С, который составляет $\alpha R = + (2,0 \div 4,0) \cdot 10^{-5} 1/^\circ\text{C}$.

С целью оценки воспроизводимости стехиометрического состава тонких плёнок, была исследована технология магнетронного распыления сплава X20H75Ю с использованием модернизированной установки магнетронного напыления HC-PVD.

Результаты анализа распределения основных компонентов в тонких плёнках (образцы №№ 5 ÷ 6), сформированных методом магнетронного распыления сплава X20H75Ю, представлены в таблице 1. Сравнение данных свидетельствует о значительно более высокой степени однородности распределения компонентов сплава по глубине плёнки, а также о лучшей воспроизводимости от одного технологического цикла к другому для образцов №№ 5 ÷ 6 по сравнению с образцами №№ 1 ÷ 2. Профиль распределения компонентов, полученный для тонкой плёнки X20H75Ю, нанесённой методом магнетронного распыления (рисунок 2), подтверждает вывод о ничтожном фракционировании сплава сложного состава при использовании данной технологии. Данный эффект обусловлен физическими принципами переноса материала с катода-мишени на подложку, которые заключаются в равномерном распылении вещества ионами аргона по поверхности мишени в зоне эрозии.

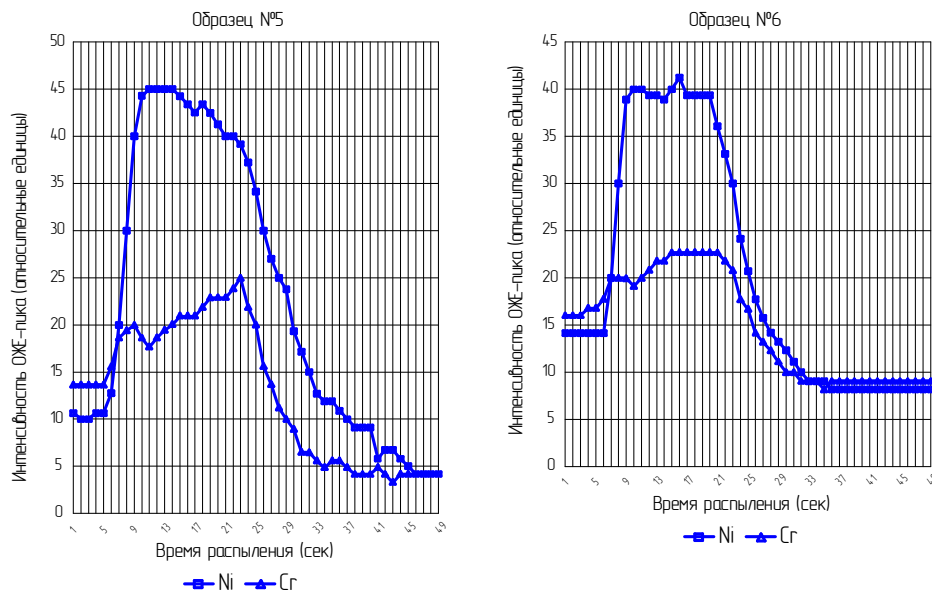


Рисунок 2. Профили распределения компонентов сплава X20H75Ю при магнетронном распылении.

Таким образом, метод магнетронного распыления позволяет получать пленки из многокомпонентных сплавов, полностью воспроизводящие по составу компоненты исходный материал катода – мишени. ТКС тонкопленочных ТР с резистивным слоем, сформированным методом магнетронного распыления мишени из сплава X20H75Ю в диапазоне температур - 60 ÷ + 150 °С составляет $\approx (1,5 - 2,0) \cdot 10^{-4} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ и практически соответствует значению для исходного материала.

Исследования характеристик тонкопленочных ТР, сформированных из сплава X20H75Ю электронно-лучевым напылением на установке „Auto - 306”, показали интересную особенность. Так ТКС таких резисторов, полученных этим методом, оказался в отличие от методов термического „взрывного” испарения и магнетронного распыления стабильно отрицательным величиной $\alpha_R \approx - (3,0 - 5,0) \cdot 10^{-5} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ (см. рисунок 3).

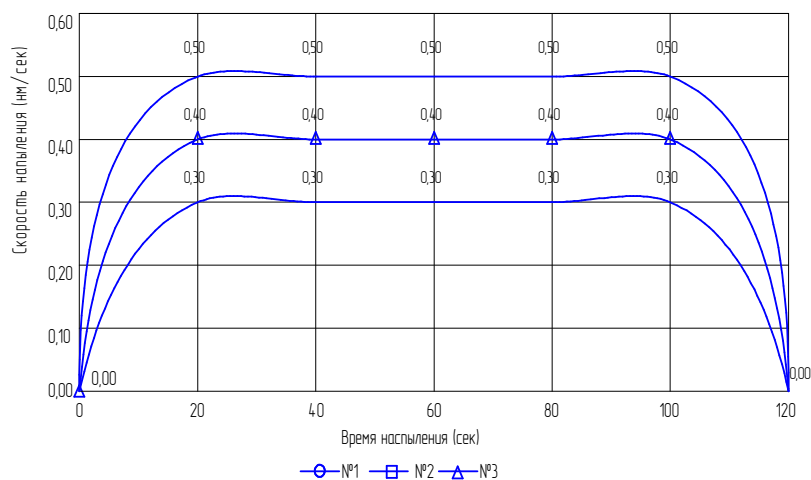


Рисунок 3. Изменение скорости осаждения пленки на установке «Auto – 306».

Результаты исследования влияния технологии напыления сплава Х20Н75Ю на электрофизические свойства тонких пленок подтверждают предположение, что из одного и того же сплава свойства пленок могут меняться в широких пределах за счет изменения соотношения объема и поверхности. В данном случае изменение соотношения объема и поверхности происходит за счет изменения структуры и свойств границ раздела между ионночастицами или зернами в тонкой пленке, полученной различными методами.

Заключение

Исследование влияния технологии напыления сплава Х20Н75Ю на параметры тонкопленочного резистора (ТР) выявило следующее: технология термического "взрывного" напыления демонстрирует неоднородное распределение компонентов и нестабильную скорость напыления. Магнетронный метод обеспечивает высокую воспроизводимость стехиометрического состава плёнок из многокомпонентных сплавов. Электронно-лучевой метод также обеспечивает однородность состава, но избыток хрома приводит к отрицательному ТКС, в отличие от термического и магнетронного методов.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, проект «Синтез и исследование перспективных наноматериалов, покрытий и устройств электроники» (№ 124041700069-0).

Список использованных источников

- [1] Лугин А.Н. Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов // Монография. – 2009. – 287 С.
- [2] А.В. Афанасьев, В.А. Ильин, А.В. Корляков, А.О. Лебедев, В.В. Лучинин, Ю.М. Таиров. В сб.: Физика и Технология микро- и наносистем / Под ред. В.В. Лучинина и В.В. Малиновского. Русская коллекция, СПб. (2011). С. 50.
- [3] Корж, И. А. Тонкопленочные резисторы с повышенной рассеиваемой мощностью / И. А. Корж, К. В. Николаенко, А. Н. Кузнецов // Техника радиосвязи. – 2018. – № 2(37). – С. 55-63.
- [4] Лучинин В.В. Микросистемная техника. Направления и тенденции развития // Научное приборостроение РАН. – 1999. – № 1. – С. 3–18.
- [5] Клокова Н.П. Тензорезисторы / Н.П. Клокова. – М.: Машиностроение, 1990. – 222с.

Подписано в печать 23.05.25. Формат 60×84 1/8.
Бумага офсетная. Печать цифровая. Печ. л. 49,75.
Тираж 250 экз. Заказ 73.

Отпечатано с готового оригинал-макета.
Издательство СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
197022, С.-Петербург, ул. Проф. Попова, 5Ф